



**T.C.
BURSA TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ**

**ELEKTROMANYETİK KALKANLAMA ÖZELLİĞİNE SAHİP
TERMOPLASTİK KOMPOZİTLERİN ÜRETİLMESİ**

DOKTORA TEZİ

Ayşe SEZER HİÇYILMAZ

Polimer Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Polimer Malzeme Mühendisliği Doktora Programı

TEMMUZ 2023

T.C.
BURSA TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

ELEKTROMANYETİK KALKANLAMA ÖZELLİĞİNE SAHİP
TERMOPLASTİK KOMPOZİTLERİN ÜRETİLMESİ

DOKTORA TEZİ

Ayşe SEZER HİÇYILMAZ
(172081001)

Polimer Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Polimer Malzeme Mühendisliği Doktora Programı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Ayşe BEDELOĞLU

TEMMUZ 2023



20.04.2016 tarihli Resmi Gazete’de yayımlanan Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliğinin 9/2 ve 22/2 maddeleri gereğince; Bu Lisansüstü teze, Bursa Teknik Üniversitesi’nin abonesi olduğu intihal yazılım programı kullanılarak Lisansüstü Eğitim Enstitüsü’nün belirlemiş olduğu ölçütlere uygun rapor alınmıştır.

Bu tez, Bursa Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğünün 210D001 numaralı projesi ile desteklenmiştir.

İNTİHAL BEYANI

Bu tezde görsel, işitsel ve yazılı biçimde sunulan tüm bilgi ve sonuçların akademik ve etik kurallara uyularak tarafımdan elde edildiğini, tez içinde yer alan ancak bu çalışmaya özgü olmayan tüm sonuç ve bilgileri tezde kaynak göstererek belgelediğimi, aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul ettiğimi beyan ederim.

Öğrencinin Adı Soyadı: Ayşe SEZER HİÇYILMAZ

İmzası:

X

ÖNSÖZ

Tez çalışmamda desteğini esirgemeyen, bilgi birikimini, tecrübesini ve değerli zamanını paylaşan kıymetli hocam, tez danışmanım Sayın Prof. Dr. Ayşe BEDELOĞLU'na gönülden teşekkürlerimi sunarım.

Tez izleme komitesindeki hocalarım Sayın Prof. Dr. Hasan Basri KOÇER ve Sayın Doç Dr. Mehmet Barış TABAKÇIOĞLU'na değerli yorum ve katkılarından dolayı teşekkür ederim.

Tezim için üretimlerim sırasında değerli bilgisini, emeğini ve zamanını esirgemeyen Sayın Doç Dr. Ömer Yunus GÜMÜŞ hocama ve elektromanyetik kalkanlama testlerinde desteği ve değerli katkıları için Sayın Prof. Dr. Selçuk PAKER'e teşekkürlerimi sunarım.

Tezim için üretimlerimde zamanını ve emeğini esirgemeyen arkadaşım Arş. Gör. Ayten Nur YÜKSEL YILMAZ ve ihtiyacım olduğunda yardımlarını esirgemeyen Arş. Gör. Ömer Faruk ÜNSAL, Dr. İsmail BORAZAN'a, Kübra BOZKURT, ve birlikte tez teslim sürecini yürüttüğümüz her türlü sorumda yardımını esirgemeyen arkadaşım Gökçe BORAND'a teşekkür ederim.

Bilgisi ve desteği ile tezimde yardımcı olan Elektrik Teknisyeni Mümin HİÇYILMAZ'a teşekkür ederim.

Tez sürecinde çalışmaya başladığım kurumum TÜBİTAK - BUTAL yöneticilerine, tezim ile ilgili her konuda destekleyen Necdet OGAN ve Dr. Filiz YILDIRIM'a teşekkür ederim.

Tez numunelerimin üretilmesini üstlenen TİSAN A.Ş.'ne ve AR-GE yöneticisi Binnaz COŞKUNKAN'a, İsmail UYSAL'a ve çalışanlarına teşekkür ederim.

YÖK 100/2000 Öncelikli Alanlar Doktora Bursiyerliği ve TÜBİTAK BİDEB 2211/A Doktora Bursiyerliği desteklerinden dolayı YÖK ve TÜBİTAK kurumlarına teşekkürlerimi sunarım.

Hayatım boyunca her anlamda desteklerini ve bana olan güvenlerini hissettiğim ve tez çalışmalarım da yardımlarını esirgemeyen annem Meliha SEZER, babam Gürcan SEZER, kardeşim Ayhan SEZER'e ve ayrıca kuzenim Erkan SEZER'e teşekkür ederim.

Bu zor süreçte hayatımı kolaylaştırmak için elinden geleni yapan, tezimde büyük emeği olan, en büyük destekçim, canım eşim Metin HİÇYILMAZ'a teşekkür ederim.

Temmuz 2023

Ayşe SEZER HİÇYILMAZ
(Kimya Mühendisi)

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ.....	vi
İÇİNDEKİLER	vii
KISALTMALAR	x
SEMBOLLER	xi
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xiii
ŞEKİL LİSTESİ.....	xv
ÖZET.....	xx
SUMMARY	xxii
1. GİRİŞ	1
1.1 Tezin Amacı, Özgün Değeri, Hedefleri	2
1.2 Hipotez	4
1.3 Elektromanyetik Spektrum.....	4
1.4 Elektromanyetik Kalkanlama Mekanizmaları.....	6
1.4.1 Yansıma mekanizması	8
1.4.2 Absorpsiyon mekanizması	8
1.4.3 Çoklu yansıma mekanizması	9
1.4.4 Yüzey derinliğinin elektromanyetik kalkanlama üzerine etkisi.....	10
1.5 Elektromanyetik Kalkanlama Malzemeleri.....	11
1.6 Elektrodepozisyon ile Kaplama.....	12
1.6.1 Elektrodepozisyon - Faraday kanunu.....	13
1.6.2 Elektrodepozisyon ile nikel kaplama	14
1.6.2.1 Elektrodepozisyon ile nikel kaplama reaksiyonları	15
1.6.3 Elektrodepozisyon ile nikel kaplamayı etkileyen faktörler.....	16
1.7 Polimerik Kompozitler	16
1.8 Poli(bütilen tereftalat) (PBT) Özellikleri ve Kullanım Alanları	17
1.9 Termoplastik Kompozit Üretimi	18
1.9.1 Ekstrüzyon ile karışım	19
1.9.2 Enjeksiyon kalıplama	20
1.10 Literatür Araştırması	21
2. MATERYAL VE METOT	34
2.1 Malzemeler	34
2.2 Metotlar	36
2.2.1 Karbon elyaf ön işlem	36
2.2.2 Elektrodepozisyon ile karbon elyafa kaplama	37
2.2.2.1 Elektrodepozisyon çözültisi	37
2.2.2.2 Karbon elyafa nikel kaplama	37
2.2.2.3 Karbon elyafa TiO ₂ - Nikel kaplanması.....	39
2.2.2.4 Elektrodepozisyon çözültisi optimizasyonu	40
2.2.3 Karbon elyafların kesimi.....	41
2.2.4 PBT granüllerinin TiO ₂ ile kaplanması.....	41

2.2.5 Ekstrüzyon ile kompozit granüllerin üretimi	42
2.2.6 Enjeksiyon ile kompozit plakaların üretimi	44
2.3 Karakterizasyon ve Testler	45
2.3.1 Kaplama miktarı tayini.....	45
2.3.2 Kompozitlerdeki katkı miktarı tayini	46
2.3.3 Karbon elyaf uzunluk dağılımı tayini	46
2.3.4 Yoğunluk tayini.....	47
2.3.5 Diferansiyel taramalı kalorimetri analizi (DSC).....	48
2.3.6 Termal gravimetrik analiz (TGA)	48
2.3.7 X-Işını difraktometresi (XRD) ile kristal yapı analizi	49
2.3.8 X-ışını floresansı spektrometresi (XRF) ile element analizi.....	49
2.3.9 Taramalı elektron mikroskopu ile morfolojik analiz	49
2.3.10 Elektriksel direnç ölçümü	50
2.3.11 Çekme dayanımı testi.....	50
2.3.12 Izod darbe dayanımı testi	51
2.3.13 Elektromanyetik kalkanlama (EMK) etkinlik testleri.....	52
3. BULGULAR ve TARTIŞMA.....	54
3.1 Ön İşlemlenmiş Karbon Elyafın Özelliklerinin İncelenmesi.....	54
3.2 Elektrodepozisyon ile Karbon Elyafa Nikel Kaplama Parametrelerinin İncelenmesi.....	54
3.2.1 Uygulanan akımın kaplama miktarı üzerine etkisi	54
3.2.2 Kaplama süresinin kaplama miktarı üzerine etkisi	55
3.2.3 Karbon elyaf miktarının kaplama miktarı üzerine etkisi	57
3.2.4 Nikel kaplama miktarının elektriksel direnç üzerine etkisi	58
3.2.5 Nikel kaplanmış karbon elyafların morfolojik özellikleri.....	60
3.3 Elektrodepozisyon ile Karbon Elyafa TiO ₂ -Nikel Kaplama Parametrelerinin İncelenmesi.....	62
3.3.1 Çözeltideki TiO ₂ nanopartiküllerinin konsantrasyonunun kaplamadaki TiO ₂ oranına etkisi	62
3.3.2 Kaplama süresinin kaplamadaki TiO ₂ oranına etkisi	63
3.3.3 TiO ₂ nanopartiküllerinin elektriksel direnç üzerine etkisi	65
3.3.4 TiO ₂ -Nikel kaplanmış karbon elyafların morfolojik özellikleri	67
3.4 Optimum Seçilen Kaplamalı Karbon Elyafın Özelliklerinin İncelenmesi... 69	
3.5 Grup 1: TiO ₂ ve Nikel Kaplanmış Karbon Elyaf Katkılı PBT Kompozitlerin Özelliklerinin İncelenmesi	75
3.5.1 Kompozitlerdeki katkı miktarının tayini	75
3.5.2 Yoğunluk tayini.....	75
3.5.3 Termal özellikler	76
3.5.3.1 DSC analiz sonuçları.....	76
3.5.3.2 Termogravimetrik analiz (TGA) sonuçları	80
3.5.4 Kompozitlerdeki elyaf uzunluk dağılımı analiz sonuçları	83
3.5.5 1. Grup kompozitlerin SEM görüntüleri - Fraktografi (Kırık yüzey analizi)	91
3.5.6 Mekanik test sonuçları	96
3.5.6.1 Çekme test sonuçları	96
3.5.6.2 Izod darbe dayanımı test sonuçları.....	99
3.5.7 Elektriksel direnç ve manyetik özellikler.....	100
3.5.8 Elektromanyetik kalkanlama etkinliği sonuçları.....	102
3.5.8.1 Düşük (500 MHz - 4 GHz) frekans aralığındaki EMK ölçüm sonuçları	103

3.5.8.2 Yüksek (8 - 13 GHz) frekans aralığındaki EMK ölçüm sonuçları...	107
3.6 Grup 2: TiO ₂ Kaplanmış PBT ile Üretilmiş Kompozitlerin Özelliklerinin İncelenmesi.....	112
3.6.1 Kompozitlerdeki katkı miktarının tayini.....	112
3.6.2 Yoğunluk tayini.....	112
3.6.3 Termal özellikler.....	113
3.6.3.1 DSC analiz sonuçları.....	113
3.6.3.2 Termogravimetrik analiz sonuçları.....	116
3.6.4 Kompozitlerdeki elyaf uzunluk dağılımı analiz sonuçları.....	118
3.6.5 Kompozitlerin SEM görüntüleri - Fraktografi (Kırık yüzey analizi).....	121
3.6.6 Mekanik test sonuçları.....	123
3.6.6.1 Çekme test sonuçları.....	123
3.6.6.2 Izod darbe test sonuçları.....	126
3.6.7 Elektriksel direnç ve manyetik özellikler.....	127
3.6.8 Elektromanyetik kalkanlama etkinliği sonuçları.....	128
3.6.8.1 Düşük (500 MHz- 4 GHz) frekans aralığındaki EMK ölçüm sonuçları.....	128
3.6.8.2 Yüksek (8 - 13 GHz) frekans aralığındaki EMK ölçüm sonuçları...	132
4. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	138
KAYNAKLAR.....	142
ÖZGEÇMİŞ.....	159

KISALTMALAR

EM	: Elektromanyetik
DC	: Doğru akım
EMG	: Elektromanyetik girişim
EMK	: Elektromanyetik kalkanlama
PBT	: Polibütilen teraftalat
PET	: Polietilen teraftalat
ABS	: Akrlonitril bütadien stiren
TSE	: Çift vidalı ekstrüder
PA6	: Poliamid 6
MWCNT	: Çok duvarlı karbon nanotüp
PP	: Polipropilen
PA	: Poliamid
HDPE	: Yüksek yoğunluklu polietilen
PES	: Polietersülfon
PVDF	: Polivinilidenflorür
DYPE	: Düşük yoğunluklu polietilen
ÇYMAPE	: Çok yüksek molekül ağırlıklı polietilen
KE	: Karbon elyaf
IPA	: İzopropil alkol
SDS	: Sodyum dodesil sülfat
NiKE	: Nikel kaplanmış karbon elyaf
TiO2NiKE	: TiO ₂ ve Nikel kaplanmış karbon elyaf

SEMBOLLER

TiO₂	: Titanyum dioksit
Ni	: Nikel
Cu	: Bakır
Hz	: Hertz
kHz	: Kilo Hertz
MHz	: Mega Hertz
GHz	: Giga Hertz
THz	: Tera Hertz
SE_T	: Toplam elektromanyetik kalkanlama etkinliği
SE_R	: Yansıtma etkinliği
SE_A	: Absorpsiyon etkinliği
SE_M	: Çoklu yansıtma etkinliği
σ_r	: Bakırın görelî elektriksel iletkenliği
μ_r	: Boş alanın görelî manyetik geçirgenliği
f	: Frekans (Hz)
ω	: Açısal frekans
σ_{ac}	: Elektriksel iletkenlik
ε₀	: Boş alan geçirgenliğidir
t	: Kalkanlama malzemesinin kalınlığı
δ	: Yüzey derinliği
μ	: Manyetik geçirgenlik
σ	: Elektriksel iletkenlik
dB	: Desibel
w	: Kaplama miktarı
Z	: Elektrokimyasal eşdeğer, orantılılık sabiti
Q	: Elektriksel yük miktarı
I	: Akım
t	: Kaplama süresi
A_{wt}	: Katotta biriken metalin atomik kütlesi
n	: Metalin eşdeğerlik sayısı

F	: Faraday sabiti
C	: Coulomb
j	: Akım yoğunluğu ($A\ cm^{-2}$)
A cm⁻²	: Amper/santimetre kare
z	: Elektrottaki elektron sayısı (birimsiz)
F	: Faraday sabiti
φ	: Metal kaplama akım verimliliği
M	: Kaplanmış metalin molar kütlesi ($g\ mol^{-1}$)
NiCl₂	: Nikel klorür
NiSO₄	: Nikel sülfat
H₃BO₃	: Borik asit
NiSO₄.6H₂O	: Nikel sülfat hegzahidrat
NiCl₂.6H₂O	: Nikel klorür hegzahidrat
μm	: Mikrometre
ρ	: Yoğunluk
°C	: Derece Santigrat
dk	: Dakika
g/L	: gram/Litre
g	: gram
L	: gram
cm	: Santimetre
mm	: Milimetre
rpm	: Devir/dakika
L/D	: Boy/çap
ΔH_e	: Erime entalpisi
e⁻	: Elektron
T_m	: Erime sıcaklığı
T_k	: Kristallenme sıcaklığı
ΔH_e	: Erime entalpisi
ΔH_m	: Erime entalpisi
ΔH_k	: Kristallenme entalpisi
K	: Kristallenme

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 1.1 : Radyo ve mikrodalga bantları ve uygulamaları [17-19].	5
Çizelge 1.2 : Elektrodepozisyon ile metal kaplama ile ilgili literatürdeki çalışmalar.	23
Çizelge 1.3 : Elektromanyetik kalkanlama özellikli termoplastik kompozitler ile ilgili literatür araştırması.....	31
Çizelge 2.1 : Kullanılan karbon elyafın özellikleri.....	34
Çizelge 2.2 : Kullanılan PBT polimerinin özellikleri.....	35
Çizelge 2.3 : Elektrolit bileşenlerinin miktarları.	37
Çizelge 2.4 : 1. grupta üretilen PBT kompozitlerin katkı oranı ve katkı türlerine göre kodlamaları.....	43
Çizelge 2.5 : 2. grupta üretilen PBT kompozitlerin katkı oranı ve katkı türlerine göre kodlamaları.....	43
Çizelge 3.1 : 10 dk kaplama süresi ile nikel kaplanmış karbon elyafların uygulanan akıma göre kaplama miktarı değerleri.....	55
Çizelge 3.2 : 1 A akım ile nikel kaplanmış karbon elyafların kaplama süresine göre kaplama miktarı değerleri.....	56
Çizelge 3.3 : 2 A akım ile nikel kaplanmış karbon elyafların kaplama süresine göre kaplama miktarı değerleri.....	56
Çizelge 3.4 : 1 A akım, 10 dk kaplama süresi ile nikel kaplanmış karbon elyafların karbon elyaf iplik sayısına göre kaplama miktarı değerleri.	57
Çizelge 3.5 : 1 A akım, 10 dk kaplama süresi ile nikel kaplanmış karbon elyafların uzunluğuna göre kaplama miktarı değerleri.....	58
Çizelge 3.6 : 1 A akım ile nikel kaplanmış karbon elyafların kaplama süresine ve toplam kaplama miktarına göre elektriksel direnç ölçüm sonuçları.	59
Çizelge 3.7 : 2 A akım ile nikel kaplanmış karbon elyafların kaplama süresine ve toplam kaplama miktarına göre elektriksel direnç ölçüm sonuçları.	59
Çizelge 3.8 : 1 A akım, 10 dk kaplama süresi ile TiO ₂ -Nikel kaplanmış karbon elyafların, nikel kaplama çözeltisindeki TiO ₂ miktarına göre kaplamadaki TiO ₂ miktarı değerleri.	62
Çizelge 3.9 : 2 A akım, 20 dk kaplama süresi ile TiO ₂ -Nikel kaplanmış karbon elyafların, nikel kaplama çözeltisindeki TiO ₂ miktarına göre kaplamadaki TiO ₂ miktarı değerleri.	63
Çizelge 3.10 : 1 A akım, 10 g/L TiO ₂ konsantrasyonu ile TiO ₂ -Nikel kaplanmış karbon elyafların, kaplama süresine göre kaplamadaki TiO ₂ miktarı değerleri..	64
Çizelge 3.11 : 2 A akım, 10 g/L TiO ₂ konsantrasyonu ile TiO ₂ -Nikel kaplanmış karbon elyafların, kaplama süresine göre kaplamadaki TiO ₂ miktarı değerleri..	65
Çizelge 3.12 : 1 A akım ve 10 dk süre ile TiO ₂ -Nikel kaplanmış karbon elyafların toplam kaplama miktarına ve kaplamadaki TiO ₂ oranlarına göre elektriksel direnç ölçüm sonuçları.	66

Çizelge 3.13 : 2 A akım ve 20 dk süre ile TiO ₂ -Nikel kaplanmış karbon elyafların toplam kaplama miktarına ve kaplamadaki TiO ₂ oranlarına göre elektriksel direnç ölçüm sonuçları.	67
Çizelge 3.14 : Nikel kaplanmış karbon elyafların SEM-EDX element analizi sonuçları.	71
Çizelge 3.15 : TiO ₂ -Nikel kaplanmış karbon elyafların SEM-EDX element analizi sonuçları.	73
Çizelge 3.16 : 1. gruptaki kompozitlerin kül tayini sonuçları.	75
Çizelge 3.17 : 1. gruptaki kompozitlerin yoğunluk ölçüm sonuçları.	75
Çizelge 3.18 : 1. gruptaki kompozitlerin DSC analizi hal değişim sıcaklıkları (°C).	78
Çizelge 3.19 : 1. gruptaki kompozitlerin DSC analizi entalpi değerleri ve kristalinite oranları.	79
Çizelge 3.20 : 1. gruptaki kompozitlerin termogravimetrik analiz sonuçları.	82
Çizelge 3.21 : 1. gruptaki kompozitlerin elyaf uzunluk dağılımı analiz sonuçları.	84
Çizelge 3.22 : Katkısız PBT'nin ve 1. gruptaki kompozitlerin çekme test sonuçları.	98
Çizelge 3.23 : Katkısız PBT'nin ve 1. gruptaki kompozitlerin Izod darbe dayanımı değerleri.	100
Çizelge 3.24 : 1. gruptaki kompozitlerin ortalama elektriksel direnç (Ω .cm) ölçüm sonuçları.	102
Çizelge 3.25 : 1. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki EMK etkinlik değerleri.	104
Çizelge 3.26 : 1. gruptaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki EMK etkinlik değerleri.	109
Çizelge 3.27 : 2. gruptaki kompozitlerin kül tayini sonuçları.	112
Çizelge 3.28 : 2. gruptaki kompozitlerin yoğunluk ölçüm sonuçları.	112
Çizelge 3.29 : 2. gruptaki kompozitlerin DSC analizi hal değişim sıcaklıkları (°C).	115
Çizelge 3.30 : 2. gruptaki kompozitlerin DSC analizi entalpi değerleri ve kristalinite oranları.	115
Çizelge 3.31 : 2. gruptaki kompozitlerin termogravimetrik analiz sonuçları.	117
Çizelge 3.32 : 2. gruptaki kompozitlerin elyaf uzunluk dağılımı analiz sonuçları.	118
Çizelge 3.33 : 2. gruptaki kompozitlerin çekme test sonuçları.	125
Çizelge 3.34 : 2. gruptaki kompozitlerin Izod darbe dayanımı değerleri.	127
Çizelge 3.35 : 2. gruptaki kompozitlerin ortalama elektriksel direnç ölçüm sonuçları.	127
Çizelge 3.36 : 2. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki EMK etkinlik değerleri.	129
Çizelge 3.37 : 2. gruptaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki EMK etkinlik değerleri.	134

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1 : Elektromanyetik spektrum [16].	5
Şekil 1.2 : Elektromanyetik dalga bileşenleri.	7
Şekil 1.3 : EMK mekanizmaları.	7
Şekil 1.4 : Yüzey derinliği ile EM kalkanlama mekanizmaları ilişkisi a) yansıma baskın, b) absorpsiyon baskın ve c) çoklu yansıma [28].	11
Şekil 1.5 : Kompozitlerin sınıflandırılması [64].	17
Şekil 1.6 : Polibütilen teraftalatın kimyasal yapısı [77].	18
Şekil 1.7 : Ekstrüder cihazı bileşenleri [86].	20
Şekil 1.8 : Enjeksiyon kalıplama cihaz bileşenleri [87].	21
Şekil 2.1 : 12k karbon elyafın görüntüsü.	34
Şekil 2.2 : Polibütilen teraftalat granülleri.	35
Şekil 2.3 : Nikel sülfat hegzahidratın kimyasal yapısı.	35
Şekil 2.4 : Nikel klorür hegzahidratın kimyasal yapısı.	36
Şekil 2.5 : Borik asitin kimyasal yapısı.	36
Şekil 2.6 : Sodyum dodesil sülfatın kimyasal yapısı.	36
Şekil 2.7 : Seri bağlama ile elektrodepozisyon kaplama düzeneği çizimi.	38
Şekil 2.8 : Elektrodepozisyon ile nikel kaplama sistemi.	39
Şekil 2.9 : Elektrodepozisyon ile TiO ₂ - Nikel kaplama sistemi.	40
Şekil 2.10 : Kesilmiş karbon elyafların görüntüsü a) karbon elyaf (KE), b) Nikel kaplanmış karbon elyaf (NiKE), c) TiO ₂ -Nikel kaplanmış karbon elyaf (TiO ₂ NiKE).	41
Şekil 2.11 : Kaplanmamış PBT granüller (PBT) a) ve TiO ₂ kaplanmış PBT granüllerin (TiO ₂ PBT) b) fotoğrafları.	42
Şekil 2.12 : 1. gruptaki granüllerin fotoğrafları a) 30KE-PBT, b) 20KE-PBT, c) 10KE-PBT, d) 30NiKE-PBT, e) 20NiKE-PBT, f) 10NiKE-PBT, g) 30TiO ₂ NiKE-PBT, h) 20TiO ₂ NiKE-PBT, ı) 10TiO ₂ NiKE-PBT.	43
Şekil 2.13 : 2. gruptaki granüllerin fotoğrafları a) 1TiO ₂ PBT, b) 3TiO ₂ PBT, c) 20KE-1TiO ₂ PBT, d) 20KE-3TiO ₂ PBT, e) 20NiKE-1TiO ₂ PBT, f) 20NiKE-3TiO ₂ PBT.	44
Şekil 2.14 : Üretilen kompozit test plakalarının görüntüleri a) 30KE-PBT, b) 30NiKE-PBT, c) 30TiO ₂ NiKE-PBT'ye ait çekme dayanımı test çubukları, d) 30KE-PBT, e) 30NiKE-PBT, f) 30TiO ₂ NiKE-PBT'ye ait darbe dayanımı test çubukları, g) 30KE-PBT'ye ait 60x60 cm'lik plaka.	45
Şekil 2.15 : Karbon elyaf uzunluk ölçümü.	47
Şekil 2.16 : Yoğunluk ölçüm düzeneği.	47
Şekil 2.17 : DSC cihazı.	48
Şekil 2.18 : TGA cihazı.	49
Şekil 2.19 : SEM cihazı (sol) ve altın kaplama cihazı (sağ).	49
Şekil 2.20 : Mekanik test cihazı.	51
Şekil 2.21 : Darbe test cihazı.	51

Şekil 2.22 : Agilent N5230A PNA-L network analizör cihazı, koaksiyel ve dikdörtgen dalga kılavuzları.	53
Şekil 3.1 : Karbon elyaf filamentlerinin ön işlem öncesi a) ve ön işlem sonrası b) SEM görüntüleri.	54
Şekil 3.2 : 10 dk kaplama süresi ile nikel kaplanmış karbon elyaflarda akımın kaplama miktarına etkisi.	55
Şekil 3.3 : 1 A akım ile nikel kaplanmış karbon elyaflarda, kaplama süresinin kaplama miktarına etkisi.	56
Şekil 3.4 : 2 A akım ile nikel kaplanmış karbon elyaflarda, kaplama süresinin kaplama miktarına etkisi.	57
Şekil 3.5 : 1 A akım 10 dk kaplama süresi ile nikel kaplanmış karbon elyaflarda, karbon elyaf iplik sayısının kaplama miktarına etkisi.	58
Şekil 3.6 : 1 A akım 10 dk kaplama süresi ile nikel kaplanmış karbon elyaflarda, karbon elyaf uzunluğunun kaplama miktarına etkisi.	58
Şekil 3.7 : 1 A akım ile nikel kaplanmış karbon elyaflarda, kaplama süresinin elektriksel direnç üzerine etkisi.	59
Şekil 3.8 : 2 A akım ile nikel kaplanmış karbon elyafların kaplama süresinin elektriksel direnç üzerine etkisi.	60
Şekil 3.9 : 1 A akım ile farklı sürelerde nikel kaplanmış karbon elyafların optik mikroskop görüntüleri.	61
Şekil 3.10 : 1 A akım, 10 dk kaplama süresi ile TiO ₂ -Nikel kaplanmış karbon elyaflarda, nikel kaplama çözeltisindeki TiO ₂ miktarının kaplamadaki TiO ₂ miktarına etkisi.	62
Şekil 3.11 : 2 A akım, 20 dk kaplama süresi ile TiO ₂ -Nikel kaplanmış karbon elyaflarda, nikel kaplama çözeltisindeki TiO ₂ miktarının kaplamadaki TiO ₂ miktarına etkisi.	63
Şekil 3.12 : 1 A akım, 10 g/L TiO ₂ konsantrasyonu ile TiO ₂ -Nikel kaplanmış karbon elyaflarda, kaplama süresinin kaplamadaki TiO ₂ miktarına etkisi.	64
Şekil 3.13 : 2 A akım, 10 g/L TiO ₂ konsantrasyonu ile TiO ₂ -Nikel kaplanmış karbon elyaflarda, kaplama süresinin kaplamadaki TiO ₂ miktarına etkisi.	65
Şekil 3.14 : 1 A akım ve 10 dk süre ile TiO ₂ -Nikel kaplanmış karbon elyaflarda, toplam kaplamadaki TiO ₂ oranının elektriksel direnç üzerine etkisi.	66
Şekil 3.15 : 2 A akım ve 20 dk süre ile TiO ₂ -Nikel kaplanmış karbon elyaflarda, toplam kaplamadaki TiO ₂ oranının elektriksel direnç üzerine etkisi.	67
Şekil 3.16 : 1 A akım, 10 dk ve 10 g/L TiO ₂ konsantrasyonu ile farklı sürelerde TiO ₂ -Nikel kaplanmış karbon elyafların optik mikroskop görüntüleri.	68
Şekil 3.17 : Nikel kaplanmış karbon elyafların yüzey SEM görüntüleri.	69
Şekil 3.18 : Nikel kaplanmış karbon elyafların kesit SEM görüntüleri.	70
Şekil 3.19 : Nikel kaplanmış karbon elyafların yüzey SEM-EDX görüntüleri.	70
Şekil 3.20 : TiO ₂ -Nikel kaplanmış karbon elyafların yüzey SEM görüntüleri.	71
Şekil 3.21 : TiO ₂ -Nikel kaplanmış karbon elyafların kesit SEM görüntüleri.	72
Şekil 3.22 : TiO ₂ -Nikel kaplanmış karbon elyafların yüzey SEM-EDX görüntüleri.	72
Şekil 3.23 : Nikel kaplanmış karbon elyafların XRF grafiği.	73
Şekil 3.24 : TiO ₂ -Nikel kaplanmış karbon elyafların XRF grafiği.	73
Şekil 3.25 : Nikel kaplanmış karbon elyafların XRD grafiği.	74
Şekil 3.26 : TiO ₂ -Nikel kaplanmış karbon elyafların XRD grafiği.	74
Şekil 3.27 : 1. gruptaki kompozitlerin katkı miktarına göre yoğunluk grafiği.	76
Şekil 3.28 : PBT'nin DSC grafiği ve analizi.	77
Şekil 3.29 : 1. gruptaki kompozitlerin 1. adıma (erime) ait DSC grafikleri.	77

Şekil 3.30 : 1. gruptaki kompozitlerin 2. adım (kristallenme) ve 3. adıma (erime) ait DSC grafikleri.	78
Şekil 3.31 : 1. gruptaki kompozitlerin kristalinite oranı bar grafiği.	79
Şekil 3.32 : 30TiO ₂ NiKE-PBT'nin 4 çevrimli DSC grafiği.	80
Şekil 3.33 : PBT'nin TGA termogramı ve analizi.	80
Şekil 3.34 : 1. gruptaki kompozitlerin TGA grafikleri.	81
Şekil 3.35 : 1. gruptaki kompozitlerin TGA bozunma başlangıç sıcaklıkları.	82
Şekil 3.36 : 1. gruptaki kompozitlerin TGA bozunma bitiş sıcaklıkları.	83
Şekil 3.37 : 1. gruptaki kompozitlerin ortalama elyaf uzunluk ve ağırlıklı ortalama uzunluk bar grafikleri.	85
Şekil 3.38 : 10KE-PBT kompozitinde bulunan elyaf ölçümlerine ait histogram grafiği.	85
Şekil 3.39 : 20KE-PBT kompozitinde bulunan elyaf ölçümlerine ait histogram grafiği.	86
Şekil 3.40 : 30KE-PBT kompozitinde bulunan elyaf ölçümlerine ait histogram grafiği.	86
Şekil 3.41 : Karbon elyaf içeren kompozitlerde bulunan elyaf ölçümlerine ait kümülatif dağılım grafikleri.	87
Şekil 3.42 : 10NiKE-PBT kompozitinde bulunan elyaf ölçümlerine ait histogram grafiği.	87
Şekil 3.43 : 20NiKE-PBT kompozitinde bulunan elyaf ölçümlerine ait histogram grafiği.	88
Şekil 3.44 : 30NiKE-PBT kompozitinde bulunan elyaf ölçümlerine ait histogram grafiği.	88
Şekil 3.45 : Nikel kaplanmış karbon elyaf içeren kompozitlerde bulunan elyaf ölçümlerine ait kümülatif dağılım grafikleri.	89
Şekil 3.46 : 10TiO ₂ NiKE-PBT kompozitinde bulunan elyaf ölçümlerine ait histogram grafiği.	89
Şekil 3.47 : 20TiO ₂ NiKE-PBT kompozitinde bulunan elyaf ölçümlerine ait histogram grafiği.	90
Şekil 3.48 : 30TiO ₂ NiKE-PBT kompozitinde bulunan elyaf ölçümlerine ait histogram grafiği.	90
Şekil 3.49 : TiO ₂ -Nikel kaplanmış karbon elyaf içeren kompozitlerde bulunan elyaf ölçümlerine ait kümülatif dağılım grafikleri.	91
Şekil 3.50 : 10KE-PBT kompozitine ait çekme test numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri a) 500x, b) 1000x büyütme.	92
Şekil 3.51 : 20KE-PBT kompozitine ait çekme test numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri a) 500x, b) 1000x büyütme.	92
Şekil 3.52 : 30KE-PBT kompozitine ait çekme test numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri a) 500x, b) 1000x büyütme.	92
Şekil 3.53 : 10NiKE-PBT kompozitine ait çekme test numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri a) 500x, b) 1000x büyütme.	94
Şekil 3.54 : 20NiKE-PBT kompozitine ait çekme test numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri a) 500x, b) 1000x büyütme.	94
Şekil 3.55 : 30NiKE-PBT kompozitine ait çekme test numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri a) 500x, b) 1000x büyütme.	94
Şekil 3.56 : 10TiO ₂ NiKE-PBT kompozitine ait çekme test numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri a) 500x, b) 1000x büyütme.	95
Şekil 3.57 : 20TiO ₂ NiKE-PBT kompozitine ait çekme test numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri a) 500x, b) 1000x büyütme.	95

Şekil 3.58 : 30TiO ₂ NiKE-PBT kompozitine ait çekme test numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri a) 500x, b) 1000x büyütme.	95
Şekil 3.59 : Katkısız PBT'nin çekme dayanımı-uzama grafiği.	96
Şekil 3.60 : 1. gruptaki kompozitlerin çekme dayanımı-uzama grafiği.	96
Şekil 3.61 : Katkısız PBT'nin ve 1. gruptaki kompozitlerin çekme dayanımı değerleri.	98
Şekil 3.62 : Katkısız PBT'nin ve 1. gruptaki kompozitlerin çekme uzaması değerleri.	98
Şekil 3.63 : Katkısız PBT'nin ve 1. gruptaki kompozitlerin elastisite modül değerleri.	99
Şekil 3.64 : Katkısız PBT'nin ve 1. gruptaki kompozitlerin Izod darbe dayanımı test sonuçları bar grafiği.	100
Şekil 3.65 : 1. gruptaki kompozitlerin ortalama elektriksel direnç değerleri grafiği.	102
Şekil 3.66 : 1. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki toplam EMK etkinliği.....	105
Şekil 3.67 : 1. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki absorpsiyon etkinliği.	105
Şekil 3.68 : 1. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki yansıtma etkinliği.....	106
Şekil 3.69 : 1. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki ortalama toplam EMK etkinliği bar grafiği.....	106
Şekil 3.70 : 1. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki ortalama absorpsiyon etkinliği bar grafiği.	107
Şekil 3.71 : 1. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki ortalama yansıtma etkinliği bar grafiği.	107
Şekil 3.72 : 1. gruptaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki toplam EMK etkinliği.....	109
Şekil 3.73 : 1. gruptaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki absorpsiyon etkinliği.....	110
Şekil 3.74 : 1. gruptaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki yansıtma etkinliği.....	110
Şekil 3.75 : 1. gruptaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki ortalama toplam EMK etkinliği bar grafiği.....	111
Şekil 3.76 : 1. gruptaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki ortalama absorpsiyon etkinliği bar grafiği.	111
Şekil 3.77 : 1. gruptaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki ortalama yansıtma etkinliği bar grafiği.	111
Şekil 3.78 : 2. gruptaki kompozitlerin TiO ₂ miktarına göre yoğunluk grafiği.	113
Şekil 3.79 : 2. gruptaki kompozitlerin 1. adıma (erime) ait DSC grafikleri.	114
Şekil 3.80 : 2. gruptaki kompozitlerin 2. adım (kristallenme) ve 3. adıma (erime) ait DSC grafikleri.	114
Şekil 3.81 : 2. gruptaki kompozitlerin TiO ₂ miktarına göre kristalinite oranı bar grafiği.	115
Şekil 3.82 : 30TiO ₂ NiKE-PBT'nin 4 çevrimli DSC grafiği.	116
Şekil 3.83 : 2. gruptaki kompozitlerin TGA grafikleri.	117
Şekil 3.84 : 2. gruptaki kompozitlerin TGA bozunma başlangıç sıcaklıkları.	117
Şekil 3.85 : 2. gruptaki kompozitlerin TGA bozunma bitiş başlangıç sıcaklıkları..	118
Şekil 3.86 : 20KE-1TiO ₂ PBT kompozitinde bulunan elyaf ölçümlerine ait histogram grafiği.	119

Şekil 3.87 : 20KE-3TiO ₂ PBT kompozitinde bulunan elyaf ölçümlerine ait histogram grafiği.	119
Şekil 3.88 : 20NiKE-1TiO ₂ PBT kompozitinde bulunan elyaf ölçümlerine ait histogram grafiği.	120
Şekil 3.89 : 20NiKE-3TiO ₂ PBT kompozitinde bulunan elyaf ölçümlerine ait histogram grafiği.	120
Şekil 3.90 : 2. gruptaki kompozitlerde bulunan elyaf ölçümlerine ait kümülatif dağılım grafikleri.	121
Şekil 3.91 : 20KE-1TiO ₂ PBT kompozitine ait çekme test numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri a) 500x, b) 1000x büyütme.	122
Şekil 3.92 : 20KE-3TiO ₂ PBT kompozitine ait çekme test numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri a) 500x, b) 1000x büyütme.	122
Şekil 3.93 : 20NiKE-1TiO ₂ PBT kompozitine ait çekme test numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri a) 500x, b) 1000x büyütme.	123
Şekil 3.94 : 20NiKE-3TiO ₂ PBT kompozitine ait çekme test numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri a) 500x, b) 1000x büyütme.	123
Şekil 3.95 : 2. gruptaki kompozitleri çekme dayanımı-uzama grafiği.	124
Şekil 3.96 : 2. gruptaki kompozitlerin çekme dayanımı sonuçları.	125
Şekil 3.97 : 2. gruptaki kompozitlerin çekme uzaması sonuçları.	125
Şekil 3.98 : 2. gruptaki kompozitlerin elastisite modülü sonuçları.	126
Şekil 3.99 : 2. gruptaki kompozitlerin Izod darbe dayanımı test sonuçları bar grafiği.	127
Şekil 3.100 : 2. gruptaki kompozitlerin TiO ₂ oranına göre elektriksel direnç ölçüm sonuçları grafiği.	128
Şekil 3.101 : 2. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki toplam EMK etkinliği.	130
Şekil 3.102 : 2. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki absorpsiyon EMK etkinliği.	130
Şekil 3.103 : 2. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki yansıtma EMK etkinliği.	131
Şekil 3.104 : 2. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki ortalama toplam etkinliği bar grafiği.	131
Şekil 3.105 : 2. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki ortalama absorpsiyon etkinliği bar grafiği.	132
Şekil 3.106 : 2. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki ortalama yansıma etkinliği bar grafiği.	132
Şekil 3.107 : 2. gruptaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki toplam EMK etkinliği.	134
Şekil 3.108 : 2. gruptaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki absorpsiyon EMK etkinliği.	135
Şekil 3.109 : 2. gruptaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki yansıma etkinliği.	135
Şekil 3.110 : 2. gruptaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki toplam EMK etkinliği bar grafiği.	136
Şekil 3.111 : 2. gruptaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki absorpsiyon etkinliği bar grafiği.	136
Şekil 3.112 : 2. gruptaki kompozitlerin 8-13 GHz frekans aralığındaki yansıma etkinliği bar grafiği.	137

ELEKTROMANYETİK KALKANLAMA ÖZELLİKLİ TERMOPLASTİK KOMPOZİTLERİN ÜRETİLMESİ

ÖZET

21. yüzyılın teknolojisindeki gelişmeler ile hayatımıza girerek vazgeçilmez olan akıllı cep telefonları, elektronik aletler, elektrikli araçlar, kablosuz internet ağları, uydu, radar, iletişim veya sensör sistemleri insan yaşamını kolaylaştırırken, bu cihazların yaydığı elektromanyetik (EM) radyasyonların insan sağlığına olumsuz etkileri giderek artmaktadır. Ayrıca elektromanyetik girişim olayı da cihazların sağlıklı çalışmasını engellemektedir. Son yıllarda, toplumun bu konuda bilinçlenmesi ve ilgili kurumların EM girişimi önleme ve elektromanyetik alana maruz kalma sınırları üzerine yönerge ve standartlar yayınlamasıyla elektromanyetik kalkanlama yapan malzemelerin önemi artmıştır. Elektronik cihazlar, sistemler ve araçlarda yaygın olarak kullanılan termoplastik malzemelerin hem geri dönüştürülebilir hem de EM kalkanlama (EMK) özelliğine sahip olması, çevre problemlerinin azaltılması, insan sağlığı ve cihaz güvenliği açısından kritik bir önem kazanmıştır.

Bu tezin amacı, geri dönüştürülebilir termoplastik bir polimer olan poli(bütilen tereftalat) (PBT) matris ile nikel kaplı karbon elyaf ve titanyum dioksit-nikel kaplı karbon elyaf takviyeler ile matriste TiO_2 nanopartiküllerinin katkı olarak kullanıldığı, elektronik cihazlarda, otomotiv, havacılık, savunma sektörlerinde kullanım alanı bulabilecek, EMK özelliğine sahip kompozitler geliştirilmesidir.

Bu tez çalışmasında, öncelikle, elektrodepozisyon yöntemi ile karbon elyafa nikel ve TiO_2 -Nikel kaplaması yapılması için optimum kaplama parametreleri belirlenmiştir ve kaplanan karbon elyafların elektriksel, morfolojik, yapısal özellikleri incelenmiştir. Sonrasında, nikel ve TiO_2 nanopartikülleri ile kaplanmış kesikli karbon elyaflar, PBT polimeriyle çift vidalı ekstrüder kullanılarak karıştırılmış ve enjeksiyon kalıplama yöntemi ile kompozit test plakaları üretilmiştir. Katkı tiplerinin ve oranlarının, geliştirilen kompozitlerin termal, mekanik, elektriksel özellikleri ve EMK etkinliği üzerindeki etkileri incelenmiştir. Son kısımda ise, matrise eklenen TiO_2 nanopartiküllerinin etkisini inceleyebilmek için; PBT granüllere TiO_2 nanopartikülleri kaplanmış, sonrasında nikel kaplanmış karbon elyaflar ile çift vidalı ekstrüder kullanılarak karıştırılmış ve enjeksiyon kalıplama yöntemi ile kompozit test plakaları üretilmiştir. TiO_2 nanopartikül miktarının ve katkı tiplerinin, üretilen kompozitlerin termal, mekanik, elektriksel özellikleri ve EMK etkinliği üzerindeki etkileri incelenmiştir.

Sonuç olarak, 3 mm kalınlığa sahip, ağırlıkça %30 oranında TiO_2 -Nikel kaplanmış karbon elyaf içeren PBT kompozitleri ile 8 - 13 GHz frekans aralığında, ortalama 55,1

dB (%99,9997) EMK etkinliđi elde edilirken; 500 MHz - 4 GHz frekans aralıđında ortalama 18,4 dB (%98,4151) EMK etkinliđi elde edilmiřtir.

TiO₂ nanopartiküllerinin, karbon elyaflara nikel ile birlikte kaplanması yerine, matriste dađılmış halde kullanılmasının hem düşük frekans (500 MHz - 4 GHz) hem de yüksek frekans aralıđında (8 - 13 GHz) EMK özelliđine daha fazla katkısı olduđu sonucuna varılmıştır.

3 mm kalınlıđa sahip, ađırlıkça %20 oranında nikel kaplanmış karbon elyaf içeren PBT kompozitine, ađırlıkça %3 oranında TiO₂ eklenmesiyle, 8 - 13 GHz frekans aralıđındaki ortalama EMK deđeri, %18,2 oranında artış göstererek, 44,1 dB (%99,9961)'den 51,7 dB'e (%99,9994) yükselmiştir. Ayrıca, %30 oranında nikel kaplanmış karbon elyaf içeren PBT kompozitinin EMK deđerine (56,0 dB, %99,9997) yakın bir etkinlik elde edilmiştir. TiO₂ nanopartiküllerinin katkısıyla, daha düşük ađırlıđa ve yođunluđa sahip kompozit ile 8-13 GHz frekans aralıđında yüksek EMK etkinliđi sađlanmıştir.

Elektriksel iletkenlik ve manyetik özelliđe sahip nikel kaplanmış karbon elyaflar ve dielektrik özelliđe sahip TiO₂ nanopartikülleri arasında sinerjik bir etki olduđu sonucuna varılmıştır. Geliřtirilen kompozitler, elektrik-elektronik, otomotiv, havacılık, savunma sanayinde elektromanyetik kalkanlama uygulamalarında kullanılabilecektir.

Anahtar kelimeler: Elektromanyetik Kalkanlama, Termoplastik Kompozit, PBT, Elektrodepozisyon, Nikel, TiO₂ Nanopartikülleri.

PRODUCTION OF THE THERMOPLASTIC COMPOSITES WITH ELECTROMAGNETIC SHIELDING PROPERTY

SUMMARY

While smart mobile phones, electronic devices, electric vehicles, wireless internet networks, satellite, radar, communication or sensor systems, which are indispensable by entering our lives as a result of the developments in technology in the 21st century, make human life easier, the negative effects on human health caused by the electromagnetic (EM) radiations emitted by these devices are gradually increasing. In addition, electromagnetic interference prevents the devices from working properly. In recent years, the importance of electromagnetic shielding materials has increased with the awareness of the society on this issue and the publication of guidelines and standards by relevant institutions on EM interference prevention and exposure limits to electromagnetic field. In this respect, EM shielding materials gained critical importance especially for recyclable thermoplastic materials which are used extensively in electronic devices and systems or vehicles, in terms of reducing environmental problems, human health and device safety.

The aim of this thesis is to develop thermoplastic composites with EM shielding properties, which can be used in electronic devices, automotive, aerospace and defense sectors, using poly(butylene terephthalate) (PBT) matrix, a recyclable thermoplastic polymer, and nickel-coated carbon fiber and titanium dioxide-nickel-coated carbon fiber reinforcements and TiO₂ nanoparticles in the matrix as additives.

In this thesis, first of all, optimum coating parameters for nickel and TiO₂-Nickel coating on carbon fiber by electrodeposition method were determined. Electrical, morphological and structural properties of coated carbon fibers were investigated. Afterwards, carbon fibers coated with nickel and TiO₂ nanoparticles were mixed with PBT polymer by melt mixing method with a twin screw extruder and composite test plates were produced by injection molding method. The effects of additive types and ratios on the thermal, mechanical, electrical properties and EM shielding efficiency of the developed composites were investigated. In the last part, in order to examine the effect of TiO₂ nanoparticles added to the matrix; PBT granules were coated with TiO₂, then mixed with nickel-plated carbon fibers with a twin screw extruder, and composite test plates were produced by injection molding method. The effects of TiO₂ nanoparticle amount and additive types on the thermal, mechanical, electrical properties and EM shielding efficiency of the produced composites were investigated.

As a result, an average of 55.1 dB (99.9997%) EM shielding efficiency was achieved in the 8 - 13 GHz frequency range with PBT composites with a thickness of 3 mm containing 30% by weight TiO₂-Nickel coated carbon fiber, an average of 18.4 dB EM

shielding efficiency (98.4151%) was obtained in the 500 MHz - 4 GHz frequency range.

It was concluded that the use of TiO₂ nanoparticles as dispersed in the matrix instead of coating the carbon fibers with nickel contributes more to the EM shielding properties both in the low frequency range (500 MHz - 4 GHz) and in the high frequency range (8 - 13 GHz). With the addition of 3% by weight TiO₂ to the 3 mm thick PBT composite containing 20% by weight of nickel-plated carbon fiber, the average EM shielding value in the 8 - 13 GHz frequency range increased by 18.2%, reaching from 44.1 dB (99.9961%) to 51.7 dB (99.9994%). In addition, an efficiency close to the EM shielding value (56.0 dB, 99.9997%) of the PBT composite containing 30% nickel-coated carbon fiber was obtained. With the contribution of TiO₂ nanoparticles, the EM shielding efficiency was increased in the 8 - 13 GHz frequency range with the composite with lower weight and density.

It was concluded that there is a synergistic effect between nickel coated carbon fiber with electrical conductivity and magnetic properties and TiO₂ nanoparticles with dielectric properties. Developed composites can be used in electromagnetic shielding applications in electrical-electronics, automotive, aerospace and defense industries.

Keywords: Electromagnetic Shielding, Thermoplastic Composite, PBT, Electrodeposition, Nickel, TiO₂ Nanoparticles.

1. GİRİŞ

21. yüzyıldaki teknolojik gelişmelerle birlikte elektromanyetik (EM) dalgalarla çalışan elektrikli cihazlar ve sistemler oldukça yaygınlaşmıştır. Radyo, televizyon, saç kurutma makinesi gibi doğru akım (DC) ile çalışan cihazlar, telefon, Wi-Fi ağı, baz istasyonları, uydu iletişimi, radar sistemi, 4G - 5G teknolojisi, elektrikli araçlar vb. EM dalga yayan cihaz ve sistemlerdir [1]. Elektronik sistemlerin ve cihazların bir arada kullanılması, bu cihazların yaydığı EM dalgaların girişimine neden olmaktadır. EM dalga girişimi (EMG), elektronik cihazların, araçların veya iletişim sistemlerinin performansını olumsuz etkilemekte ve bu cihazların güvenli şekilde çalışmasını engellemektedir [2]. EM girişimin önlenmediği durumda oluşan olaylara örnek olarak, telefonumuz çaldığında radyodan garip sesler gelmesi, televizyon görüntüsü veya sesinin bozulması, uçakların sinyallerinin karışması verilebilir [2, 3]. Öte yandan, uzun süre EM dalgalara maruz kalındığında, insanlarda baş ağrısı, stres, uykusuzluk, migren, cilt problemleri, hafıza kaybı gibi geçici etkilerinin yanı sıra astım, lösemi, beyin tümörü, kanser, kalp rahatsızlıkları, Parkinson, Alzheimer ve hamilelerde düşük riski gibi ciddi problemler ortaya çıkabilmektedir [4, 5].

Bu olumsuz etkileri engellemek için elektromanyetik dalgaların kalkanlanması gerekmektedir. Uluslararası İyonize Olmayan Radyasyondan Korunma Komisyonu (ICNIRP) tarafından yayınlanan ‘‘Zamanla değişen elektrik ve manyetik alanlara maruziyeti sınırlamak için yönergeler’’de bulunan sınırlamalar [6] ve toplumun bu konudaki farkındalığının artmasıyla birlikte EM kalkanlama (EMK) malzemeleri büyük önem kazanmıştır. EMK malzemeleri üzerine yayınlanmış pazar payı raporlarına göre, son yıllarda önemi artan ve 2019 yılı pazar payı 6,3 milyar doları bulan EM kalkanlama malzeme pazarının 2026 yılında %6,66 CAGR ile 9,5 milyar dolara yükseleceği öngörülmektedir [7]. EMK malzemeleri, radyasyondan koruma veya EMG’i engellemek amacıyla elektronik cihazlar, elektrikli araçlar, telekomünikasyon, medikal, uzay, havacılık ve savunma alanlarında kullanılmaktadır [2].

İklim deęişiklięi, çevre kirlilięi gibi problemler ile mücadele etmek ve sürdürülebilir bir kalkınma sağlamak için Avrupa Birlięi (AB) 11 Aralık 2019 tarihinde Avrupa Yeşil Mutabakatını (AYM) açıklamıştır. Bu mutabakat doğrultusunda AB, 2050 yılında iklim-nötr bir kıta olma planını ortaya koymuştur. 10 Kasım 2021 tarihinde ülkemizde yürürlüğe girmiş olan AB Yeşil Mutabakatında ülkemiz için de 2053 yılında iklim-nötr bir ülke olma hedefi verilmiştir. Bu doğrultuda ülkemiz, 2030 yılında %41 oranında emisyon azaltımı hedefini ortaya koymuştur. Bu amaçla özellikle otomotiv sektöründe elektrikli araçların kullanımının yaygınlaştırılması ile karbon emisyonunu önemli oranda azaltmak hedeflenmektedir. Karbon emisyonunu azaltmak için, havacılık ve otomotiv sektöründe ağır metaller yerine daha hafif olan polimerik malzemeler tercih edilmektedir [8]. Metallerin özelliklerine (dayanım, yanmazlık vs.) yakın polimerik malzeme üretmek için de polimerler elyaf, dolgu gibi katkıları ile birleştirilerek kompozit halde kullanılmaktadır. Epoksi, polyester gibi geri dönüştürülemeyen termoset kompozitler, havacılık, otomotiv, savunma sanayisinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Geri-dönüştürülebilir malzemelerin kullanımıyla atık azaltılması ve karbon emisyonunun azaltılması hedeflenmektedir. Bu sebeple geri-dönüştürülebilir özelliğe sahip termoplastik kompozitlerin önemi artmıştır.

1.1 Tezin Amacı, Özgün Deęeri, Hedefleri

Bu tezin ana amacı, elektronik cihazlarda, otomotiv, havacılık, savunma sektörlerinde kullanılabilecek EMK özelliğine sahip sürdürülebilir, geri dönüştürülebilir, termoplastik kompozitler geliştirmektir.

Hem literatürde hem de sektörde termoplastik malzemelerin EMK özellikleri hakkında bilgi eksiklikleri bulunmaktadır. Yapılan çalışmalarda belli aralıklardaki frekanslarda etkinlik sağlayan malzeme geliştirilirken geniş frekans aralığında yüksek EMK etkinlięi sağlayan çalışma sayısı oldukça sınırlıdır. Bu tezin amaçlarından biri, günlük hayatta kullanılan elektronik aletlerin veya elektrikli araçların yaydığı düşük frekans aralığında ve havacılık, savunma, uzay, radar, iletişim uygulamalarında kullanılan X bant aralığında EMK etkinliğine sahip termoplastik kompozitler geliştirmektir. EMK etkinlięi özelliğine ihtiyaç duyulan elektronik cihazlar ve otomotiv gibi uygulama alanlarında yaygın olarak kullanılan poli(bütilen tereftalat) (PBT) polimerine EMK özellięi kazandırılması ile literatüre katkı sunulması da tezin amaçlarından biridir. Tezin amacını gerçekleştirmek için termoplastik özellikte PBT polimeri ile elektriksel

iletkenliğe sahip karbon elyaf ($106 \text{ S/m} \sim 0,94 \text{ ohm.cm}$) [9]; elektriksel iletkenlik ($0,096 \times 10^{-3} \text{ ohm.cm}$ [10]), manyetik özelliğe sahip nikel (Ni) metali [11, 12] ve yüksek dielektrik özelliğe sahip (95 [13]) titanyum dioksit (TiO_2) nanopartikülleri hibrit katkı olarak kullanılmıştır. Toz katkıların matris içerisinde dağılımı zor olduğundan, nikel ve TiO_2 nanopartikülleri karbon elyafa kaplanarak ve ayrıca kompozitteki TiO_2 nanopartiküllerinin dağılımını iyileştirmek için PBT granüllerine TiO_2 nanopartikülleri kaplanarak kullanılmıştır.

Bu tezin özgün değeri ve önemli noktaları aşağıda verilmiştir:

- Karbon elyafa nikel ve TiO_2 nanopartiküllerini kaplamak için uygulanan seri bağlı elektrodpozisyon yöntemi daha önce literatürde bulunmadığından literatüre yeni bir metot kazandırılmıştır.
- PBT granüllerine TiO_2 nanopartikülleri kaplanarak kompozit üretimi daha önce literatürde gerçekleştirilmemiştir.
- Literatürde polyester esaslı EMK malzemeleri üzerine yapılan çalışmalar kısıtlı olmakla birlikte geniş aralıkta yüksek EMK etkinliğine sahip PBT esaslı kompozitlerle ilgili çalışmaya rastlanmamıştır.
- Ayrıca hibrit metal (TiO_2 -Nikel) kaplanmış karbon elyaflar kullanılarak üretilmiş PBT kompozitler üzerine yapılmış herhangi bir çalışmaya literatürde rastlanmamıştır.
- Literatürde, EMK özellikli elyaf takviyeli kompozitlerin üretiminde elyaflara zarar verdiği için çift vidalı ekstrüder ve enjeksiyon kalıplama yöntemlerinden kaçınılmıştır, ancak endüstride termoplastik üretimi için en yaygın kullanılan metotlar, ekstrüzyon ve enjeksiyon kalıplamadır. Geliştirilen EMK özellikli kompozitlerin ticari olarak da kullanılabilmesi amacıyla üretim için sanayide yaygın kullanılan ekstrüzyon ve enjeksiyon kalıplama yöntemleri tercih edilmiştir.

Tezin hedefleri:

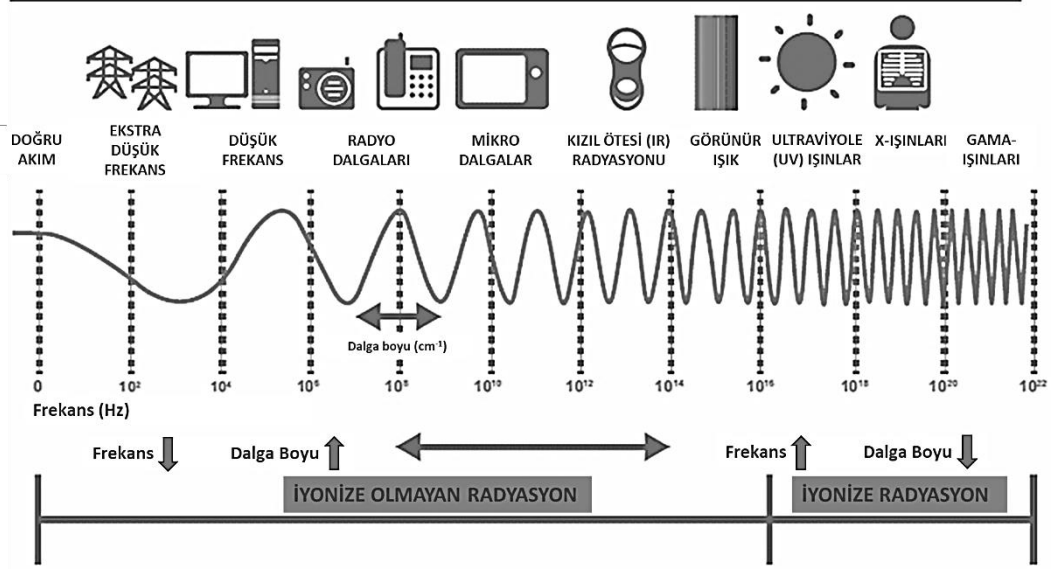
- Elektrodepozisyon yöntemi ile karbon elyaflara nikel ve TiO₂ nanopartikülleri kaplanarak, karbon elyafların elektriksel, manyetik ve dielektrik özelliklerini iyileştirmek,
- Kaplanan karbon elyafların yapısal, morfolojik, elektriksel özelliklerini incelemek,
- PBT granüllerine TiO₂ nanopartikülleri kaplayarak, TiO₂ nanopartiküllerinin kompozitteki homojen dağılımını sağlamak,
- Karbon elyaf, nikel kaplanmış karbon elyaf ve TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaf ve TiO₂ nanopartikülleri katkılı PBT kompozitleri üretmek,
- Üretilen kompozitlerin yapısal, morfolojik, termal, mekanik özellikleri ve EMK etkinliklerini incelemek,
- Geniş frekans aralığında en az 20 dB EMK etkinliğine sahip kompozit geliştirmek.

1.2 Hipotez

Titanyum dioksit nanopartikülleri ve nikel kaplanmış karbon elyafların kompozit içerisinde birlikte kullanımı kompozitlerin elektromanyetik kalkanlama etkinliğini arttırır.

1.3 Elektromanyetik Spektrum

Elektromanyetik spektrum, iyonlaştırıcı olmayan ve iyonlaştırıcı radyasyonlar olmak üzere ikiye ayrılmıştır (Şekil 1.1) [14]. EM spektrumunun iyonlaştırıcı olmayan radyasyon kısmında yer alan EM dalgaları; çok düşük frekanslı dalgalar, radyo dalgaları (1 Hz–300 MHz), mikrodalga (300 MHz - 300 GHz), kızılötesi (300 GHz - 430 THz) ve görünür ışık dalgaları (430 THz - 790 THz) olarak sınıflandırılır [15].



Şekil 1.1 : Elektromanyetik spektrum [16].

Radyo dalgaları ve mikrodalgalar ise bantlara ayrılmıştır. Bu bantlar ve uygulama alanları Çizelge 1.1’de verilmiştir [17-19]. Her cihaz, çalışma prensibine göre farklı frekanslarda EM dalgalar yayar veya kullanır. Bu nedenle EMK malzemeleri, uygulamaya göre uygun frekans aralığında EMK etkinliği sağlayacak şekilde tasarlanmalıdır.

Çizelge 1.1 : Radyo ve mikrodalga bantları ve uygulamaları [17-19].

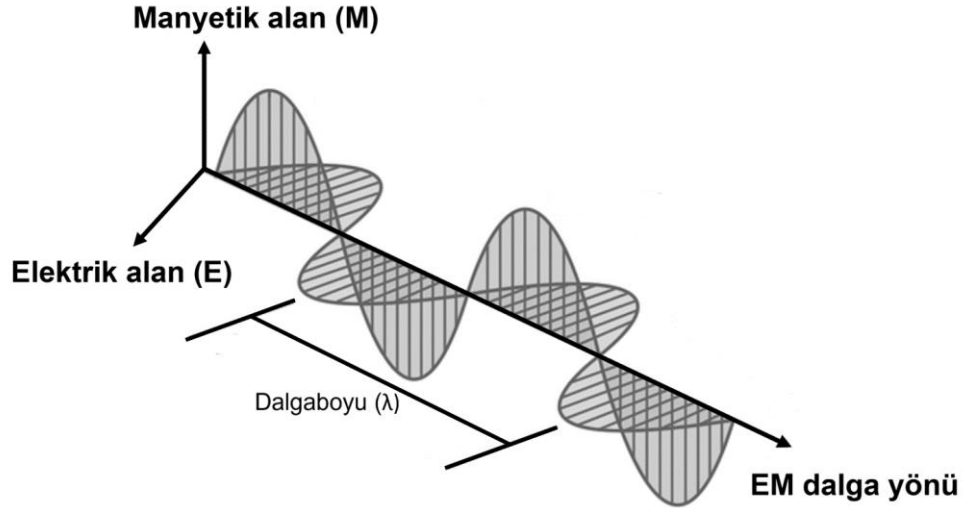
Bant	Frekans Aralığı	Uygulama alanı
Ekstra Düşük Frekans	3–30 Hz	Gömülü metal nesnelerin tespiti
Süper Düşük Frekans	30–300 Hz	İyonosferik algılama Elektrik enerjisi dağıtımı Denizaltı iletişimi
Ultra Düşük Frekans	300 Hz–3 kHz	Telefondaki ses sinyalleri
Çok Düşük Frekans	3–30 kHz	Navigasyon ve konum
Düşük Frekans	30–300 kHz	Radyo işaretleri, Hava navigasyonu için hava durumu yayın istasyonları
Orta Frekans	300 kHz–3 MHz	AM yayını
Yüksek Frekans	3–30 MHz	Kırsadalga yayınları

Çizelge 1.1 (devam) : Radyo ve mikrodalga bantları ve uygulamaları [17-19].

Bant	Frekans Aralığı	Uygulama alanı
Çok Yüksek Frekans	30–300 MHz	FM radyo Televizyon yayınları Hava trafik kontrolü
Ultra Yüksek Frekans	300–3000 MHz	Televizyon yayınları Mikrodalga fırın, Mikrodalga cihazları, İletişim, Radyo astronomi, Cep telefonları, Kablosuz LAN internet, Bluetooth
L-bant	1–2 GHz	Askeri telemetri, GPS,
S bant	2–4 GHz	Hava trafik kontrol radarı Hava radarı, Gemi radarı, Mikrodalga fırın, Mikrodalga cihazları, İletişim
C bant	4–8 GHz	Uzun mesafe radyo telekominikasyonu
X bant	8–12 GHz	Uydu iletişimi Radar, Karasal geniş bant
Ku bant	12–18 GHz	Uzay iletişimi
K bant	18–26,5 GHz	Uydu iletişimi Radar, Uydu iletişim, Astronomik gözlem,
Ka bant	26,5–40 GHz	Otomotiv radar Uydu iletişimi
Aşırı Yüksek Frekans	30–300 GHz	Uydu iletişimi Radar, Uzaktan algılama, Gelişmiş iletişim sistemleri, Radyo astronomi

1.4 Elektromanyetik Kalkanlama Mekanizmaları

Elektromanyetik dalga, elektrik alan (E) ve manyetik alan (M) olmak üzere iki bileşenden oluşmaktadır (Şekil 1.2) [20]. EM dalgalarının yönü, E ve M' ye dik olan düzlem dalga alanı olarak adlandırılır.

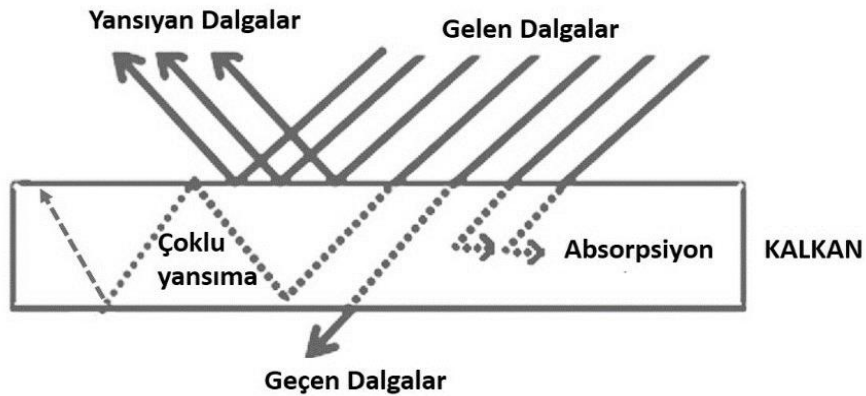


Şekil 1.2 : Elektromanyetik dalga bileşenleri.

Schelkunoffs teorisine göre, elektromanyetik kalkanlama absorpsiyon, yansıma ve çoklu (iç) yansıma mekanizmaları ile gerçekleşir (Şekil 1.3) [21, 22]. Malzeme özelliklerine göre bu mekanizmalardan biri veya birden fazlası gerçekleşebilir. Toplam EMK etkinliği (SE_T), Denklem 1.1 ile ifade edilir:

$$SE_T = SE_R + SE_A + SE_M = 10 \log \frac{P_t}{P_i} = 20 \log \frac{E_t}{E_i} = 20 \log \frac{H_t}{H_i} \quad (1.1)$$

P_i , E_i ve H_i sırasıyla, gelen EM dalgalarının güç, elektrik, manyetik alan yoğunluğunu ve P_t , E_t ve H_t sırasıyla, iletilen EM dalgalarının güç, elektrik, manyetik alan yoğunluğunu; SE_R , SE_A ve SE_M , sırasıyla, yansıma, absorpsiyon ve çoklu yansıma kalkanlama etkinliğini ifade etmektedir.



Şekil 1.3 : EMK mekanizmaları.

1.4.1 Yansıma mekanizması

Elektriksel olarak iletken malzemeler, EM dalgalar ile etkileşime girebilen hareketli yük taşıyıcılara sahiptir. Bu malzemeler, yapıda bulunan serbest elektronları ile EM dalgalarının yönünü değiştirerek geri yansımaları sağlamaktadır. Metaller, elektriksel iletkenliği yüksek olduğundan en etkin EMK malzemelerindendir [23].

Yansıma etkinliği (SE_R), gelen EM dalgaları ile kalkanlama malzemesinin yüzey empedansı arasında görece bir uyumsuzluk oluştuğunda meydana gelmektedir. Üç dalga alanı (elektrik, manyetik, düzlem) için SE_R , Denklem 1.2 ile ifade edilir:

$$SE_R = C + 10 \log \left(\frac{\sigma_r}{\mu_r} \right) \left(\frac{1}{f^n r^m} \right) \quad (1.2)$$

σ_r , bakırın görece elektriksel iletkenliği, μ_r , boş alanın görece manyetik geçirgenliği, f , Hz cinsinden frekans, r , metre cinsinden kaynaktan ekrana olan mesafe, C , n ve m , yansıma kayıplarını hesaplamak için farklı alanlara ait (düzlem dalgalar, elektrik alanlar ve manyetik alanlar) sabitlerdir (dB cinsinden). Örneğin, düzlem dalga alanı için C , n ve m sırasıyla 168, 1 ve 0'dır [23]. Düzlem dalga alanı için SE_R , Denklem 1.3 ile ifade edilir:

$$SE_R = 10 \log \left(\frac{\sigma_{ac}}{16 \omega \epsilon_0 \mu_r} \right) \quad (1.3)$$

σ_{ac} elektriksel iletkenlik (kalkanlama malzemesinin dielektrik özelliğine bağlıdır) ($\omega \epsilon_0 \epsilon''$ 'a eşittir), ω açısal frekans ($2 \pi f$ 'ye eşittir) ve ϵ_0 boş alan geçirgenliğidir [22].

Denklem 1.3'e göre, yansıma etkinliği, elektriksel iletkenlik (σ_{ac}) ile doğru orantılı; manyetik geçirgenlik (μ_r) ve ayrıca frekans ile ters orantılı olarak değişmektedir. Elektriksel iletkenlik (σ_{ac}) ve manyetik geçirgenlik (μ_r) sabit olduğu durumda, frekans arttığında yansıma etkinliği azalır [21, 22]. Gümüş, bakır, altın ve alüminyum gibi metaller, yüksek iletkenlikleri nedeniyle yansıma mekanizması için uygun malzemelerdir [21].

1.4.2 Absorpsiyon mekanizması

Absorpsiyon kaybı, nispeten yüksek yüzey derinliğine sahip malzemelerde, yüksek empedans uyumu oluştuğu durumda gelen EM dalgaların EMK malzemesine nüfuz etmesi ve malzeme içerisinde enerjisini kaybetmesi şeklinde gerçekleşmektedir.

Elektromanyetik dalgaların yoğunluğu, kalkanlama malzemesinin içinde bir direnç oluşturan akımın indüksiyonu nedeniyle üstel olarak azalmakta, bu da omik kayıplara ve kalkanlama malzemesinin kalınlığı boyunca ısı oluşumuna neden olmaktadır [23]. Absorpsiyon, iletim kaybı, dielektrik kayıp, manyetik kayıp, fazlar arası polarizasyon, dipolar polarizasyon, eddy akım kaybı gibi mekanizmalar ile gerçekleşmektedir [19, 24].

Absorpsiyon etkinliği (SE_A), dalga alan türünden bağımsız olduğundan, üç tip dalga için (elektrik, manyetik ve düzlem) aynı denklem ile ifade edilmektedir (Denklem 1.4) [22, 23]:

$$SE_A = 20 \frac{t}{\delta} \log_e = 8.68 \left(\frac{t}{\delta} \right) = 8.68t \sqrt{\frac{\omega \sigma_{ac} \mu_r}{2}} \quad (1.4)$$

t, kalkanlama malzemesinin kalınlığını, δ , yüzey derinliğini ifade etmektedir.

Denklem 1.4'e göre, absorpsiyon etkinliği, kalkanlama malzemesinin kalınlığı, elektriksel iletkenlik (σ_{ac}) ve manyetik geçirgenlik (μ_r) ile doğru orantılıdır. Elektriksel iletkenlik (σ_{ac}) ve manyetik geçirgenlik (μ_r) sabit olduğu durumda, frekansın artmasıyla absorpsiyon etkinliği artmaktadır [21, 22].

Elektrik ve/veya manyetik dipollere sahip malzemeler, EM dalgalarının emilmesini sağlamaktadır. Elektrik dipollerine sahip olan TiO_2 (95), $BaTiO_3$ (1700), $SrTiO_3$ (2000) [54] gibi yüksek dielektrik sabit değerine ve manyetik dipollerine sahip, Fe_2O_3 , ferrit, nikel, kobalt gibi yüksek manyetik geçirgenliğe sahip malzemeler ve alaşımlar (süperpermalloy ve mumetal, mxene, metal-organik kompleksler) [25-27], absorpsiyon mekanizması baskın EMK etkinliği göstermektedir.

1.4.3 Çoklu yansımaya mekanizması

Çoklu yansımaya kaybı, EM dalgalarının, EMK malzemesi içindeki arayüzler arasında yansımaları ile enerjisinin azalması ile gerçekleşmektedir. Yüksek yüzey alanı ve çoklu arayüzlere sahip köpük, arojel ve dolgulu kompozitler gibi malzemeler, çoklu yansımaya etkinliği (SE_M) gösteren malzemelerdir [23]. SE_M , Denklem 1.5 ile ifade edilir [21]:

$$SE_M = 20 \log \left(1 - e^{-\frac{2t}{\delta}} \right) = 20 \log \left(1 - 10^{-\frac{SE_A}{10}} \right) \quad (1.5)$$

SE_M , EMK malzemesi kalınlıđının yzzey derinliđine oranının bir fonksiyonudur. Yansıtıcı yzzeyler veya arayzler arasındaki mesafe, yzzey derinliđine gze bzyk olduđunda SE_M ihmal edilebilir. Kalınlıđı, yzzey derinliđinden dzyk EMK malzemelerinin SE_M 'i dikkate alınması gerekirken, kalınlıđı, yzzey derinliđinden dzyk EMK malzemelerinin SE_M 'i, yzyk absorpsiyon kaybına sahip olması nedeniyle ihmal edilebilir. $SE_A \geq 10$ dB olduđunda, SE_M ihmal edilebilecek kadar dzyktur [23]. Belirli bir kalınlıđa sahip bir EMK malzemesi SE_A biliniyorsa, malzemenin yzzey derinliđi, Denklem 1.6 ile hesaplanabilmektedir [22]:

$$\delta = 8,68 \left(\frac{t}{SE_A} \right) \quad (1.6)$$

1.4.4 Yzzey derinliđinin elektromanyetik kalkanlama zzerine etkisi

Yzzey derinliđi, bir malzemenin EM kalkanlama mekanizmasını etkileyen en önemli olgulardan biridir. EMK malzemelerinin kalınlıđı arttıka, EM dalgalarının enerjisi katlanarak (zstel olarak) azalmaktadır. Yzzey derinliđi, EM dalgalarının %37 (1/e) oranında zayıflaması iin gerekli olan, malzemenin yzzeyinden i kısına olan mesafe olarak tanımlanmaktadır. Yzyk frekanslı EM dalgaları, dzyk dalga boyuna sahip olması nedeniyle, kalkanlama malzemesine nufuz edebilmek iin dzyk bir yzzey derinliđine ihtiya duymaktadır. Dzyk frekanslı EM dalgaları, yzyk dalga boyuna sahip olması nedeniyle, malzemenin iine nufuz etmek iin yzyk yzzey derinliđine ihtiya duymaktadır. Yzzey derinliđi (δ), Denklem 1.7 ile ifade edilmektedir [21]:

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\pi f \mu \sigma}} \quad (1.7)$$

f, gelen EM dalgasının frekansı, μ ve σ sırasıyla kalkanlama malzemesinin manyetik geirgenliđi ve elektriksel iletkenliđidir.

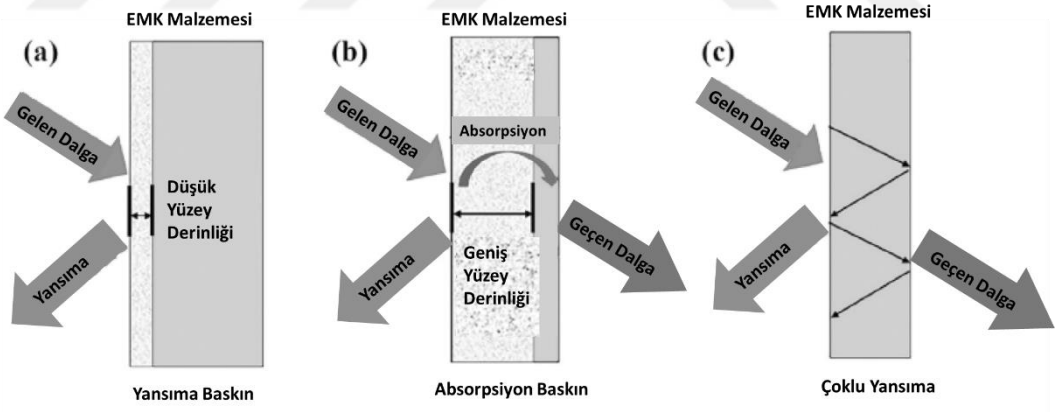
Malzemelerin yzzey derinliđi, elektriksel iletkenlik, manyetik geirgenlik ve frekans ile ters orantılıdır. İletkenlik ve geirgenlik sabit olduđunda, frekans arttıka EM dalgalarını zayıflatmak iin gerekli yzzey derinliđi dzymektedir. Ayrıca, elektriksel iletkenliđi ve manyetik geirgenliđi yzyk olan EMK malzemeleri, dzyk yzzey derinliđine sahiptir. 1 GHz frekansta, bakırın yzzey derinliđi 2,09 μ m, nikelin ise 0,47 μ m olarak hesaplanmıřtır. Bakırın nikel gze beř kat daha yzyk bađ elektrik

iletkenliğine (σ_r) sahip olmasına rağmen; nikelin bakıra kıyasla daha düşük yüzey derinliğine sahip olmasının nedeni, nikelin ferromanyetik davranışa (nikel, bakırdan 100 kat daha yüksek bağıl manyetik geçirgenliğe sahip (μ_r)) sahip olmasıdır [21].

EM dalgaları, yüzey derinliği düşük ve arayüz empedans uyumsuzluk özelliğine sahip kalkanlama malzemesi ile temas ettiğinde, malzemeye nüfuz etmek yerine yansıtılır (Şekil 1.4 a) [28, 29]. Düşük frekanslı EM dalgaları ve/veya ince kalkanlama malzemelerinde ($t \ll \delta$) yansıma baskın mekanizma oluşur, bu nedenle absorpsiyon kaybı frekanstan bağımsız olarak ihmal edilebilir.

Malzeme kalınlığı yüzey derinliğinden ($t \gg \delta$) daha yüksek olduğunda, malzeme yüksek arayüz empedans uyumuna sahip ise absorpsiyon mekanizması baskın olmakla birlikte (Şekil 1.4 b), malzemenin yapısına göre üç farklı mekanizma da meydana gelebilir (Şekil 1.4 b,c) [28].

Kalkanlama malzemesi tasarlanırken, malzeme kalınlığı, yüzey derinliği dikkate alınarak belirlenmelidir. Örneğin, yüzey derinliği kadar kalın bir malzeme, gelen EM dalgalarının %37'sini, 3δ kalınlığında bir malzeme, gelen EM dalgalarının ~%95'ini zayıflatacaktır [30].



Şekil 1.4 : Yüzey derinliği ile EM kalkanlama mekanizmaları ilişkisi a) yansıma baskın, b) absorpsiyon baskın ve c) çoklu yansıma [28].

1.5 Elektromanyetik Kalkanlama Malzemeleri

Yüksek elektriksel iletkenlik, manyetik ve dielektrik özellikleri sayesinde EM kalkanlama etkinliği en yüksek olan malzeme, metallerdir. Demir (Fe), bakır (Cu), krom (Cr), nikel (Ni), alüminyum (Al), gümüş (Ag), pirinç gibi metaller yansıtma

mekanizması ile EM kalkanlama etkinliđi göstermektedir [31]. Metallerin ağır olması, korozif olması, işleme zorluğu gibi dezavantajları bulunmaktadır [2]. Metallerin yerine, daha hafif olan metal tozları, metal oksitler (Fe_2O_3 , TiO_2 , CuO , $Mxene$), nanopartiküller, paslanmaz çelik lifleri, metal kaplı karbon lifleri gibi metal katkıli kompozitlerin yanında korozif olmayan iletken polimer esaslı kompozitler veya karbon elyaf, karbon siyahı, grafit, genişletilmiş grafit, grafen ve karbon nanotüp gibi karbon esaslı katkı içeren termoset veya termoplastik polimer matrisli kompozitler tercih edilmektedir [2, 32].

Özellikle karbon esaslı malzemeler, dielektrik özellikleri, geniş yüzey alanı, yüksek en-boy oranı, hafifliđi ve polimer içerisinde kolay dağılılabilmek, yüksek mekanik ve kimyasal dayanım gibi EMK malzemeleri için ideal özelliklere sahiptir. Karbon esaslı malzemeler, yüksek frekanslı EM dalgalarını yüksek oranda absorplayabilirken [33]; düşük frekanslı dalgaların absorpsiyonu için yüksek miktarda kullanılması gerekmektedir [34], bu durum maliyeti arttırdığı için istenmeyen bir durumdur. İletkenliđin yanında manyetik geçirgenlik özelliđi olan metaller, düşük frekanslarda, karbon esaslı katkılara göre daha yüksek EM kalkanlama etkinliđi göstermektedir [2, 35, 36].

Geri dönüşebilir termoplastik kompozitler özellikle elektrik-elektronik ve otomotiv sanayisi için önem taşımaktadır. Günlük hayatta karşımıza çıkan, telefon, televizyon, elektrikli ev aletleri, elektrikli araçlar vb. elektromanyetik dalga yayan cihazların büyük çoğunluğunda termoplastik malzemeler bulunmaktadır. EM kalkanlama özellikli kompozit üreten en önemli firmalardan Chomerics [37], Greene Rubber [38], 3M [39] elastomer conta, iletken yapıştırıcı, kaplama veya mürekkep gibi malzemeler üretirken, RTP Company, paslanmaz çelik lifleri [40], Parker Chomerics, Ni kaplı karbon elyaf [41], BASF, karbon ve paslanmaz çelik lifleri ile, DSM [42] termoplastik matrisli kompozit üretimi yapmaktadır.

Karbon ve metal esaslı malzemelerin bir arada kullanıldığı hibrit sistemler ile geniş frekans aralığında yüksek EMK etkinliđi sağlayan EMK malzemesi elde etmek mümkün olmaktadır [35, 36].

1.6 Elektrodepozisyon ile Kaplama

Elektrodepozisyon yöntemi, maliyeti düşük, prosesi kolay bir elektro-kimyasal kaplama yöntemidir [43]. Elektrodepozisyon, metalik iyonların, elektrik enerjisi ile

elektrolitik çözelti içerisinde belirli bir yönde hareket ettirilmesi ve iletken özellikli bir yüzeyde biriktirilmesi işlemidir. İletken özelliklerinden dolayı karbon elyaf, paslanmaz çelik gibi malzemelere kaplama yapmak için yaygın kullanılan etkili yöntemlerden biridir. Bu yöntem, kaplanabilecek malzeme çeşitliliğinin fazla olması ve kaplama kalınlığı, morfolojisi gibi özelliklerin kolaylıkla kontrol edilebilmesi gibi özelliklerinden dolayı metal-karbon esaslı hibrit EM kalkanlama malzemesi üretmek için de ideal bir yöntemdir. Elektrodepozisyon sisteminin bileşenleri:

Elektrolit çözeltisi: İçerisindeki metal tuzları ve iyonlar sayesinde elektrik enerjisini kimyasal potansiyele dönüştüren sulu çözeltidir.

Anot: Pozitif elektroda anot adı verilir, elektrokimyasal oksidasyon reaksiyonu gerçekleşerek metal iyonları serbest kalır.

Katot: Negatif elektroda katot adı verilir. Kaplanacak malzeme katot olarak davranır. Katotta elektrokimyasal indirgenme reaksiyonu gerçekleşerek metal iyonları metal elementine dönüşerek katot yüzeyinde birikir [44].

Akım Yoğunluğu: Akımın verildiği kablonun kesit alanındaki akım miktarıdır. Birimi A/dm^2 dir.

Güç Kaynağı: Elektrodepozisyon işleminin gerçekleşmesi için gerekli elektrik enerjisini, sürekli veya aralıklı şekilde doğru akım ile veren cihazdır. Akım yoğunluğu, güç kaynağından çıkan akımın miktarı ayarlanarak belirlenir.

1.6.1 Elektrodepozisyon - Faraday kanunu

Faraday, elektroliz kanununa göre kaplama miktarı, Denklem 1.8-12'ye göre belirlenebilmektedir [45]:

$$w = ZQ \quad (1.8)$$

$$Q = It \quad (1.9)$$

$$w = ZIt \quad (1.10)$$

$$Z = \frac{A_{wt}}{nF} \quad (1.11)$$

$$w = \frac{A_{wt}}{nF} Q = \frac{A_{wt}}{nF} * It \quad (1.12)$$

w, kaplama miktarı (g), Z, elektrokimyasal eşdeğer, orantılılık sabitidir. Q, elektriksel yük miktarı, I, akım (Amper) ve t, kaplama süresini (saniye) ifade etmektedir [45].

A_{wt} , katotta biriken metalin atomik kütlesi ve n, elektrodepozisyon reaksiyonunda yer alan elektronların sayısı (metalın eşdeğerlik sayısı), F, bir eşdeğer metalin kaplanması için gerekli elektrik miktarı, Faraday sabiti (96487 C mol⁻¹). Coulomb (C), bir saniyede 1 Amper akımın elektrik miktarıdır [45]. Kaplama miktarı, akım ve kaplama süresi ile doğru orantılı olarak artmaktadır.

İyonların hareket hızını açıklayan Faraday'ın elektrodepozisyon kanunu Denklem 1.13'te verilmiştir.

$$\frac{dx}{dt} = \frac{\varphi j M}{\rho z F} \quad (1.13)$$

j, akım yoğunluğu (A cm⁻²), x, kaplama kalınlığı (cm), ρ , metal kaplama yoğunluğu (g/cm³), z, elektrottaki elektron sayısı (birimsiz), F, Faraday sabiti, t, kaplama süresi (saniye), φ , metal kaplama akım verimliliği (<1 veya =1), M, kaplanmış metalin molar kütlesini (g/mol) ifade etmektedir [46].

Denklem 1.13'e göre kaplama hızı, akım yoğunluğu, akım verimliliği ile doğru orantılı olarak artarken, metalin yoğunluğu, elektrottaki elektron sayısı ile ters orantılı olarak artmaktadır.

Akım verimliliği, uygulamalarda genellikle %100'ün altındadır. Reaksiyonda gerçekleşen yan reaksiyonlar (H indirgenmesi vb.) sebebiyle teorideki kaplama miktarı ile gerçekte kaplanan metal miktarı eşit olmamaktadır. [45]. Akım verimliliğini, elektrolitin iyon dengesi, pH değeri, anot ve katodun verimliliği etkilemektedir.

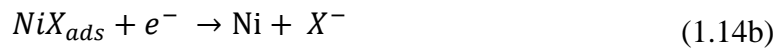
1.6.2 Elektrodepozisyon ile nikel kaplama

Dekoratif veya fonksiyonel gibi çeşitli amaçlarla metalik yüzeylere nikel kaplama yapılmaktadır. Dekoratif amaçla nikel kaplama, yüzeylere ayna şeklinde parlak görünüm kazandırmaktadır. Fonksiyonel kaplama ise yüzeyleri korozyondan korumak, aşınma dayanımını arttırmak veya malzemeye manyetik özellik gibi özellik

kazandırmak için yapılmaktadır. Elektro-şekillendirme ise tamamen nikelden oluşan parçalar üretmek için kullanılmaktadır. Elektrodpozisyon kaplama ile nikelin yanında farklı metaller ile alaşım kaplamalar da gerçekleştirilebilmektedir [47]. Ayrıca iletkenliği yüksek olan metal dışındaki malzemelere de nikel kaplama yapılabilmektedir. Karbon elyaf bunlara bir örnektir. Karbon elyaflara nikel kaplanarak elektriksel özellikleri geliştirilmekte ve EM kalkanlama uygulamalarında kullanılmaktadır [48-52]. Ayrıca demir, demir oksit, kobalt gibi manyetik özellikli kaplamalar nikelin yanında yüksek absorpsiyon sağlamak için tercih edilmektedir [52-58]. Nikel kaplama için, sülfamat, Watts, klorür gibi çeşitli elektroliz çözeltileri kullanılmaktadır. Watts nikel banyosu en sık kullanılanlardandır [59]. Watts nikel çözeltisinin avantajları, geniş sıcaklık aralığında kullanılabilmesi, yüksek hızlarda kaplama yapılabilmesi, geniş pH aralığında (2-5) kaplama yapılabilmesi ve yüksek akım yoğunluğu uygulanabilmesidir [60]. Watts nikel çözeltisinde temel olarak, $NiCl_2$, $NiSO_4$ ve H_3BO_3 bulunmaktadır. Nikel tuzları iyon dengesini sağlamak için ve nikel kaynağı olarak kullanılırken, borik asit pH'ı dengelemek için kullanılmaktadır [59].

1.6.2.1 Elektrodpozisyon ile nikel kaplama reaksiyonları

Elektrodpozisyon işleminde redoks reaksiyonları gerçekleşmektedir. Çözeltiye akım verildiğinde, anotta yükseltgenme reaksiyonu gerçekleşir ve nikel iyonları çözünür. Katoda ulaşan nikel iyonları indirgenerek, nikel elementi olarak katot yüzeyinde birikir [47]. Nikel kaplama işlemi, katottan ayrılan nikel iyonunun ortamdaki anyonlar ile yük transferi sonrasında elektron alarak adsorplanmış kompleks oluşturması sonrasında yine elektron alarak, nikel elementine dönüşmesi ve katotta birikmesi şeklinde gerçekleşir (Reaksiyon 1.14) [61, 62].



X^{-} anyonu, çözeltinin iyon dengesine göre OH^{-} , SO_4^{-} , Cl^{-} olabilir. $NiCl_2$, $NiSO_4$ ve H_3BO_3 içeren Watts nikel çözeltisinde ise; X^{-} anyonu yerine Cl^{-} iyonu gelmektedir (Reaksiyon 1.15) [61].



Ayrıca çözelti pH'ına göre reaksiyonlar değişebilmektedir [62]. Çözelti pH kontrolü yapılmadığında oluşan yan reaksiyonlar kaplama verimliliğini düşürebilmektedir. Yüksek potansiyellerde, çözelti pH'ı yüksek olduğunda (>5), Ni⁺² iyonlarının Ni(OH)₂ oluşturarak pasifleşmesi ve çökme oluşumu gerçekleşebilmektedir [62]. Bu durum kaplama verimini düşürmektedir. Redoks reaksiyonu sonucu, H⁺ oluşumuna bağlı olarak çözelti pH'ı yükselmektedir. H⁺ iyonları katot yüzeyinde birikir ve kaplama kalitesini düşürür [62]. Watts nikel çözeltisinde kullanılan H₃BO₃, çözeltide dihidrojen borat (H₂BO₃⁻) ve H⁺ olarak çözünerek çözelti pH'ını düşürür. Böylece çözelti pH'ını dengeleyerek kaplama kalitesini artırır [60].

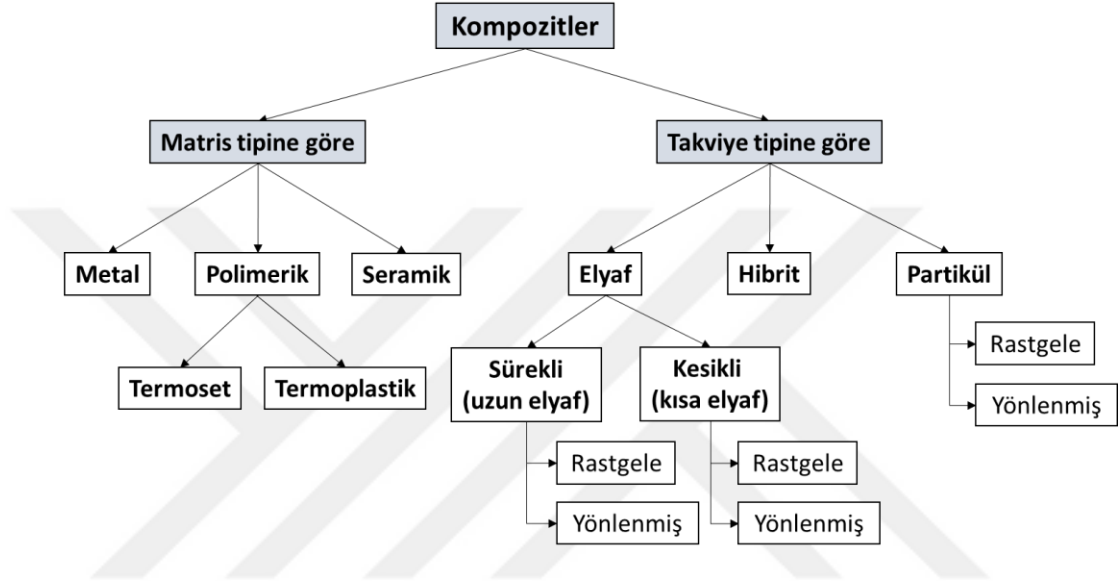
1.6.3 Elektrodepozisyon ile nikel kaplamayı etkileyen faktörler

Elektrodepozisyon ile kaplamada, kaplama miktarını etkileyen faktörler; akım yoğunluğu, kaplama süresi, katot hacmi, katot formu, anot/katot verimliliğidir. Nikel kristal boyutu, şekli, yüzey pürüzlülüğü gibi kaplama kalitesini etkileyen parametreler ise kaplama çözeltisi bileşenlerinin konsantrasyonu, çözeltinin iyon dengesi (Ni⁺² konsantrasyonu gibi), çözelti sıcaklığı, pH'ı, çözeltiliye eklenen yüzey aktif madde, parlatici gibi katkıları, anot ve katot arasındaki mesafe, katot formu, akım yoğunluğudur [60, 63].

1.7 Polimerik Kompozitler

Kompozit, farklı fiziksel veya kimyasal özelliklere sahip iki veya daha fazla malzemenin birleşerek oluşturduğu, kendisini oluşturan malzemelerden daha farklı özelliklere sahip bir malzemedir [64]. Kompozitler, takviye veya katkı malzemeleri ve bunları bir arada tutan matristen oluşmaktadır. Kompozitlerin sınıflandırılması, Şekil 1.5'te verilmiştir [64]. Polimerik kompozitler, termoset ve termoplastik olmak üzere iki ana gruba ayrılmaktadır. Termoset kompozitler, epoksi, polyester, fenolik, vinil reçine, poliüretan, poliimid vb. gibi şekillendirilip çapraz bağlanarak sertleştirildikten sonra geri-dönüştürülemeyen polimerlerden üretilir [65]. Termoplastik kompozitler,

doğrusal veya dallanmış zincir yapısına sahip amorf, kristal veya yarı-kristal özellikte, üretildikten sonra tekrar eritilerek kullanılabilen poliamid, polipropilen (PP), polietilen (PE), akrilonitril bütadien stiren (ABS), polietilenteraftalat (PET), polikarbonat (PC), polietereterketon (PEEK) vb. gibi polimerlerden üretilir. Elyaf takviyesi olarak, cam, karbon, aramid gibi yüksek performanslı elyaflar, kesikli, sürekli veya kumaş halde kullanılabilir [64]. Partikül takviyesi olarak, nanopartiküller, mineral dolgular, metal partikülleri kullanılabilir [65, 66].



Şekil 1.5 : Kompozitlerin sınıflandırılması [64].

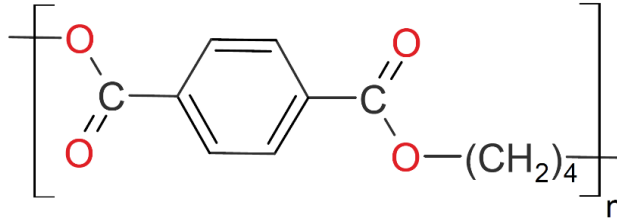
Bu tez çalışmasında termoplastik özellikte poli(bütilen tereftalat) (PBT) matrisli, matriste rastgele dağıtılmış kesikli elyaf ve nanopartikül takviyeli hibrit kompozitler üretilmiştir.

1.8 Poli(bütilen tereftalat) (PBT) Özellikleri ve Kullanım Alanları

PBT polimeri, tereftalik asit veya dimetil tereftalat, 1,4 bütandiol'ün polikondenzasyon reaksiyonu ile üretilmektedir. Aromatik yapıli PBT polimeri (Şekil 1.6) poliester ailesine ait bir polimerdir. PBT yarı kristal zincir yapısına sahip bir mühendislik polimeridir [67].

PBT polimeri, yüksek nem direnci, termal kararlılık, boyutsal kararlılık, kimyasal direnç, aşınma direnci, geri dönüştürülebilirlik ve akış özellikleri gibi birçok avantajlı özelliğe sahiptir. PBT, otomotiv, elektrik, elektronik, aydınlatma, spor, ev ve tıbbi cihazlarda yaygın olarak kullanılmaktadır [68]. Ayrıca PBT, düşük erime sıcaklığı (polietilenteraftalat (PET)'a göre), düşük eriyik viskozitesi, hızlı kalıplanabilirlik ve

hızlı kristalleşme gibi özellikleri nedeniyle enjeksiyon kalıplama için oldukça uygun bir polimerdir [68, 69]. Literatürde iletken özelliğe sahip çeşitli poliester esaslı kompozit malzemeler [70-76] geliştirilmesine rağmen EM kalkanlama özelliğine sahip PBT esaslı kompozit malzemeler üzerine yapılan çalışmalar oldukça sınırlıdır. PBT'in avantajları, elektrik-elektronik uygulamalarında yaygın olarak kullanılması ve literatürdeki bu boşluğu doldurmak amacı ile bu tez çalışmasında matris polimeri olarak PBT kullanılmıştır.



Şekil 1.6 : Polibütilen teraftalatın kimyasal yapısı [77].

1.9 Termoplastik Kompozit Üretimi

Termoplastik polimerler, belirli sıcaklıkta erime özelliği sayesinde üretilebilirlik ve geri dönüşüm için oldukça önemlidir. Termoplastik kompozitler bir çok uygulama alanında tercih edilmektedir. Darbe dayanımını arttırmak, yanmazlık özellik kazandırmak, mekanik özellikleri iyileştirmek, elektriksel iletkenlik özelliği kazandırmak gibi çeşitli amaçlar ile kompozitlerde çeşitli takviyeler kullanılmaktadır. CaCO₂, talk, mineral dolgu, silika gibi inorganik toz katkıların yanında, cam elyaf gibi inorganik elyaf takviyeleri kullanılmaktadır. Karbon elyaf, karbon siyahı, grafit, grafen gibi karbon esaslı takviyeler de kullanılmaktadır [65, 78-80]. Toz, nanoparçacık ve elyaf takviyelerin polimer ile karışımı için uygulanan işlemler değişebilmektedir. Katkılar ile polimerlerin karışımı için eriyikten karışım, çözetiden karışım, toz karışım gibi yöntemler uygulanmaktadır. Ancak literatürde ve sanayide en yaygın kullanılan yöntem, eriyikten karışımıdır. Bunun için ekstrüder, yüksek hızlı karıştırıcılar kullanılabilir. Karışımların bitmiş ürün halinde üretimi için ise enjeksiyon kalıplama, sıcak basınçlı kalıplama, ekstrüzyon, dönerli kalıplama, şişirme kalıplama, termoşekillendirme gibi yöntemler kullanılmaktadır [68]. Literatürdeki araştırma çalışmalarında kompozit üretimlerinde karışım için, düşük miktarda üretime izin verdiği ve özellikle elyaf takviyelere daha az zarar verdiği için yüksek hızlı karıştırıcılar tercih edilmektedir. Ancak endüstriyel üretimlerde, yüksek miktarlarda

üretim, çok çeşitli takviyeli kompozitlerin üretimine ve otomasyona uygun olduğu için, en yaygın kullanılan üretim yöntemi ekstrüzyon ve enjeksiyon kalıplamadır [81, 82]. Bu tez çalışmasında geliştirilen EM kalkanlama özellikli termoplastik kompozitlerin sanayiye yönelik olmasından dolayı, kompozit üretimi için ekstrüder ile karışım ve enjeksiyon kalıplama yöntemleri tercih edilmiştir.

Termoplastik kompozitlerin, mekanik, elektriksel iletkenlik, EMK gibi özelliklerine etki eden faktörler, takviye ve matrisin özelliklerinin yanı sıra, takviye oranı, elyaf uzunluk dağılım oranı, elyaf uzunluğu, elyafların matris içerisinde dağılımı ve yönlenmesi, partiküllerin çap/boy oranı, matris içerisinde dağılımı, ayrıca matris ile takviyenin ara yüzey etkileşimidir [66, 82-85].

1.9.1 Ekstrüzyon ile karışım

Ekstrüzyon, katı haldeki polimer granüllerinin, ısı, vidaların dönmesiyle oluşan tork kuvveti ve kayma gerilimi etkisiyle eritilmesi, bu sırada diğer polimerler, katkılar veya takviye malzemeleri ile karıştırılması, akabinde bir düzeden filament halinde çıkarılması işlemidir. Düzeden çıkan filament su banyosunda soğutulur katılaştırılır, gerektiğinde silindirler yardımıyla çekme uygulanır, sonrasında karışım polimeri granül kesme cihazında granüller halinde kesilir.

Tek vidalı ve çift vidalı olmak üzere iki çeşit ekstrüder bulunmaktadır. Tek vidalı ekstrüder, polimer karışımları, kolay karışabilen katkılar veya takviyeler ile polimer karışımı için kullanılır. Çift vidalı ekstrüder ise çoğunlukla yüksek oranda katkı, elyaf takviyeli polimer kompozitlerinin karışımları için kullanılır. Zıt yönlü dönen (Counter-rotating) ve tek yönde dönen (co-rotating) çift vidalı ekstrüderler bulunmaktadır. Zıt yönde dönen çift vidalı ekstrüderler, sıcaklığa duyarlı polimerler için kullanılmaktadır. Tek yönde dönen çift vidalı ekstrüderler ise çeşitli malzemeler ile polimer kompozitleri üretmek için yaygın olarak kullanılır [82].

Ekstrüder cihazında, vidaların dönmesini sağlayan motor; sıcaklık, dönme hızı, basınç, tork gibi parametrelerin kontrol edildiği panel, vidaların bulunduğu bölümlerden oluşan kovan, kovanda bulunan ısıtıcılar ve soğutma bağlantıları, polimer besleme hunisi, toz veya elyaf takviye besleme gözü, basıncı ayarlamak ve eriyikte biriken havayı veya gazı atmak için havalandırma bölümü, kovanın çıkışında düze bulunmaktadır. Ekstrüder bileşenlerinin bulunduğu çizim Şekil 1.7'de verilmiştir. Çift vidalı ekstrüderde uygulamaya göre çeşitli vida tipleri kullanılabilir. Vida

elementlerinin dizaynını ve vida boyu/vida çapı oranı, kovan içerisindeki basınç gradyanını kontrol etmek için ve dolgu/elyaf takviye malzemelerinin homojen karışımını sağlayacak şekilde ayarlanır [82]. Çift vidalı ekstrüderde önemli olan proses kontrol parametreleri aşağıda sıralanmıştır [82]:

Sıcaklık (besleme-çıkış sıcaklığı),

Polimer/katkı besleme hızı,

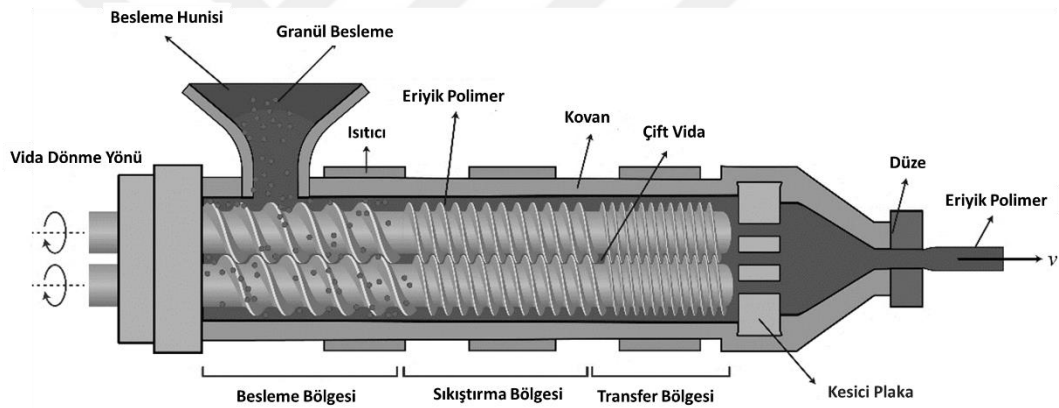
Vida dönme hızı,

Vidalarda bulunan element tipleri ve bölgeleri,

Vida boy/çap oranı,

Katkı besleme bölgeleri,

Düze çapı.



Şekil 1.7 : Ekstrüder cihazı bileşenleri [86].

1.9.2 Enjeksiyon kalıplama

Enjeksiyon kalıplama cihazı, besleme ünitesi, tek vidası bulunan enjeksiyon ünitesi, kalıplama ünitesinden oluşan bir cihazdır (Şekil 1.8). Polimer granülleri/parçacıkları öncelikle sıcaklık ile vida içerisinde eritilir. Eriyik polimer, vidaların hareketiyle ileri doğru itilerek kalıbın eriyik polimer ile dolması sağlanır. Yeterli miktarda polimer kalıba dolduğunda vida dönmeyi durdurur ancak polimerin geri çıkmasını önlemek için belirli bir basınç uygulamaya devam eder. Belirli sıcaklıktaki kalıp belirli basınç uygulanarak kapatılır. Eriyik polimerin kalıptaki tüm boşluklara dolması için belirli süre beklenir. Sonrasında aşamalı soğutma ve katılaştırma işlemi gerçekleştirilir. Son

olarak da kalıp açılır ve parça alınır. Enjeksiyon kalıplamada önemli proses kontrol parametreleri aşağıda sıralanmıştır [82]:

Ön kurutma,

Vida dönme hızı,

Enjeksiyon sıcaklığı (bölgesel sıcaklık),

Enjeksiyon basıncı (Kalıp doldurma basıncı),

Kalıp kapatma basıncı,

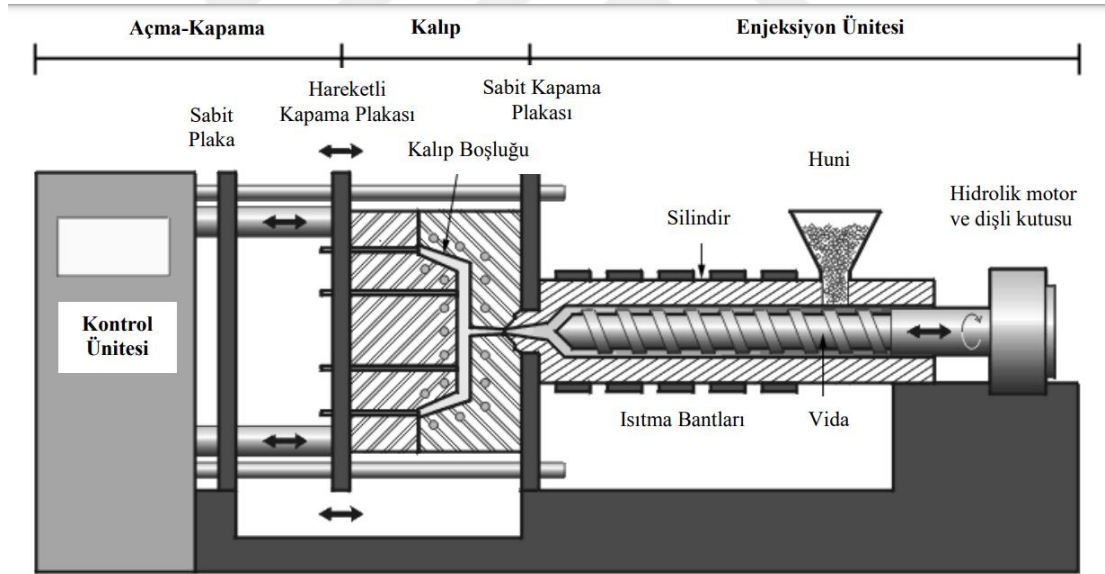
Kalıp basıncı,

Kalıp sıcaklığı,

Kalıp dizaynı (yolluk bölgeleri, tipleri (sıcak, soğuk),

Bekletme basıncı,

Soğutma süresi.



Şekil 1.8 : Enjeksiyon kalıplama cihaz bileşenleri [87].

1.10 Literatür Araştırması

Hua ve ark. karbon elyaflara elektrodpozisyon yöntemiyle nikel kaplamış ve kaplama ile karbon elyaf ara yüzey etkileşimini, ıslanabilirlik ve oksidasyon özelliğini incelemiştir. Karbon elyaf yüzeyindeki kaplamayı uzaklaştırmak için, karbon elyaflar, 400 °C’de 20 dk bekletilmiş, sonrasında %40’lık nitrik asit çözeltisinde kaynatılmıştır.

Watts nikel elektrolit çözeltisinde, nikel kaynağı olarak, nikel sülfat, anot aktifleştirici olarak nikel klorür kullanılmıştır. Çözeltide Cl^- iyonu olmadığında, O_2 oluşumu artmakta ve Ni^{+2} ile birleşerek anot üzerinde kaplamayı engelleyen, çözünmeyen NiO_3 kompleksleri oluşmaktadır. Optimum konsantrasyon olarak, 250 g/L nikel sülfat, 40 g/L nikel klorür belirlenmiştir. Çözelti pH'ı <2 olduğunda H_2 oluşumu gerçekleşmekte ve katot verimliliği düşmektedir. Çözelti pH'ı çok yüksek olduğunda ise katı Ni(OH)_2 kolloidleri oluşmakta, bunlar kaplamayı kırılğan hale getirmektedir. Bunu engellemek için, çözelti pH'ı 6,35'in altında olmalıdır. Bu çalışmada, optimum pH, 4-4,5 olarak belirlenmiştir. Kaplama sırasında pH sürekli arttığından, pH düzenleyici olarak borik asit (H_3BO_3) eklenmiştir. Optimum H_3BO_3 konsantrasyonu olarak 30 g/L belirlenmiştir. Kaplama sırasında oluşan H_2 , karbon elyaf yüzeyinde adsorbe olarak nikel kaplamanın elyaf yüzeyi ile etkileşimini engellemektedir. 0,1 g/L dodesil sülfat kullanıldığında, karbon elyaf yüzey enerjisi düşerek yüzeyde H_2 birikimini engellemekte ve böylece homojen kaplama sağlanabilmektedir. Daha parlak, pürüzsüz (küçük kristal boyutu), daha tok kaplama elde etmek için sakkarin ve 2-bütün-1,4-diol katkıları kullanılabilir. Kaplama hızı, çözelti sıcaklığı ile ve kaplama kalınlığı ise akım yoğunluğu ve kaplama süresi ile kontrol edilmiştir. Nikel kaplamasının karbon elyafların yüksek sıcaklıkta oksidasyonunu önlediği tespit edilmiştir. Sıcak-soğuk sirkülasyon metoduna göre test edildiğinde nikel kaplaması ile karbon elyaf arasındaki ara yüzey etkileşiminin iyi olduğu, karbon-metal-oksijen bağlarının oluştuğu, bağ kuvvetinin 78,5 kPa' dan az olmadığı belirtilmiştir. Eriyik alüminyuma daldırma metodu ile nikel kaplamanın karbon elyafa göre daha iyi ıslanabilirlik özelliği olduğu tespit edilmiştir [49].

Guo ve ark. yaptığı çalışmada, kaplama öncesi karbon elyaf yüzeyindeki safsızlıkları uzaklaştırmak için, karbon elyafları 24 saat boyunca asetonda bekletmiş ve sonra saf su ile yıkayarak 60 °C'de kurutmuştur. Karbon elyaf yüzeyinde bulunan organik bağlayıcı katmanı uzaklaştırmak için, karbon elyaflar 450 °C'de 30 dakika ısıtılmıştır [88]. Demir / Nikel kaplama banyosunda 100 g L^{-1} $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 140 g L^{-1} $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 0,3 g L^{-1} $\text{C}_6\text{H}_5\text{NaO}_2\text{S}$, 2,0 g L^{-1} $\text{C}_7\text{H}_5\text{NO}_3\text{S}$, 40 g L^{-1} H_3BO_3 , 15 g L^{-1} $\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 30 g L^{-1} KCl bulunmaktadır. Çözelti pH'ı $3 \pm 0,5$ 'e ayarlanmıştır. 8 cm boyundaki karbon elyaflar katot olarak kullanılmış ve $65 \times 60 \times 5$ mm boyutlarındaki parlatılmış saf nikel plaka anot olarak kullanılmıştır. Kaplamalar, 0,2 A/dm^{-2} akım yoğunluğu, 60 °C'de ve 3-60 dakika sürede doğru akım ile gerçekleştirilmiştir. Kaplama süresi arttıkça karbon elyafın elektriksel direnci

düşmüştür. Kaplamasız karbon elyafın direnci 55 ohm/m iken, 15 dk kaplama sonrası Fe/Ni kaplanmış karbon elyafın direnci 0,5 ohm/m'ye düşmüştür. Ayrıca manyetik özelliği olmayan karbon elyaf, Fe/Ni kaplama sonrası yüksek oranda manyetik doygunluk değerine ($25,5 \text{ emu g}^{-1}$) sahip olmuştur [88].

Serek ve ark. çelik plaka üzerine elektrodepozisyon yöntemiyle, Watts banyosu ile Ni-TiO₂ kaplamıştır. TiO₂ tozlarının (100 µm) yüzeye kaplanma mekanizması adsorpsiyon ve yüklü katı parçacıkların katoda doğru göç etmesi olarak açıklanmıştır [89].

Shao ve ark. çelik plaka üzerine elektrodepozisyon yöntemiyle, Watts banyosu ile Ni ve TiO₂ nanopartikülleri (50 nm) kaplamıştır. Kaplama ile çelik plakanın aşınma, sertlik ve korozyon özelliklerinin iyileştiği belirtilmiştir [90].

Literatürde, çelik gibi metal yüzeylere elektrodepozisyon yöntemiyle nikel ve TiO₂ nanopartiküllerinin kaplandığı çalışmalar mevcuttur [91-98]. Ancak karbon elyafa TiO₂ nanopartikülleri ve nikel kaplaması ile ilgili çalışmaya literatürde rastlanmamıştır. Elektrodepozisyon yöntemi kullanılarak metal kaplama ile ilgili literatürdeki çalışmalar Çizelge 1.2'de özetlenmiştir.

Çizelge 1.2 : Elektrodepozisyon ile metal kaplama ile ilgili literatürdeki çalışmalar.

Kaplanan Malzeme (Katot)	Kaplama Malzemesi	Şartlar	Güç kaynağı	Referans
Karbon elyaf	RGO+TiO ₂ nanopartikülleri	Hızlı katodik elektrodepozisyon (titanyum klorür, H ₂ O ₂ ve LiClO ₄)	Autolab PGSTAT 302	[99] 2019
Düşük karbon çeliğinden dikdörtgen plaka	Cu-TiO ₂ TiO ₂ Degussa (21 nm)	Anot: Saf bakır 60x 40x 0.6 mm Ortalama akım yoğunluğu 2 A/dm ² ve 20 Hz frekans	Pulse kaplama	[100] 2019
Silikon	Altın Au(CN) ₂ ⁻	Anot: Pt	Keithley 2410 1100V SourceMeter	[101] 2015
Paslanmaz çelik tel (0.20 mm çap, 75 mm uzunluk)	Zn-ZnO	Üçlü elektrot hücresi metodu ZnSO ₄ çözeltisi, 200 gL ⁻¹ KCl çözeltisi 25 g L ⁻¹ borik asit Çalışan elektrot: Paslanmaz Çelik Tel Karşı elektrot: Pt çubuk Referans elektrot: Doymuş kalomel Uygulanan akım: -1.2 V 25 ± 1	CHI832D electrochemical analyzer	[102] 2015
Karbon elyaf	Nikel	Akım yoğunlukları -0.1, -0.2 ve -0.225 mA cm ⁻²	AUTOLAB PGSTAT 302 Potentiostat/galvanostat	[103] 2019

Çizelge 1.2 (devam) : Elektrodepozisyon ile metal kaplama ile ilgili literatürdeki çalışmalar.

Kaplanan Malzeme (Katot)	Kaplama Malzemesi	Şartlar	Güç kaynağı	Referans
Karbon siyahı	Nikel	Watts tipi banyo 45 g L ⁻¹ nikel klorür heksahidrat 240 g L ⁻¹ nikel sülfat 30 g L ⁻¹ borik asit 40 °C Katot (çalışan elektrot): Nikel plaka Anot: Pt yay Referans elektrot: Ag/AgCl (KCl çözeltisinde doyurulmuş)	Potentiostat/g alvanostat Akım yoğunluğu: 30- 200 mA cm ⁻²	[104] 2020
Karbon elyaf	Nikel	Akım yoğunlukları -0.1, -0.2 ve -0.225 mA cm ⁻²	AUTOLAB PGSTAT 302 Potentiostat/g alvanostat	[103] 2019
Karbon elyaf	Nikel	Nikel sülfat (NiSO ₄ ·6H ₂ O, ≥99%) Nikel kaynağı, Nikel klorür (NiCl ₂ ·6H ₂ O, ≥98%) Nikel kaynağı ve anot aktifleştirici ajan, Borik asit (H ₃ BO ₃ , ≥99.5%) pH ayarlayıcı, Dodesil sodyum sülfat (C ₁₂ H ₂₅ NaS, toplam alkol ≥59%) anti-aşınma katkısı, Sakkarin (C ₇ H ₅ NO ₃ S, ≥99%) ve 2-bütin-1,4-diol (C ₄ H ₆ O ₂ , ≥98%) parlatıcı olarak kullanılmıştır.	Uygulanan akım: 0,217 – 0,38 A/dm ² 3-8 dk	[49] 2012
Karbon elyaf	Nikel/Fe ₃ O ₄	-	-	[105] 2014 58 dB EMK
Karbon elyaf	Nikel/Fe ₃ O ₄	Anot: Nikel plaka	-	[52] [53] 2012
Karbon elyaf	Nikel	0,5 g of NiCl ₂ ·6H ₂ O, 0,5 g of borik asit 100 ml saf su Anot: Pt mesh (inert anot) 3'lü elektrot hücre metodu	-	[48] 2019 40 dB EMK
Karbon elyaf keçe	Nikel	0.01 Mol/L NiSO ₄ ·6H ₂ O (1) Çalışan elektrot: Teflon çerçeve KE (2) Anot: Pt plaka (3) Referans elektrot: Ag/AgCl (KCl çözeltisinde doyurulmuş)	Potentiostat /galvanostat Akım yoğunluğu: -0,1, -0,2 ve -0,225 mA cm ⁻² Kaplama süresi 4 dk	[103] 2019 EMK
Karbon elyaf	Nikel	Elektrolit çözeltisi: NiSO ₄ ·7H ₂ O+ NiCl ₂ ·6H ₂ O+ H ₃ BO ₃ Ref elektrot: Hg/Hg ₂ SO ₄ /1M H ₂ SO ₄ Karşı elektrot: Ni plaka	Akım yoğunluğu: 10 mA/g.	[106] 2020 56 dB EMK
Karbon elyaf epoksi	Demir	Anot: karbon elyaflar Katot: Demir plaka (%99 saflıkta) Elektrolit çözeltisi: FeSO ₄ ·7H ₂ O (18.2 %) ve (NH ₄) ₂ SO ₄ (ağırlıkça %27)	Uygulanan akım: 4,5 A	[54] 2004
Karbon elyaf epoksi	Nikel + Kobalt	Anot: Saf nikel plaka Banyo Çözeltisi: Kobalt Sülfat 100 g/L, Nikel sülfat 100 g/L, Nikel klorür 40 g/L, Borik asit 30 g/L pH 3-4 Sıcaklık 25 °C	15–30 A/m ²	[107] 2017 80 dB EMK

Çizelge 1.2 (devam) : Elektrodpozisyon ile metal kaplama ile ilgili literatürdeki çalışmalar.

Kaplanan Malzeme (Katot)	Kaplama Malzemesi	Şartlar	Güç kaynağı	Referans
Karbon elyaf	Fe-Co	Üçlü elektrot hücresi metodu Anot: Demir		[56] 2013
Karbon elyaf	Nikel	3,2 V 1 dk , 2,1 V 20 dk		[108] 2016
Nikel kaplanmış karbon elyaf	Bakır	0,5 V 30 dk		[108] 2016
Karbon elyaf	Fe-Co alloy	Anot: Demir Elektrolit çözeltisi: 90 g/L kobalt sülfat heptahidrat, 90 g/L demir sülfat heptahidrat, 0,1 g/L sodyum dodesil sülfat, 40 g/L borik asit Banyonun pH' ı seyreltik sülfürik asit (ağırlıkça %10) ile 3-4 'e ayarlanmıştır.	Uygulanan akım:0,5 A Akım süresi: 5 dk	[57] 2011 48 dB EMK
Karbon elyaf	Fe-Co alaşımı	Anot: Demir plaka (%99 saflıkta) Elektrolit çözeltisi: 90 g/L CoSO ₄ ·7H ₂ O, 90 g/L FeSO ₄ ·7H ₂ O, 0,1 g/L sodyum dodesil sülfat (SDS), 40 g/L H ₃ BO ₃ , pH 3-4	Uygulanan akım: 0,5 Akım süresi: 5 dk	[58] 2016 37,7 dB EMK
Karbon elyaf	Manyetit (Fe ₃ O ₄)	Kaplama banyosu sıcaklığı 25, 35, 50 °C' Anot: Demir plaka (%99 saflıkta) Kaplama sıcaklığı 60 ve 75 °C	Uygulanan akım:1A Akım süresi: 2 dk	[55] 2011 30 dB EMK
Karbon elyaf	Cu+Genişletilmiş Grafit	Katodun her iki tarafına birer Cu plaka (Anot) kullanılmıştır. Karbon elyafların her iki tarafının da kaplanması için.	3 elektrot DC güç kaynağı (0-60 V, 2A, Model 6020, 0,8 V	[109] 2008
Karbon elyaf	Bakır	3'lü elektrot hücre metodu Elektrolit çözeltisi: 50 g/L CuSO ₄ ·5H ₂ O+ 10 g/L sodyum tartrate + 90 g/L sodyum sitrat + 12 g/L KNO ₃ +PEG5000 pH 4,7 25 °C		[110] 2011
Karbon elyaf	Altın (Sputter ile kaplanmış) Bakır	2 elektrot metodu Anot: Bakır plaka Çalışan elektrot: Rijit PVC çerçeve+ Cu bant+ KF Elektrolit çöz: CuSO ₄ + H ₂ SO ₄	Katodik akım: 0,15 mA	[111] 2020
Karbon elyaf	Bakır	Elektrolit çözeltisi: 45 g CuSO ₄ + 15 ml H ₂ SO ₄ + 1 L Saf su	70, 80, 90, 100 mA 3 dk	[112] 1997
Akımsız Ni-kaplanmış karbon elyaf	Bakır	Anot: Bakır plaka Elektrolit çözeltisi: 1 M H ₂ SO ₄ ve 0.5 M CuSO ₄ ·H ₂ O Uygulanan voltaj:-200 mV Akım hızı: 30 µm/saat 3 saat	Rectifier	[113] 2020
Karbon elyaf	Fe/Ni	2' li elektrot metodu Elektrolit çöz: 100 g L ⁻¹ FeSO ₄ ·7H ₂ O 140 g L ⁻¹ NiSO ₄ ·6H ₂ O, 0,3 g L ⁻¹ C ₆ H ₅ NaO ₂ S, 2,0 g L ⁻¹ C ₇ H ₅ NO ₃ S, 40 g L ⁻¹ H ₃ BO ₃ , 15 g L ⁻¹ C ₆ H ₅ Na ₃ O ₇ ·2H ₂ O 30 g L ⁻¹ KCl.	0,2 A/dm ⁻² , 60 C 'de ve 3-60 dk	[88] 2019

Tzeng ve ark. kaplama yöntemlerinin, kompozitlerin EMK özelliğini etkilediğini göstermiştir. Karbon elyafa (KE) sementasyon ve akımsız elektrodepozisyon yöntemleri ile Ni ve Cu metalleri kaplamışlardır. Karbon elyaf ve metal kaplama arasında en iyi yapışma, akımsız elektrodepozisyon işlemiyle elde edildiğinden, Ni veya Cu kaplı karbon elyaflarda sementasyon tekniğine kıyasla daha yüksek EMK etkinliği elde edilmiştir. Sementasyon tekniği ile metal kaplamanın karbon elyaftan ayrılması nedeniyle düşük EMK etkinliği elde edilmiştir [114]. Öte yandan, Cu ve Ni kaplı karbon elyafların EMK etkinlik performansı Ni>KE>Cu olarak sıralanmıştır. Cu kaplı karbon elyafların minimum EMK değerine sahip olmasının nedeni, kompozit üretimi sırasında bakırın oksidasyonundan dolayı, kompozit içerisinde daha kısa lif uzunluğu dağılımıdır [114].

Kompozit üretim yöntemi, özellikle karıştırma yöntemi, elyaf uzunluğuna etkisi nedeniyle termoplastik kompozit üretimi için çok önemlidir. Lu ve ark. Ni-kaplı KE ve saf KE takviyesinin ve ayrıca karıştırma yönteminin akrilonitril bütadien stiren (ABS) kompozitlerinin elektrik özdirenci ve EMK performansı üzerindeki etkisini araştırmıştır. Sonuçlar, Ni-kaplı-KE'nin özdirencinin KE'den daha düşük olması nedeniyle, Ni-kaplı-KE'nin katkı miktarında %8-15 oranında tasarruf sağladığını göstermektedir. Çözelti karıştırma yöntemiyle hazırlanan kompozitler ise eriterek karıştırma yöntemine göre daha düşük özdirence sahiptir. Çözelti karıştırma (KE uzunluk 4 mm) yöntemiyle, lif kırılmasının daha yüksek olduğu eriyik karışırmaya (KE uzunluk 0,3 mm) göre daha yüksek KE en-boy oranı elde edilmiştir. Eriyik karıştırma yöntemi ile Brabender karıştırıcı kullanılarak hazırlanan %10 Ni-kaplı-KE/ABS kompozitinin EMK değeri 1 GHz'de yaklaşık 45 dB'dir [115].

Huang ve Chiou, iletken kompozitler için kritik elyaf uzunluğunun yaklaşık 200 µm olduğunu tespit etmiştir. Çift vidalı ekstrüder (TSE) ile birleştirilen kompozitlerdeki (hem KE/ABS hem de NiKE/ABS) elyaf uzunluğu kritik uzunluğun altındadır. Brabender Plasti-Corder ile karıştırılan kompozitlerin, üç tekrarlı işlemde sonra bile kritik uzunluğun üzerinde bir elyaf uzunluğuna sahip olduğu görülmüştür ve TSE ile hazırlanan NiKE/ABS ve KE/ABS kompozitlerinin 1000 MHz'deki EMK değerleri, 30 phr elyaf içeriğine kadar 0 dB'dir. Brabender Plasti-Corder ile karıştırılan 30 phr NiKE/ABS kompozitin 1000 MHz'deki EMK değeri ~47 dB iken, 30 phr KE/ABS kompozitleri 31 dB'dir. NiKE/ABS kompozitlerinin daha yüksek EMK etkinliğine

sahip olmasının nedeni, ABS ile KE'ye kıyasla NiKE ve ABS arasındaki ara yüzey bağının daha yüksek olmasıdır [116].

Lee ve ark. üç farklı proses yöntemi ile Ni kaplı KE/polipropilen (PP) kompozitler üretmiştir. Enjeksiyon kalıplama işlemi ile hazırlanan %30 KE-PP kompozitlerde, maksimum KE uzunluğu 884 µm iken, yüzey hasarının diğer metotlara göre daha az olduğu tespit edilmiştir. 10 GHz frekansta EMK değeri 48,4 dB olarak ölçülmüştür. Öte yandan, çift vidalı ekstrüder ile hazırlanan kompozitlerde maksimum KE uzunluğu 407 µm olarak elde edilmiştir, ayrıca KE yüzeyindeki nikel kaplamaların pul pul döküldüğü tespit edilmiştir ve 10 GHz frekansta 22 dB EMK değeri elde edilmiştir. Dahili karıştırıcı ile hazırlanan kompozitlerde ise, ortalama KE uzunluğu 613 µm olup, KE yüzeyinde orta düzeyde hasar görülmüş, 10 GHz frekansta 28,1 dB EMK değeri elde edilmiştir. Bu durumun nedeni üretim makinalarının uyguladığı kayma gerilmesidir. KE'ye yüksek kayma gerilimi uygulayan çift vidalı ekstrüder, elyaf-elyaf ve elyaf-matris arasında artan bir çarpışmaya sebep olmaktadır. Enjeksiyon kalıplama makinesinde, KE, minimum kayma gerilimi ve kısa kalma süresine maruz kalmaktadır [117]. Genel olarak, üretim yöntemlerinin elyaf uzunluğu üzerindeki olumsuz etkisini çift vidalı ekstrüder > Brabender karıştırma (dahili karıştırma) > enjeksiyon kalıplama > çözelti karıştırma olarak sıralamak mümkündür.

Karbon siyahı, TiO₂ gibi elektriksel ilekenlik ve dielektrik özelliklerine sahip nanoparçacıklar, malzemelerin EMK etkinliğini arttırmaktadır. Bu tür nano malzemelerin maliyeti yüksek olduğundan diğer katkıları ile hibrit olarak kullanılmaktadır. Duan ve ark. düşük miktarda (ağırlıkça %0,8) TiO₂ nanopartikül ilavesiyle nikel kaplı cam elyaf/PP kompozitlerinin EMK etkinliğini iyileştirmiştir. Aktive edilmiş cam elyaflar, akımsız kaplama yoluyla nikel ile kaplanmıştır. Kompozitler, tork reometresinde eriyik karıştırma ve sıkıştırma kalıplama ile hazırlanmıştır. Ni ve TiO₂'nin sinerjistik etkisiyle, PP matrisindeki nikel kaplı cam elyaf iletken ağları arasında TiO₂'nin dağılmasıyla arayüz iyileştirilmiştir. TiO₂ nanoparçacıklarının eklenmesi, EM dalgalarının zayıflamasına neden olan arayüz polarizasyonu yoluyla elektron transferini kolaylaştırarak iletkenliği iyileştirmiştir. Hacimce %1,12 Ni ve hacimce %0,8 TiO₂ içeren PP/Nikel kaplı cam elyaf/TiO₂ kompoziti ile 8-12 GHz arasında 44,5 dB ortalama EMK etkinliği elde edilmiştir [118].

Yoo ve ark. nikel kaplı karbon elyaf/poliamid 6 (PA6) hibrit kompozitlerinin elektriksel ve EMK özelliklerini araştırmıştır. PA6/ nikel kaplı karbon elyaf (ağırlıkça

%70/30) karışımı, pultrüzyon işlemiyle hazırlanmıştır. PA6/çok duvarlı karbon nanotüp (MWCNT) (ağırlıkça %91/9), PA6/karbon siyahı (ağırlıkça %91/9) ve PA6/TiO₂ (ağırlıkça %91/9) karışımları, tek yönde dönen çift vidalı ekstrüder ile hazırlanmıştır. Hibrit kompozit plakalar, enjeksiyon kalıplama ile hazırlanmıştır. Arayüzey etkileşimini geliştirmek için iki aşamalı bir üretim prosesi kullanılmış ve dağılım SEM analizi ile doğrulanmıştır. Nikel kaplı karbon elyaf oranı (%5, %10, %15 ve %20) artırılarak EMK değeri 15 dB'den 55 dB'e yükseltilmiştir. Ağırlıkça %3 oranında kullanılan ikinci nano dolgunun 1 GHz'deki EMK etkinlik değerleri, TiO₂ (54 dB) > MWCNT (52,4 dB) > karbon siyahı (47,2 dB) > Ni-kaplı grafit (46,2 dB) olarak sıralanmıştır. %15 oranında nikel kaplı karbon elyaf katkısı kompozitlere 39,1 dB EMK etkinliği sağlamıştır. TiO₂-Nikel kaplı karbon elyaf hibrit dolgu sisteminin, en yüksek EMK etkinliğine sahip olduğu belirtilmiştir. %20 oranında nikel kaplı karbon elyaf ilavesi ile 54 dB EMK etkinliği elde edilirken; %15 oranında nikel kaplı karbon elyaf ve %3 TiO₂/PA6 kompoziti ile 1 GHz'de 54 dB EMK etkinliği elde edilmiştir. Daha düşük miktarda nikel kaplı karbon elyaf ile yüksek EMK etkinliği elde edilmiştir. Bu sonuç, yüksek dielektrik sabitine sahip TiO₂'nin baskın dipolar polarizasyonu ile absorpsiyon kaybı sağlaması ile açıklanmıştır [119].

Park ve ark. önceki çalışmadaki aynı işlemlerle polipropilen (PP) hibrit kompozitler üretmiş ve önceki çalışma ile benzer bir etki elde etmiştir. İkinci nano dolgunun (ağırlıkça %3 ilave) 1 GHz'deki EMK etkinlik değerleri, TiO₂ (46,2 dB) > karbon siyahı (44,5 dB) > MWCNT (38,3 dB) > Ni-kaplı grafit (46,2 dB) > Ni kaplı karbon elyaf olarak sıralanmıştır [120]. Dolgu maddelerinin hibridizasyonu, sinerjik bir etki ile EM ekranlama etkinliğini artırarak hafif ve düşük maliyetli kompozitlerin üretimini sağlamaktadır.

Karbon nanopartiküllerine metaller kaplanarak, elektriksel iletkenlik iyileştirilebilir veya manyetik özellik kazandırılabilir. Choi ve ark. nikel kaplanmış MWCNT katkılı yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE) kompozitleri üretmiş ve EMK özelliklerini incelemiştir. Ni ve MWCNT yüzeyi arasındaki arayüzey adezyonunu arttırmak için ön işlem uygulanmıştır. MWCNT'ler, yüzeyi oksidasyon yoluyla aktive etmek ve yüzey pürüzlülüğünü arttırmak için nitrik asit ile muamele edilmiştir. Ön işlemlenmiş MWCNT'ler, akımsız kaplama yöntemi ile nikel kaplanmıştır. MWCNT'ler, dahili karıştırıcı ile önceden eritilmiş HDPE içinde dağıtılmış ve daha sonra sıcak pres ile kompozit levhalar hazırlanmıştır. %3 oranında MWCNT içeren HDPE kompozitlerinin EMK

etkinliđi, nikel kaplama ile 1,2 GHz'de (maksimum deđer) 5 dB'den 16 dB'e yükseltilmiřtir [121].

Choi ve ark. Ni-kaplı MWCNT, KE ile HDPE kompozitlerin EMK üzerindeki sinerjik etkisini incelemiřtir. %30 oranında KE iđereren HDPE kompozit 6 dB ve %5 oranında MWCNT ve %30 oranında KE iđereren HDPE 11 dB EMK etkinliđi elde edilmiř iken, %5 oranında Ni-kaplı-MWCNT ve %30 oranında KE iđereren HDPE kompozit 1,5 GHz'de 14 dB EMK etkinliđi elde edilmiřtir. Arařtırmacılar, MWCNT üzerindeki Ni kaplamanın topaklanma sorununa neden olduđunu, dolayısıyla matriste zayıf dađılıma neden olduđunu belirtmiřlerdir. Bu nedenle, yüksek EMK etkisi elde etmek için yüksek miktarda dolgu maddesine ihtiyaç olduđunu ancak dolgu miktarının artmasının iřlenebilirlik sorununa neden olabileceđini belirtmiřlerdir [122].

Dolgu maddelerinin dađılımı elektriksel iletkenlik için en önemli parametrelerden biridir. Düşük bir eřik deđereri elde etmek için dolgu malzemelerinin matris içinde homojen bir řekilde dađılması gerekmektedir. Bu nedenle, dolgu maddelerinin dađılımını arttırmak için çekirdek/kabuk, ayrıık yapılı kompozitler geliřtirilmiřtir [123].

Duan ve ark. EMK özelliđine sahip geniřletilmiř grafit ve Ni katkılı PA6 kompozit üretmiřtir. PA6 granülleri geniřletilmiř grafit ile kaplanarak yüzey iřlevsel hale getirilmiřtir, ardından geniřletilmiř grafit-PA6 granülleri üzerine elektriksiz kaplama ile Ni kaplanmıřtır. Çekirdek-kabuk yapısındaki PA6/geniřletilmiř grafit/Ni kompleks parçacıklardan oluřan kompozitler, sıcak pres yöntemiyle üretilmiřtir. 3-boyutlu karbon metal hibrit ađ yapısına sahip olan kompozitler, Ni ve geniřletilmiř grafit ile sinerjik etki sađlamıřtır. Düşük dolgu iđereriđi (%0,9 hacimce) ile PA6/ geniřletilmiř grafit/Ni kompoziti ile, 778 S/m elektrik iletkenliđi ve 8 - 12 GHz frekans arasında 77,3 dB EMK etkinliđi elde edilmiřtir [124].

Kumar ve ark. mikrodalga emici malzeme olarak metal (Ni, Al) dađıtılmıř TiO₂ nanopartikülleri (anataz faz) sentezlemiř ve epoksi iđererisinde EMK etkinliklerini incelemiřtir. 1,33 mm kalınlıđındaki Al dađıtılmıř TiO₂ nanokompozitleri 10 GHz' de maksimum yansıtma kaybı -13,67 dB olarak ölçülmüřtür [125].

Prabhakar ve ark. manyetit (Fe₃O₄) ve TiO₂ hibrit nanopartikülleri ile mikrodalga kalkanlama özellikli X (8-12 GHz) ve Ku (12 -18 GHz) bant aralıđında etkin dođal kauçuklar üretmiřtir. %1 oranında katkı ile 28,1 dB etkinlik elde edilmiřtir. TiO₂ ,

malzeme içerisinde hem absorpsiyon hem de çoklu yansıtma kaybı sağlarken; manyetit özellikle yüksek frekanslarda (12-18 GHz) absorpsiyon ile etkinlik sağlamaktadır [126].

Qiao ve ark. elektrospinleme ve termal işlem ile nikel gömülmüş TiO₂ kaplanmış elektromanyetik absorpsiyon özellikli karbon nanofiber geliştirmişlerdir. 2 mm kalınlığındaki 4:1 oranında TiO₂ ve Ni içeren nanofiberler ile 6,7 GHz'de -74.5 dB yansıma kaybı değeri elde edilmiştir. TiO₂ empedans uyum karakterini iyileştirirken, nikel absorpsiyon ile EMK etkinliği sağlamıştır [127].

Ayrıca kaplama dışındaki yöntemler kullanılarak üretilmiş elektromanyetik kalkanlama özelliğine sahip malzeme olarak Ni ve TiO₂'nin birlikte veya ayrı ayrı kullanıldığı çeşitli çalışmalar bulunmaktadır [128-133].

İletken özelliğe sahip çeşitli polyester esaslı malzemeler [70-76] geliştirilmesine rağmen EM kalkanlama özelliğine sahip polyester esaslı malzemeler üzerine yapılan çalışmalar oldukça sınırlıdır.

Kashi ve ark. polyester esaslı bir kopolimer olan poli(bütilen adipat-ko-tereftalat) ve grafen nanokatmanları ile nanokompozit üretmiş ve %15 oranında grafen ve 2,8 mm kalınlığa sahip numuneler 10 GHz'deki EM dalgaların %80'ini (12 dB) azaltmıştır [134].

Gasthi ve ark. PBT- hidrofilik silika nanokompozitini üretmiş ve 5-8 GHz arasında 20 dB EMK etkinliği elde etmiştir [135].

Hwang ve ark. %30 oranında karbon elyaf katkılı PBT kompozitleri ile 200-1400 MHz aralığında 12-15 dB (%99 enerji kaybı) EMK etkinliği sağlamıştır [136].

Kim ve ark. yaptığı çalışmada PBT- Poli(akrilonitril-ko-stiren-ko-akrilat) (PoliASA) karışım (%70/%30 ağırlıkça) ve karbon lifi (% 8 hacmen)- MWCNT (%2 hacmen) katkılı kompoziti ile 1.4×10^0 S.cm⁻¹ elektriksel iletkenlik ve X-bant aralığında (8-12 GHz) 33,7 dB EMK etkinliği elde edilmiştir [137].

Köysüren ve ark. formamid ile modifiye ederek elektriksel özelliklerini geliştirdiği karbon siyahı katkılı PET kompozit üretmiş ve %8 oranında katkı ile X bant aralığında 27 dB EM etkinlik sağlamıştır [138].

Sadeghi ve ark. %2 oranında termal olarak indirgenmiş grafen takviyeli PET-PP (%50/50) kompoziti (5 mm kalınlık) ile X bant frekans aralığında (8,2 – 12,4 GHz) frekansa göre 40-60 dB aralığında EMK etkinliği elde edilmiştir [139].

Rosa ve ark. nikel kaplı karbon elyaflar ile MWCNT katkılı poliester reçine kompozitleri üretmiştir. 2,13 mm ve 1,57 mm kalınlığındaki numuneler ile Ku bant (12-18 GHz) aralığında maksimum 73 dB EMK etkinliği sağlamıştır [140].

Song ve ark. poli(viniliden florür) (PVDF) and poli(etilen tereftalat-ko-1,4-sikloheksilendimetilen tereftalat) PVDF-PETG (%60/40) ile ürettiği kompozitte, %5 oranında uzun karbon elyaf ve %15 oranında karbon siyahı katkısı ile 0,1 MHz – 1,5 GHz frekans aralığında 30 dB EMK etkinliği elde edilmiştir [141].

Ayrıca sonradan ticarileşmeye başlayan poli(trimetilen tereftalat) kompozitlerinin EMK uygulamaları üzerine literatürde çalışmalar bulunmaktadır [142-145].

Literatürdeki EMK özellikli termoplastik kompozitler ile ilgili yapılan çalışmalar Çizelge 1.3'te özetlenmiştir.

Çizelge 1.3 : Elektromanyetik kalkanlama özellikli termoplastik kompozitler ile ilgili literatür araştırması.

Frekans	Katkı Türü ve Miktarı (%)	Matris	Kalınlık (mm)	SE (dB)	Üretim Metodu	Ref.
1 -2 GHz	Nikel filamentleri (0,4 µm çap >100 mm uzunluk) %7	PES	2.8	87	Polimer tozu ve katkı kuru karıştırılmış ve sıcak pres ile kompozit üretilmiştir.	[146] 1995 [147] 1997 [51] 2000
1 -2 GHz	Karbon filamentleri (0,1 µm çap >100 mm uzunluk) %19	PES	2.8	74	Polimer tozu ve katkı kuru karıştırılmış ve sıcak pres ile kompozit üretilmiştir.	[147] 1997 [51] 2000
200 MHz-1.8 GHz	Nikel tozu %30	ABS	3	58	Ekstrüzyon ile karıştırılmış ve sıcak pres ile kompozit üretilmiştir.	[50] 2004
200 MHz-1.8 GHz	Nikel tozu %7	ABS	3	58	Kuru karıştırma	[50] 2004
200 MHz-1.8 GHz	Nikel kaplı karbon filamentleri %5	ABS	3	58	Kuru karıştırma	[50] 2004
1 -2 GHz	Nikel elyafları (2 µm çap x 2 mm uzunluk) %7	PES	2.8	58	Polimer tozu ve katkı kuru karıştırılmış ve sıcak pres ile kompozit üretilmiştir.	[147] 1997 [51] 2000
L band -1.4 GHz	Çok katmanlı karbon nanotüp (ÇKKNT) %18	HDPE	3	58 50	Ekstrüzyon karıştırılmış ve sıcak pres ile kompozit üretilmiştir.	[148] 2015
1 MHz-1.2 GHz	Ni/Fe3O4 nanopartikülleri kaplanmış karbon elyaf %15 (elektrodepozisyon)	ABS	2 µm	58	Ekstrüzyon ile karıştırılmış ve sıcak pres ile kompozit üretilmiştir.	[52] 2012
100 MHz-1.5 GHz	Nikel kaplı karbon elyaf + TiO ₂ 7-7.8 µm ~6.0 mm %15 + %3	PA	0.2 mm	54	Pultrüzyon, çift vidalı ekstrüder ile granül üretilmiş ve enjeksiyon kalıplama ile kompozit üretilmiştir.	[119] 2014

Çizelge 1.3 (devam) : Elektromanyetik kalkanlama özellikli termoplastik kompozitler ile ilgili literatür araştırması.

Frekans	Katkı Türü ve Miktarı (%)	Matris	Kalınlık (mm)	SE (dB)	Üretim Metodu	Ref.
100 MHz-1.5 GHz	Nikel kaplı karbon elyaf + ÇKKNT %15 + %3	PA	0.2 mm	52,5	Pultrüzyon, çift vidalı ekstrüder ile granül üretilmiş ve enjeksiyon kalıplama ile kompozit üretilmiştir.	[119] 2014
200 MHz-1.8 GHz	Nikel Tozu %25	ABS	3 mm	52	Ekstrüzyon ile granül üretilmiş ve sıcak pres ile kompozit üretilmiştir.	[50] 2004
1 MHz-1.2 GHz	Nikel kaplı karbon elyaf %15	ABS	2 µm	50	Ekstrüzyon ile granül üretilmiş ve sıcak pres ile kompozit üretilmiştir.	[52] 2012
1-12 GHz	Nikel kaplı karbon elyaf (Satın alma) 7 µm çap%30	PP	2 mm	48	Pultrüzyon ve enjeksiyon kalıplama ile kompozit üretilmiştir.	[149] 2017
200 MHz-1.8 GHz	Nikel tozu %20	ABS	3 mm	48	Ekstrüzyon ile granül üretilmiş ve sıcak pres ile kompozit üretilmiştir.	[50] 2004
100 MHz-1.5 GHz	Nikel kaplı karbon elyaf %15+ Karbon siyahı %3	PA	0.2 mm	47	Pultrüzyon ve enjeksiyon kalıplama ile kompozit üretilmiştir.	[119] 2014
100 MHz-1.5 GHz	Nikel kaplı karbon elyaf %15 + Ni-kaplı Grafit %3	PA	0.2 mm	46	Pultrüzyon ve enjeksiyon kalıplama ile kompozit üretilmiştir.	[119] 2014
100 MHz-1.5 GHz	Nikel kaplı karbon elyaf %15 (7~7.8 µm ~6.0 mm satın alma) + TiO2 nano tozu 20 nm %3	PP	0.2 mm	45	PP/NCCF (80/20 wt%) pultrüzyon ile üretilmiş PP/TiO2 (91/9 wt%) çift vidalı ekstrüder de granül üretilmiş ve enjeksiyon kalıplama ile kompozit üretilmiştir.	[120] 2013
100 MHz-1.5 GHz	Nikel kaplı karbon elyaf %15+ Karbon siyahı %3	PP		43	PP/NCCF (80/20 wt%) pultrüzyon ile üretilmiş PP/karbon siyahı (91/9wt%) çift vidalı ekstrüder de granül üretilmiş ve enjeksiyon kalıplama ile kompozit üretilmiştir.	[120] 2013
1 -2 GHz	Çelik elyafları (1.6 mm çap x 30-56 mm) %20	PES	2.8 mm	42	Polimer tozu ve katkı kuru karıştırılmış ve sıcak pres ile kompozit üretilmiştir.	[147] 1997
300-800 MHz	Karbon siyahı %5+Grafit %30 +Karbon elyaf %20	PA6.6	3.2	42	Ekstrüzyon ile granül üretilmiş ve enjeksiyon kalıplama ile kompozit üretilmiştir.	[34] 2003
8.2-12.4 GHz	Grafit %15	ABS		60	Polimer tozu ve katkı kuru karıştırılmış ve basınçlı kalıplama ile kompozit üretilmiştir.	[150] 2011
8.2-12.4 GHz	Nikel kaplı cam elyaf (1,12 hacim%)/TiO2 (0,8 hacim%) (akımsız kaplama)	PP	2 mm	44.5	Tork reometrede eriyik karışım ve sıcak pres (180 °C, 10 dk, 15 MPa basınç) ile kompozit üretilmiştir.	[151] 2017
8.2-12.4 GHz	Karbon siyahı ve genişletilmiş grafit GG 10-15 GG:KS oranı 2:7,5	Geri dönüşüm PVDF		15	Katkı ve polimer internal karıştırıcı ile (230 °C, 10 dk, 80 rpm) karıştırılmıştır. Basınçlı kalıplama (235 °C, 6MPa, 5 dk) ile kompozit üretilmiştir.	[152] 2020

Çizelge 1.3 (devam) : Elektromanyetik kalkanlama özellikli termoplastik kompozitler ile ilgili literatür araştırması.

Frekans	Katkı Türü ve Miktarı (%)	Matris	Kalınlık (mm)	SE (dB)	Üretim Metodu	Ref.
8.2–12.4 GHz	3B- genişletilmiş grafit %24.89	DYPE		52,4	Ön-eriyik karıştırma ve kuru karıştırma sonrası termal kalıplama ile kompozit üretilmiştir	[153] 2020
8.2–12.4 GHz	Nikel ferrit (NiFe ₂ O ₄) %10	DYPE		15,3	Eriyik karıştırma	[154] 2020
8.2–12.4 GHz	Bakır ferrit (CuFe ₂ O ₄) %30	DYPE		12,6	Eriyik karıştırma	[154] 2020
8.2–12.4 GHz	Sıkıştırılmış grafen köpük	ABS		42,4	Grafen köpüklerine daldırma ile ABS kaplaması yapılmıştır.	[155] 2020
12–18 GHz	ÇKKNT %2	PP	1 mm	24	Çift vidalı mikro karıştırıcı ile kompozitler üretilmiştir.	[156] 2020
12–18 GHz	ÇKKNT %2	PVDF	1 mm	31	Çift vidalı mikro karıştırıcı ile kompozitler üretilmiştir.	[156] 2020
40-60 GHz	Segrege olmuş-CNT %3-6	ÇYMA PE	1 mm	%100	Kuru karışım ve sıcak pres ile kompozit üretilmiştir.	[157] 2020

2. MATERYAL VE METOT

2.1 Malzemeler

Poliakrilonitril esaslı A-42 tipi 12000 (12k) filament sayısına sahip karbon elyaf (KE) DOW AKSA'dan temin edilmiştir (Şekil 2.1). Karbon elyafın özellikleri Çizelge 2.1'de verilmiştir [158]. Natural katkısız polibütillen teraftalat (PBT) granülleri (Şekil 2.2) TİSAN A.Ş. firmasından temin edilmiştir. Natural katkısız polibütillen teraftalatın özellikleri Çizelge 2.2'de verilmiştir. Yüksek saflıkta (% 99,995) rutile fazında 28 nm partikül boyutuna sahip Titanyum dioksit (TiO_2) nanopartikülleri Nanografi firmasından temin edilmiştir. Nikel anot olarak, 3 mm kalınlığında 15 cm x 5 cm boyutlarında nikel plakalar, Teknik Döküm firmasından temin edilmiştir.



Şekil 2.1 : 12k karbon elyafın görüntüsü.

Çizelge 2.1 : Kullanılan karbon elyafın özellikleri.

Çekme Dayanımı (MPa)	Çekme Modülü (GPa)	Uzama (%)	Yoğunluk (g/cm^3)	İplik Numarası (Tex)(g/1000m)
ISO 10618	ISO 10618	ISO 10618	ISO 10119	ISO 1889
4900	250	2,0	1,79	800

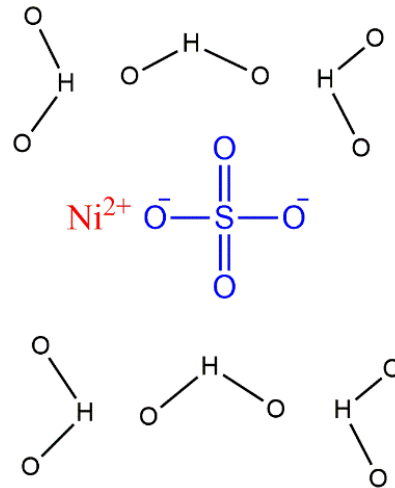


Şekil 2.2 : Polibütilen teraftalat granülleri.

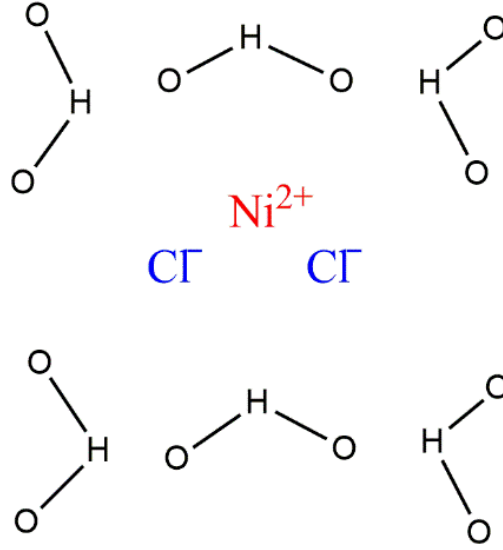
Çizelge 2.2 : Kullanılan PBT polimerinin özellikleri.

Yoğunluk (g/cm ³)	Nem Miktarı (%)	Camsı Geçiş Sıcaklığı	Erime Noktası (°C)	Erime Akış Indisi (250 °C, 2,16 kg) g/10' ISO 1133
ISO 1183	ISO 62	[159]	ISO 11357	g/10' ISO 1133
1,30-1,33	<0,10	73	225	55

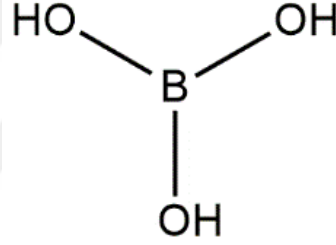
Elektrodepozisyon çözeltisinde, $\geq 99,0$ saflıkta Nikel sülfat hegzahidrat ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) (154,75 g/mol) (EN grade, Nornickel) (Şekil 2.3), $\geq 97,0$ % saflıkta Nikel klorür hegzahidrat ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) (237,66 g/mol) (Extra Pure, Tekkim) (Şekil 2.4), $>99,5$ saflıkta borik asit (H_3BO_3) (61,83 g/mol) (Extra Pure, Tekkim), (Şekil 2.5) ve sodyum dodesil sülfat ($\text{NaC}_{12}\text{H}_{25}\text{SO}_4$) (pH eur, Merck) (288.38 g/mol) (Şekil 2.6) kullanılmıştır. Karbon elyafa yapılan ön işlem için %65'lik nitrik asit (for analysis emsure[®], Merck) ve %99,5 saflıkta aseton (Extra pure, Tekkim) kullanılmıştır.



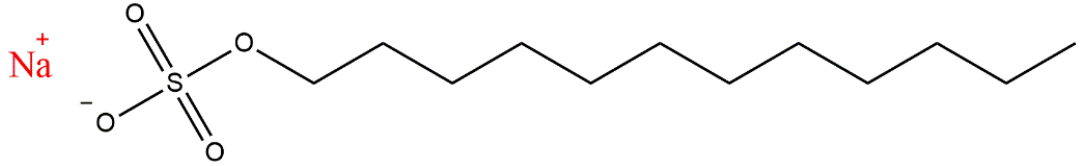
Şekil 2.3 : Nikel sülfat hegzahidratın kimyasal yapısı.



Şekil 2.4 : Nikel klorür hegzahidratın kimyasal yapısı.



Şekil 2.5 : Borik asitin kimyasal yapısı.



Şekil 2.6 : Sodyum dodesil sülfatın kimyasal yapısı.

2.2 Metotlar

2.2.1 Karbon elyaf ön işlem

Karbon elyaf ipliklerinin üzerindeki organik yüzey kaplaması karbon elyaf filamentlerinin birbirinden ayrılmasını ve tamamen ıslanmasını engellemektedir. Etkin bir kaplama için her bir karbon elyaf filamentinin çözelti ile temas etmesi gerekmektedir. Ayrıca kaplamanın karbon elyaf yüzeyi ile etkileşiminin artması için yüzey aktivasyonu gerekmektedir. Bu sebepler ile karbon elyaf filamentlerin üzerindeki organik kaplamayı uzaklaştırmak ve yüzey pürüzlülüğünü arttırmak için karbon elyaflar ön işleme tabi tutulmuştur.

Karbon elyaf, kül fırınında 25 °C/dk hızda 400 °C'ye ısıtılmış ve 30 dk 400 °C'de bekletilmiştir. Sonrasında %40'lık sulu nitrik asit çözeltisinde 40 dk bekletilmiştir. Süre sonunda filamentler deiyonize su ile yıkanarak nötrleştirilmiştir [49]. Ardından 30 dk boyunca asetonda bekletilmiştir [160] ve sonra oda sıcaklığında kurutulan KE iplikler bobin şeklinde sarılmıştır.

2.2.2 Elektrodepozisyon ile karbon elyafa kaplama

2.2.2.1 Elektrodepozisyon çözeltisi

Elektrolit çözeltisi olarak Watts nikel çözeltisi kullanılmıştır [49, 60]. Nikel iyonu kaynağı olarak Nikel sülfat heksahidrat ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), anot aktivasyon ajanı olarak ve çözeltinin iletkenliğini arttırmak için Nikel klorür heksahidrat ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), çözelti pH'ını dengelemek için borik asit (H_3BO_3) ve karbon elyaf iplikteki filamentlerin dağılmasını sağlamak için yüzey aktif madde ve oluklanma önleyici olarak sodyum dodesil sülfat (SDS) kullanılmıştır. Çözelti saf su ile hazırlanmıştır. Çözeltide kullanılan bileşenlerin miktarları Çizelge 2.3'te verilmiştir. Sıcaklığı 30 °C olan çözeltinin pH'ı 3-3,5 aralığındadır.

Çizelge 2.3 : Elektrolit bileşenlerinin miktarları.

Bileşen	Miktar (g/L)
Nikel sülfat ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)	100
Nikel klorür ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)	45
Borik asit (H_3BO_3)	30
Sodyum dodesil sülfat (SDS)	0,3

2.2.2.2 Karbon elyafa nikel kaplama

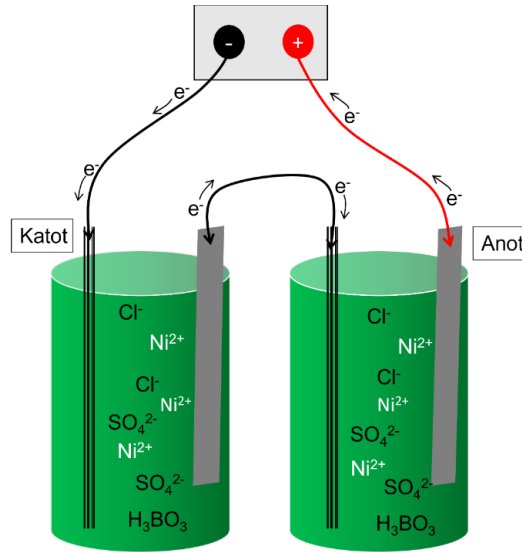
Çözeltiler için, hacmi 1,4 L olan, 10 cm çapına ve 20 cm boyundaki cam kaplar kullanılmıştır. 6 adet çözelti hazırlanmıştır. Çözeltilerin sıcaklık kontrolü, ısıtıcı manyetik karıştırıcılar kullanılarak sürekli karıştırma ile yapılmıştır. Çözelti sıcaklığı 30 °C \pm 2 °C'ta sabit tutulurken, kaplama sırasında çözelti pH değeri 5,5'in altında olacak şekilde çözeltilere belirli aralıklar ile borik asit eklenerek pH ayarlaması yapılmıştır. Çözeltiye belirli aralıklar ile nikel sülfat ve nikel klorür eklenmesi yapılarak çözeltinin iyon dengesi korunmuştur.

Ön işlemlenmiş karbon elyaf iplikler, her birinin ağırlığı 0,320-0,335 gram aralığında olacak şekilde 21 cm uzunluğunda çift kat kesilmiştir. Karbon elyafların elektrot ile temas eden uçlarının kaplama sırasında çözelti ile ıslanmasını engellemek için karbon elyaflar, bir ucundan yaklaşık 1 cm uzunluğundaki bölge alüminyum folyo ile sarılmıştır ve elektrotlara bu bölgeden tutturulmuştur.

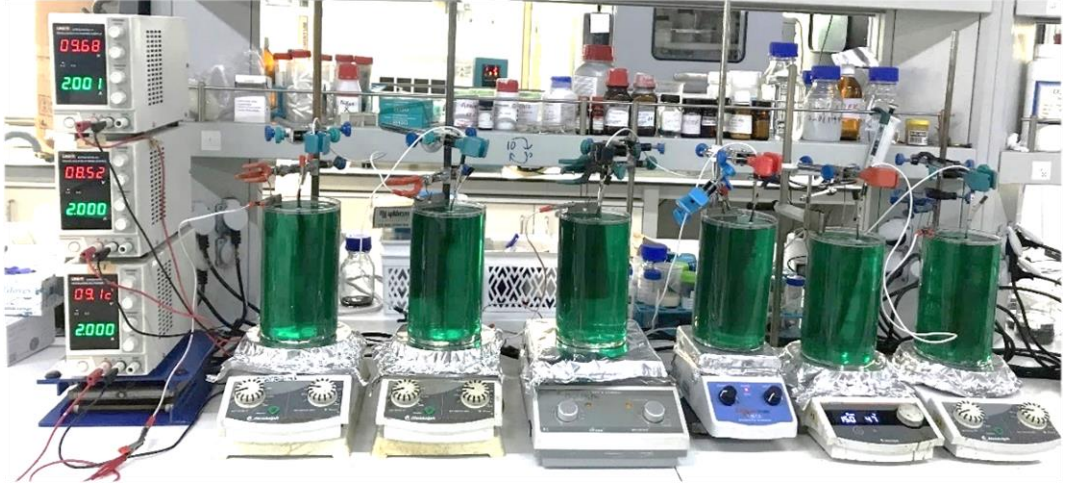
5 cm x 15 cm boyutlarındaki nikel anotlar saf su ve etanol ile temizlenmiş ve kurutulmuştur. Nikel anotlar, çözeltilere bakır tel ile asılarak yerleştirilmiştir.

Doğru akım güç kaynağı kullanılan elektrodpozisyon çalışmaları literatürde bulunmaktadır [48, 60, 111, 161-163]. Bu çalışmalar esas alınarak sistem kurulmuştur. Ancak iki çözeltinin seri bağlanarak tek bir doğru akım (DC) güç kaynağı ile aynı anda 2 numunenin kaplanması şeklinde (Şekil 2.7) bir çalışmaya literatürde karşılaşılmamıştır.

30 V, 5 Amper kapasiteli UNIT marka UTP3315TFL-II model DC ayarlı güç kaynağı ile çözeltilerin bağlantıları, her iki çözelti birbirine seri bağlanacak şekilde yapılmıştır. Cihazın + kutup çıkışına bağlı kablunun diğer ucu birinci çözeltideki nikel anoda bağlanmış, - kutup çıkışına bağlı kablunun diğer ucu ise 2. çözeltideki katot görevi gören karbon elyafa bağlanmıştır. Birinci çözeltinin katoduna (karbon elyaf) bağlanan kablunun diğer ucu ikinci çözeltinin anotuna bağlanarak iki çözelti birbirine seri bağlanmıştır (Şekil 2.7). 9 A akıma kadar dayanıklı 0,75 mm² kesit alanına sahip elektrik kabloları kullanılmıştır. Bu şekilde 3 set çözelti, 3 adet güç kaynağına bağlanmıştır (Şekil 2.8). Sonuç olarak, aynı anda aynı özelliklerde 6 adet karbon elyaf ipliğine kaplama yapılabilmektedir.



Şekil 2.7 : Seri bağlama ile elektrodpozisyon kaplama düzeneği çizimi.



Şekil 2.8 : Elektrodepozisyon ile nikel kaplama sistemi.

Akım sabit tutularak belirli süre kaplama gerçekleştirilmiştir. Kaplamalar aynı çözelti içerisinde tekrarlı şekilde yapılmıştır. Kaplanmış karbon elyaflar saf su ile temizlenmiş ve sonrasında 100-120 °C etüvde kurutulmuştur.

2.2.2.3 Karbon elyafa TiO₂- Nikel kaplanması

Karbon elyafa TiO₂ ve Nikel (TiO₂-Ni) kaplama işlemi literatürde bulunmamaktadır ancak metal malzemelere TiO₂ ve Nikel elektrokaplama çalışmaları mevcuttur [91-94, 96, 98, 161, 164-167]. Bu çalışmalardan yararlanılarak kaplama gerçekleştirilmiştir.

TiO₂ nanopartikülleri, belirli miktar saf su içinde 30 dakika boyunca ultrasonik homojenizatör ile dağıtılmıştır. Sonrasında çözeltideki TiO₂ konsantrasyonu, 10 g/L olacak şekilde elektrodepozisyon çözeltisinin içerisine eklenmiştir (Şekil 2.9). Kaplama sırasında TiO₂ nanopartiküllerinin çökmemesi için 400 rpm'de sürekli karıştırma yapılmıştır.

Kaplama işlemi, Bölüm 2.2.2.2'de açıklanan Watts nikel çözeltisinde seri bağlama yöntemi kullanılarak, aynı parametreler (sıcaklık, pH) ile belirli akım ve sürede gerçekleştirilmiştir.



Şekil 2.9 : Elektrodepozisyon ile TiO₂- Nikel kaplama sistemi.

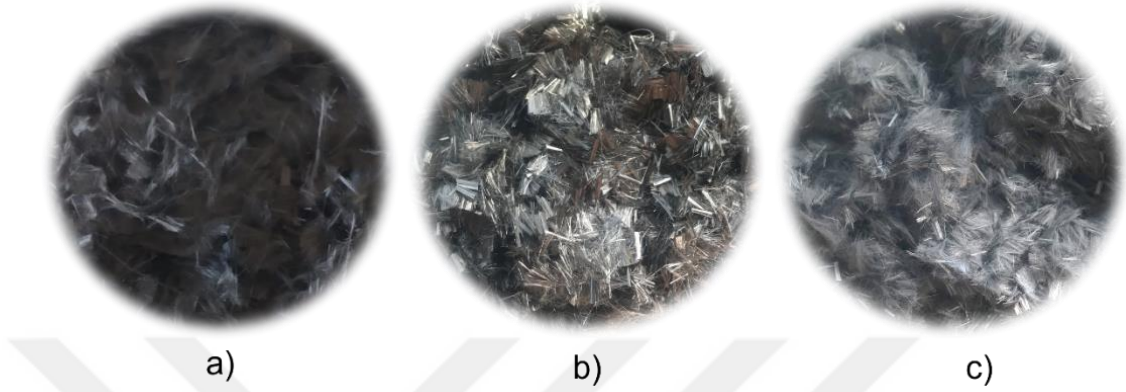
2.2.2.4 Elektrodepozisyon çözeltisi optimizasyonu

Kaplama sırasında çözelti sıcaklığı, pH'ı ve nikel anotların durumu belirli aralıklarla kontrol edilmiştir. Çözelti sıcaklığı 30 °C ± 2 °C aralığında tutulmuştur. Kaplama sırasında çözeltideki nikel iyonu tükendiğinden çözeltide negatif yüklü iyonlar (SO₄⁻, Cl⁻) birikmektedir [63, 168]. Çözeltide bulunan borik asit belirli bir seviyeye kadar bu durumu dengelemekte ancak pH çok fazla yükseldiğinde pH dengesini sağlayamamaktadır. Bu sebep ile çözelti pH'ı yükselmektedir. Çözelti pH'ının yükselmesi, çözelti direncinin arttığını ve dolayısıyla kaplama veriminin düştüğünü göstermektedir [168]. Çözelti pH'ı, pHmetre (Hanna, Edge®) ile belirli aralıkla takip edilerek, pH 5,5 seviyesinin altında kalacak şekilde ayarlanmıştır. pH ayarlaması, çözeltiye belirli aralıklar ile borik asit ve nikel tuzları eklemesiyle yapılmıştır. Belirli bir miktar borik asit ekleme sonrası doygun çözelti oluştuğundan, borik asit çözünmemektedir. Bu durumda kaplamalar, yeni çözelti hazırlanarak yapılmıştır.

Karbon elyafın iletkenliği nikel anotun iletkenliğinden düşük olduğundan anot verimi katot veriminden yüksektir. Bu dengesizlik sebebiyle nikel anotlar kaplama yapıldıkça tükenmekte ve anot yüzeyinde gevşek bir metal katman bırakmaktadır, bu da zamanla çözelti içerisine dökülerek kaplama kalitesini düşürebilmektedir [168]. Bunu engellemek için belirli aralıklar ile nikel anotlar fırçalanarak temizlenmiş sonrasında saf su ve etanol ile yıkanmıştır ve çözelti içerisinde biriken metal partiküller manyetik tutucu yardımıyla alınmıştır.

2.2.3 Karbon elyafların kesimi

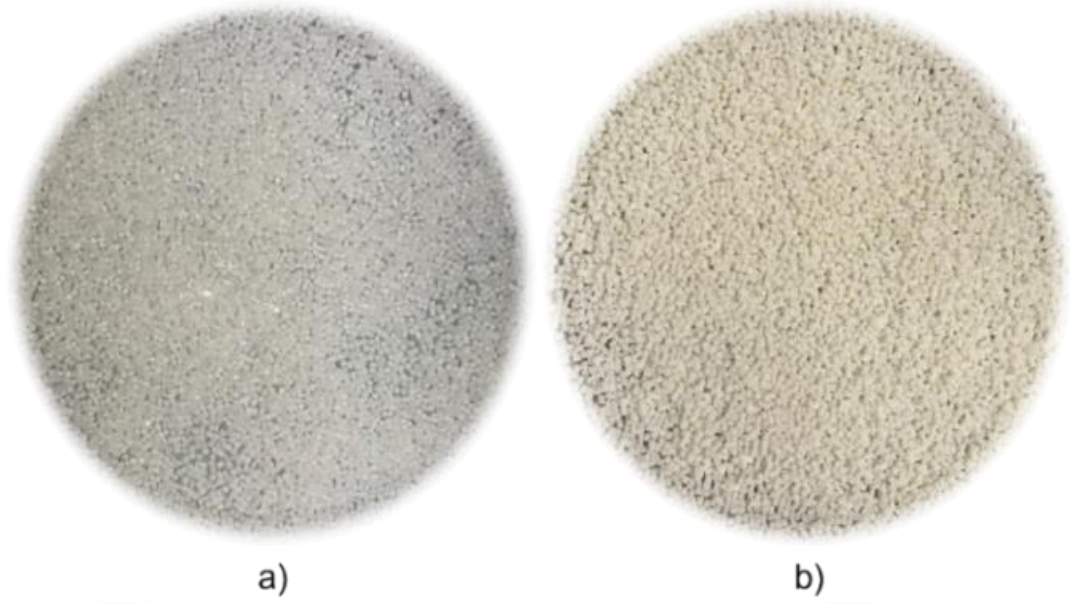
Kaplanmamış ve kaplanmış karbon elyaflar, yuvarlak maket bıçağı (OLFA RB45) ile 5 ± 2 mm boyutlarında kesilmiştir. Kesilmiş karbon elyafların görüntüleri Şekil 2.10' da verilmiştir.



Şekil 2.10 : Kesilmiş karbon elyafların görüntüsü a) karbon elyaf (KE), b) Nikel kaplanmış karbon elyaf (NiKE), c) TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaf (TiO₂NiKE).

2.2.4 PBT granüllerinin TiO₂ ile kaplanması

EM kalkanlamaya destek gösterecek TiO₂ nanopartiküllerinin, ekstrüzyon sırasında PBT matris içerisinde dağılımını kolaylaştırmak için, TiO₂ nanopartikülleri PBT granüllerine kaplanarak kullanılmıştır. Bu tez çalışmasında uygulanan yöntem ile kaplama, literatürde daha önce gerçekleştirilmemiştir. Ayrıca PBT granüllerinin TiO₂ nanopartikülleri ile kaplanması da ilk defa gerçekleştirilmiştir. Literatürde mekanik karıştırma ile farklı nanopartiküller polimer granülleri ile kaplanmıştır [157, 169-171]. Bu çalışmalar esas alınarak TiO₂ nanopartikülleri PBT yüzeyine mekanik karıştırma ile fiziksel olarak kaplanmıştır. TiO₂ nanopartikülleri 150 mikron meş büyüklüğüne sahip elekten geçirilmiştir. PBT granüllerinin üzerine izopropil alkol (IPA) püskürtülerek PBT yüzeyindeki polar grupların aktifleşmesi sağlanmış ve hemen sonrasında TiO₂ nanopartikülleri elek yardımıyla serpilmiştir ve el ile sarsılarak TiO₂ nanopartiküllerinin PBT yüzeyine homojen kaplanması sağlanmıştır. 200 gram PBT granülüne %1 oranında kaplama için 2,5 g, %1,25 için 3 g, %3 için 7 g, %3,75 için ise 8,3 g TiO₂ nanopartikülü kullanılmıştır. Kaplanmış TiO₂-PBT granülleri 70 °C sıcaklıktaki etüvde kurutulmuştur (Şekil 2.11). Kaplama öncesi ve kaplama sonrası PBT granüllerinin tartımı alınarak kaplama miktarı tayin edilmiştir.



Şekil 2.11 : Kaplanmamış PBT granüller (PBT) a) ve TiO₂ kaplanmış PBT granüllerin (TiO₂PBT) b) fotoğrafları.

2.2.5 Ekstrüzyon ile kompozit granüllerin üretimi

PBT granülleri ve kesilmiş elyaflar 70 °C etüvde en az 48 saat kurutulmuştur. Vida boy/çap (L/D) oranı 40 olan tek yönde dönen çift vidalı ekstrüder cihazında (Polmak/ Lab Extruder 18MM) kompozit filamentler üretilmiştir. Üretim parametreleri (sıcaklık, hız) eriyik viskozitesini ve akış hızını optimize edecek şekilde ayarlanmıştır. Vida dönme hızı (rpm) üretim sırasında tork değeri 30'u aşmayacak şekilde ayarlanmıştır. Yüksek katkı oranlarında yüksek rpm ve yüksek sıcaklık ile üretim yapılırken, düşük katkı oranlarında daha düşük vida dönme hızı ve düşük sıcaklıkta üretim yapılabilmektedir. Genel olarak 230-245 °C sıcaklık aralığında ve 30-60 rpm hız aralığında çalışılmıştır.

Karbon elyafların kırılmasını minimize etmek için PBT granülleri baştan beslenirken, kesilmiş karbon elyaflar, 4. bölümdeki besleme gözünden el ile beslenmiştir. Üretilen filamentler, granül kesme cihazı ile yaklaşık 3-5 mm uzunluğunda granül hale getirilmiştir.

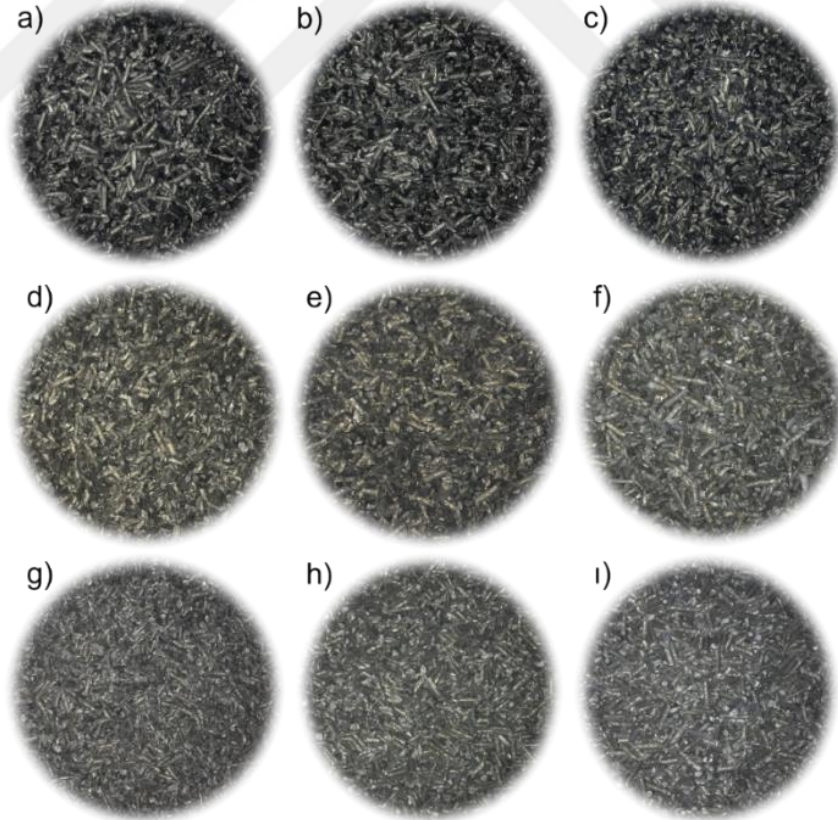
1. grupta ve 2. grupta üretilen kompozit granüllerin görüntüleri Şekil 12 ve Şekil 13'te; üretilen kompozitlerin katkı türleri ve oranlarına göre belirlenmiş olan kodlamaları Çizelge 2.4 ve Çizelge 2.5'te verilmiştir.

Çizelge 2.4 : 1. grupta üretilen PBT kompozitlerin katkı oranı ve katkı türlerine göre kodlamaları.

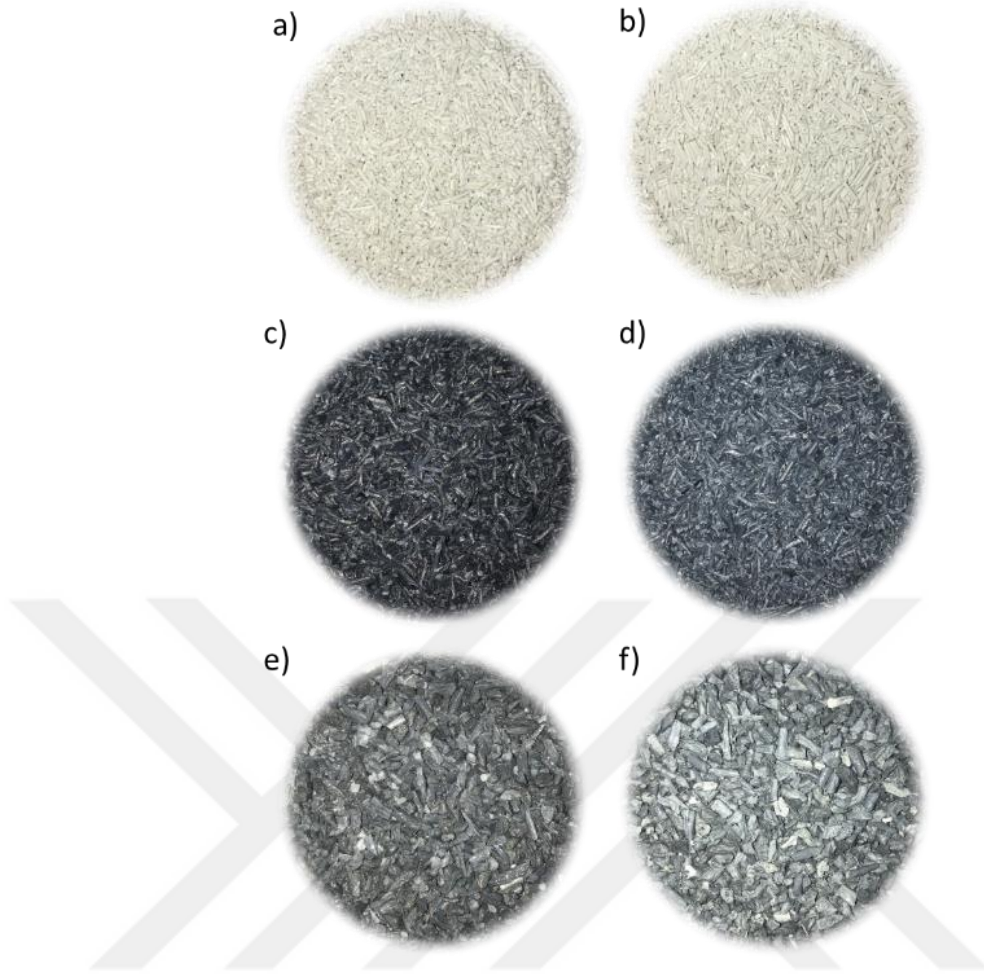
Katkı Türleri	Katkı Oranı (g/g)		
	%10	%20	%30
Karbon Elyaf	10KE-PBT	20KE-PBT	30KE-PBT
Nikel Kaplanmış Karbon Elyaf	10NiKE-PBT	20NiKE-PBT	30NiKE-PBT
TiO ₂ ve Nikel Kaplanmış Karbon Elyaf	10TiO ₂ NiKE-PBT	20TiO ₂ NiKE-PBT	30TiO ₂ NiKE-PBT

Çizelge 2.5 : 2. grupta üretilen PBT kompozitlerin katkı oranı ve katkı türlerine göre kodlamaları.

Katkı Türleri	TiO ₂ Oranı (g/g)	
	%1	%3
TiO ₂	1TiO ₂ PBT	3TiO ₂ PBT
Karbon Elyaf ve TiO ₂	20KE-1TiO ₂ PBT	20KE-3TiO ₂ PBT
Nikel Kaplanmış Karbon Elyaf ve TiO ₂	20NiKE-1TiO ₂ PBT	20NiKE-3TiO ₂ PBT



Şekil 2.12 : 1. gruptaki granüllerin fotoğrafları a) 30KE-PBT, b) 20KE-PBT, c) 10KE-PBT, d) 30NiKE-PBT, e) 20NiKE-PBT, f) 10NiKE-PBT, g) 30TiO₂NiKE-PBT, h) 20TiO₂NiKE-PBT, i) 10TiO₂NiKE-PBT.



Şekil 2.13 : 2. gruptaki granüllerin fotoğrafları a) 1TiO₂PBT, b) 3TiO₂PBT, c) 20KE-1TiO₂PBT, d) 20KE-3TiO₂PBT, e) 20NiKE-1TiO₂PBT, f) 20NiKE-3TiO₂PBT.

2.2.6 Enjeksiyon ile kompozit plakaların üretimi

ISO 527-3 standardına uygun çekme dayanımı test çubukları, ISO 180 standardına uygun darbe test çubukları ve 60 x 60 mm boyutlarında 3 mm kalınlığındaki plakalar enjeksiyon kalıplama yöntemi ile TİSAN A.Ş. firmasında TEDERİC marka TRX 100 SV model enjeksiyon cihazı ile üretilmiştir. Kovan sıcaklığı 245 °C, enjeksiyon sıcaklığı 230-250 °C aralığında, kalıp sıcaklığı ise 70-80 °C aralığında çalışılmıştır. Soğutma süresi 20-25 sn aralığındadır. Üretilen kompozit test plakalarının görüntüleri Şekil 2.14'te verilmiştir.



Şekil 2.14 : Üretilen kompozit test plakalarının görüntüleri a) 30KE-PBT, b) 30NiKE-PBT, c) 30TiO₂NiKE-PBT'ye ait çekme dayanımı test çubukları, d) 30KE-PBT, e) 30NiKE-PBT, f) 30TiO₂NiKE-PBT'ye ait darbe dayanımı test çubukları, g) 30KE-PBT'ye ait 60x60 cm'lik plaka.

2.3 Karakterizasyon ve Testler

2.3.1 Kaplama miktarı tayini

Karbon elyaf üzerine yapılan kaplama miktarını tayin etmek için kaplama öncesi ve kaplama sonrası kuru haldeki karbon elyafların ağırlıkları ölçülmüştür. Ağırlıkça kaplama miktarı Denklem 2.1'e göre hesaplanmıştır [172]:

$$\text{Kaplama miktarı (\%)} \left(\frac{g}{g}\right) = \frac{m_1 - m_2}{m_2} * 100 \quad (2.1)$$

Denklem 2.1'de m_1 , kaplanmış karbon elyaf ağırlığını (g), m_2 ise kaplama öncesi karbon elyaf ağırlığını (g) ifade etmektedir.

2.3.2 Kompozitlerdeki katkı miktarı tayini

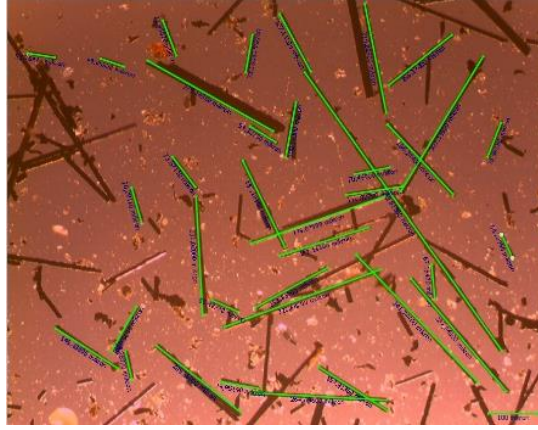
Üretilen kompozit plakaların katkı miktarı, ISO 6964 standardı esas alınarak kül tayini metodu ile belirlenmiştir [173]. Küçük parçalara ayrılmış kompozitler, 105 °C sıcaklıktaki etüvde en az 16 saat bekletilerek kurutulmuş ve sabit tartıma getirilmiştir. Kullanılacak krozeler ise 600 °C'de 1 saat bekletilerek sabit tartıma getirilmiştir. Desikatörde oda sıcaklığına getirilen krozelerin ve numunelerin tartımı alınmıştır. Yaklaşık 4'er gram numune ile 3 tekrarlı şekilde çalışılmıştır. Kapaklı kroze içerisindeki numuneler, 325 °C'deki kül fırınında 550 °C'ye kadar 10 °C/dk ısıtma hızı ile ısıtılmış ve sonrasında 10 dk boyunca 550 °C'de bekletilmiştir. PBT matrisin kontrollü şekilde kalsine olması sağlanmıştır, sonrasında kalan yanmış PBT kalıntılarını uzaklaştırmak için krozelerin kapakları alınarak 600 °C'de 30 dk daha bekletilmiştir. Desikatör içerisinde oda sıcaklığına getirilen krozelerin tartımı alınmıştır. İşlem sonrası kalan külün miktarı Denklem 2.2 ile hesaplanmıştır:

$$Kül Miktarı (\%) = \left[1 - \left(\frac{m_1 - m_2}{m_1}\right)\right] * 100 \quad (2.2)$$

Denklem 2.2'de m_1 , numune ağırlığını (g), m_2 ise kalsinasyon sonrası kalan külün ağırlığını (g) ifade etmektedir.

2.3.3 Karbon elyaf uzunluk dağılımı tayini

Kompozitlerdeki karbon elyaf uzunluk dağılımı tayini, ISO 22314 standardı esas alınarak yapılmıştır [174]. Kül fırınında yakma sonunda kalan karbon elyaflar, cam lamel üzerinde saf su (50 ml saf suya pastör pipet ile 1 damla yüzey aktif madde eklenmiştir) ile ultrasonik banyo içerisinde dağıtılmıştır. 140 °C etüvde saf su buharlaştırılmıştır. Leica Olympus BX50 F4 optik mikroskobu kullanılarak 10x büyütme ile görüntüler alınmış ve mikroskoba ait program ile görüntülerden elyaf uzunlukları ölçülmüştür (Şekil 2.15). En az 400 ± 100 adet elyaf uzunluğu ölçülmüştür. Ölçüm değerleri kullanılarak çizilmiş histogram grafikleri ile elyaf uzunluk dağılımı analiz edilmiştir [175].



Şekil 2.15 : Karbon elyaf uzunluk ölçümü.

2.3.4 Yoğunluk tayini

Üretilen kompozitlerin yoğunluk tayini, ISO 1183-1 standardına göre Metot A - Daldırma (Arşimet) metodu uygulanarak gerçekleştirilmiştir [176, 177]. Shimadzu Uniblock AP225WD Hassas terazi ve SMK 601 model yoğunluk ölçüm kitinden oluşan yoğunluk ölçüm düzeneği Şekil 2.16’da verilmiştir. Yoğunluk ölçümleri, 23 °C sıcaklıktaki distile su içerisinde gerçekleştirilmiştir. Yoğunluk değerleri, Denklem 2.3’e göre hesaplanmıştır:

$$\text{Yoğunluk } (\rho)(g/cm^3) = \frac{m_1 * \rho_s}{m_1 - m_2} \quad (2.3)$$

Denklem 2.3’te m_1 hava ortamında ölçülmüş numune ağırlığını (g), m_2 distile su içerisinde ölçülmüş numune ağırlığını (g), ρ_s suyun yoğunluğunu ifade etmektedir. Suyun yoğunluğu 0,9978 g/cm³ olarak alınmıştır [178].



Şekil 2.16 : Yoğunluk ölçüm düzeneği.

2.3.5 Diferansiyel taramalı kalorimetri analizi (DSC)

Diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) analizi 30 °C – 300 °C sıcaklık aralığında 10 °C/dk ısıtma hızı ile azot ortamında, ısıtma-soğutma-ısıtma şeklinde 3 adımda TA marka Discovery DSC25 model DSC cihazı ile gerçekleştirilmiştir. DSC cihazının ve soğutucu sisteminin görüntüsü Şekil 2.17’de verilmiştir. Yaklaşık 5 mg numune ile çalışılmıştır. Kompozitlerin erime ve kristallenme sıcaklıkları, erime entalpileri analiz edilmiştir. Kristalinite oranı Denklem 2.4 ‘e göre hesaplanmıştır. %100 kristalin PBT polimerinin erime entalpisi 142 J/g olarak alınmıştır [179-181].

$$\text{Kristalinite Oranı (\%)} = \frac{\Delta H_e}{\Delta H_{e0}} * 100 \quad (2.4)$$

Denklem 2.4’te ΔH_{e0} , %100 kristalin PBT polimerinin erime entalpisini (142 J/g), ΔH_e ise numunenin erime entalpisini ifade etmektedir.



Şekil 2.17 : DSC cihazı.

2.3.6 Termal gravimetrik analiz (TGA)

Karbon elyafların ve kompozitlerin termal bozunma davranışları TA marka SDT Q600 model TGA cihazı (Şekil 2.18) ile analiz edilmiştir. Termal gravimetrik analiz, 20 °C/dk ısıtma hızı ile oda sıcaklığından 800 °C’ye azot ortamında ısıtma şeklinde gerçekleştirilmiştir. Yaklaşık 10 mg numune ile çalışılmıştır. Termal bozunma başlangıç ve bitiş sıcaklıkları, bozunma tepe sıcaklığı, kütle değişimleri (%) ve kalıntı yüzdeleri analiz edilmiştir.



Şekil 2.18 : TGA cihazı.

2.3.7 X-Işını difraktometresi (XRD) ile kristal yapı analizi

Kaplanmış karbon elyafların kristal yapısı, Bruker marka D8 Advance model XRD cihazı kullanılarak, 20° - 90° açı aralığında $0,2 \theta/s$ tarama hızı ile analiz edilmiştir.

2.3.8 X-ışını floresansı spektrometresi (XRF) ile element analizi

Kaplanmış karbon elyafların metal element içeriği ve kompozisyonu, RİGAKU marka Supermini200 model XRF cihazı ile vakum ortamında çalışılarak analiz edilmiştir. Numuneler, yüzeyden analiz edilmiştir. Element kompozisyonu yarı-kantitatif ve %100'e normalize edilmiş olarak hesaplanmıştır.

2.3.9 Taramalı elektron mikroskobu ile morfolojik analiz

Karbon elyafların ve kompozitlerin morfolojik analizleri ve element analizleri TESCAN marka VEGA SB3 model Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) (Şekil 2.19, sol) ile analiz edilmiştir. Cressington marka Sputter Coater 108auto model kaplama cihazı (Şekil 2.19, sağ) ile kompozitlerin yüzeyine $3 \pm 0,5$ nm kalınlığında altın kaplama yapılmıştır.



Şekil 2.19 : SEM cihazı (sol) ve altın kaplama cihazı (sağ).

2.3.10 Elektriksel direnç ölçümü

Kaplamalı ve kaplamasız karbon elyafların ve kompozit plakaların (3 mm kalınlık) elektriksel direnç ölçümü, Keithley 2400 Sourcemeter cihazı ile 2 problu direnç ölçüm metodu ile yapılmıştır [182]. 17 cm uzunluğundaki karbon elyaf ipliğe 20 iplik turu verilerek elyafların birbirine temas etmesi sağlanmıştır (Çap: 3 mm). Problar, orta noktalarının arası 1 cm olacak şekilde yerleştirilmiş iletken bakır bantlar üzerine batırılmış ve 60 sn sonraki direnç değeri (sabitlendiği andaki değerler) kaydedilmiştir [183, 184]. 15'er adet ölçümün ortalaması alınmıştır. Plakaların ölçümü için ise, prob uçlarına iletken kablo bağlanmış ve kablo uçları bir cm mesafe ve 1 cm uzunluğundaki bakır bantlar ile plastik bir destek üzerine sabitlenmiştir, destek, plakanın yüzeyine temas ettirilerek ölçümler alınmıştır. 3'er adet plakadan alınan 5'er ölçümün ortalaması alınmıştır. Elektriksel direnç değerleri Denklem 2.5'e göre hesaplanmıştır [185]:

$$\text{Elektriksel direnç } (\Omega \cdot \text{cm}) = \frac{\text{Direnç } (\Omega) * \text{Kesit Alanı } (\text{cm}^2)}{\text{Ölçüm Mesafesi } (\text{cm})} \quad (2.5)$$

2.3.11 Çekme dayanımı testi

Çekme dayanımı testleri, ISO 527-1,2 standartlarına göre gerçekleştirilmiştir [186, 187]. Testler, INSTRON 5969 universal mekanik test cihazında (Şekil 2.20) 50 kN yük hücresi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Tip 1 A'ya uygun boyutlardaki test numuneleri, 23 °C sıcaklık ve %50 bağıl nem koşullarındaki laboratuvarında en az 24 saat kondisyonlanmış ve aynı ortamda test edilmiştir. Testler, çene arası mesafe 115 mm'ye ayarlanarak ve modül hesaplanana kadar 2 mm/dk, sonrasında 5 mm/dk çekme hızı ile gerçekleştirilmiştir. Her bir numune için 5'er adet sonucun ortalaması alınmıştır. Çekme dayanımı (MPa), maksimum kuvvetteki uzama (%), kopma anındaki uzama (%) ve elastisite modülü (MPa) hesaplanmıştır.



Şekil 2.20 : Mekanik test cihazı.

2.3.12 Izod darbe dayanımı testi

Izod darbe dayanımı testleri, ISO 179 standardına göre gerçekleştirilmiştir [188]. Testler, INSTRON-CEAST 9050 test cihazında (Şekil 2.21), 2,75 J kapasiteli sarkaç ile gerçekleştirilmiştir. 80 mm uzunluğunda 9,8 mm genişliğinde ve 4 mm kalınlığındaki çentiksiz test numuneleri, 23 °C sıcaklık ve %50 bağıl nem koşullarındaki laboratuvarında en az 24 saat kondisyonlanmış ve aynı ortamda test edilmiştir. Her bir numune için 5'er adet sonucun ortalaması alınmıştır. Izod darbe dayanımı (kJ/m^2) hesaplanmıştır.



Şekil 2.21 : Darbe test cihazı.

2.3.13 Elektromanyetik kalkanlama (EMK) etkinlik testleri

Kompozitlerin EMK etkinliklerinin belirlenmesi için Agilent N5230A PNA-L 2 portlu vektör network analizör cihazı (Şekil 2.22) kullanılmıştır. Düşük frekans aralığındaki (500 MHz-4 GHz) EMK etkinliği için koaksiyel dalga kılavuzu kullanılmıştır [189]. X bant frekans aralığındaki (8-13 GHz) EMK etkinliği için dikdörtgen dalga kılavuzu kullanılmıştır [190, 191]. EMK ölçüm cihazı ve kullanılan dalga kılavuzlarının görüntüleri Şekil 2.22’de verilmiştir. Koaksiyel dalga kılavuzu için 20 mm çapında daire şeklinde numune, dikdörtgen dalga kılavuzu için ise 10,16 mm - 22,86 mm boyutlarında numuneler, 3 mm kalınlığındaki 60 mm x 60 mm kompozit plakalarından su jeti ile kestirilmiştir. S_{11} , S_{22} ve S_{21} , S_{12} saçılma parametreleri ölçülmüştür. Toplam EMK etkinliği (dB), Denklem 2.8 ve 2.9, yansıtma etkinliği (dB) Denklem 2.6 ve 2.7, absorpsiyon etkinliği (dB) Denklem 2.10 ve 2.11 ile hesaplanmıştır [190, 192, 193]:

$$R = |S_{11}|^2 = |S_{22}|^2 = 10^{\left(\frac{S_{11}}{10}\right)} = 10^{\left(\frac{S_{22}}{10}\right)} \quad (2.6)$$

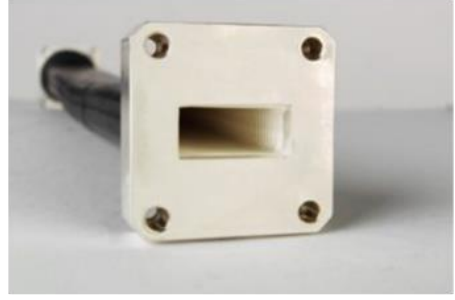
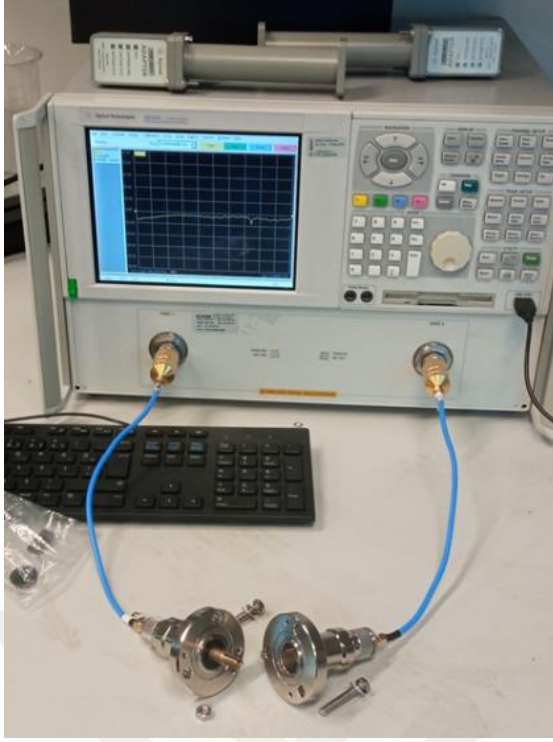
$$SE_R = -10 \log \frac{1}{1-R} = -10 \log \frac{1}{1-|S_{11}|^2} = -10 \log \frac{1}{1-10^{\left(\frac{S_{11}}{10}\right)}} \quad (2.7)$$

$$T = |S_{12}|^2 = |S_{21}|^2 = 10^{\left(\frac{S_{21}}{10}\right)} = 10^{\left(\frac{S_{12}}{10}\right)} \quad (2.8)$$

$$SE_T = -10 \log \left| \frac{1}{T} \right| = SE_A + SE_R \quad (2.9)$$

$$A = 1 - |S_{11}|^2 - |S_{21}|^2 \quad (2.10)$$

$$\begin{aligned} SE_A &= -10 \log \frac{1-R}{T} = -10 \log \frac{1-|S_{11}|^2}{|S_{12}|^2} = -10 \log \frac{1-10^{\left(\frac{S_{11}}{10}\right)}}{10^{\left(\frac{S_{12}}{10}\right)}} \\ &= -10 \log \frac{1-10^{\left(\frac{S_{11}}{10}\right)}}{10^{\left(\frac{S_{12}}{10}\right)}} \end{aligned} \quad (2.11)$$

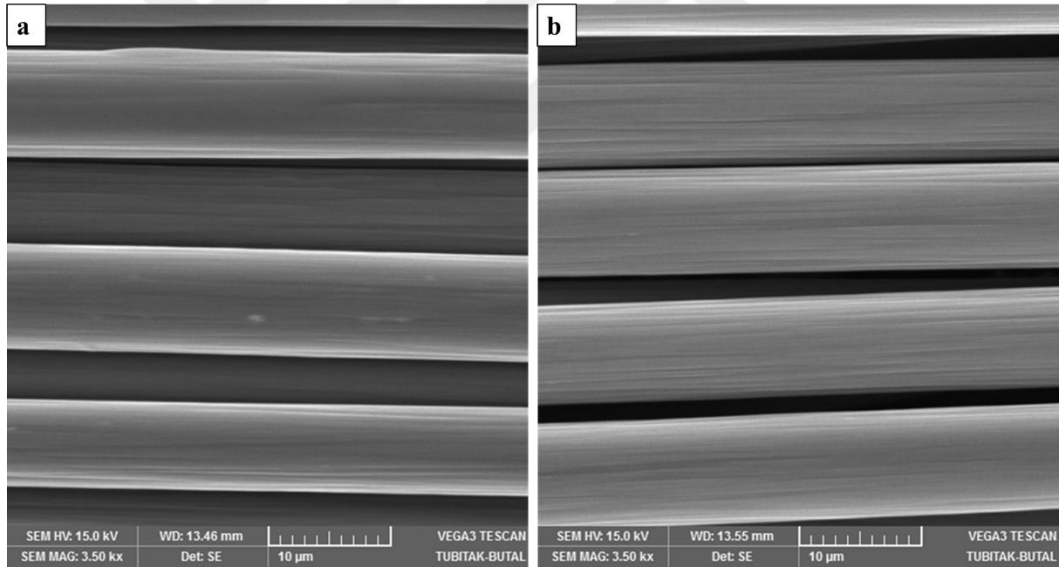


Şekil 2.22 : Agilent N5230A PNA-L network analizör cihazı, koaksiyel ve dikdörtgen dalga kılavuzları.

3. BULGULAR ve TARTIŞMA

3.1 Ön İşlemlili Karbon Elyafın Özelliklerinin İncelenmesi

Nikel kaplama ile karbon elyaf yüzeyinin etkileşimini ve adezyonunu arttırmak için karbon elyafın yüzeyinde bulunan organik kaplama uzaklaştırılmış ve yüzey pürüzlülüğünü arttırmak için kimyasal ön işleme tabi tutulmuştur [55, 57, 160]. Ön işlemsiz ve ön işlemlili karbon elyafların SEM’de alınmış yüzey görüntüleri Şekil 3.1’de verilmiştir. Ön işlemsiz karbon elyafa göre, ön işlemlili karbon elyafın yüzeyindeki yarıkların derinleştiği ve yarıkların yoğunlaştığı görülmektedir. Huang ve ark. yaptığı çalışmada benzer sonuçlar elde etmiştir [194].



Şekil 3.1 : Karbon elyaf filamentlerinin ön işlem öncesi a) ve ön işlem sonrası b) SEM görüntüleri.

3.2 Elektrodepozisyon ile Karbon Elyafa Nikel Kaplama Parametrelerinin İncelenmesi

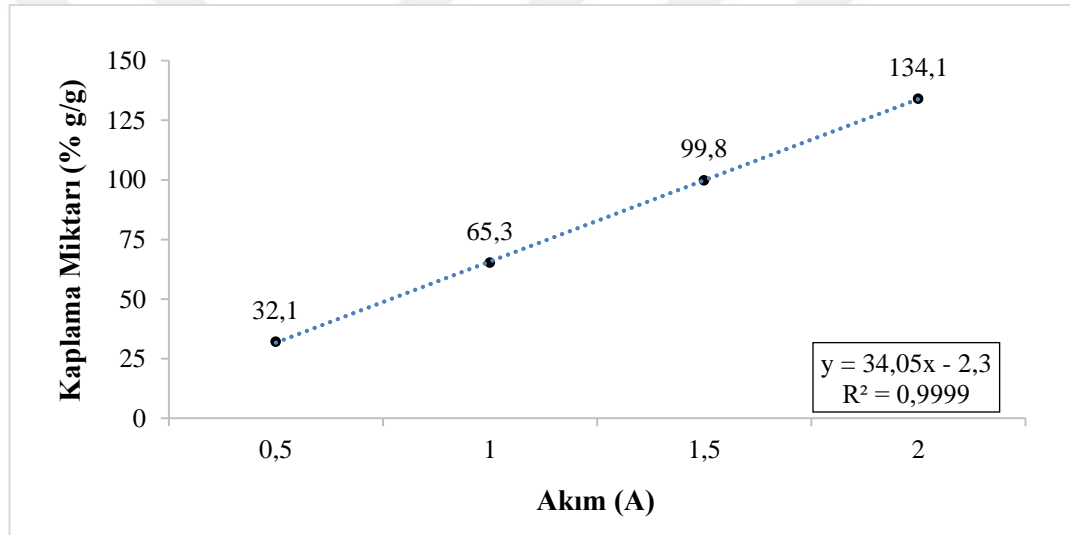
3.2.1 Uygulanan akımın kaplama miktarı üzerine etkisi

Kaplama parametreleri (süre, sıcaklık, çözelti vb.) sabit tutularak farklı akımlarda kaplamalar gerçekleştirilmiştir. Kaplama miktarı sonuçları Çizelge 3.1 ve Şekil 3.2’de

verilmiştir. Kaplama miktarı, uygulanan akım ile doğru orantılı olarak artmıştır [47, 49]. Şekil 3.2'deki 10 dk süre ile kaplanmış karbon elyafların sonuçlarına ait eğilim çizgisinin R^2 değeri 0,9999 olarak hesaplanmıştır. Uygulanan akım arttıkça anoda verilen e^- yoğunluğu artmış ve dolayısıyla anottan ayrılan Ni^{2+} iyonu yoğunluğu artmıştır. Bu iyonlar da katot üzerinde birikerek kaplama oranını arttırmıştır [195].

Çizelge 3.1 : 10 dk kaplama süresi ile nikel kaplanmış karbon elyafların uygulanan akıma göre kaplama miktarı değerleri.

Uygulanan Akım (A)	0,5	1	1,5	2
Kaplama Miktarı (%) (g/g)	32,1 ± 0,24	65,3 ± 0,41	99,8 ± 0,37	134,1 ± 0,01



Şekil 3.2 : 10 dk kaplama süresi ile nikel kaplanmış karbon elyaflarda akımın kaplama miktarına etkisi.

3.2.2 Kaplama süresinin kaplama miktarı üzerine etkisi

Kaplama parametreleri (akım, sıcaklık, çözelti vb.) sabit tutularak 1 A ve 2 A akım için farklı sürelerde kaplama gerçekleştirilmiştir. 1 A akım için kaplama miktarı sonuçları Çizelge 3.2 ve Şekil 3.3'te verilmiştir. 2 A akım için kaplama miktarı sonuçları Çizelge 3.3 ve Şekil 3.4'te verilmiştir. Hem 1 A hem de 2 A akım için kaplama süresi arttıkça kaplama miktarı artmıştır. Kaplama süresi ile kaplama miktarı arasında doğru orantı bulunmaktadır [47].

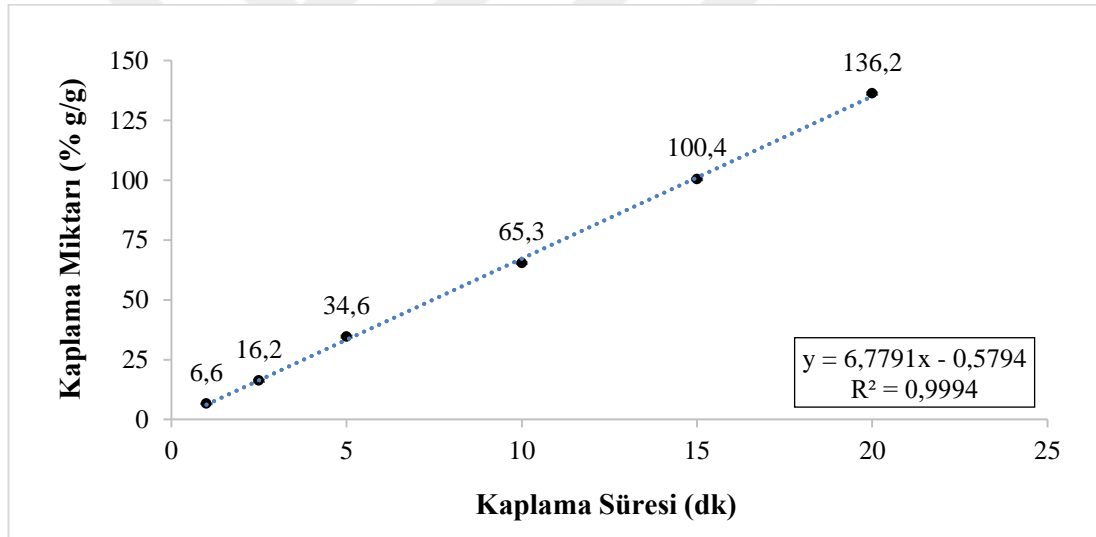
Wu ve arkadaşları da elektrodepozisyon yöntemi ile nikel kaplama çalışmasında kaplama süresi ile kaplama miktarı arasında doğru orantı olduğunu göstermişlerdir [60].

Şekil 3.3'te 1 A akım ile kaplanmış karbon elyafların kaplama miktarı sonuçlarına ait eğilim çizgisinin R^2 değeri 0,9994 olarak hesaplanmıştır.

Şekil 3.4'te ise 2 A akım ile kaplanmış karbon elyafların kaplama miktarı sonuçlarına ait eğilim çizgisinin R^2 değeri 0,9998 olarak hesaplanmıştır.

Çizelge 3.2 : 1 A akım ile nikel kaplanmış karbon elyafların kaplama süresine göre kaplama miktarı değerleri.

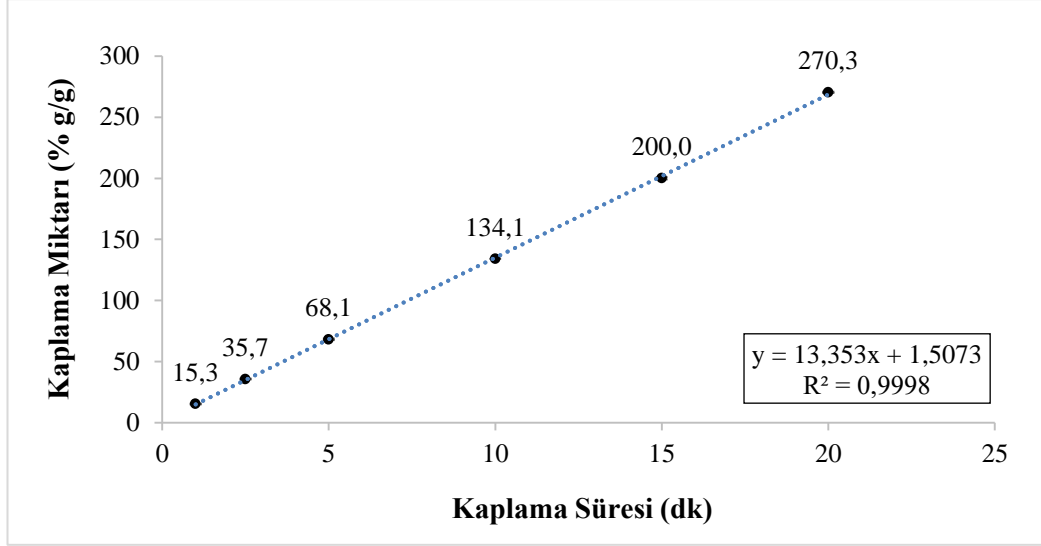
Kaplama Süresi (dk)	1	2,5	5	10	15	20
Kaplama Miktarı (%) (g/g)	6,6±0,18	16,2±0,51	34,6±0,47	65,3±0,41	100,4±0,46	136,2±0,49



Şekil 3.3 : 1 A akım ile nikel kaplanmış karbon elyaflarda, kaplama süresinin kaplama miktarına etkisi.

Çizelge 3.3 : 2 A akım ile nikel kaplanmış karbon elyafların kaplama süresine göre kaplama miktarı değerleri.

Kaplama Süresi (dk)	1	2,5	5	10	15	20
Kaplama Miktarı (%) (g/g)	15,3±0,44	35,7±0,44	68,1±0,68	134,1±0,01	200,0±1,00	270,3±0,56



Şekil 3.4 : 2 A akım ile nikel kaplanmış karbon elyaflarda, kaplama süresinin kaplama miktarına etkisi.

3.2.3 Karbon elyaf miktarının kaplama miktarı üzerine etkisi

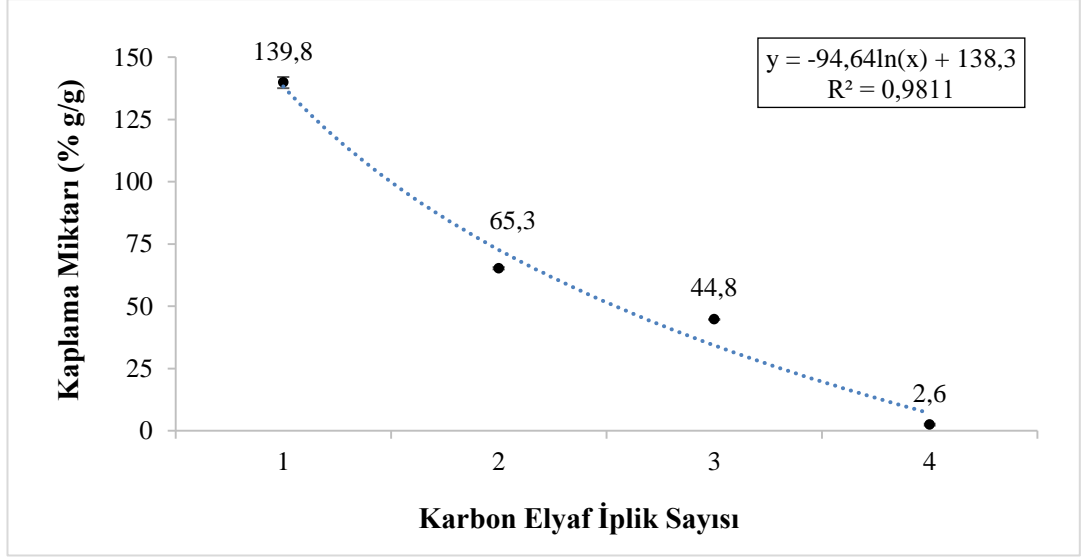
Kaplama parametreleri (akım 1 A, süre 10 dk, sıcaklık, çözelti vb.) sabit tutularak, kaplanacak olan karbon elyaf iplik sayısı değiştirilerek kaplamalar gerçekleştirilmiştir. Kaplama miktarı sonuçları Çizelge 3.4 ve Şekil 3.5’te verilmiştir.

Kaplama parametreleri (akım 1 A, süre 10 dk, sıcaklık, çözelti vb.) ve karbon elyaf iplik sayısı sabit tutularak, karbon elyaf uzunluğu değiştirilerek kaplamalar gerçekleştirilmiştir. Kaplama miktarı sonuçları Çizelge 3.5 ve Şekil 3.6’da verilmiştir.

Kaplama sırasında çözelti içinde bulunan karbon elyaf iplik sayısı (Şekil 3.5) ve karbon elyaf iplik uzunluğu (Şekil 3.6) arttıkça kaplama miktarı düşmüştür. Çözelti içindeki karbon elyaf iplik sayısı ve karbon elyaf iplik uzunluğu artması ile katodun yüzey alanı artmaktadır. Dolayısıyla birim alana düşen akım yoğunluğunun düşüşü ile birlikte kaplama miktarı da düşmektedir [195].

Çizelge 3.4 : 1 A akım, 10 dk kaplama süresi ile nikel kaplanmış karbon elyafların karbon elyaf iplik sayısına göre kaplama miktarı değerleri.

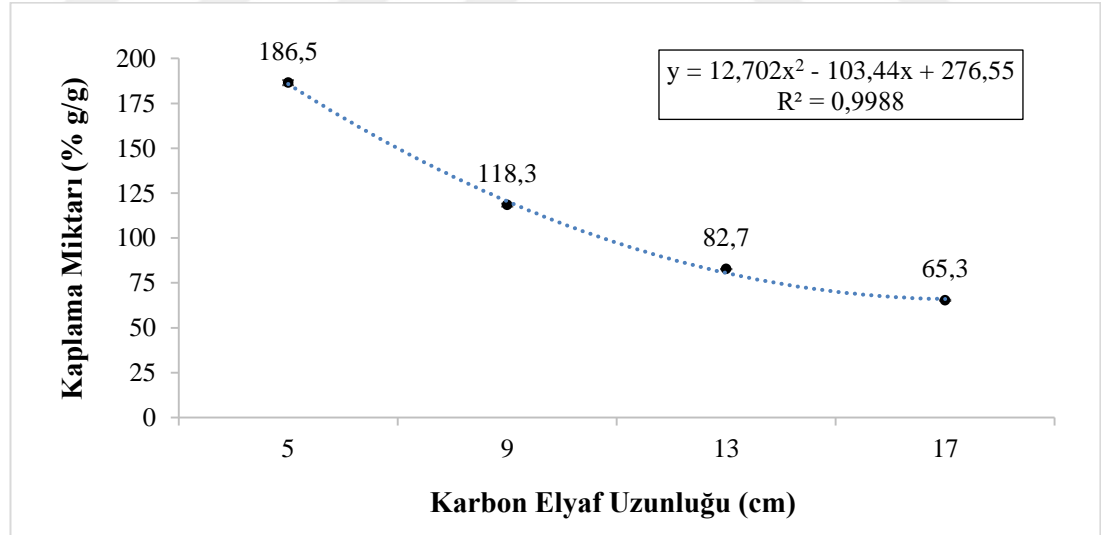
Karbon Elyaf İplik Sayısı	1	2	3	4
Kaplama Miktarı (%) (g/g)	139,8 ± 2,25	65,3 ± 0,41	44,8 ± 0,18	2,6 ± 0,38



Şekil 3.5 : 1 A akım 10 dk kaplama süresi ile nikel kaplanmış karbon elyaflarda, karbon elyaf iplik sayısının kaplama miktarına etkisi.

Çizelge 3.5 : 1 A akım, 10 dk kaplama süresi ile nikel kaplanmış karbon elyafların uzunluğuna göre kaplama miktarı değerleri.

Karbon Elyaf Uzunluğu (cm)	5	9	13	17
Kaplama Miktarı (%) (g/g)	186,5 ± 1,50	118,3 ± 0,76	82,7 ± 0,05	65,3 ± 0,41



Şekil 3.6 : 1 A akım 10 dk kaplama süresi ile nikel kaplanmış karbon elyaflarda, karbon elyaf uzunluğunun kaplama miktarına etkisi.

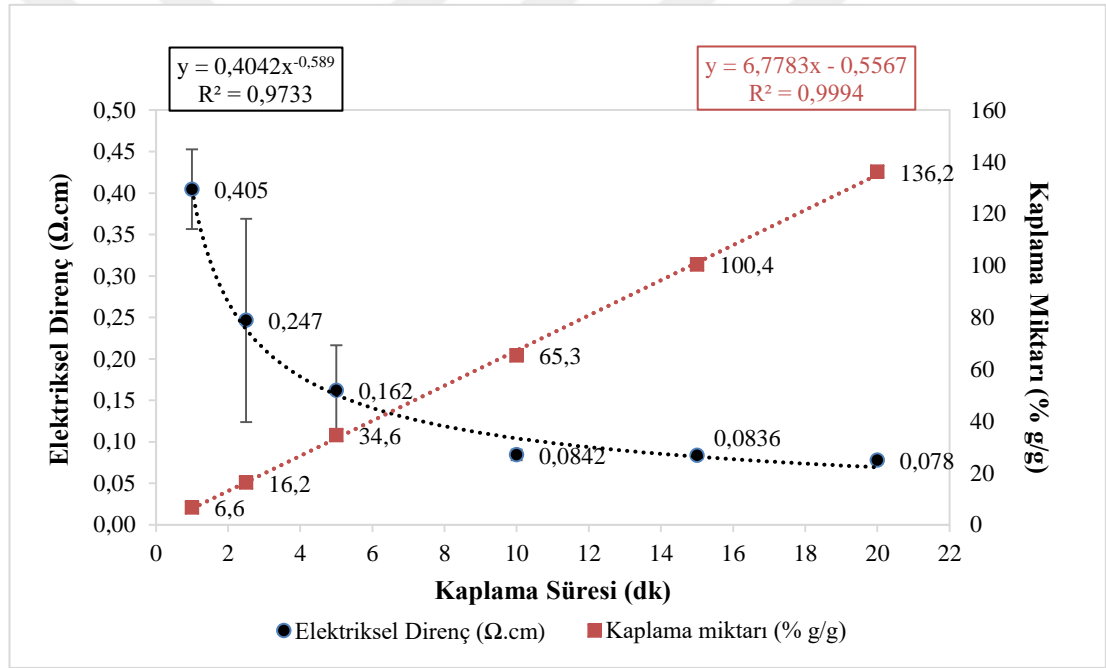
3.2.4 Nikel kaplama miktarının elektriksel direnç üzerine etkisi

Nikel kaplama miktarının karbon elyafların elektriksel direnci üzerine etkisi, 1 A akım ile 10 dk süreyle ve 2 A akım ile 20 dk süreyle kaplanmış karbon elyaflar üzerinde

incelenmiştir. Elektriksel direnç ölçüm sonuçları, 1 A için Çizelge 3.6 ve Şekil 3.7’de; 2 A için Çizelge 3.7 ve Şekil 3.8’de verilmiştir. Kaplama süresi arttıkça kaplama miktarı artmış ve dolayısıyla elektriksel direnç düşmüştür. Bu durum, nikelin elektriksel direncinin karbon elyafın direncinden daha düşük olmasından kaynaklanmaktadır [107].

Çizelge 3.6 : 1 A akım ile nikel kaplanmış karbon elyafların kaplama süresine ve toplam kaplama miktarına göre elektriksel direnç ölçüm sonuçları.

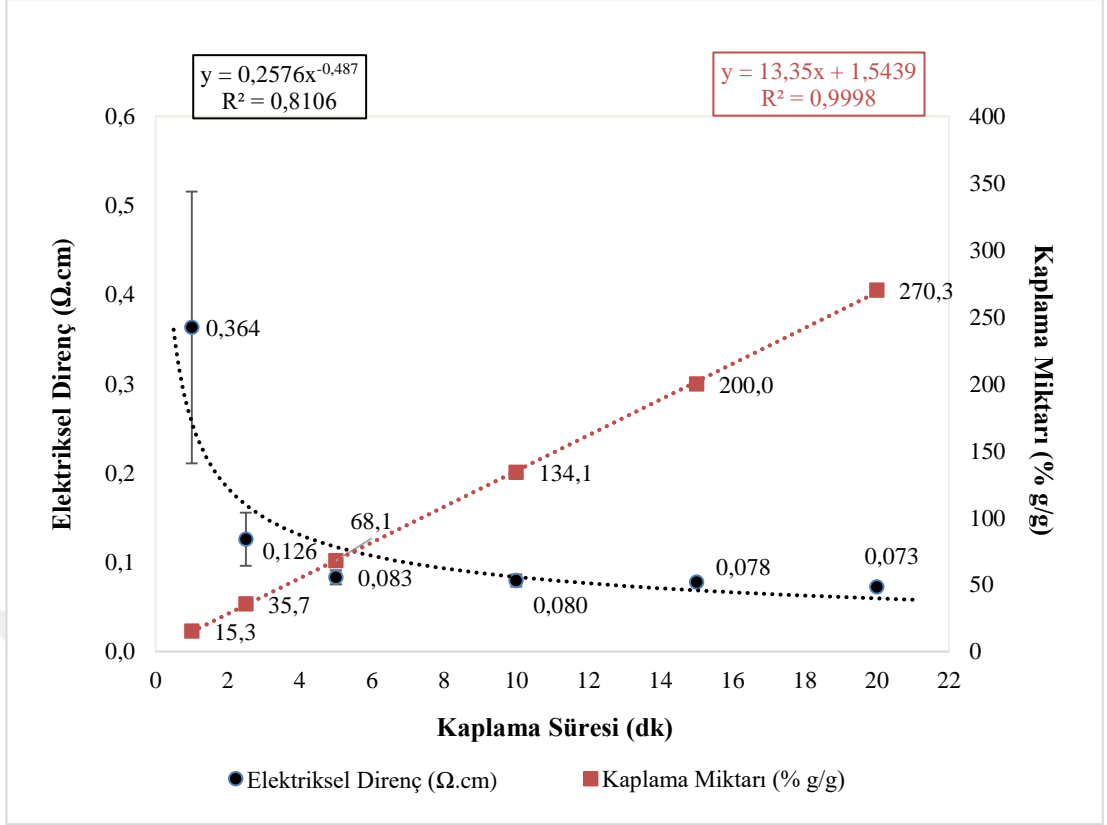
Kaplama Süresi (dk)	0	1	2,5	5	10	15	20
Toplam kaplama miktarı (%) (g/g)	0	6,6±0,18	16,2±0,51	34,6±0,47	65,3±0,41	100,4±0,46	136,2 ±0,49
Elektriksel direnç (Ω.cm)	0,848	0,405±0,05	0,247±0,12	0,162±0,054	0,084±0,006	0,084±0,004	0,078±0,002



Şekil 3.7 : 1 A akım ile nikel kaplanmış karbon elyaflarda, kaplama süresinin elektriksel direnç üzerine etkisi.

Çizelge 3.7 : 2 A akım ile nikel kaplanmış karbon elyafların kaplama süresine ve toplam kaplama miktarına göre elektriksel direnç ölçüm sonuçları.

Kaplama Süresi (dk)	0	1	2,5	5	10	15	20
Toplam kaplama miktarı (%) (g/g)	0	15,3±0,44	35,7±0,44	68,1±0,68	134,1±0,01	200,0±1,00	270,3±0,56
Elektriksel direnç (Ω.cm)	0,848	0,364±0,15	0,126±0,03	0,083±0,01	0,080±0,01	0,078±0,02	0,073±0,00

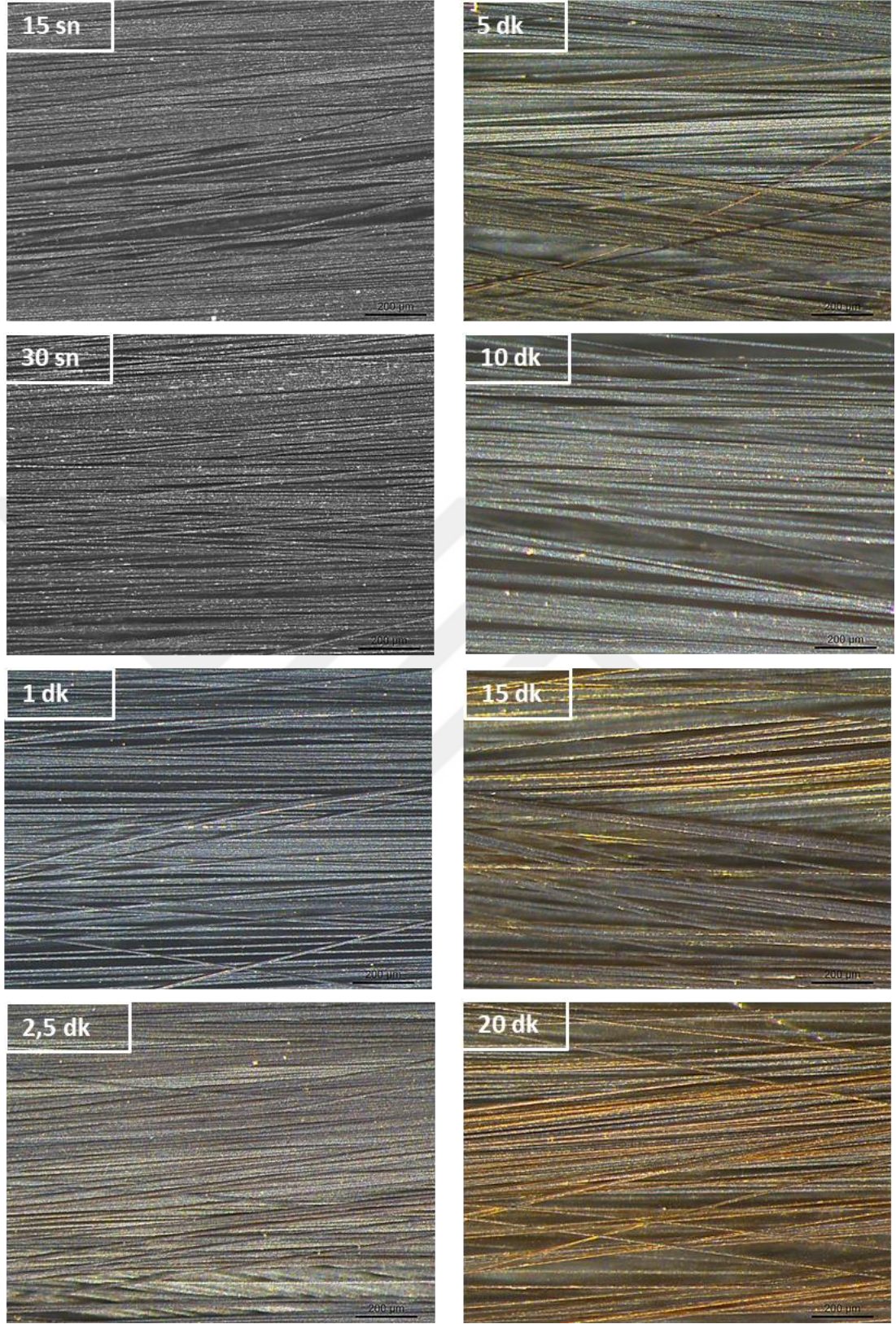


Şekil 3.8 : 2 A akım ile nikel kaplanmış karbon elyafların kaplama süresinin elektriksel direnç üzerine etkisi.

3.2.5 Nikel kaplanmış karbon elyafların morfolojik özellikleri

Nikel kaplamasının morfolojisi, farklı sürelerde kaplanmış karbon elyafların optik mikroskop görüntüleri ile incelenmiştir (Şekil 3.9).

15 sn ve 30 sn'de kaplama, karbon elyaf yüzeyinde oluşmaya başlamış, karbon elyaf yüzeyini tamamen kaplamamıştır. 1 dk kaplama sonunda kaplama katmanı daha fazla alana yayılmış ancak yüzeyi tamamen kaplamamıştır. 2,5 dk kaplama sonunda kaplama karbon elyaf yüzeyini tamamen kaplamış homojen görüntü oluşmuştur. 5 dk kaplamadan itibaren kaplama kalınlık artışı devam etmiştir. Bu sonuçlar, literatürdeki çalışmalar ile benzerlik göstermektedir [49, 88, 194].



Şekil 3.9 : 1 A akım ile farklı sürelerde nikel kaplanmış karbon elyafların optik mikroskop görüntüleri.

3.3 Elektrodepozisyon ile Karbon Elyafa TiO₂-Nikel Kaplama Parametrelerinin İncelenmesi

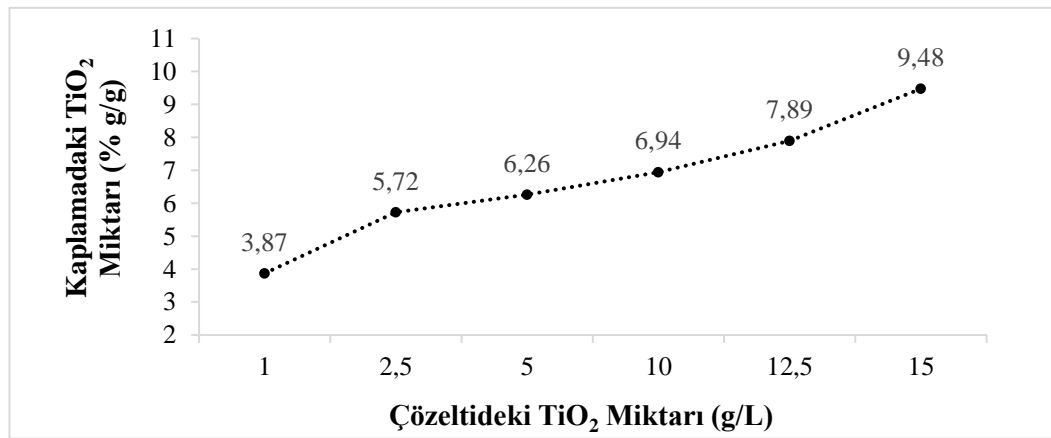
3.3.1 Çözeltideki TiO₂ nanopartiküllerinin konsantrasyonunun kaplamadaki TiO₂ oranına etkisi

Çözeltide bulunan TiO₂ nanopartiküllerinin konsantrasyonunun, TiO₂ depolama oranına etkisini incelemek için kaplama parametreleri sabit tutularak; 1 A akım, 10 dk kaplama süresiyle ve 2 A akım 20 dk kaplama süresiyle farklı konsantrasyonlarda TiO₂ içeren çözeltiler ile kaplamalar gerçekleştirilmiştir. Kaplama içerisine depolanan TiO₂ oranı, XRF analizi ile tespit edilmiştir. Ağırlıkça yüzde olarak (% g/g) hesaplanan XRF analiz sonuçları; 1 A akım için Çizelge 3.8 ve Şekil 3.10'da; 2 A akım için Çizelge 3.9 ve Şekil 3.11'de verilmiştir.

Çözeltideki TiO₂ konsantrasyonu arttıkça kaplamada depolanan TiO₂ oranı da artmıştır [91, 92, 95, 98]. Ancak 2 A akım ile kaplanan karbon elyaflarda belli bir konsantrasyondan (10 g/L) sonra TiO₂ depolama oranı artış hızı düşmüştür (Şekil 3.11). Bu durum, kaplamadaki TiO₂'nin belirli bir doygunluk oranına ulaştıktan sonra TiO₂ nanopartiküllerinin adsorpsiyon hızının düştüğünü göstermektedir [97].

Çizelge 3.8 : 1 A akım, 10 dk kaplama süresi ile TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyafların, nikel kaplama çözeltisindeki TiO₂ miktarına göre kaplamadaki TiO₂ miktarı değerleri.

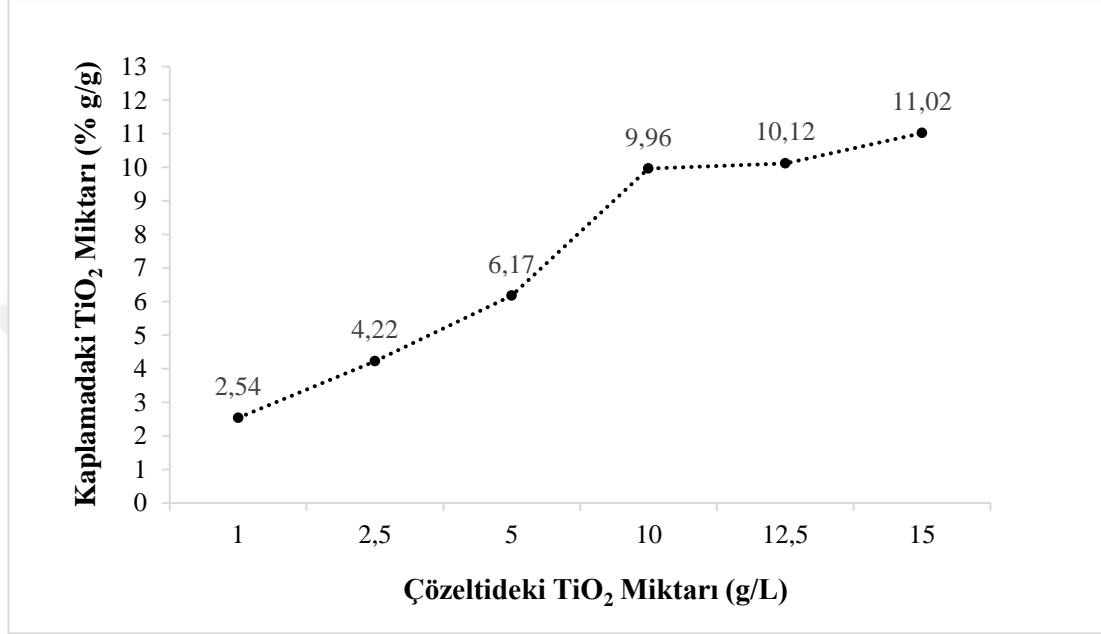
Nikel Kaplama Çözeltisindeki TiO ₂ Miktarı (g/L)	1	2,5	10	12,5	15
Kaplamadaki TiO ₂ Miktarı (%) (g/g)	3,87	5,72	6,94	7,98	9,48



Şekil 3.10 : 1 A akım, 10 dk kaplama süresi ile TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaflarda, nikel kaplama çözeltisindeki TiO₂ miktarının kaplamadaki TiO₂ miktarına etkisi.

Çizelge 3.9 : 2 A akım, 20 dk kaplama süresi ile TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyafların, nikel kaplama çözeltisindeki TiO₂ miktarına göre kaplamadaki TiO₂ miktarı değerleri.

Nikel Kaplama Çözeltisindeki TiO ₂ Miktarı (g/L)	1	2,5	5	10	12,5	15
Kaplamadaki TiO ₂ Miktarı (%) (g/g)	2,54	4,22	6,17	9,96	10,12	11,02



Şekil 3.11 : 2 A akım, 20 dk kaplama süresi ile TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaflarda, nikel kaplama çözeltisindeki TiO₂ miktarının kaplamadaki TiO₂ miktarına etkisi.

3.3.2 Kaplama süresinin kaplamadaki TiO₂ oranına etkisi

Kaplama parametreleri (akım, sıcaklık, TiO₂ konsantrasyonu – 10 g/L, çözelti vb.) sabit tutularak, 1 A ve 2 A akım için farklı sürelerde kaplamalar gerçekleştirilmiştir. Toplam kaplama miktarı ve kaplamadaki TiO₂ miktarı sonuçları, 1 A akım için Çizelge 3.10 ve Şekil 3.12’de; 2 A akım için Çizelge 3.11 ve Şekil 3.13’te verilmiştir.

1 A ve 2 A akım için, kaplama süresi arttıkça TiO₂ depolama oranı artmıştır [93]. Analiz sonuçlarına ait eğilim çizgilerine ait R² değerleri %0,99’un üzerindedir. Kaplama süresi ile toplam kaplama oranı (TiO₂+Nikel) doğru orantılı olarak artar iken; kaplamaya depolanan TiO₂ miktarı arasında polinomsal bir ilişki bulunmaktadır.

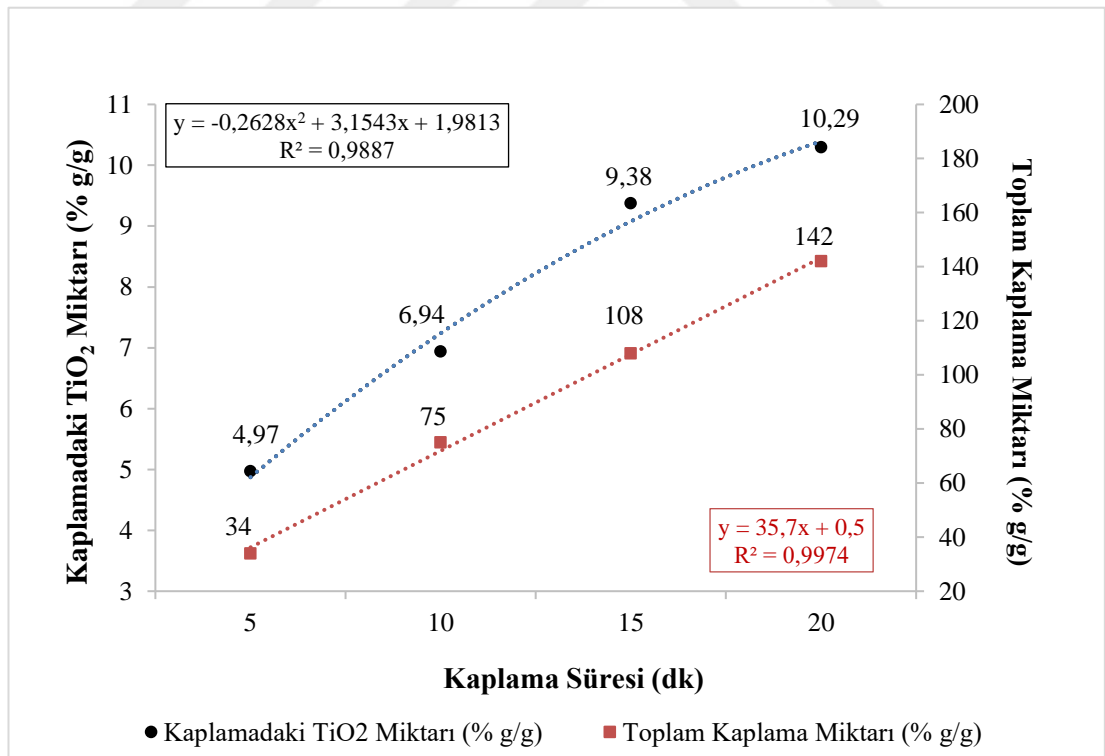
Kaplanan karbon elyaflarda, 15 dk’dan sonra TiO₂ depolama oranı artış hızı düşmüştür. Bu durum, kaplamadaki TiO₂’nin belirli bir doygunluk oranına ulaştığını ve bu noktadan sonra TiO₂ nanopartiküllerinin adsorpsiyon hızının düştüğünü

göstermektedir. Literatürde benzer sonuçların elde edildiği çalışmalar mevcuttur [93, 94].

Eşit miktarda kaplamaya sahip karbon elyaflar için, uygulanan akım arttıkça kaplamadaki TiO₂ oranı düşmüştür. 1 A akımda 10 dk kaplama süresi ile %75 oranında toplam kaplama miktarı elde edilmiş ve kaplamadaki TiO₂ oranı % 6,94 olarak tespit edilmiştir. Aynı kaplama miktarı (%76) 2 A akım ile 5 dk kaplama ile elde edilmiş, ancak kaplamadaki TiO₂ oranı %2,79 olarak ölçülmüştür. Yüksek akımlarda nikel iyonlarının çözünme ve katoda yönelme hızları artmakta ve bu sırada TiO₂ nanopatiküllerinin adsorpsiyon hızı, nikel iyonlarının hızından düşük kalmaktadır. Bu sebeple uygulanan akım (kaplama hızı) arttıkça kaplamadaki TiO₂ oranı düşmektedir [94].

Çizelge 3.10 : 1 A akım, 10 g/L TiO₂ konsantrasyonu ile TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyafların, kaplama süresine göre kaplamadaki TiO₂ miktarı değerleri.

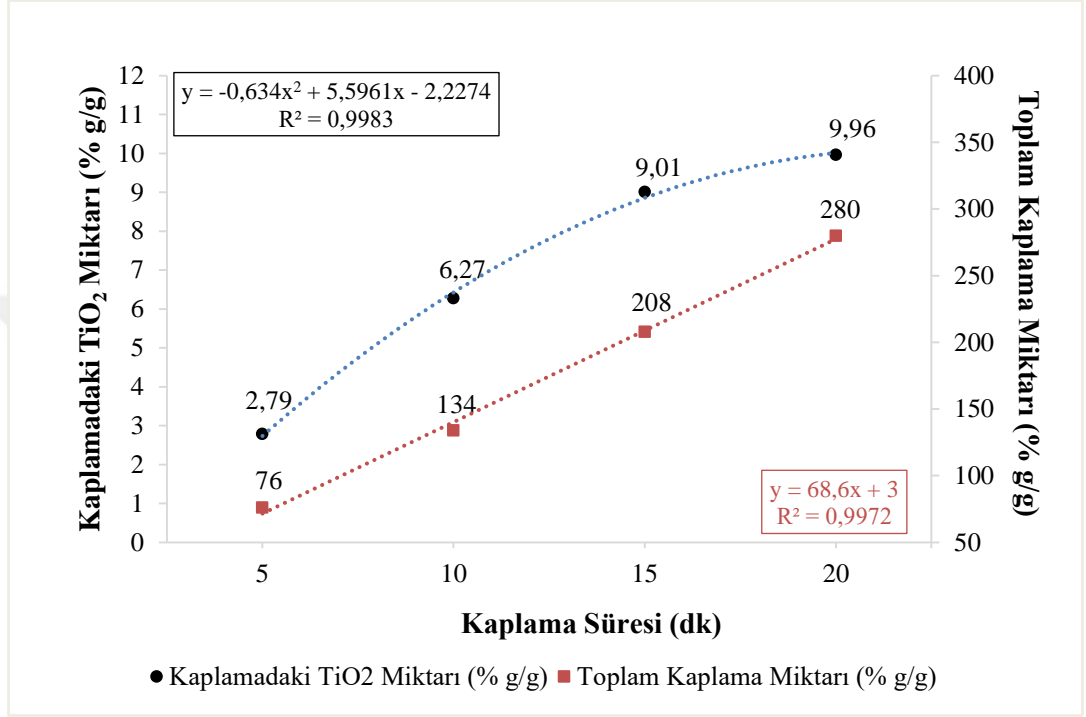
Kaplama Süresi (dk)	5	10	15	20
Toplam Kaplama Miktarı (%) (g/g)	34	75	108	142
Kaplamadaki TiO ₂ Miktarı (%) (g/g)	4,97	6,94	9,38	10,29



Şekil 3.12 : 1 A akım, 10 g/L TiO₂ konsantrasyonu ile TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaflarda, kaplama süresinin kaplamadaki TiO₂ miktarına etkisi.

Çizelge 3.11 : 2 A akım, 10 g/L TiO₂ konsantrasyonu ile TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyafların, kaplama süresine göre kaplamadaki TiO₂ miktarı değerleri.

Kaplama Süresi (dk)	5	10	15	20
Toplam kaplama miktarı (%) (g/g)	76	134	208	280
Kaplamadaki TiO ₂ Miktarı (%) (g/g)	2,79	6,27	9,01	9,96



Şekil 3.13 : 2 A akım, 10 g/L TiO₂ konsantrasyonu ile TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaflarda, kaplama süresinin kaplamadaki TiO₂ miktarına etkisi.

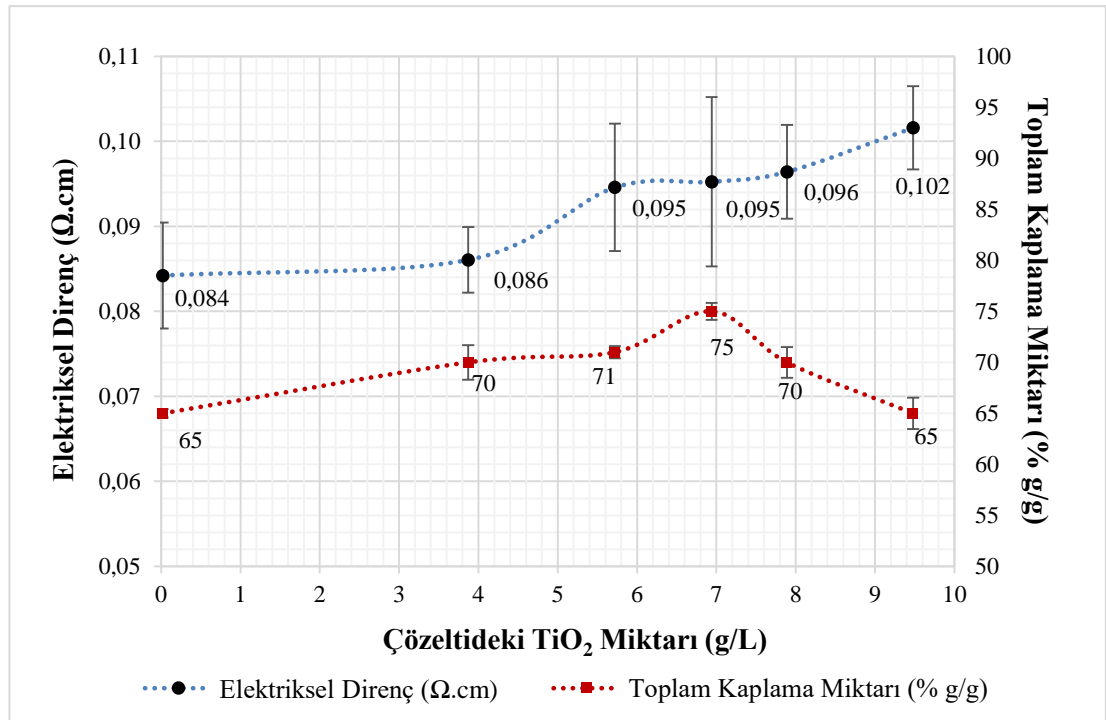
3.3.3 TiO₂ nanopartiküllerinin elektriksel direnç üzerine etkisi

TiO₂-Nikel kaplamasında bulunan TiO₂ miktarının karbon elyafların elektriksel direnci üzerine etkisi, 1 A akım ile 10 dk kaplama süresi ile ve 2 A akım ve 20 dk kaplama süresi ile farklı konsantrasyonlarda TiO₂ içeren nikel çözeltilisinde TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaflar üzerinde incelenmiştir. Elektriksel direnç ölçüm sonuçları, 1 A akım için Çizelge 3.12 ve Şekil 3.14'te, 2 A akım için Çizelge 3.13 ve Şekil 3.15'te verilmiştir. 1 A akım için; kaplamadaki TiO₂ oranı arttıkça elektriksel direnç artmıştır. Bu durum, TiO₂ nanopartiküllerinin elektriksel direncinin nikelin direncinden daha yüksek olmasından kaynaklanmaktadır [196]. 2 A için, elektriksel direnç değerleri TiO₂ artışı ile bir miktar artmıştır. Ancak bu artış, 1 A akım ile kaplanmış karbon elyafların sonuçlarına göre oldukça düşüktür. Elektriksel direnç, TiO₂ miktarı ile doğru orantılı olarak değişmemiştir. 2 A akım 20 dk süre ile kaplamada toplam

kaplama oranı (%270), 1 A akım 10 dk süre ile elde edilen kaplama oranına (%75) göre oldukça fazladır. %270 oranında nikel kaplamada nikel elementleri, TiO₂ nanopartiküllerinin üzerinde kalın bir kaplama oluşturduğundan, TiO₂'nin elektriksel direnci artırıcı etkisi, nikelin elektriksel iletkenlik etkisinden zayıf kalmıştır. Bu nedenle, 2 A akım ile kaplamada elektriksel direnç, TiO₂ artışından önemli oranda etkilenmemiştir.

Çizelge 3.12 : 1 A akım ve 10 dk süre ile TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyafların toplam kaplama miktarına ve kaplamadaki TiO₂ oranlarına göre elektriksel direnç ölçüm sonuçları.

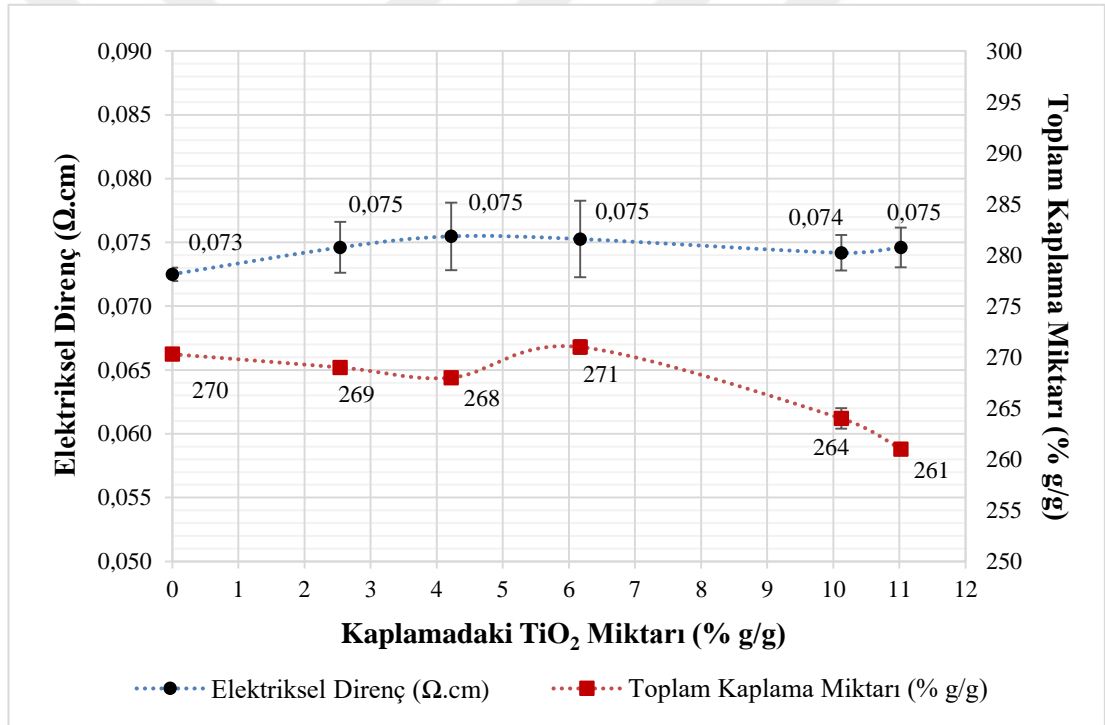
	Karbon Elyaf	Nikel kaplı karbon elyaf (1A 10 dk)	TiO ₂ - Nikel kaplı karbon elyaf (1 A 10 dk)				
			70±1,70	71±0,59	75±0,83	70 ±1,50	65±1,55
Toplam Kaplama Miktarı (%) (g/g)	0	65±0,41	70±1,70	71±0,59	75±0,83	70 ±1,50	65±1,55
TiO ₂ Miktarı (%) (g/g)	0	0	3,9	5,7	6,9	7,9	9,5
Direnç (Ω.cm)	0,848	0,084±0,006	0,086±0,004	0,095±0,007	0,095±0,010	0,096±0,006	0,102±0,005



Şekil 3.14 : 1 A akım ve 10 dk süre ile TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaflarda, toplam kaplamadaki TiO₂ oranının elektriksel direnç üzerine etkisi.

Çizelge 3.13 : 2 A akım ve 20 dk süre ile TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyafların toplam kaplama miktarına ve kaplamadaki TiO₂ oranlarına göre elektriksel direnç ölçüm sonuçları.

	Karbon Elyaf	Nikel kaplı karbon elyaf (2A 20 dk)	TiO ₂ - Nikel kaplı karbon elyaf (2 A 20 dk)				
Toplam Kaplama Miktarı (%) (g/g)	0	270±0,56	269 ±0,44	268±0,44	271±0,68	264±1,00	261±0,56
TiO ₂ Miktarı (%) (g/g)	0	0	2,54	4,22	6,17	10,12	11,02
Direnç (Ω.cm)	0,848	0,073±0,001	0,075±0,002	0,075±0,003	0,075±0,003	0,074±0,001	0,075±0,002

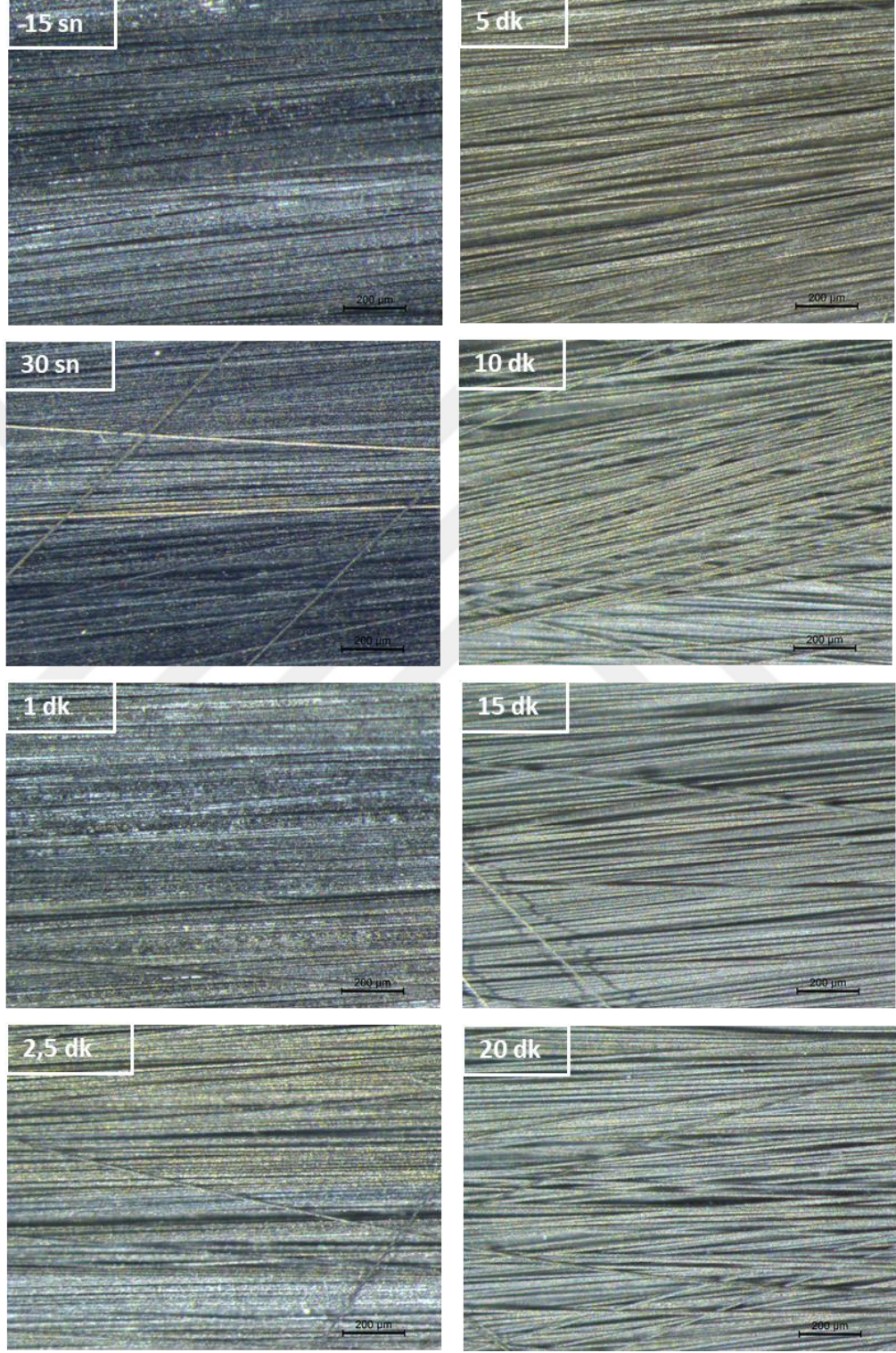


Şekil 3.15 : 2 A akım ve 20 dk süre ile TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaflarda, toplam kaplamadaki TiO₂ oranının elektriksel direnç üzerine etkisi.

3.3.4 TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyafların morfolojik özellikleri

TiO₂-Nikel kaplamasının morfolojisi, farklı sürelerde kaplanmış karbon elyafların optik mikroskop görüntüleri ile incelenmiştir (Şekil 3.16). 15 sn, 30 sn'de kaplama karbon elyaf yüzeyinde oluşmaya başlamış, karbon elyaf yüzeyini tamamen kaplamamıştır. 1 dk kaplama sonunda kaplama katmanı daha fazla alana yayılmış ancak yüzeyi tamamen kaplamamıştır. 2,5 dk kaplama sonunda kaplama karbon elyaf

yüzeyini tamamen kaplamış homojen görüntü oluşmuştur. 5 dk kaplamadan itibaren kaplama kalınlığı artışı devam etmiştir [49, 88]. Kaplama süresi arttıkça artan TiO_2 oranı ve kaplama kalınlığı ile birlikte yüzey pürüzlülüğü de artmıştır [161].

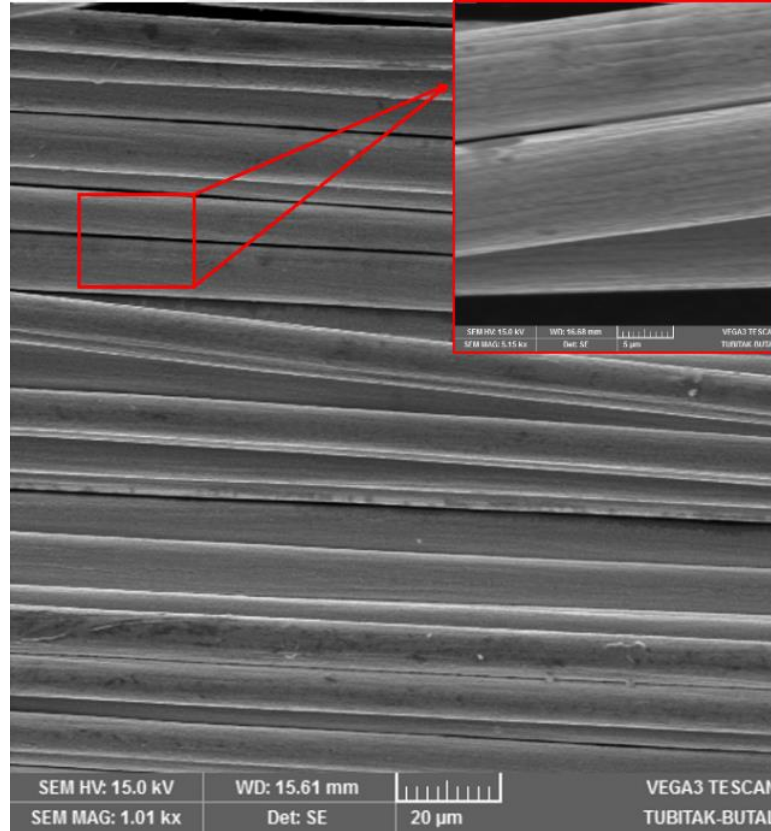


Şekil 3.16 : 1 A akım, 10 dk ve 10 g/L TiO_2 konsantrasyonu ile farklı sürelerde TiO_2 -Nikel kaplanmış karbon elyafların optik mikroskop görüntüleri.

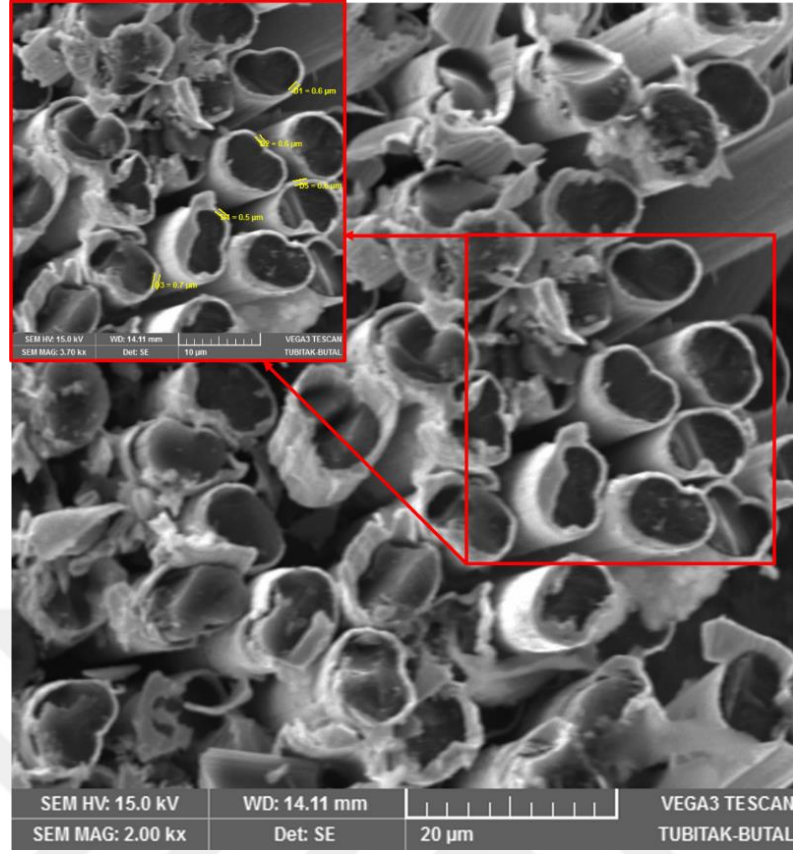
3.4 Optimum Seçilen Kaplamalı Karbon Elyafının Özelliklerinin İncelenmesi

Elektriksel iletkenlik, manyetik özellik ve dielektrik özelliği olan kompozitlerin üretimi için; hem nikel oranı hem de TiO_2 oranı en yüksek olan kaplamalı karbon elyafı optimum olarak seçilmiştir. 2 A akım ve 20 dk kaplama süresi ile ağırlıkça %270 oranında nikel kaplama içeren ve 2 A akım, 10 g/L TiO_2 konsantrasyonu ile 20 dk kaplama süresi ile ağırlıkça %270 oranında TiO_2 -Nikel kaplama ve kaplamada ağırlıkça %9,96 oranında TiO_2 nanopartikülleri içeren karbon elyaf kullanılmıştır.

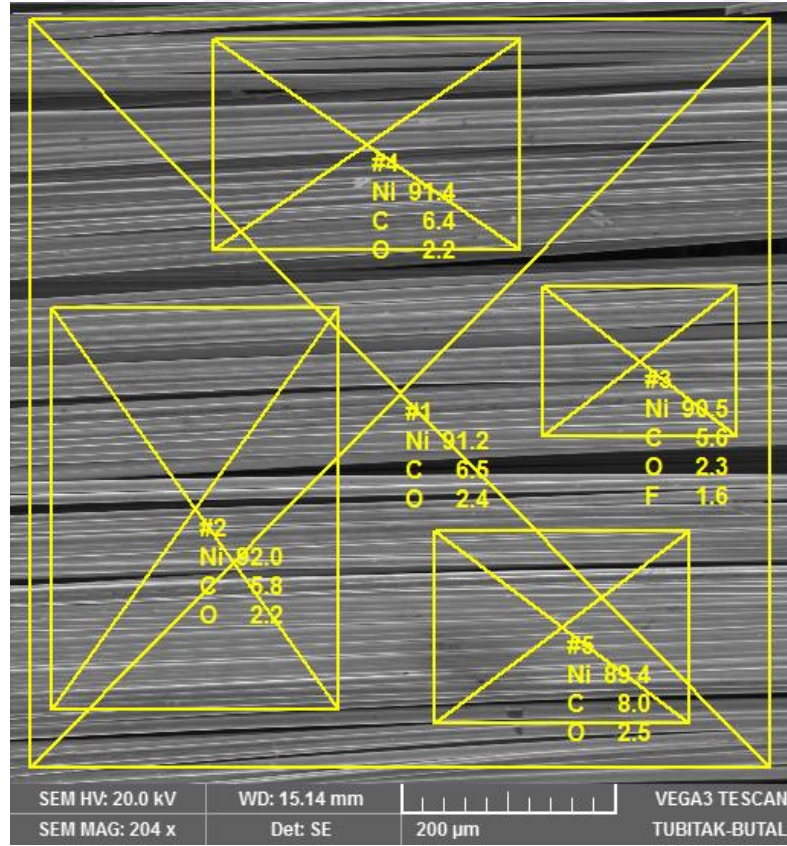
Nikel kaplanmış karbon elyafının yüzey ve enine kesit SEM görüntüleri Şekil 3.17 ve 3.18'de verilmiştir. Yüzey görüntülerinde herhangi bir delik veya boşluk olmaması, her bir filamentin yüzeyinin tamamen nikel ile kaplandığını ve karbon elyafın yüzey morfolojisini koruyarak, homojen bir kaplama gerçekleştirildiğini göstermektedir. Kesit görüntüleri incelendiğinde tüm filamentlerin homojen kaplandığı görülmektedir. Ortalama kaplama kalınlığı $0,59 \pm 0,06 \mu m$ olarak ölçülmüştür. Şekil 3.19 ve Çizelge 3.14'te verilen SEM-EDX analizlerinde, kaplamada ağırlıkça ortalama %90,8 oranında nikel, %6,5 oranında karbon ve %2,3 oranında oksijen elementi tespit edilmiştir.



Şekil 3.17 : Nikel kaplanmış karbon elyafının yüzey SEM görüntüleri.



Şekil 3.18 : Nikel kaplanmış karbon elyafların kesit SEM görüntüleri.

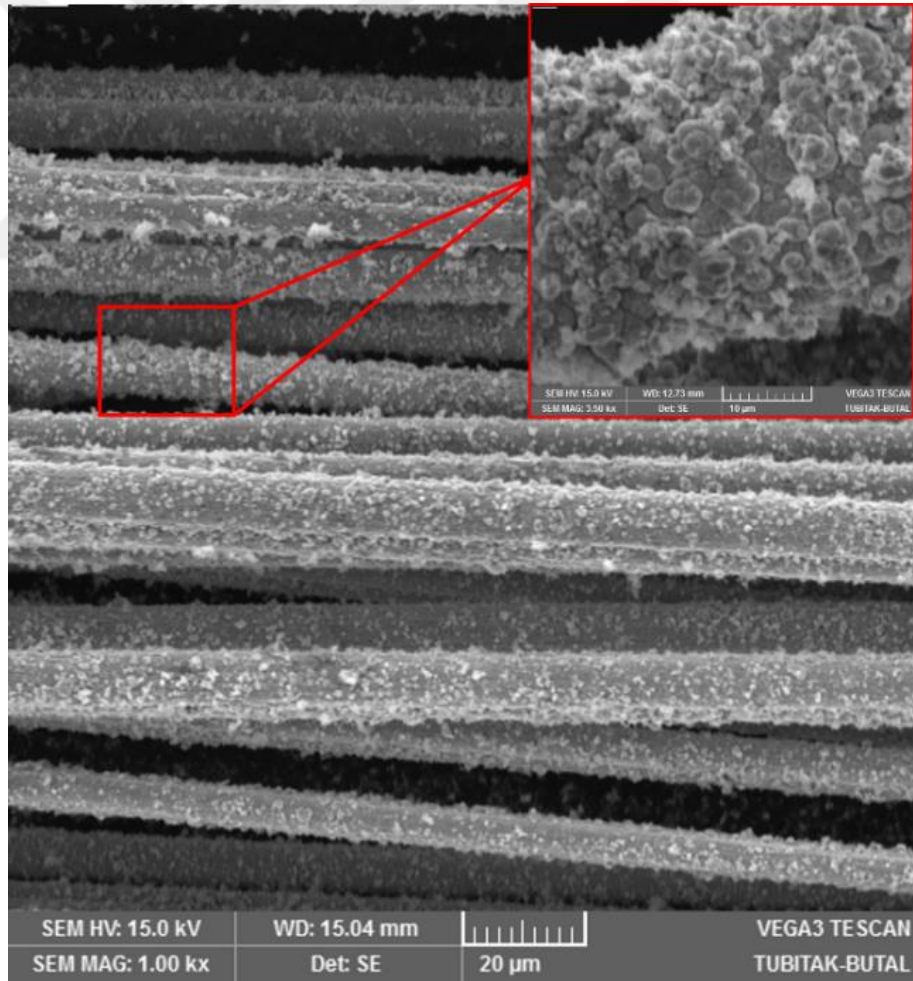


Şekil 3.19 : Nikel kaplanmış karbon elyafların yüzey SEM–EDX görüntüleri.

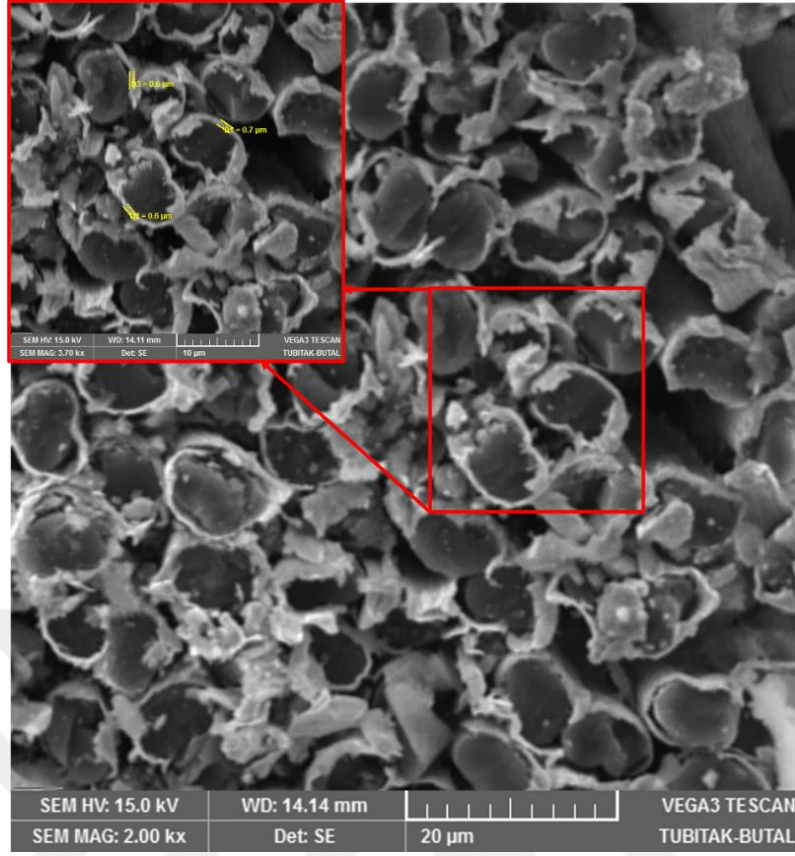
Çizelge 3.14 : Nikel kaplanmış karbon elyafların SEM-EDX element analizi sonuçları.

Element	Nikel	Karbon	Oksijen	Flor
Element Oranı (%) (g/g)	90,8±1,1	6,5±1,1	2,3±0,1	1,6

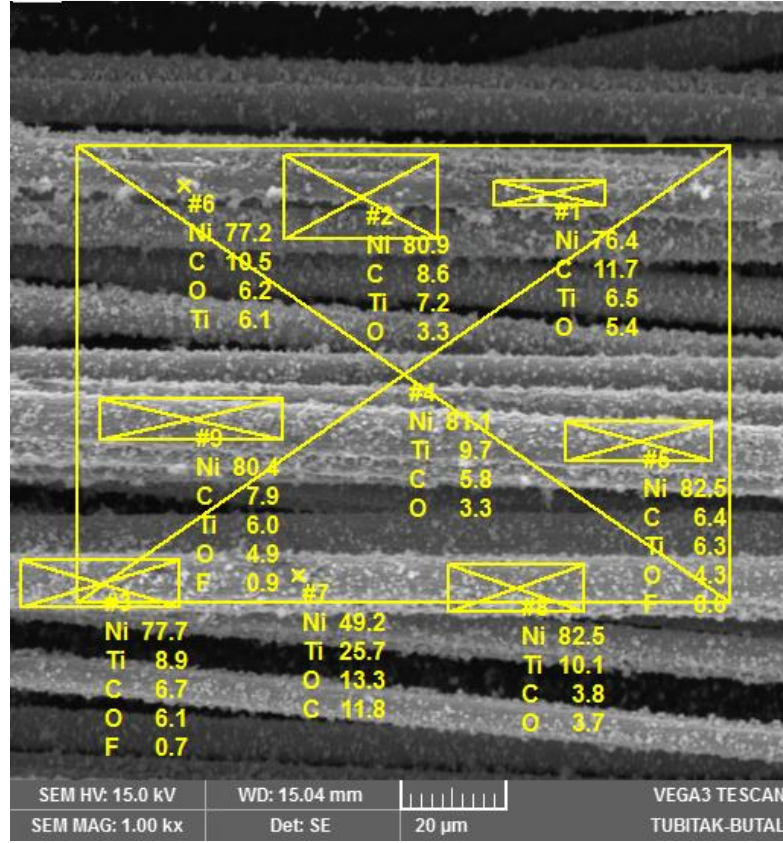
TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyafların yüzey ve enine kesit SEM görüntüleri Şekil 3.20 ve 3.21’de verilmiştir. Kaplamada depolanan TiO₂ nanopartikülleri kaplamayı pürüzlü hale getirmiştir [161]. Tüm yüzey tamamen kaplanmıştır. Kesit görüntüleri incelendiğinde tüm filamentlerin homojen kaplandığı görülmektedir. Ortalama kaplama kalınlığı 0,71±0,16 µm olarak ölçülmüştür. Şekil 3.22 ve Çizelge 3.15’te verilen SEM-EDX analiz sonucuna göre, kaplama ağırlıkça ortalama %75,9 nikel, %9,6 titanyum, % 8,4 carbon, %5,9 oksijen, %0,7 flor elementleri içermektedir. Noktasal analizlerde TiO₂ yoğun bölgelerin olduğu görülmektedir.



Şekil 3.20 : TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyafların yüzey SEM görüntüleri.



Şekil 3.21 : TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyafların kesit SEM görüntüleri.

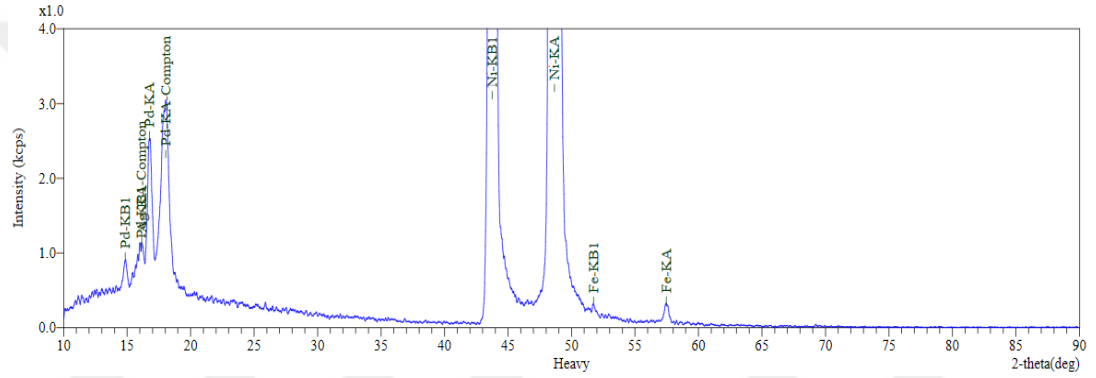


Şekil 3.22 : TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyafların yüzey SEM-EDX görüntüleri.

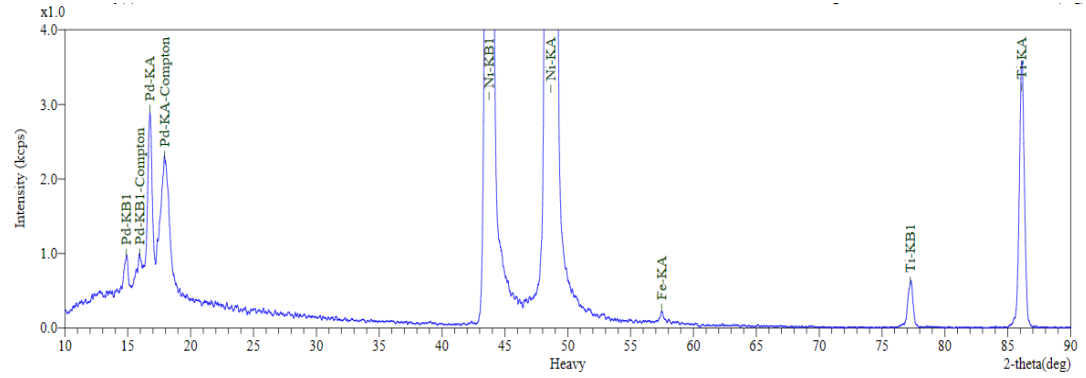
Çizelge 3.15 : TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyafların SEM-EDX element analizi sonuçları.

Element	Nikel	Karbon	Oksijen	Flor	Titanyum
Element Oranı (%) (g/g)	75,9±11,2	8,4±2,8	5,9±3,2	0,7±0,2	9,6±6,7

Kaplamaların metal içeriği XRF analizi ile incelenmiştir. XRF analiz grafikleri Şekil 3.23 ve 3.24'te verilmiştir. Nikel kaplanmış karbon elyafların yüzeyinde ağırlıkça %99,6 oranında nikel tespit edilmiştir. TiO₂ ve nikel kaplanmış karbon elyafların yüzeyinde ağırlıkça %94,5 oranında nikel, %5,97 oranında titanyum tespit edilmiştir. TiO₂ oranı ise %9,96 olarak hesaplanmıştır.

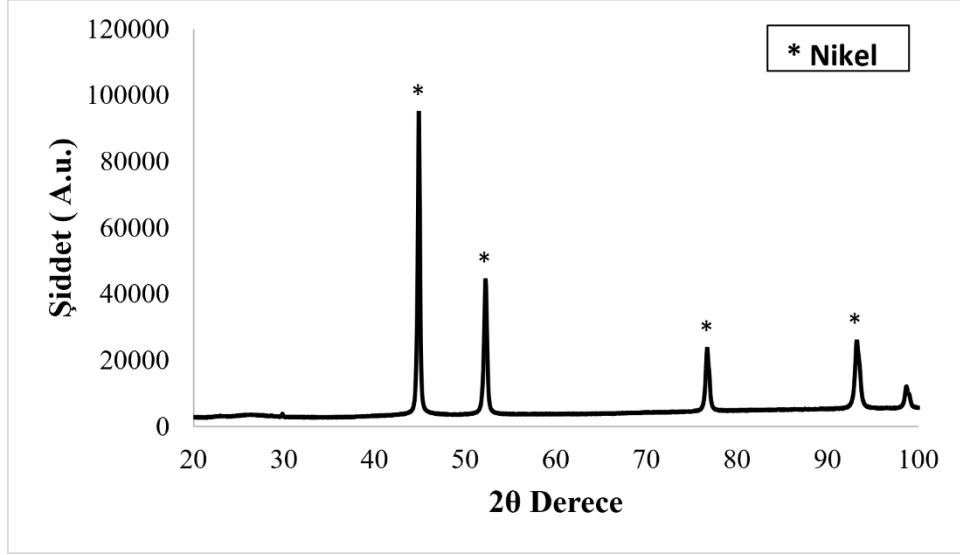


Şekil 3.23 : Nikel kaplanmış karbon elyafların XRF grafiği.

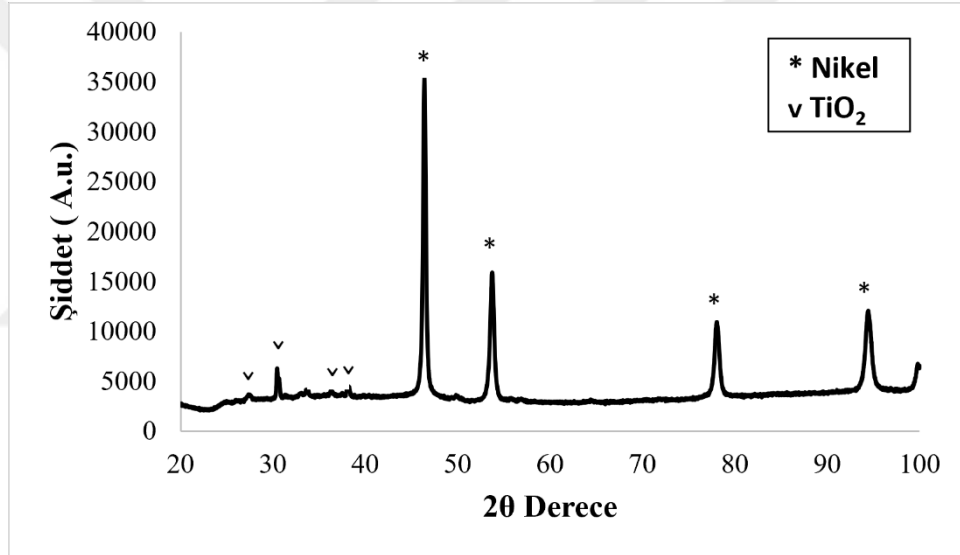


Şekil 3.24 : TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyafların XRF grafiği.

Kaplamalarda bulunan elementlerin kristal yapısı XRD ile analiz edilmiştir. Nikel kaplanmış karbon elyafların grafiğinde (Şekil 3.25) nikel elementine ait karakteristik pikler görülmüştür [161]. TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyafların grafiğinde ise (Şekil 3.26) hem TiO₂, hem de nikel elementine ait karakteristik kristal pikleri görülmüştür [98, 161].



Şekil 3.25 : Nikel kaplanmış karbon elyafların XRD grafiği.



Şekil 3.26 : TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyafların XRD grafiği.

Nikel kaplanmış karbon elyafların ve TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyafların elektriksel dirençleri ölçülmüştür. Ağırlıkça %270 oranında nikel kaplama içeren karbon elyafların ortalama elektriksel direnci 0,073 Ω .cm iken; ağırlıkça %270 oranında TiO₂-Nikel kaplama içeren karbon elyafların ortalama elektriksel direnci 0,074 Ω .cm olarak ölçülmüştür. TiO₂ nanopartiküllerinin elektriksel iletkenlik özelliği olmamasından dolayı karbon elyaf yüzeyindeki TiO₂ nanopartiküllerinin yoğunlaşması elektriksel direnci arttırıcı bir etki göstermiştir [196].

Optimum seçilen kaplamalı karbon elyaflardan yüksek miktarlarda üretilerek, kesimleri gerçekleştirilmiştir. Kesilmiş haldeki kaplanmış ve kaplanmamış ön işlemlili karbon elyaflar kompozit üretimlerinde kullanılmıştır.

3.5 Grup 1: TiO₂ ve Nikel Kaplanmış Karbon Elyaf Katkılı PBT Kompozitlerin Özelliklerinin İncelenmesi

3.5.1 Kompozitlerdeki katkı miktarının tayini

Üretilen kompozitlerin kül tayini test sonuçları Çizelge 3.16 'da verilmiştir. Üretimde eklenen katkı miktarlarına yakın sonuçlar elde edilmiştir. Standart sapma değerlerinin düşük olması homojen karışım elde edildiğini göstermektedir.

Çizelge 3.16 : 1. gruptaki kompozitlerin kül tayini sonuçları.

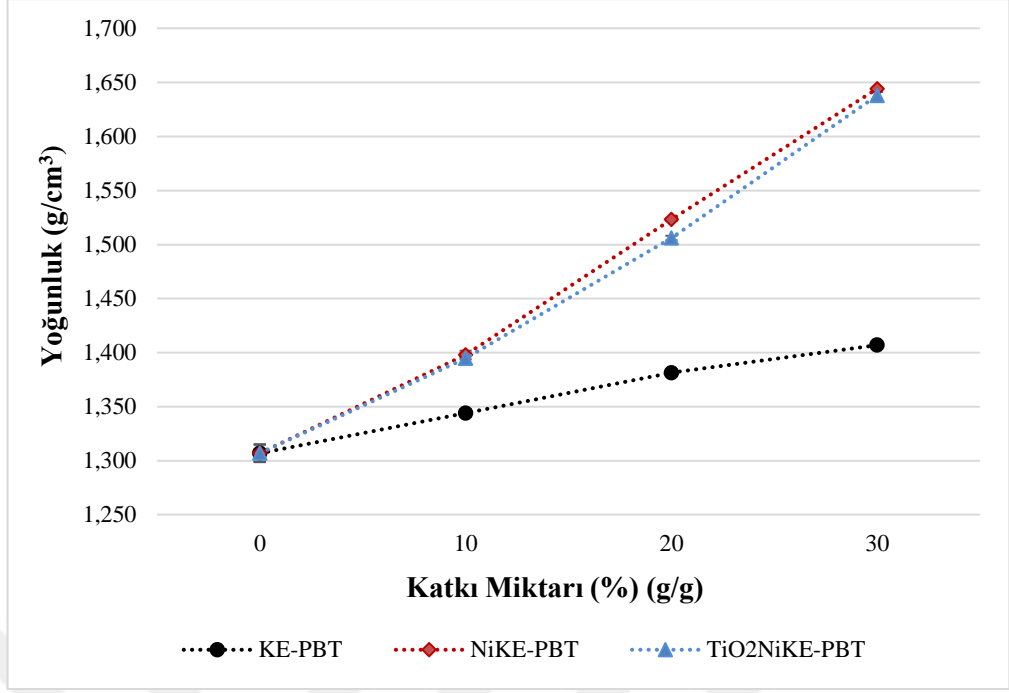
Katkı Miktarı (%)	Kül Miktarı (%)		
	10	20	30
PBT	0,01±0,00	-	-
KE-PBT	9,27 ± 0,37	20,67 ± 0,01	29,55 ± 0,17
NiKE-PBT	12,27 ± 0,82	20,84 ± 0,65	28,67 ± 0,55
TiO ₂ NiKE-PBT	11,36 ± 0,59	20,28 ± 0,63	29,57 ± 0,50

3.5.2 Yoğunluk tayini

Kompozitlerin yoğunluk ölçüm sonuçları Çizelge 3.17'de verilmiştir. PBT polimerine eklenen tüm katkı türleri için, kompozitlerde bulunan katkı miktarları arttıkça yoğunluk artmıştır (Şekil 3.27). Katkı türleri incelendiğinde, karbon elyaf (KE) katkıli kompozitlerin yoğunluğu nikel kaplanmış karbon elyaf katkıli kompozitlere göre daha düşüktür. Bu durum, nikel elementinin yoğunluğunun (8,90 g/cm³ [197]) karbon elyafın yoğunluğundan (1,79 g/cm³ [158]) daha yüksek olmasından kaynaklanmaktadır. TiO₂ ve nikel kaplanmış karbon elyaf katkıli kompozitlerin yoğunluğu ise nikel kaplanmış karbon elyaf katkıli kompozitlere göre daha düşüktür. Bu durum, yaklaşık %10 oranında kaplamaya dahil olan TiO₂ nanopartiküllerinin yoğunluğunun (4,5 g/cm³ [198]) nikelin yoğunluğundan daha düşük olmasından kaynaklanmaktadır [199, 200].

Çizelge 3.17 : 1. gruptaki kompozitlerin yoğunluk ölçüm sonuçları.

Katkı Miktarı (%)	Yoğunluk (g/cm ³)			
	-	10	20	30
PBT	1,307 ± 0,008	-	-	-
KE-PBT		1,344 ± 0,003	1,382 ± 0,002	1,407 ± 0,001
NiKE-PBT		1,398 ± 0,005	1,523 ± 0,002	1,644 ± 0,003
TiO ₂ NiKE-PBT		1,395 ± 0,004	1,506 ± 0,001	1,638 ± 0,001



Şekil 3.27 : 1. gruptaki kompozitlerin katkı miktarına göre yoğunluk grafiği.

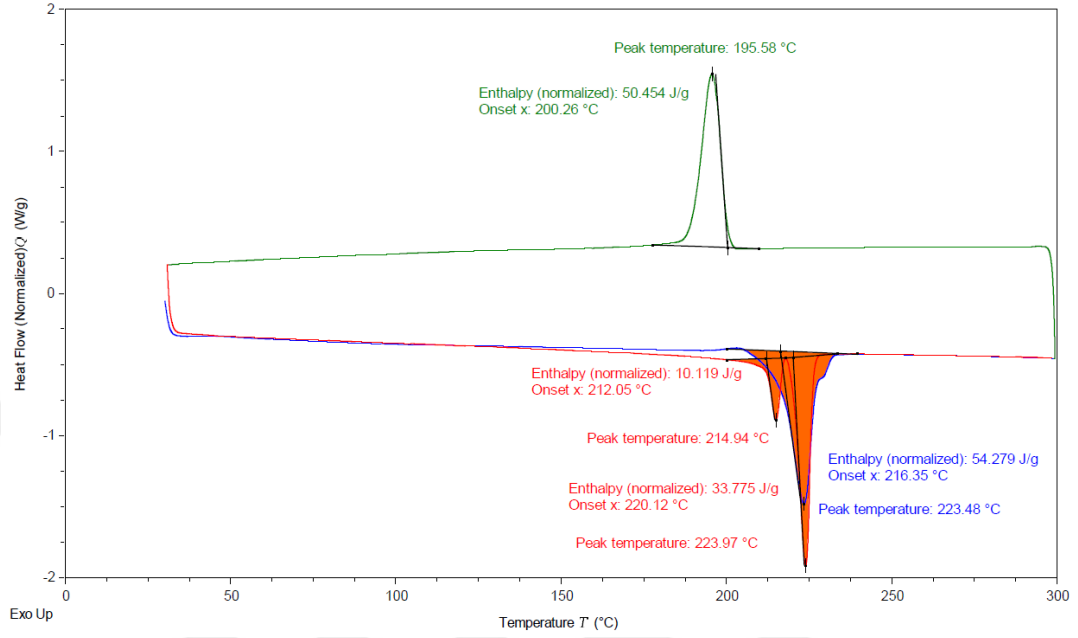
3.5.3 Termal özellikler

3.5.3.1 DSC analiz sonuçları

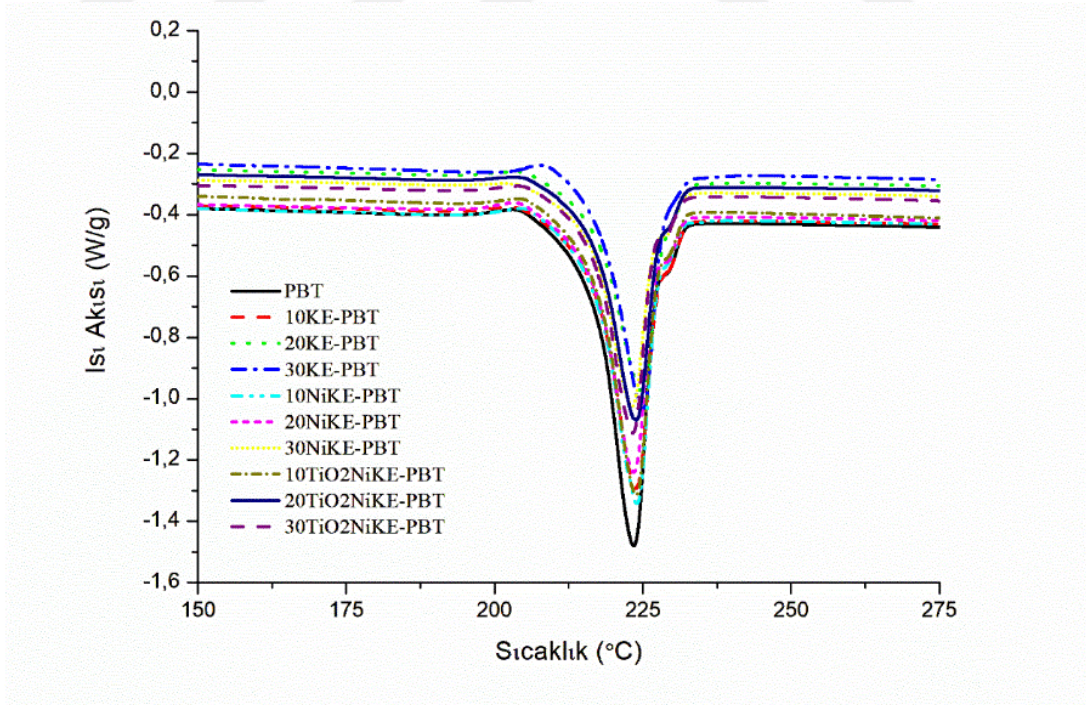
PBT polimerine ait DSC grafiği ve analizi Şekil 3.28’de verilmiştir. Tüm kompozitlere ait 1. adım (1. Erime) DSC grafiği Şekil 3.29’da ve 2. ve 3. adım (kristallenme ve 2. Erime) DSC grafiği Şekil 3.30’da verilmiştir. Üretilen kompozitlerin DSC analiz sonuçları Çizelge 3.18 ve 3.19’da verilmiştir. Kompozitlerin kristalinite oranı bar grafiği Şekil 3.31’de verilmiştir. PBT polimeri, 1. ısıtma sonucunda yayvan ve tek pik halinde erime gösterirken, ikinci ısıtmada iki adet erime piki göstermiştir. Bu durum, PBT polimerinin termal geçmişinden kaynaklanmaktadır. PBT’nin, inert ortamda kontrollü olarak soğutulmuş olarak kristallenmesi durumunda gösterdiği karakteristik erime davranışıdır. İnert ortamda kontrollü olarak soğutma sırasında daha önce kristallenememiş olan amorf bölgelerin daha küçük lameller halinde kristallenmesi sonucu ikinci pik oluşmaktadır [201, 202]. Katkılı kompozitlerin erime ve kristallenme sıcaklıklarında önemli oranda bir değişiklik görülmemiştir [203, 204].

Kompozitlerin kristalinite oranları incelendiğinde; katkı oranı arttıkça kristalinite oranı düşmüştür (Şekil 3.31). PBT matris içerisindeki elyaflar, polimer zincirlerinin hareketini sınırlayarak kristallerin büyümesini zorlaştırmıştır [204-206]. Katkı türleri karşılaştırıldığında, TiO₂ ve nikel kaplı karbon elyaf içeren kompozitler, karbon elyaf

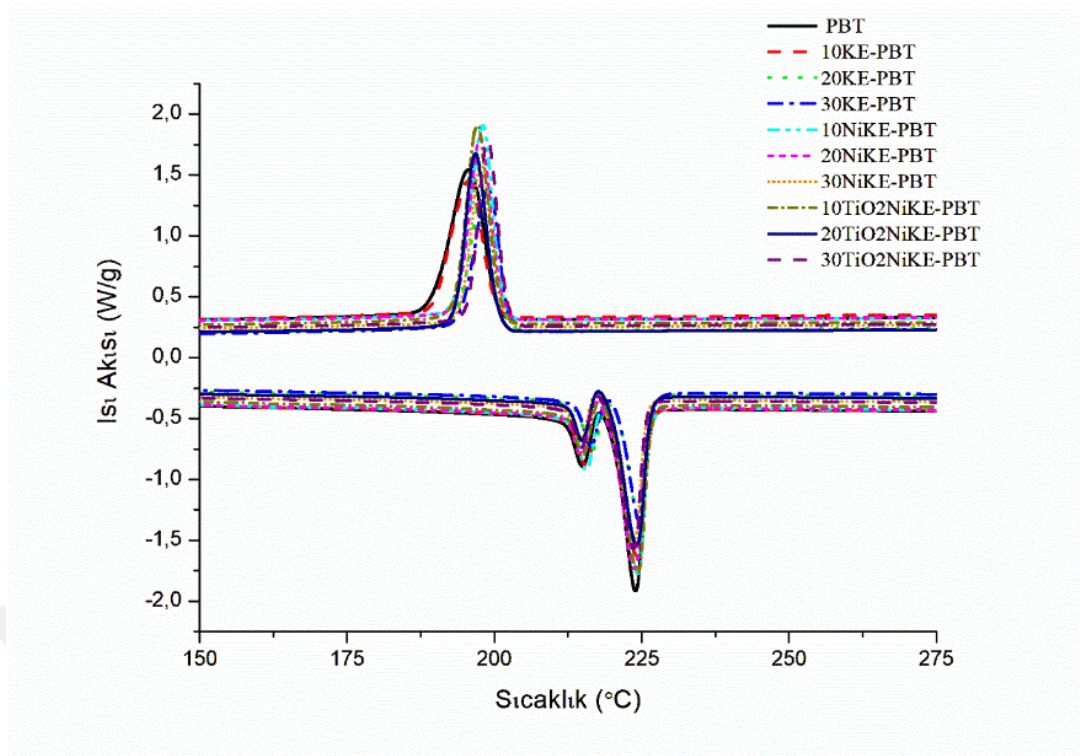
içeren kompozitlere göre daha yüksek oranda kristallenmiştir. Bu durum, matriste bulunan nikel ve TiO₂-Nikel kaplama katmanının çekirdekletirici ajan olarak davranmasından kaynaklanmaktadır [207-212].



Şekil 3.28 : PBT'nin DSC grafiği ve analizi.



Şekil 3.29 : 1. gruptaki kompozitlerin 1. adıma (erime) ait DSC grafikleri.



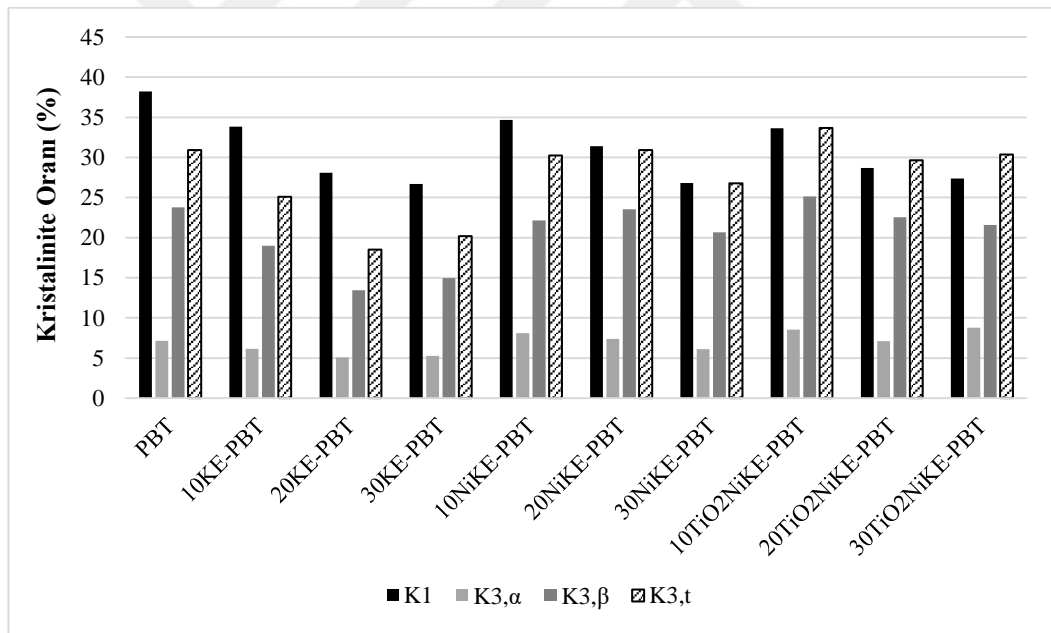
Şekil 3.30 : 1. gruptaki kompozitlerin 2. adım (kristallenme) ve 3. adıma (erime) ait DSC grafikleri.

Çizelge 3.18 : 1. gruptaki kompozitlerin DSC analizi hal değişim sıcaklıkları (°C).

	1. Adım Erime Sıcaklığı (Onset) $T_{m1,o}$	1. Adım Erime Sıcaklığı (Pik) $T_{m1,p}$	2. Adım Kristaliza- syon Sıcaklığı (Onset) $T_{k,o}$	2. Adım Kristalizasy- on Sıcaklığı (Pik) $T_{k,p}$	3. Adım Erime Sıcaklığı (Onset) $T_{m2,a,o}$	3. Adım Erime Sıcaklığı (Pik) $T_{m2,a,p}$	3. Adım Erime Sıcaklığı (Onset) $T_{m2,\beta,o}$	3. Adım Erime Sıcaklığı (Pik) $T_{m2,\beta,p}$
PBT	216,35	223,48	200,26	195,58	212,05	214,94	220,12	223,97
10KE-PBT	216,36	223,87	200,05	196,67	212,72	215,42	220,38	224,10
20KE-PBT	216,19	224,79	201,83	198,24	213,98	216,50	221,13	224,50
30KE-PBT	217,15	224,91	202,29	198,95	213,75	216,36	220,99	224,54
10NiKE-PBT	216,27	223,96	201,23	198,90	213,01	215,58	220,43	224,36
20NiKE-PBT	215,96	223,46	201,15	197,61	212,03	214,67	219,53	223,70
30NiKE-PBT	215,58	223,19	201,30	197,72	211,93	214,52	219,38	223,56
10TiO ₂ NiKE- PBT	216,22	223,88	200,83	197,08	212,27	215,01	219,93	224,32
20TiO ₂ NiKE- PBT	216,25	223,88	200,48	196,79	212,24	214,90	219,80	224,11
30TiO ₂ NiKE- PBT	216,22	223,30	202,07	198,89	212,08	214,73	219,43	223,62

Çizelge 3.19 : 1. gruptaki kompozitlerin DSC analizi entalpi değerleri ve kristalinite oranları.

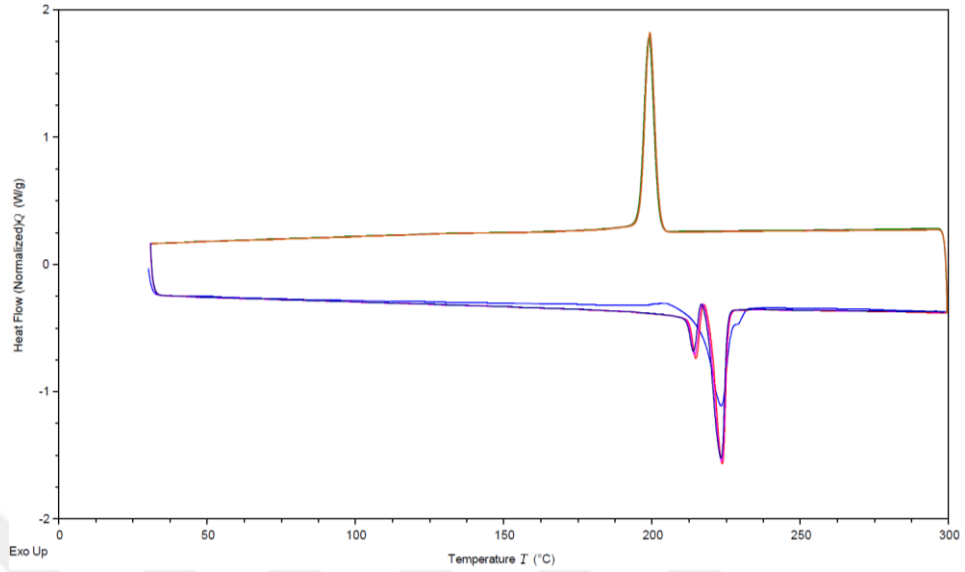
	1. Adım Entalpi ΔH_{m1} (J/g)	Kristalinite Oranı K_1 (%)	2. Adım Entalpi ΔH_{k2} (J/g)	3. Adım Entalpi $\Delta H_{m2,\alpha}$ (J/g)	Kristalinite Oranı $K_{3,\alpha}$ (%)	3. Adım Entalpi $\Delta H_{m2,\beta}$ (J/g)	Kristalinite Oranı $K_{3,\beta}$ (%)	Toplam Kristalinite $K_{3,t}$ (%)
PBT	54,279	38,22	50,454	10,119	7,13	33,775	23,79	30,91
10KE-PBT	48,039	33,83	43,776	8,6959	6,12	26,943	18,97	25,10
20KE-PBT	39,872	28,08	36,608	7,1877	5,06	19,113	13,46	18,52
30KE-PBT	37,878	26,67	37,520	7,4536	5,25	21,233	14,95	20,20
10NiKE-PBT	49,203	34,65	45,250	11,506	8,10	31,434	22,14	30,24
20NiKE-PBT	44,580	31,39	41,724	10,458	7,36	33,439	23,55	30,91
30NiKE-PBT	38,047	26,79	35,857	8,6375	6,08	29,350	20,67	26,75
10TiO2Ni KE-PBT	47,752	33,63	47,150	12,131	8,54	35,673	25,12	33,66
20TiO2Ni KE-PBT	40,718	28,67	40,243	10,074	7,09	31,997	22,53	29,63
30TiO2Ni KE-PBT	38,872	27,37	38,331	12,477	8,79	30,636	21,57	30,36



Şekil 3.31 : 1. gruptaki kompozitlerin kristalinite oranı bar grafiği.

Üretilen kompozitlerin geri-dönüştürülebilirliğini analiz etmek için, 30TiO2NiKE-PBT kompozitine 4 çevrimli DSC testi gerçekleştirilmiştir. DSC grafiği Şekil 3.32'de verilmiştir. 4 çevrimli test sonunda kompozitin erime ve kristallenme sıcaklıklarında ve pik şiddetlerinde önemli bir değişiklik bulunmamaktadır. 1. çevrim sonundaki toplam kristalinite %30,36 iken 4. çevrim sonundaki toplam kristalinite oranı %30,35'tir. Bu sonuç, kompozitin erime davranışında herhangi bir farklılık

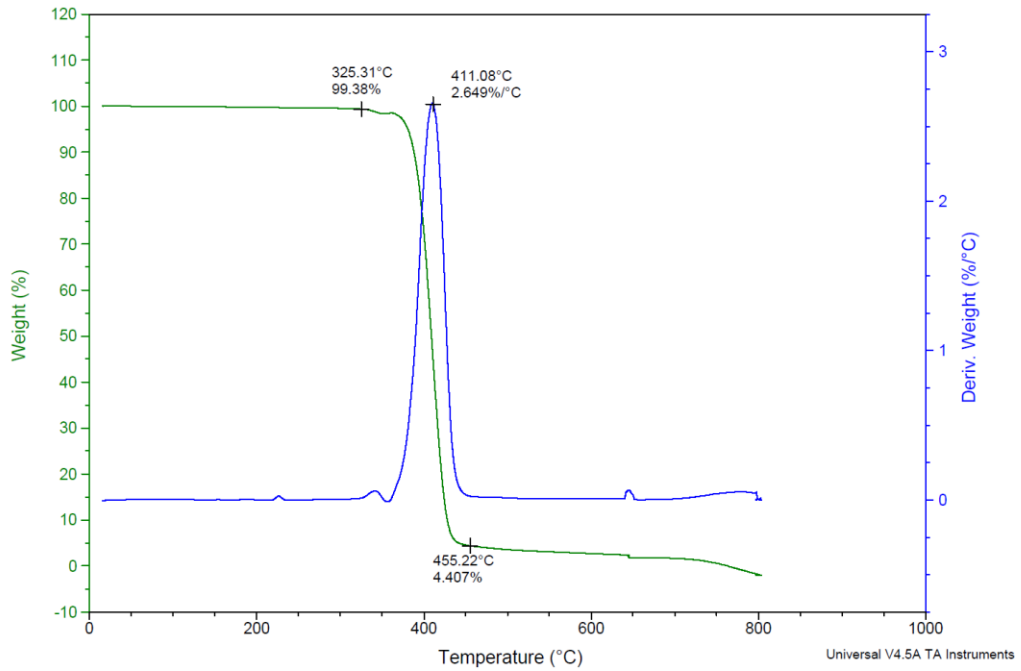
olmadığını, dolayısıyla TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaf içeren PBT kompozitlerin geri dönüştürülerek tekrarlı kullanılabilirliğini göstermektedir.



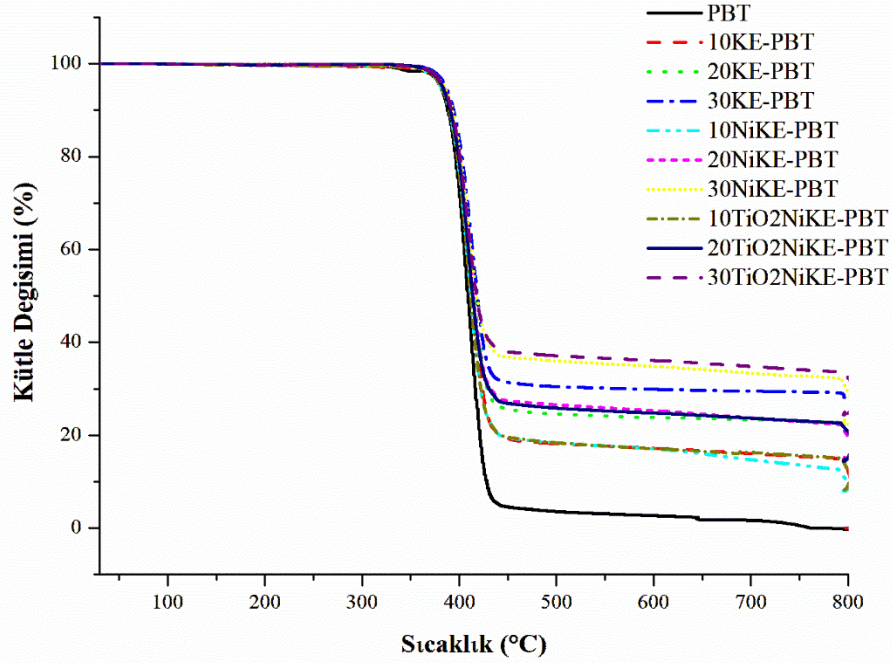
Şekil 3.32 : 30TiO₂NiKE-PBT'nin 4 çevrimli DSC grafiği.

3.5.3.2 Termogravimetrik analiz (TGA) sonuçları

PBT polimerine ait TGA grafiği ve analizi Şekil 3.33'te verilmiştir. 1. grupta üretilen tüm kompozitlere ait TGA grafikleri Şekil 3.34'te verilmiştir. Üretilen kompozitlerin TGA analiz sonuçları Çizelge 3.20'de verilmiştir. Bozunma başlangıç ve bitiş sıcaklıklarına ait bar grafikleri Şekil 3.35 ve Şekil 3.36'da verilmiştir.



Şekil 3.33 : PBT'nin TGA termogramı ve analizi.



Şekil 3.34 : 1. gruptaki kompozitlerin TGA grafikleri.

Termal gravimetrik analiz sonuçları incelendiğinde; karbon elyaf katkıli kompozitler, PBT'ye oranla daha yüksek sıcaklıkta bozunmaya başlamış (Şekil 3.35) ve 1. bozunma pikini daha yüksek sıcaklıkta tamamlamıştır (Şekil 3.36). Bu durum, karbon elyaf katkısının yüksek sıcaklık dayanımı özelliğinden dolayı kompozitlerin bozunmasını geciktirdiğini göstermektedir [203, 213].

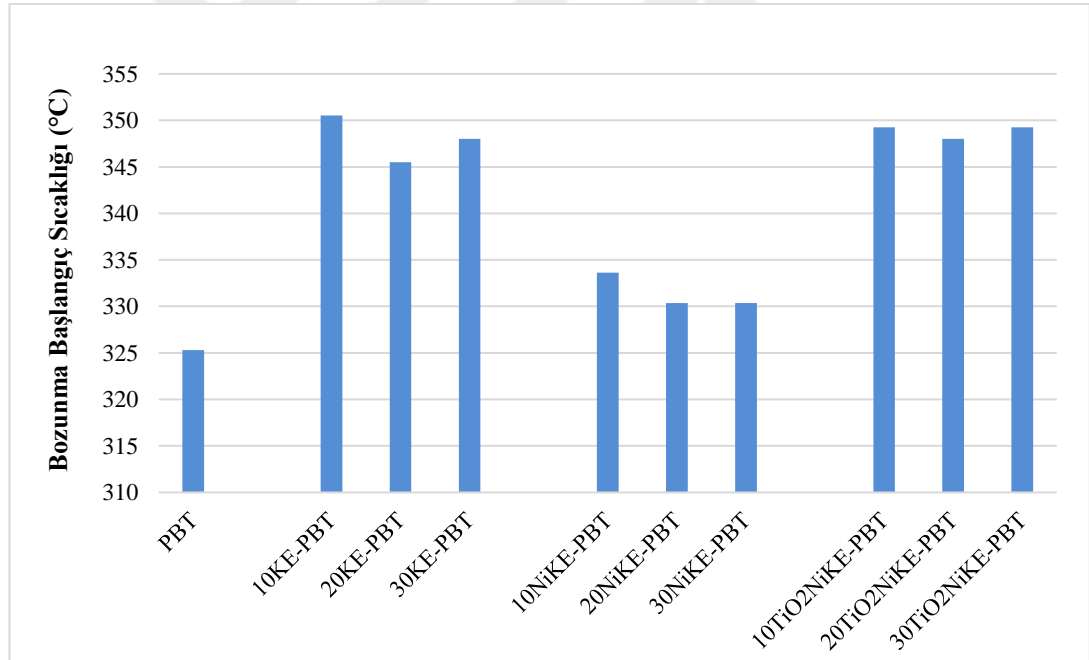
Nikel kaplanmış karbon elyaf katkıli kompozitlerde ise, PBT'ye göre bozunma sıcaklığında iyileşme görülmüş, ancak karbon elyafa göre daha düşük sıcaklıkta bozunma başlamış olup, daha düşük sıcaklıkta tamamlanmıştır. Bu durum, nikelin termal ısı kapasitesinin ve termal iletkenliğinin karbon elyafa göre yüksek olmasından kaynaklanmaktadır [214].

TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaf katkıli kompozitlerde ise, karbon elyaf katkısı ile benzer sonuçlar elde edilmiş, ancak nikel kaplanmış karbon elyafa göre bozunma başlangıç sıcaklığında artış görülmüş olup, bozunma bitiş sıcaklığında düşüş gerçekleşmiştir. Bu durum, yüksek sıcaklığa dayanıklı olan TiO₂ nanopartiküllerinin kompozite termal dayanım kazandırdığını göstermektedir [215, 216].

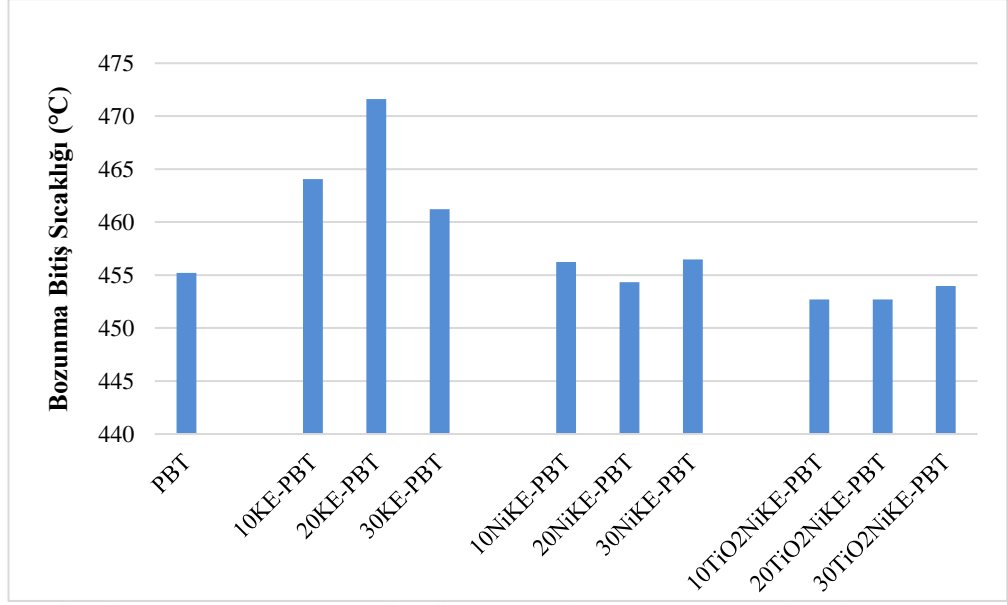
Kalıntı oranları karşılaştırıldığında ise, kompozitlerin katkı miktarları ile orantılı sonuçlar elde edilmiştir. Yakma sonrası kalıntı miktarları da kompozitlerde bulunan inorganik katkıların (TiO₂ ve nikel) miktarları ile orantılıdır [203].

Çizelge 3.20 : 1. gruptaki kompozitlerin termogravimetrik analiz sonuçları.

	Bozunma Başlangıç Sıcaklığı (°C)	Bozunma Pik Sıcaklığı (°C)	Bozunma Bitiş Sıcaklığı (°C)	Bozunma Bitiş Sıcaklığındaki Kalıntı (%)	800 °C'deki Kalıntı (%)
PBT	325,31	411,08	455,22	4,407	0
10KE-PBT	350,53	412,34	464,05	18,71	14,96
20KE-PBT	345,49	416,12	471,62	24,96	22,79
30KE-PBT	348,01	414,86	461,53	31,09	28,15
10NiKE-PBT	333,64	408,57	456,24	19,29	12,62
20NiKE-PBT	330,35	409,82	454,33	27,35	22,28
30NiKE-PBT	330,35	409,82	456,48	36,70	32,25
10TiO ₂ NiKE-PBT	349,27	408,55	452,70	19,48	15,11
20TiO ₂ NiKE-PBT	348,01	409,82	452,70	26,79	22,62
30TiO ₂ NiKE-PBT	349,27	408,55	453,96	37,88	33,61



Şekil 3.35 : 1. gruptaki kompozitlerin TGA bozunma başlangıç sıcaklıkları.



Şekil 3.36 : 1. gruptaki kompozitlerin TGA bozunma bitiş sıcaklıkları.

3.5.4 Kompozitlerdeki elyaf uzunluk dağılımı analiz sonuçları

Kompozitlerdeki elyaf uzunluğu ve dağılımı, kompozitlerin mekanik ve elektriksel özelliklerini etkileyen önemli faktörlerdendir [83, 84, 175, 217]. Kompozitlere ait elyaf uzunluk ölçüm sonuçları Çizelge 3.21’de ve bar grafikleri Şekil 3.37’de verilmiştir. Karbon elyaf katkılı kompozitlere ait histogram grafikleri Şekil 3.38, 3.39, 3.40’ta; kümülatif dağılım grafikleri karşılaştırması da Şekil 3.41’de verilmiştir. Nikel kaplanmış karbon elyaf katkılı kompozitlere ait histogram grafikleri Şekil 3.42, 3.43, 3.44’te; kümülatif dağılım grafikleri karşılaştırması da Şekil 3.45’te verilmiştir. TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaf katkılı kompozitlere ait histogram grafikleri Şekil 3.46, 3.47, 3.48’de; kümülatif dağılım grafikleri karşılaştırması da Şekil 3.49’da verilmiştir. Genel olarak, kompozitteki elyaf miktarı arttığında ortalama uzunluk düşmüştür. Bu durum, çift vidalı ekstrüderde karışım sırasında, vidalar arasına giren karbon elyaf oranı arttıkça, elyafların daha fazla tork kuvvetine maruz kalmasından dolayı daha fazla kırılmasından kaynaklanmaktadır [84, 116]. Özellikle, elyafların en yüksek torka maruz kaldığı %30 katkılı kompozitlerde karbon elyafların ortalama uzunluğu, nikel ve TiO₂-Nikel kaplanmış elyaflara göre daha düşüktür. Bu sonuç, karbon elyafın, kaplamalı karbon elyaflara göre daha kırılmanlı olduğunu, kaplamanın karbon elyafa dayanım kazandırarak kırılmanlılığını azalttığını göstermektedir. Literatürde, benzer sonuçların elde edildiği çalışmalar mevcuttur [84, 116].

Elyaf dağılımları karşılaştırıldığında, tüm elyaf katkıları için, katkı oranı arttıkça kompozitte bulunan uzun elyaf oranı da azalmaktadır. Kompozitlerdeki kısa elyaf

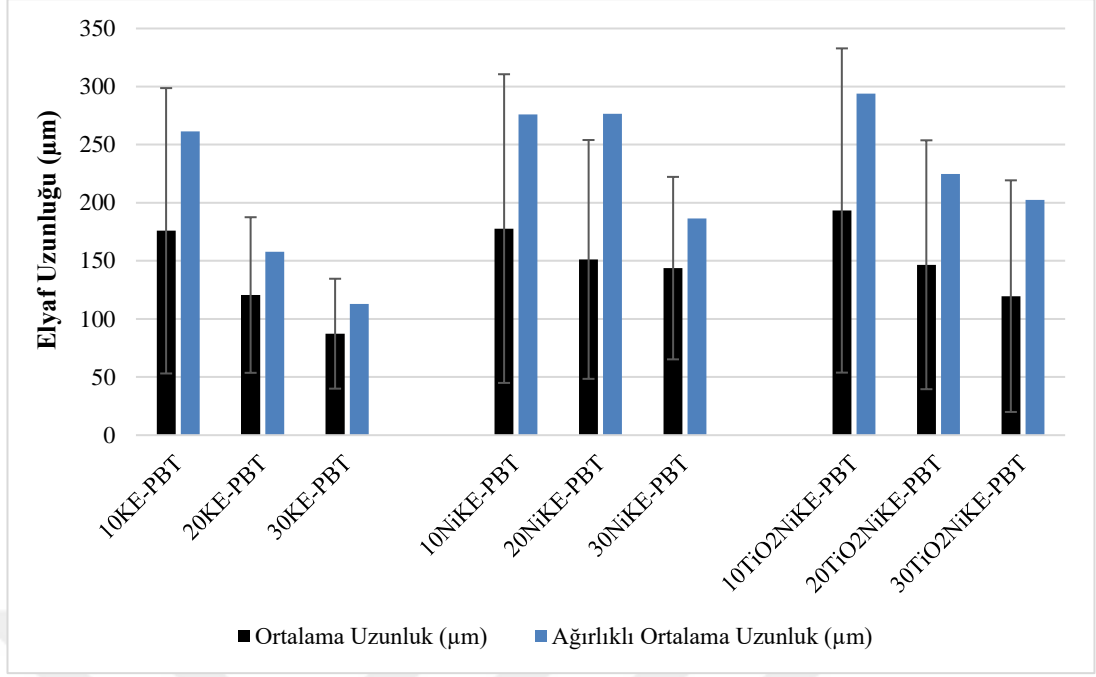
oranları birbirine yakındır. Genel olarak tüm katkıların elyaf dağılımları da birbirine yakındır (Şekil 3.41, 3.45, 3.49). Nikel kaplanmış karbon elyaf katkıli kompozitlerde %20 ve %30 katkı oranına ait kümülatif grafikler birbirine oldukça yakındır. Kümülatif grafikler arasında, katkı miktarına göre en büyük fark karbon elyaf katkıli kompozitlerde görülmektedir. Kaplanmış kompozitlerin histogram grafikleri arasında en az fark ise nikel kaplanmış karbon elyaf katkıli kompozitlerde görülmüştür. Bu durum, karbon elyafın kırılma dayanımının en yüksek olması sebebiyle tork arttıkça daha fazla zarar görmesinden kaynaklanmaktadır. TiO₂-Nikel kaplamasında, TiO₂ nanopartikülleri kaplamanın sertliğini artırarak daha rijit hale getirmiş dolayısıyla kırılma dayanımını nikel göre artırmıştır [92, 94].

Karbon elyaf katkıli kompozitlerde kritik elyaf uzunluğunun (200 µm) üzerindeki elyaf miktarı, %10, %20 ve %30 katkı miktarına göre sırasıyla, %35; %13; %3,5'tir.

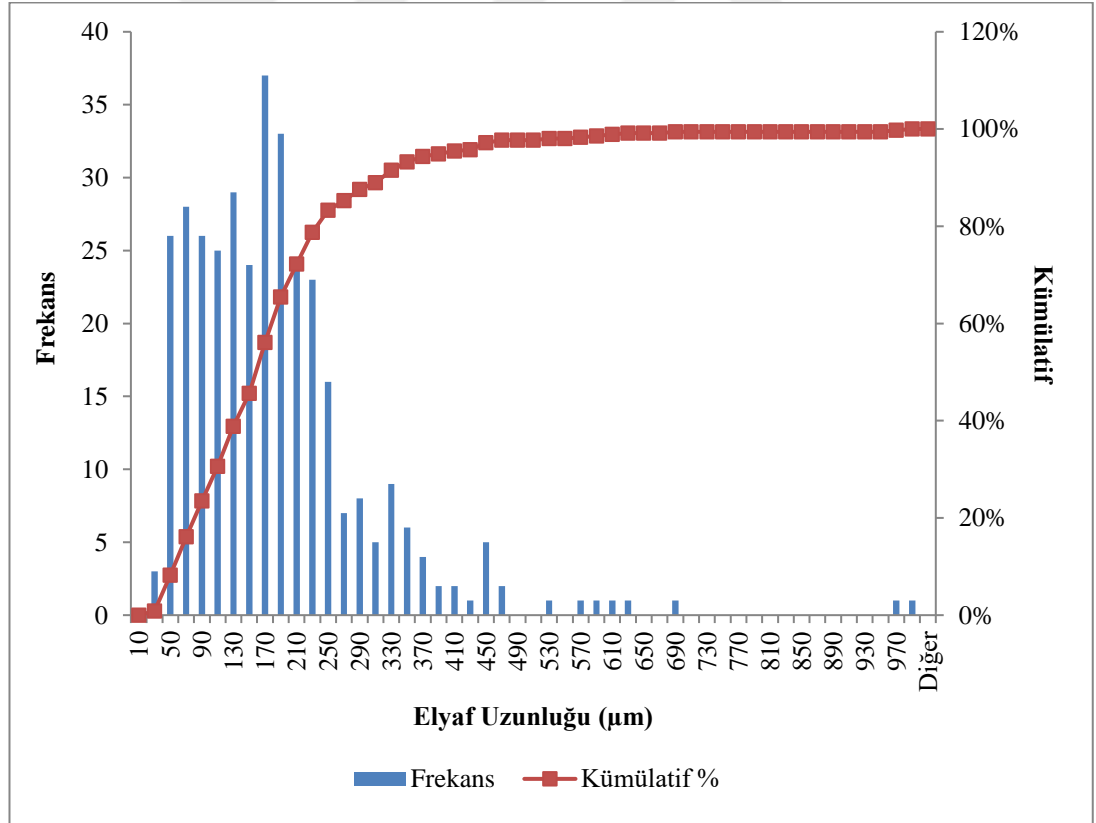
Nikel kaplanmış karbon elyaf katkıli kompozitlerde kritik elyaf uzunluğunun (200 µm) üzerindeki elyaf miktarı, %10, %20 ve %30 katkı miktarına göre sırasıyla, %31; %25; %23'tür. TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaf katkıli kompozitlerde ise kritik elyaf uzunluğunun (200 µm) üzerindeki elyaf miktarı, %10, %20 ve %30 katkı miktarına göre sırasıyla %39; %25; %18'dir. Tzeng ve ark. çift vidalı ekstrüderde karbon ve nikel kaplı karbon elyaf katkıli ABS kompozitler üretmiş, ancak kritik elyaf uzunluğunun altında elyaf uzunluğu elde etmişlerdir [66]. Ancak bu çalışmada çift vidalı ekstrüderde karışım ve sonrasında enjeksiyon kalıplama ile üretim yapılmasına rağmen, nikel kaplanmış karbon elyaflar katkıli ve TiO₂ -Nikel kaplanmış karbon elyaf katkıli kompozitlerde ağırlıklı elyaf uzunlukları kritik elyaf uzunluğunda veya daha yüksektir.

Çizelge 3.21 : 1. gruptaki kompozitlerin elyaf uzunluk dağılımı analiz sonuçları.

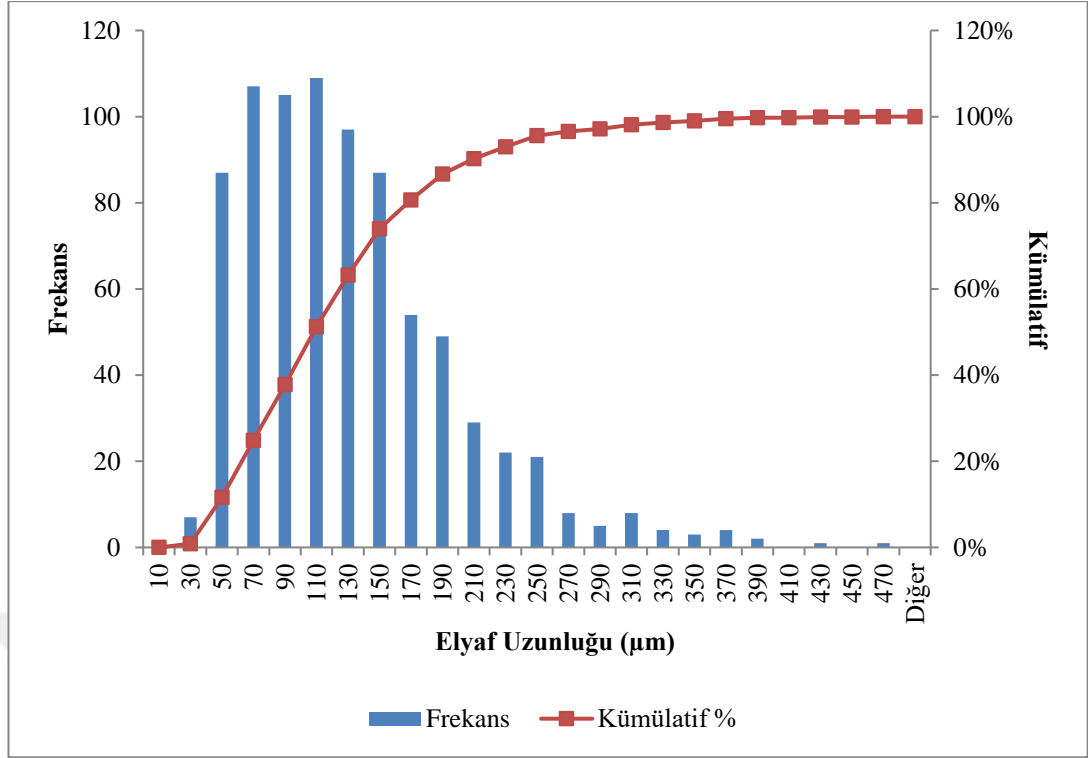
	Ortalama Uzunluk (µm)	Ağırlıklı Ortalama Uzunluk (µm)	Lp/Ln	En Büyük Uzunluk (µm)	En Küçük Uzunluk (µm)
10KE-PBT	175,89 ± 122,79	261,37	1,49	976,85	28,88
20KE-PBT	120,62 ± 66,96	157,75	1,31	451,97	25,10
30KE-PBT	87,34 ± 47,30	112,85	1,29	373,89	20,92
10NiKE-PBT	177,80 ± 132,83	276,62	1,56	922,95	37,37
20NiKE-PBT	151,54 ± 102,77	221,13	1,46	715,10	28,99
30NiKE-PBT	143,77 ± 78,51	186,53	1,30	597,60	35,86
10TiO ₂ NiKE-PBT	193,36 ± 139,52	293,84	1,52	795,82	39,92
20TiO ₂ NiKE-PBT	146,67 ± 107,08	224,73	1,53	777,74	20,32
30TiO ₂ NiKE-PBT	119,65 ± 99,68	202,56	1,69	831,68	20,13



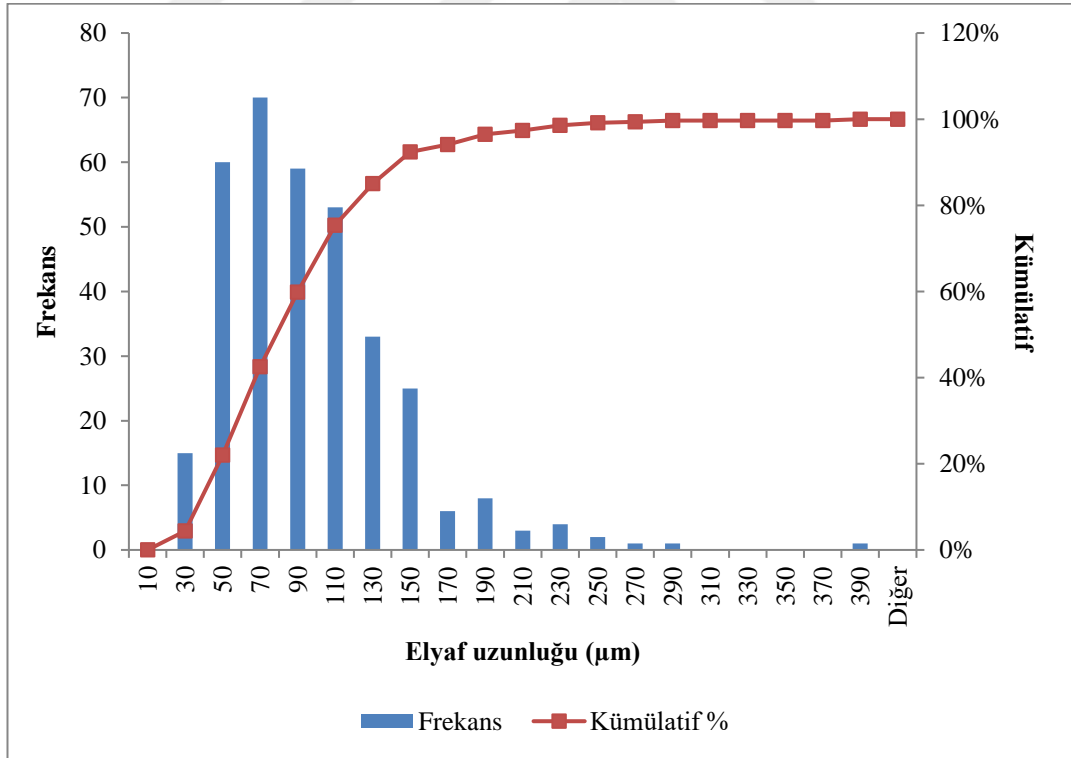
Şekil 3.37 : 1. gruptaki kompozitlerin ortalama elyaf uzunluk ve ağırlıklı ortalama uzunluk bar grafikleri.



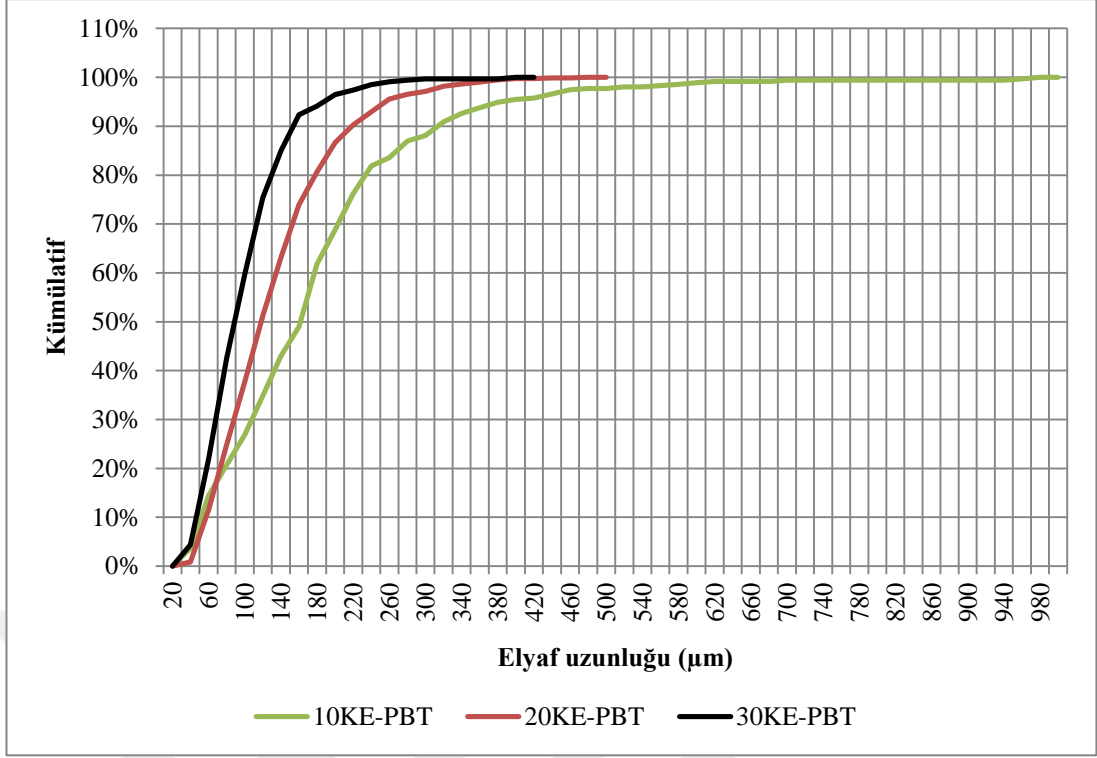
Şekil 3.38 : 10KE-PBT kompozitinde bulunan elyaf ölçümlerine ait histogram grafiği.



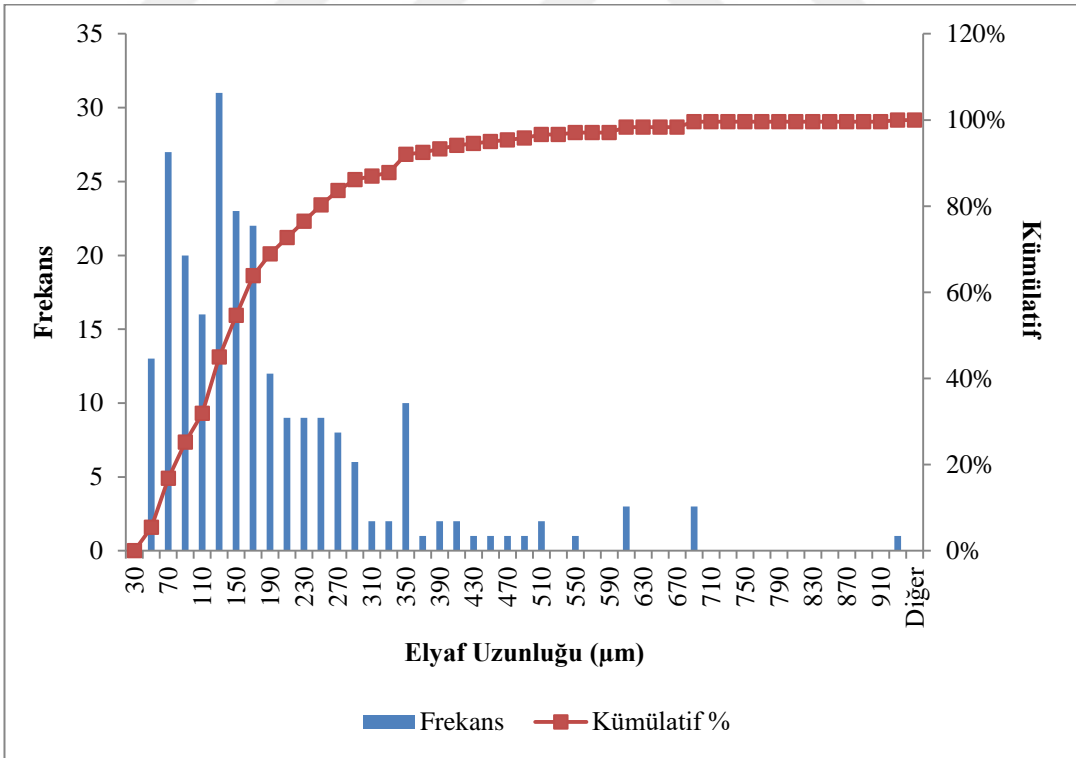
Şekil 3.39 : 20KE-PBT kompozitinde bulunan elyaf ölçümlerine ait histogram grafiği.



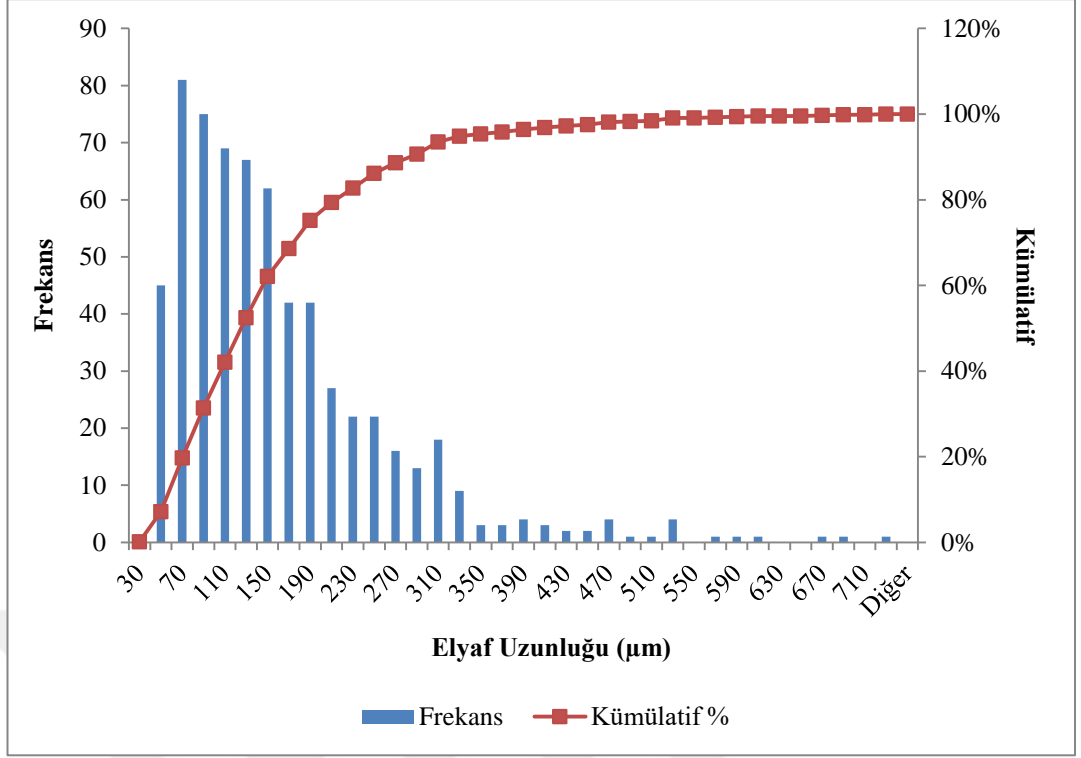
Şekil 3.40 : 30KE-PBT kompozitinde bulunan elyaf ölçümlerine ait histogram grafiği.



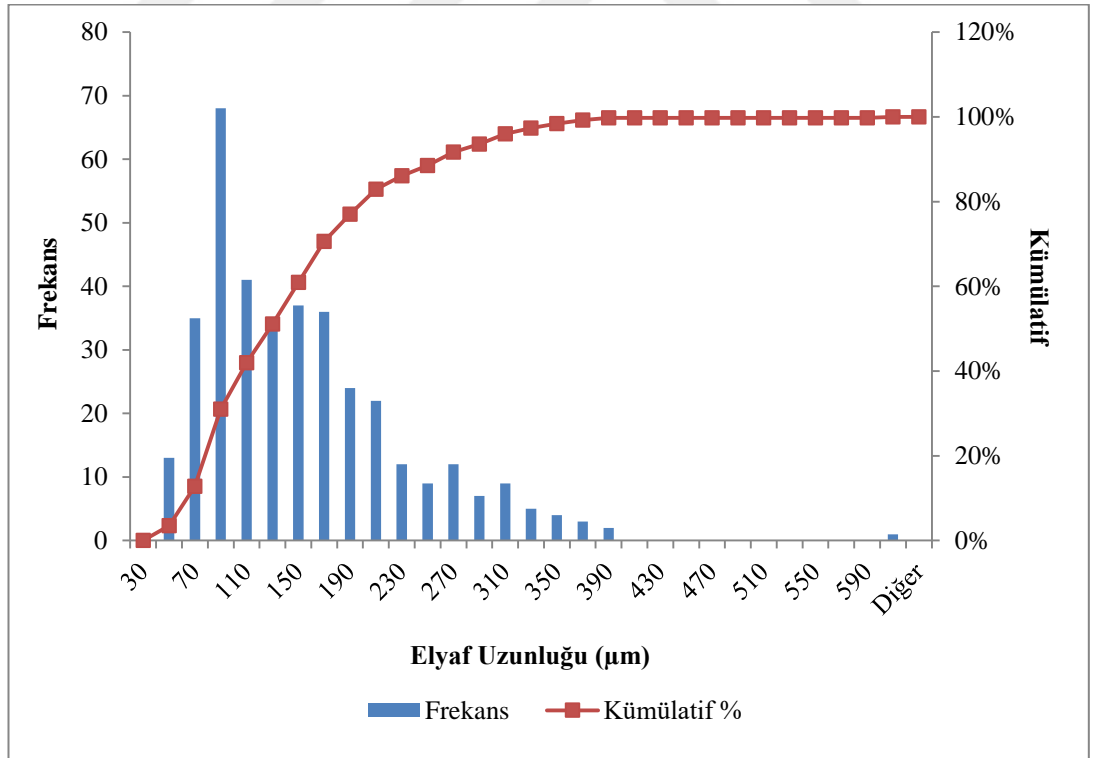
Şekil 3.41 : Karbon elyaf içeren kompozitlerde bulunan elyaf ölçümlerine ait kümülatif dağılım grafikleri.



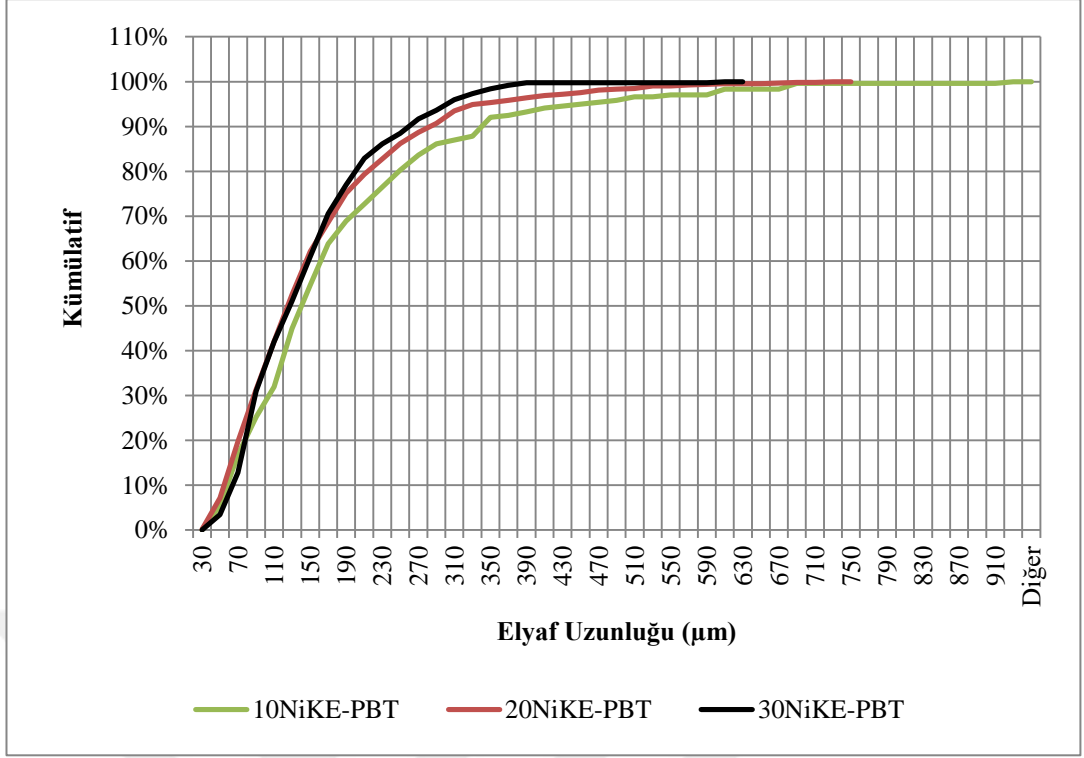
Şekil 3.42 : 10NiKE-PBT kompozitinde bulunan elyaf ölçümlerine ait histogram grafiği.



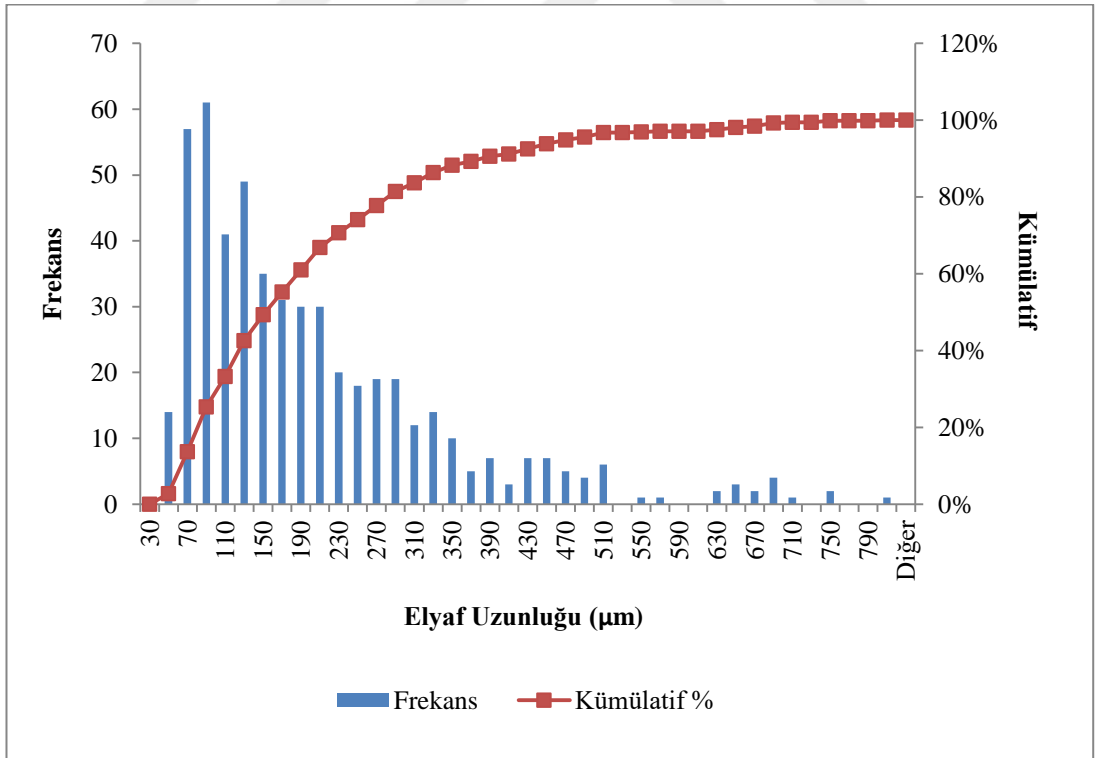
Şekil 3.43 : 20NiKE-PBT kompozitinde bulunan elyaf ölçümlerine ait histogram grafiği.



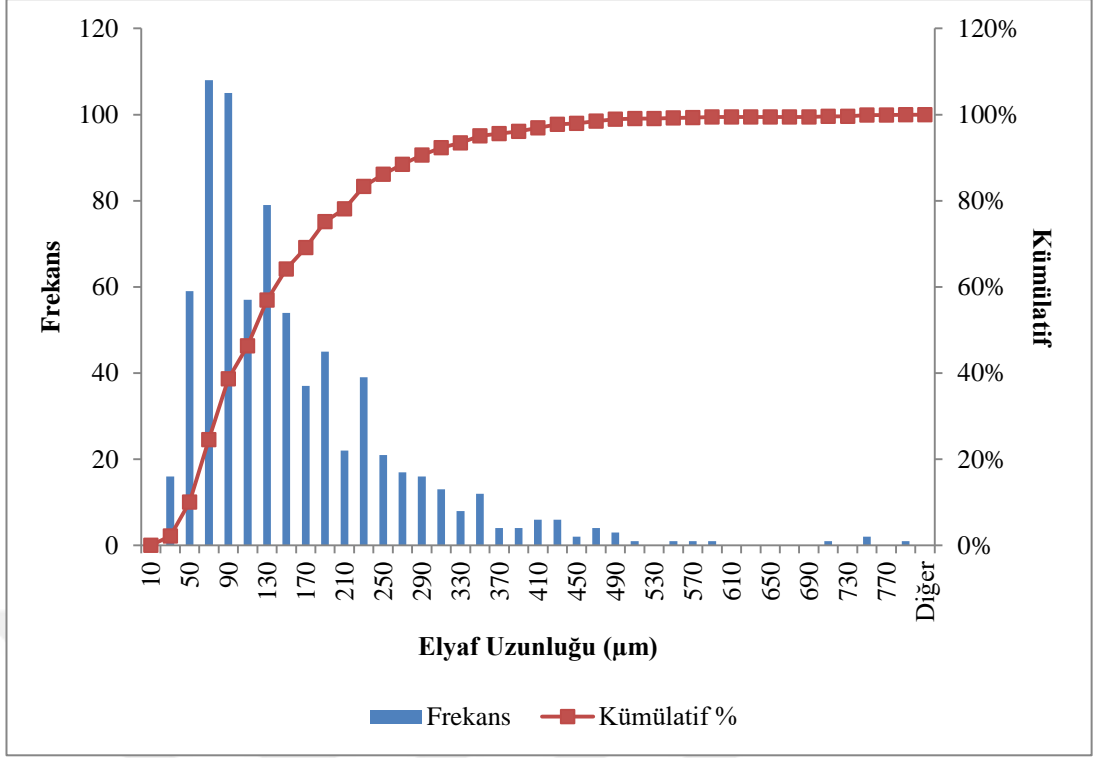
Şekil 3.44 : 30NiKE-PBT kompozitinde bulunan elyaf ölçümlerine ait histogram grafiği.



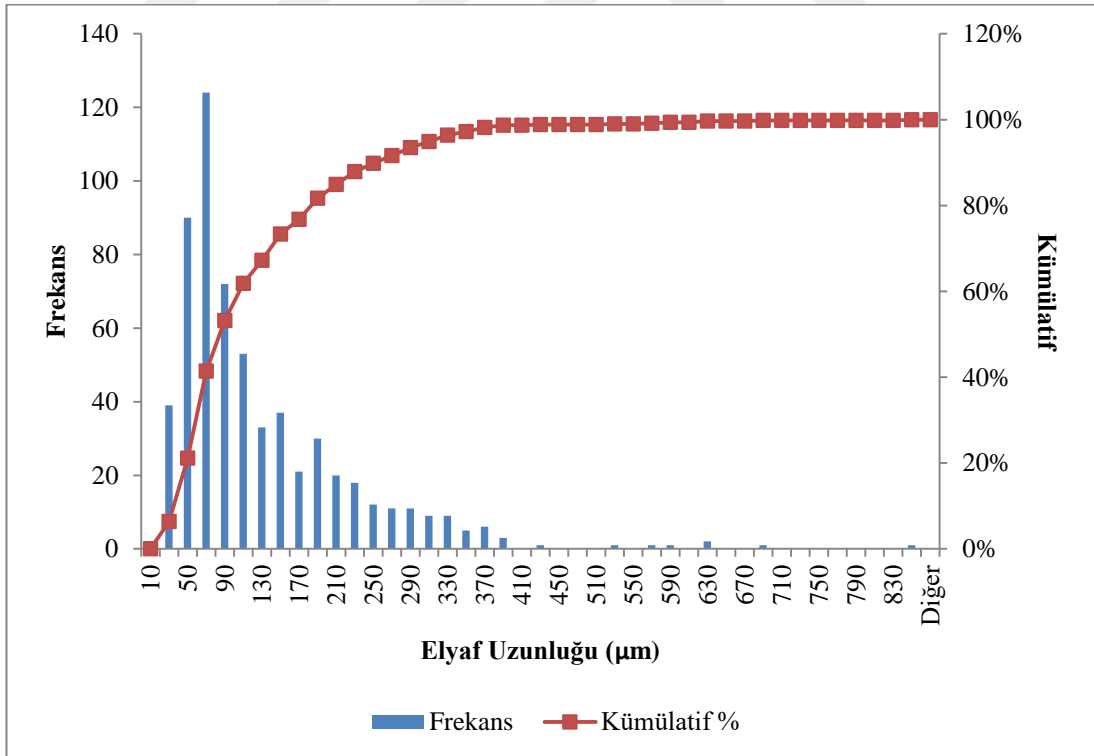
Şekil 3.45 : Nikel kaplanmış karbon elyaf içeren kompozitlerde bulunan elyaf ölçümlerine ait kümülatif dağılım grafikleri.



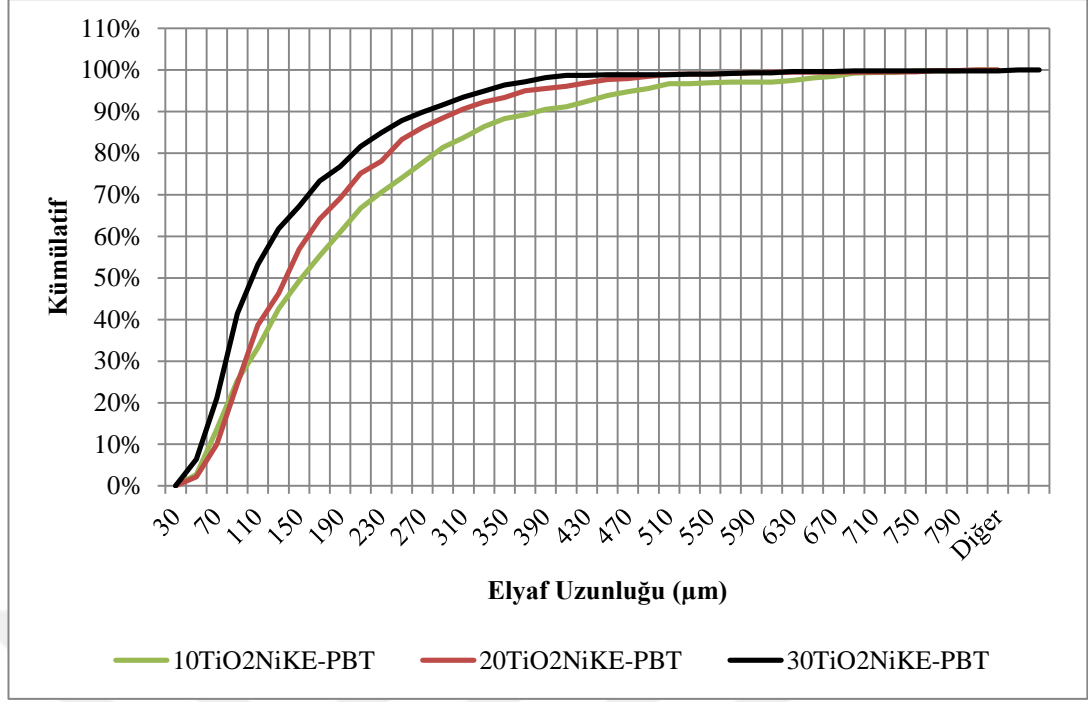
Şekil 3.46 : 10TiO₂NiKE-PBT kompozitinde bulunan elyaf ölçümlerine ait histogram grafiği.



Şekil 3.47 : 20TiO₂NiKE-PBT kompozitinde bulunan elyaf ölçümlerine ait histogram grafiği.



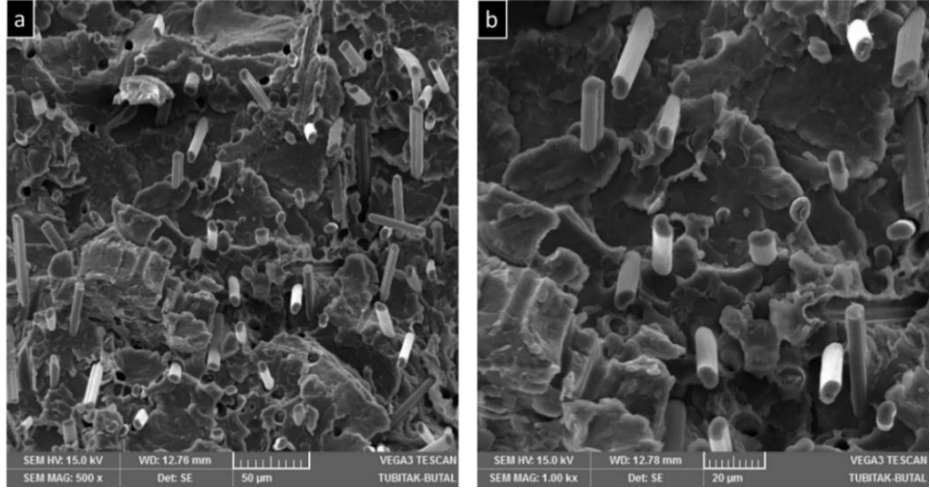
Şekil 3.48 : 30TiO₂NiKE-PBT kompozitinde bulunan elyaf ölçümlerine ait histogram grafiği.



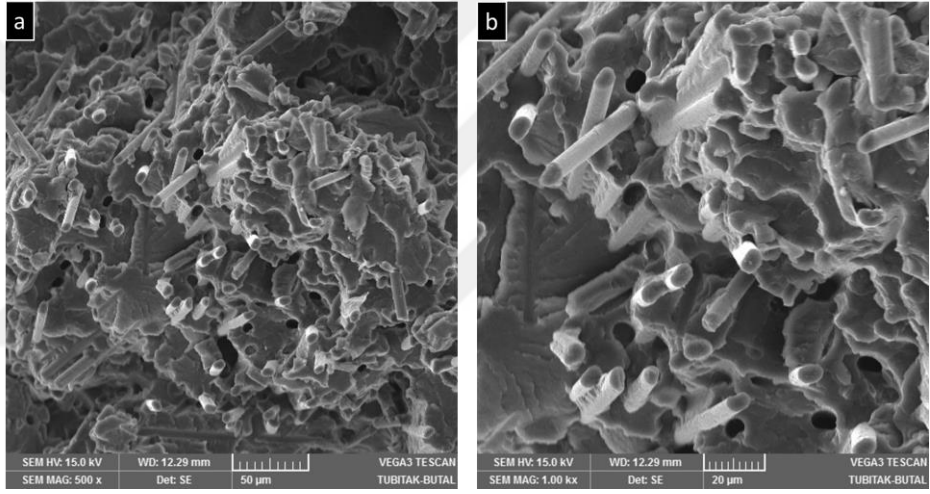
Şekil 3.49 : TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaf içeren kompozitlerde bulunan elyaf ölçümlerine ait kümülatif dağılım grafikleri.

3.5.5 1. Grup kompozitlerin SEM görüntüleri - Fraktografi (Kırık yüzey analizi)

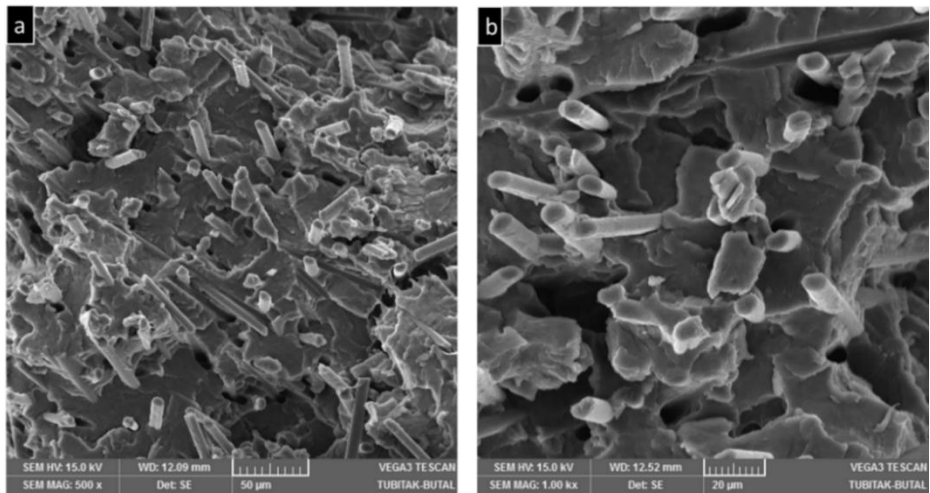
Çekme testi gerçekleştirilmiş numunelerin kırık yüzeylerinin SEM görüntüleri alınmıştır. Karbon elyaf katkıli kompozitlere ait SEM görüntüleri Şekil 3.50, 3.51, 3.52’de verilmiştir. Karbon elyaf katkıli kompozitlerde, katkı oranından bağımsız olarak elyaflar, matris içerisinde homojen dağılmıştır. Farklı yönlerde elyaflar bulunsada elyafların çoğunun aynı yönde olduğu görülmektedir. Elyaf ve PBT matrisin ara yüzey etkileşiminin iyi olduğu, ara yüzeylerde boşluk olmamasından anlaşılmaktadır [218]. Yüzeyde hem elyaf kopuşları hem de elyaf çıkışları görülmesine rağmen elyaf kopuşları daha fazladır, bu durum da ara yüzey etkileşiminin iyi olmasından kaynaklanmaktadır [175].



Şekil 3.50 : 10KE-PBT kompozitine ait çekme test numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri a) 500x, b) 1000x büyütme.



Şekil 3.51 : 20KE-PBT kompozitine ait çekme test numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri a) 500x, b) 1000x büyütme.

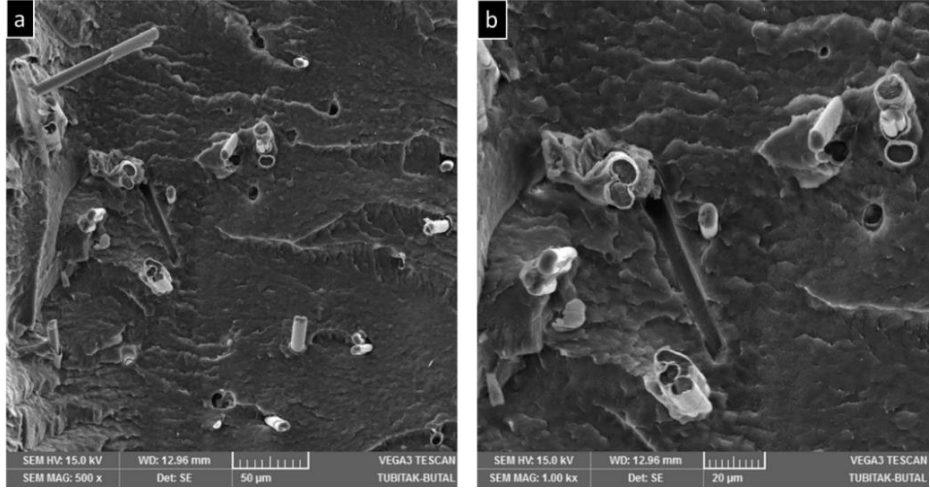


Şekil 3.52 : 30KE-PBT kompozitine ait çekme test numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri a) 500x, b) 1000x büyütme.

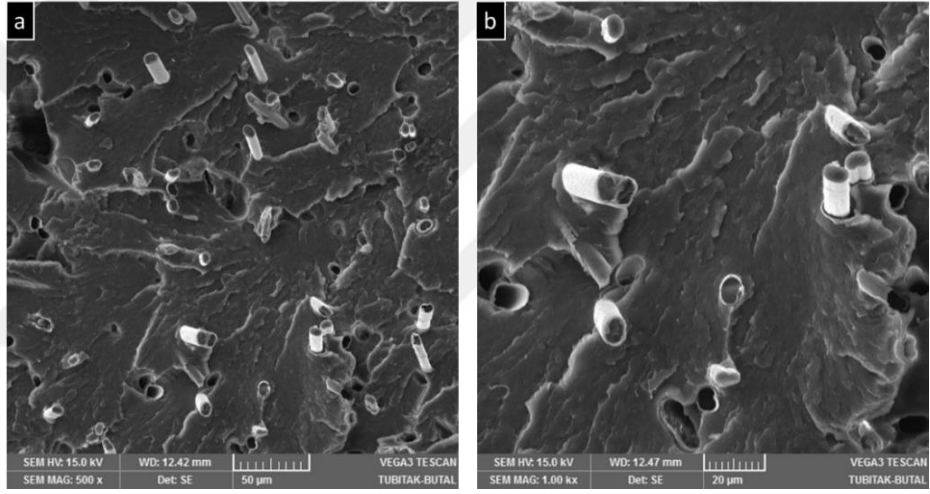
Nikel kaplanmış karbon elyaf katkılı kompozitlere ait SEM görüntüleri Şekil 3.53, 3.54, 3.55'te verilmiştir. TiO₂-Nikel kaplı karbon elyaf katkılı kompozitlere ait SEM görüntüleri Şekil 3.56, 3.57, 3.58'de verilmiştir. Nikel kaplanmış karbon elyaf içeren kompozitlerde ve TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaf içeren kompozitlerde benzer sonuçlar elde edilmiştir. %10 ve %20 katkılı kompozitlerde elyaflar, birbirinden ayrılarak matris içerisinde homojen bir şekilde dağılmış olup, %30 katkılı kompozitlerde homojen elyaf dağılımı gerçekleşmiş ancak bazı bölgelerde gruplar halinde elyaflar görülmektedir. Tüm kompozitlerde, elyafların yukarı yöne bakması üretim yönünde yönlenme gerçekleştiğini göstermektedir [175]. Ancak, özellikle yüksek katkı oranına (%30) sahip kompozitlerde hem yönlenme hem de rastgele dağılım görülmektedir [120].

Nikel kaplanmış karbon elyaf ve PBT matrisin ara yüzey etkileşiminin iyi olduğu, ara yüzeylerde boşluk olmamasından anlaşılmaktadır. TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaf katkılı kompozitlerde elyafların pürüzlü yüzeyi sayesinde, elyaf-matris etkileşiminin diğer katkılara göre daha iyi olduğu, ara yüzeylerde boşluk olmamasından ve elyafların üzerinde PBT kalıntılarının bulunmasından anlaşılmaktadır. Bu çalışmanın aksine, Huang ve ark. nikel kaplanmış karbon elyaf katkılı PC/ABS kompozitlerinde matris ile elyaflar arasından boşluklar bulunduğunu ve ara yüzeyinin iyi olmadığını belirtmiştir [84].

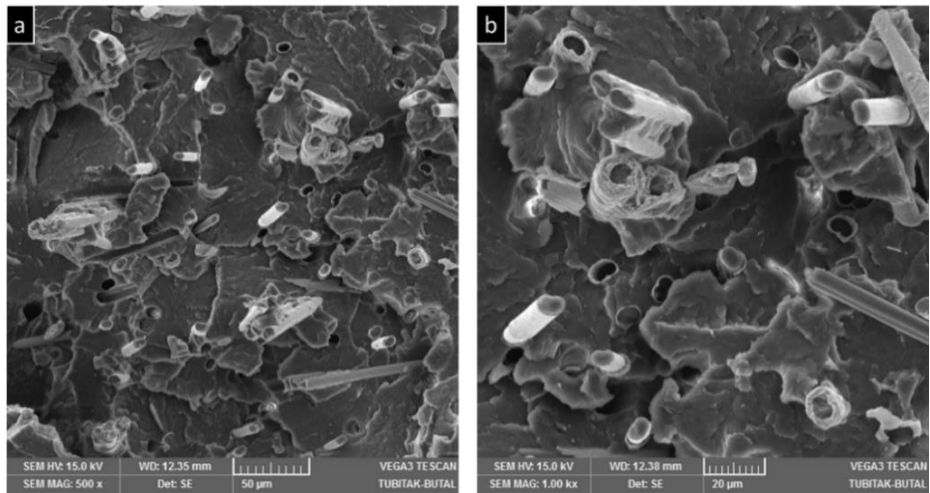
Yüzeyde hem elyaf kopuşları hem de elyaf çıkışları görülmesine rağmen elyaf kopuşları daha fazladır. Ayrıca çekme kuvvetinin etkisiyle kopuşların olduğu elyaflarda kaplama ayrılmaları görülmektedir, ancak elyafların çoğunda kaplama bulunmaktadır. Ayrıca matrisin içerisinde bulunan elyafların çoğunda kaplama bulunmaktadır. Bu durum, kaplama ve karbon elyaf ara yüzey etkileşiminin iyi olduğunu, dolayısıyla üretim sırasında ayrılmadığını göstermiştir [114].



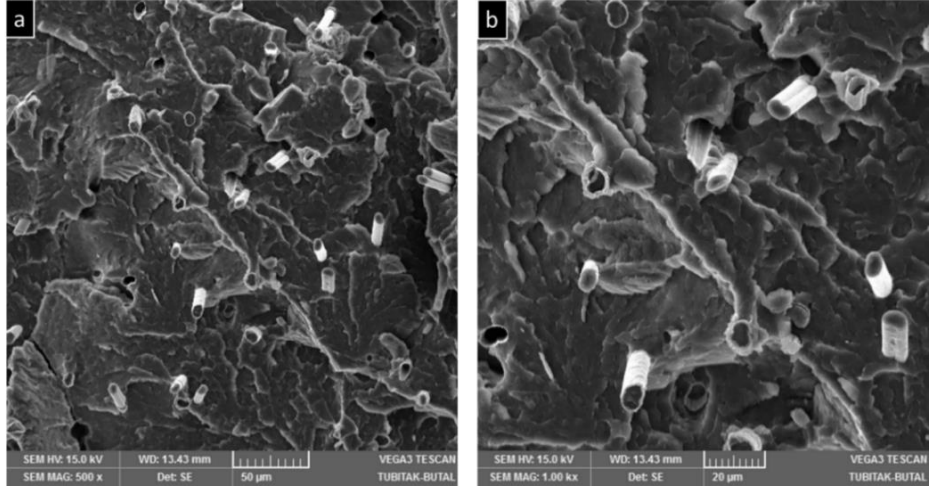
Şekil 3.53 : 10NiKE-PBT kompozitine ait çekme test numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri a) 500x, b) 1000x büyütme.



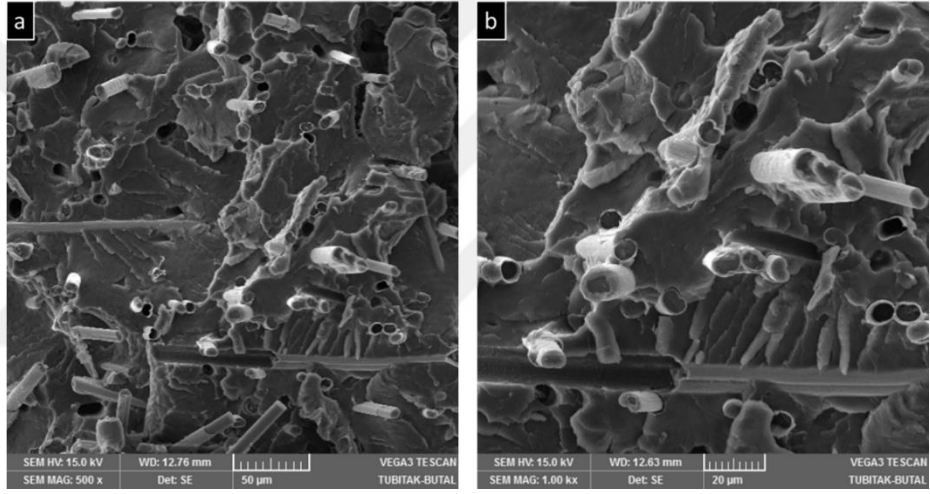
Şekil 3.54 : 20NiKE-PBT kompozitine ait çekme test numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri a) 500x, b) 1000x büyütme.



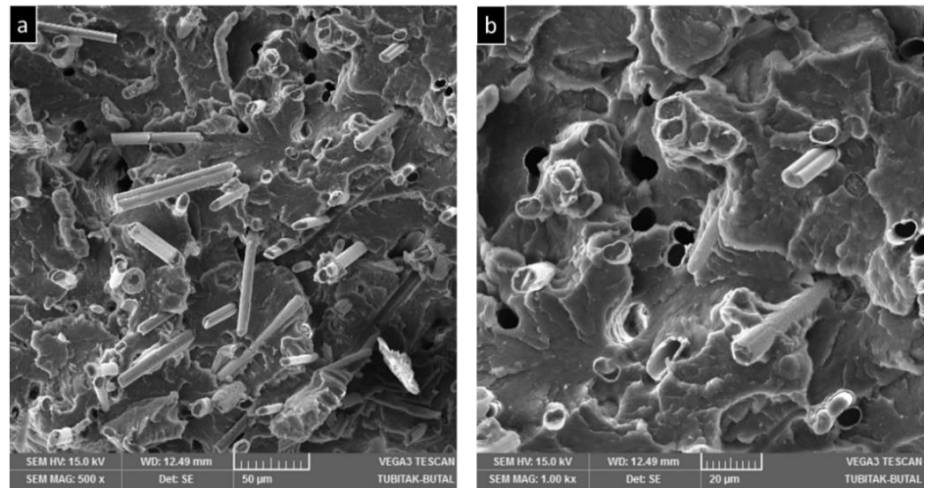
Şekil 3.55 : 30NiKE-PBT kompozitine ait çekme test numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri a) 500x, b) 1000x büyütme.



Şekil 3.56 : 10TiO₂NiKE-PBT kompozitine ait çekme test numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri a) 500x, b) 1000x büyütme.



Şekil 3.57 : 20TiO₂NiKE-PBT kompozitine ait çekme test numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri a) 500x, b) 1000x büyütme.

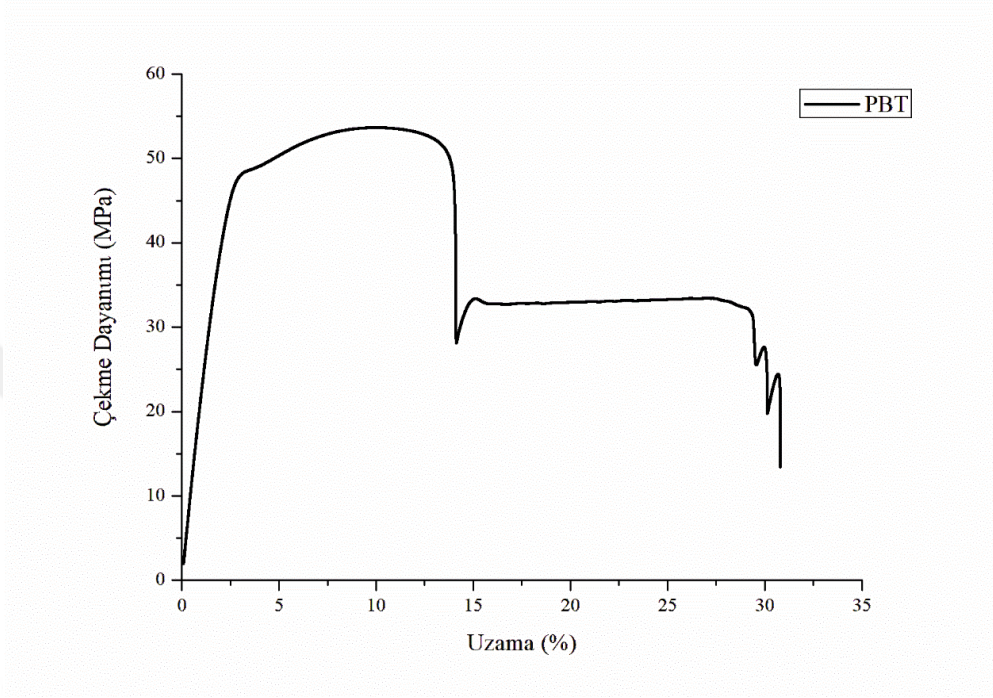


Şekil 3.58 : 30TiO₂NiKE-PBT kompozitine ait çekme test numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri a) 500x, b) 1000x büyütme.

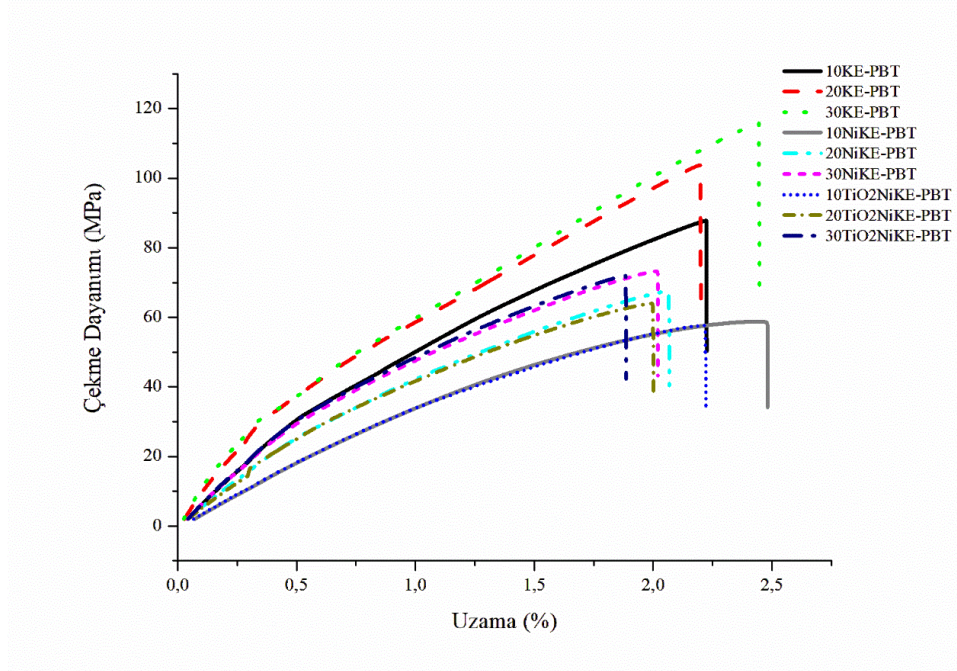
3.5.6 Mekanik test sonuçları

3.5.6.1 Çekme test sonuçları

Katkısız PBT ve kompozitlere ait çekme dayanımı-uzama grafikleri Şekil 3.59 ve Şekil 3.60'ta verilmiştir.



Şekil 3.59 : Katkısız PBT'nin çekme dayanımı-uzama grafiği.



Şekil 3.60 : 1. gruptaki kompozitlerin çekme dayanımı-uzama grafiği.

Kompozitlere ait çekme dayanımı, uzaması ve elastisite modül değerleri Çizelge 3.22’de ve bar grafikleri Şekil 3.61, 3.62, 3.63’te verilmiştir. Katkısız PBT, akma davranışı göstererek 53 MPa maksimum kuvvete ulaştıktan sonra, kuvvet düşüşü ile birlikte yaklaşık %30 uzama sonrasında kopma göstermiştir.

Elyaf katkılı kompozitler, akma davranışı göstermeden, maksimum kuvvette kopma davranışı göstermişlerdir. Kompozitlerin çekme dayanımı ve elastisite modülleri PBT’ye göre artarken, çekme uzaması değerleri düşmüştür. Katkı oranı arttıkça çekme dayanımı ve elastisite modül değerleri artmıştır [203, 219-222].

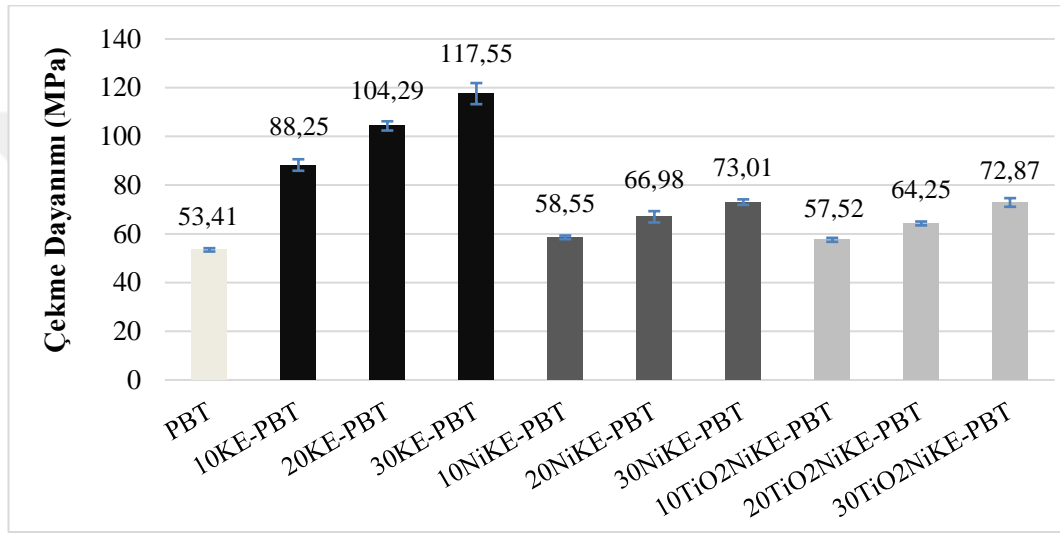
Karbon elyaflarda katkı oranı, %10’dan %30’a çıktığında uzama değeri %2,21’den %2,50’ye çıkmıştır. Bu durum, kompozitteki karbon elyafların, PBT’nin kristallenmesini engelleyerek amorf bölgeleri arttırmasından ve dolayısıyla amorf bölgelerin kristal bölgelere göre daha fazla uzamasından kaynaklanmaktadır. Kaplamalı karbon elyaf içeren kompozitlerde ise uzama değeri, katkı oranı ile doğru orantılı olarak düşmüştür. Bu durum, bu kompozitlerin kristalinite oranının, karbon elyaf katkılı kompozitlere göre bir miktar daha yüksek olması ve matrise eklenen kaplamalı elyafların, karbon elyafa göre daha kırılğan olmasından kaynaklanmaktadır. Katkı türleri karşılaştırıldığında; nikel kaplanmış ve TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaf katkılı kompozitlerin çekme dayanımı ve elastisite modül değerleri, karbon elyaf katkılı kompozitlerin değerlerinden daha düşüktür. Bu durumu analiz etmek için kırık bölgeler, SEM ile analiz edilerek elyafın matris içindeki dağılımı, yönelimi ve matris-elyaf etkileşimi incelenmiştir. Karbon elyafa göre daha rijit olan kaplamalı karbon elyafların kompozit içerisinde rastgele dağıldığı ve kopuşların bu bölgelerden gerçekleştiği tespit edilmiştir. Literatürde benzer sonuçların elde edildiği çalışmalar mevcuttur [116, 222-224].

Ayrıca elyaf dağılımı analiz sonuçlarına göre, nikel ve TiO₂-Nikel kaplanmış kompozitlerde elyaf uzunluk dağılımı homojenitesi karbon elyaf katkılı kompozitlere göre daha düşüktür, bu durum da mekanik dayanımı düşüren etkenlerden biridir [175].

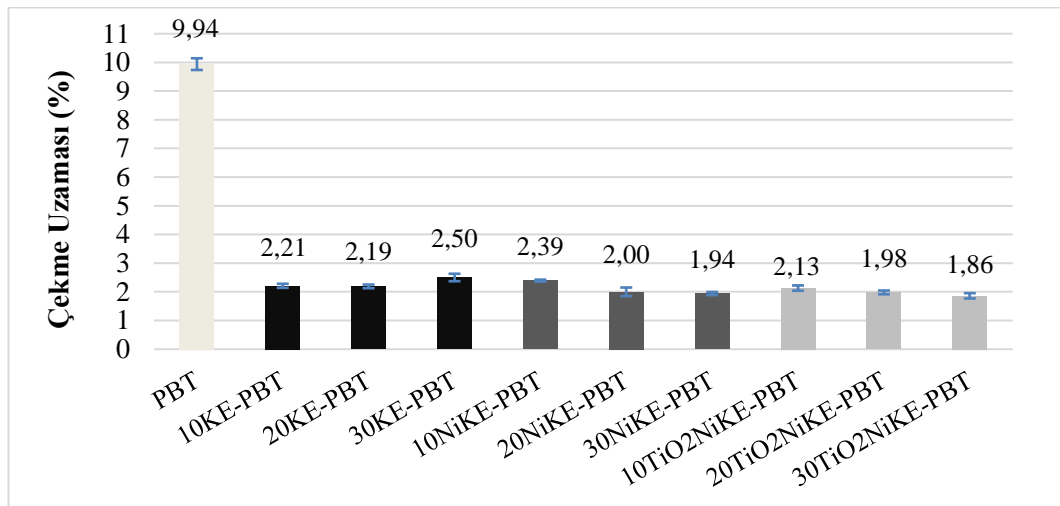
Nikel ve TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaf katkılı kompozitlerin çekme dayanımı ve elastisite modül değerleri birbirine oldukça yakındır. Elyaf uzunluk dağılımlarının birbirine yakın olması ve SEM görüntülerinin benzer olması bu sonucu desteklemektedir. Bu sonuç, kaplamaya TiO₂ dahil edilmesinin, kompozitin mekanik özelliklerini olumsuz etkilemediğini göstermektedir.

Çizelge 3.22 : Katkısız PBT'nin ve 1. gruptaki kompozitlerin çekme test sonuçları.

	Çekme Dayanımı (MPa)	Çekme Uzaması (%)	Elastisite Modülü (MPa)
PBT	53,41 ± 0,68	9,94 ± 0,20	2322 ± 15,80
10KE-PBT	88,25 ± 2,36	2,21 ± 0,07	6322 ± 21,48
20KE-PBT	104,29 ± 1,90	2,19 ± 0,06	8156 ± 387,40
30KE-PBT	117,55 ± 4,33	2,50 ± 0,13	8730 ± 385,20
10NiKE-PBT	58,55 ± 0,74	2,39 ± 0,04	3742 ± 21,19
20NiKE-PBT	66,98 ± 2,32	2,00 ± 0,15	5120 ± 90,37
30NiKE-PBT	73,01 ± 1,12	1,94 ± 0,06	6124 ± 47,97
10TiO ₂ NiKE-PBT	57,52 ± 0,81	2,13 ± 0,09	3738 ± 32,40
20TiO ₂ NiKE-PBT	64,25 ± 0,79	1,98 ± 0,06	4850 ± 35,22
30TiO ₂ NiKE-PBT	72,90 ± 1,78	1,86 ± 0,09	6387 ± 75,57



Şekil 3.61 : Katkısız PBT'nin ve 1. gruptaki kompozitlerin çekme dayanımı değerleri.



Şekil 3.62 : Katkısız PBT'nin ve 1. gruptaki kompozitlerin çekme uzaması değerleri.



Şekil 3.63 : Katkısız PBT'nin ve 1. gruptaki kompozitlerin elastisite modül değerleri.

3.5.6.2 Izod darbe dayanımı test sonuçları

Katkısız PBT ve kompozitlere ait darbe dayanımı değerleri, Çizelge 3.23 ve bar grafiği Şekil 3.64'te verilmiştir.

Kompozitlerin darbe dayanımı özellikleri, malzemenin enerji absorpsiyon ve dağılım mekanizmasına bağlıdır. Matrisin ve elyafların plastik deformasyonu ve kırılma dayanımı, elyaf-matris arayüz etkileşimi ve matristen çıkan elyafların sürtünme mekanizması, enerji absorpsiyon ve dağılımına etki eden faktörlerdendir [225].

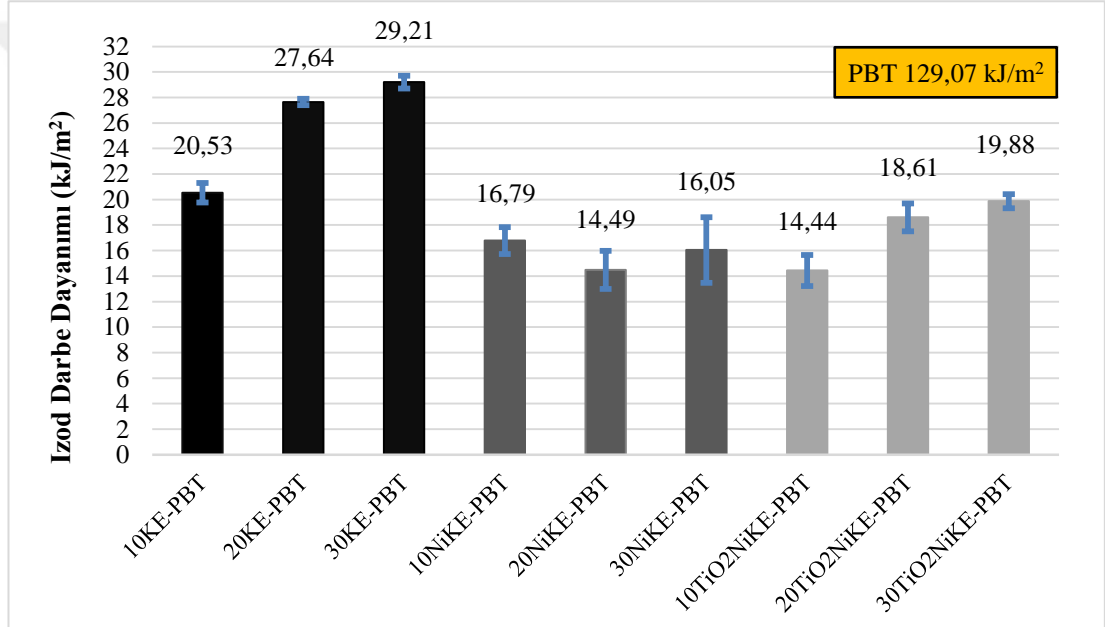
Katkısız PBT'nin darbe dayanımı, kompozitlerin dayanımından daha yüksektir. Bu durum, sünek yapılı PBT polimerine eklenen kesikli elyafların PBT matrisinin uzama ve plastik akış özelliğini engellemesinden kaynaklanmaktadır [84, 116, 226]. Karbon elyaf ve TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaf katkılı kompozitlerde katkı oranı arttıkça darbe dayanımı artmıştır. Kırılma sırasında, elyafların birbirine mekanik sürtünmesi ile kompozitler, darbe enerjisini sönmüleyebilmektedir. Kompozitteki elyaf miktarı arttıkça sürtünme kuvveti de artacağından kompoziti kırmak için daha fazla kuvvet gerekmektedir [84].

Nikel kaplanmış karbon elyaf katkılı kompozitlerde ise, darbe dayanımı, katkı miktarıyla orantılı olarak değişmemiştir. Bu durumun, elyafların rijit olmasından kaynaklı rastgele dağılması bu sebeple kırılma sırasında matris-elyaf arasındaki sürtünme kuvveti oluşturamamasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Kırık bölgelerden alınan SEM görüntülerindeki rastgele yönlenmiş elyafların bulunması bu yorumu desteklemektedir.

TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaflarda bulunan TiO₂ nanopartikülleri, karbon elyafların etrafında pürüzlü yüzey oluşturmuş ve kopuş sırasında daha fazla sürtünme kuvveti oluşturmuştur, bundan dolayı darbe sırasında enerji absorplamasına nikel kaplamaya göre daha fazla katkı sağlamıştır [84, 92, 94].

Çizelge 3.23 : Katkısız PBT'nin ve 1. gruptaki kompozitlerin Izod darbe dayanımı değerleri.

Katkı Miktarı (%)	Izod darbe dayanımı (kJ/m ²)			
	-	10	20	30
PBT	129,2 ± 3,37			
KE-PBT		20,53 ± 0,77	27,64 ± 0,25	29,21 ± 0,50
NiKE-PBT		16,79 ± 1,05	14,49 ± 1,50	16,05 ± 2,57
TiO ₂ NiKE-PBT		14,44 ± 1,22	18,61 ± 1,09	19,88 ± 0,55



Şekil 3.64 : Katkısız PBT'nin ve 1. gruptaki kompozitlerin Izod darbe dayanımı test sonuçları bar grafiği.

3.5.7 Elektriksel direnç ve manyetik özellikler

Kompozitlere ait ortalama elektriksel direnç ölçüm sonuçları, Çizelge 3.24 ve grafiği Şekil 3.65'te verilmiştir. Kompozitlerin elektriksel direnç özellikleri, matris ve/veya katkının özellikleri, matris-elyaf ara yüzey etkileşimi, elyaf dağılımı, yönlemesi, elyaf uzunluğu vb. gibi faktörlere bağlıdır.

Üretilen kompozitlerin iletken özelliğe sahip olması için elektrik akımını iletecek bir ağ yapısına sahip olması gerekir. İletim ağının elde edilebilmesi için kompozitte bulunan elyafların miktarı, dağılımı ve matris ile etkileşimi en önemli faktörlerdendir.

Kompozit içerisindeki elektriksel iletken özellikteki elyafların birbiri ile temas ederek bir ağ yapısı oluşturduğu durumda, yalıtkan özellikte PBT matrisi içerisinde elektriğin akımının iletimini sağlayarak elektriksel iletken özellikte kompozit oluşmaktadır [227]. Elektriksel iletkenlik özelliği bulunmayan PBT matris ile elektriksel iletkenlik özelliği bulunan karbon elyaf (0,848 Ω .cm), nikel kaplanmış karbon elyaf (0,075 Ω .cm) ve TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaflar (0,074 Ω .cm) bir araya getirilerek iletken özellikte kompozitler üretilmiştir.

Üretilen kompozitlerde ağırlıkça %10 oranında karbon elyaf ve nikel kaplanmış karbon elyaf katkısı ile elektriksel direnç değeri alınabilirken, TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaf katkısı ile elektriksel direnç değeri alınamamıştır. Bu durum, %10 oranında TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaf katkılı kompozitte iletim ağı oluşmadığını göstermektedir. Üretilen kompozitlerin, tüm katkılar için, elyaf oranı arttıkça, kompozit içerisindeki iletim ağındaki bağlantı sayısı arttığından elektriksel direnç değerleri düşmüştür [221, 227, 228].

Katkı türleri karşılaştırıldığında, nikel kaplanmış karbon elyaf katkılı kompozitler, karbon elyafa göre yaklaşık 3-4 kat daha düşük dirence sahiptir. Bu durum nikel metalinin, karbon elyafa göre daha yüksek elektriksel iletkenliğe sahip olmasından kaynaklanmaktadır. Düşük oranda (%10) karbon elyaf ve nikel kaplanmış karbon elyaflar ile düşük direnç elde edilebilmiştir [229]. TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaf katkılı kompozitlerde düşük dirence %20 oranında katkı ile ulaşılabilmektedir. %30 oranında katkı içeren kompozitlerde ise TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaf ve nikel kaplanmış karbon elyaf katkılı kompozitler en düşük dirence sahiptir.

Karbon elyaf katkılı kompozitlerde, katkı oranı %10'dan %20'ye çıkarıldığında, direnç 10 kat düşmüştür, ancak %20'den %30'a çıkarıldığında 2 kat düşmüştür. Nikel kaplanmış karbon elyaf katkılı kompozitlerde ise, katkı oranı %10'dan %20'ye çıkarıldığında, direnç 10 kat düşerken, %20'den %30'a çıkarıldığında 4 kat düşmüştür. Bu durum, kompozitteki katkı oranı arttıkça, elyaf uzunluğunun düşmesinden kaynaklı ağ iletim bağlantılarının bir orandan sonra daha fazla artmamasından kaynaklanmaktadır [83].

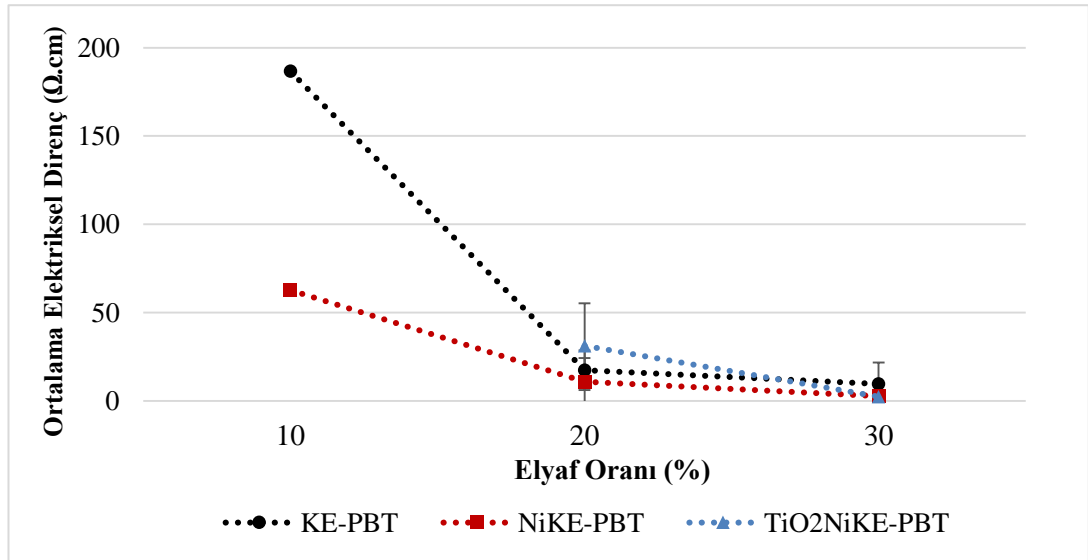
TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaf katkılı kompozitlerde ise katkı oranı %10'dan %20'ye çıkarıldığında iletim ağı oluşarak direnç elde edilebilirken, %20'den %30'a çıkarıldığında direnç 10 kat düşmüştür. Bu durum, TiO₂-Nikel kaplanmış karbon

elyaflarda bulunan zayıf elektriksel iletkenliğe sahip TiO₂ nanopartiküllerin [196] direnci arttırarak iletim eşik değerini (%20) arttırdığını, ancak %30 oranında katkıli kompozitte nikelin iletkenliğinin baskın olduğunu göstermektedir. Literatürde benzer sonuçların elde edildiği çalışmalar mevcuttur [220, 230, 231].

Nikel kaplanmış karbon elyaf ve TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaf içeren kompozitlerin düşük elektriksel direnç özelliğinin yanı sıra manyetik özelliğe sahip olduğu; kompozit plakalar, mıknatısa yaklaştırıldığında, karbon elyaf katkıli kompozitler ile herhangi bir etkileşim olmazken; mıknatısın nikel kaplanmış karbon elyaf ve TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaf katkıli plakaları çekmesi ile tespit edilmiştir [232, 233]. %30 oranında katkıli kompozit ile mıknatıs arasındaki çekim kuvvetinin, %20 ve %10 oranında katkıli kompozitlere göre daha yüksek olduğu görülmüştür.

Çizelge 3.24 : 1. gruptaki kompozitlerin ortalama elektriksel direnç ($\Omega.cm$) ölçüm sonuçları.

Katkı miktarı (%)	Ortalama Elektriksel direnç ($\Omega.cm$)		
	10	20	30
KE-PBT	186,6 \pm 0,1	17,4 \pm 3,4	9,6 \pm 3,4
NiKE-PBT	62,7 \pm 0,0	10,8 \pm 4,1	2,7 \pm 0,6
TiO ₂ NiKE-PBT	-	31,2 \pm 0,3	2,4 \pm 0,4



Şekil 3.65 : 1. gruptaki kompozitlerin ortalama elektriksel direnç değerleri grafiği.

3.5.8 Elektromanyetik kalkanlama etkinliği sonuçları

EMK etkinliği sonuçları düşük ve yüksek frekans aralığında olmak üzere iki başlıkta incelenmiştir.

3.5.8.1 Düşük (500 MHz - 4 GHz) frekans aralığındaki EMK ölçüm sonuçları

Üretilen 3 mm kalınlığındaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki EMK test sonuçları Çizelge 3.25'te ve toplam EMK grafikleri Şekil 3.66, absorpsiyon etkinliği grafikleri Şekil 3.67, yansıma etkinliği grafikleri ise Şekil 3.68'de verilmiştir. Ayrıca tüm kompozitlerin ortalama toplam EMK, absorpsiyon, yansıma değerlerine ait bar grafikleri, sırasıyla Şekil 3.69, Şekil 3.70, Şekil 3.71'de verilmiştir. Bar grafiklerindeki hata çubukları maksimum ve minimum değerleri ifade etmektedir.

500 MHz - 4 GHz frekans aralığında, katkı miktarının EMK etkinliğine etkisi incelendiğinde; tüm katkılar için, katkı oranı arttıkça EMK etkinliği artmıştır [114, 220]. Genel olarak absorpsiyon baskın mekanizma ile EMK etkinliği sağlanmıştır [117, 118]. Frekans arttıkça absorpsiyon artarken yansıma etkinliği düşmüştür.

%10 oranında katkı içeren kompozitlerde en yüksek EMK etkinliği KE katkılı kompozit ile elde edilmiş iken TiO₂NiKE ve NiKE katkılarının etkinliği arasında önemli oranda bir fark görülmemiştir. Bu durum, karbon elyaf dağılımının diğer katkılara göre daha iyi olması dolayısıyla matris içerisinde daha iyi bir iletim ağı oluşturmasından kaynaklanmaktadır.

%20 oranında katkı içeren kompozitlerin EMK etkinliğinde ise; KE ve NiKE katkıları arasında önemli oranda bir fark bulunmazken, en düşük değer TiO₂NiKE katkılı kompozitte elde edilmiştir. Bu durum, %20 oranında katkı içeren kompozitlerin içerisindeki TiO₂ miktarının (%1) beklenen etkinliği gösterecek kadar yeterli oranda olmamasından kaynaklanmaktadır.

%30 oranında katkı içeren kompozitlerde ise; KE katkılı kompozit ile 13,4 dB, NiKE katkılı PBT kompozit ile 16,5 dB, TiO₂NiKE katkılı PBT kompozit ile 18,4 dB ortalama toplam EMK etkinliği elde edilmiştir. Bu sonuçlara göre, KE katkılı kompozitin EMK etkinliği ile karşılaştırıldığında; NiKE katkılı kompozitin EMK etkinliği %23 oranında artarken; TiO₂-NiKE katkılı kompozit EMK etkinliğini %37 oranında arttırmıştır. Hem yansıma hem de absorplama etkinliğinde görülen bu iyileşme, hem iletken nikel kaplamanın hem de dielektrik TiO₂ nanopartiküllerinin sinerjik etkisi ile gerçekleşmiştir [234]. Nikel kaplaması hem yüksek elektriksel iletkenliği hem de manyetik özelliği sayesinde, EM radyasyon ile etkileşime girebilen mobil yük taşıyıcıları sağlayarak, EMK etkinliğine katkıda bulunurken [220, 235]; nikel kaplamadaki TiO₂ nanopartikülleri dielektrik özelliği ile dipolar polarizasyon

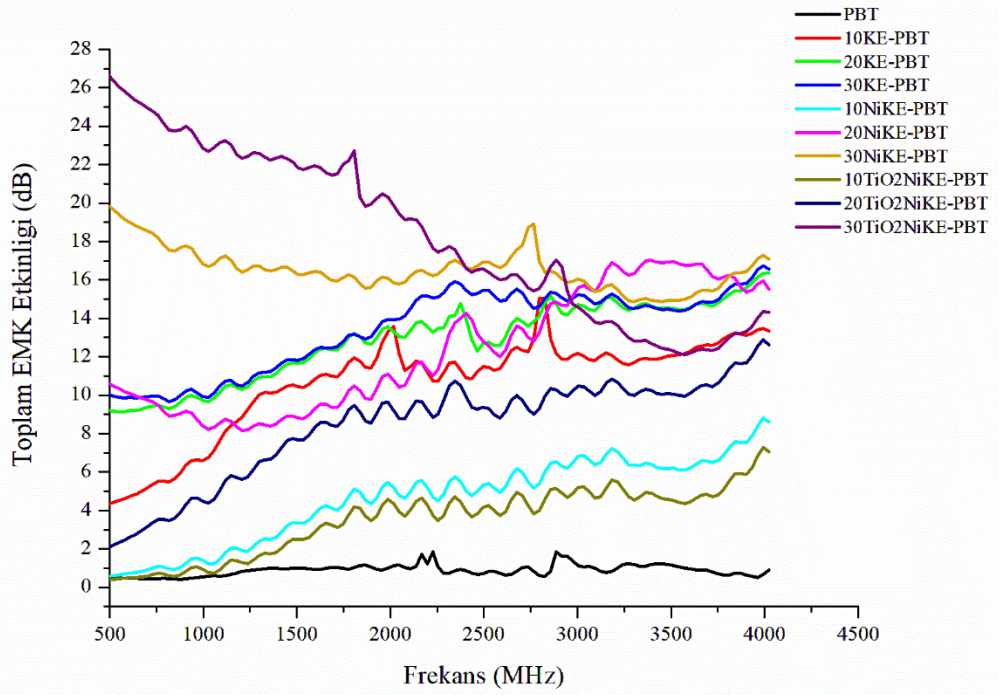
gerçekleştirerek absorpsiyon ve çoklu yansıma mekanizmalarıyla EMK etkinliğine katkıda bulunmuştur [118, 119].

En yüksek EMK etkinliği gösteren kompozitlerin etkinlik mekanizmaları incelendiğinde, 30TiO₂NiKE-PBT, 30KE-PBT, 30NiKE-PBT kompozitleri, yüksek elektriksel iletkenlik özellikleri, dielektrik ve manyetik özellikleri sayesinde EM dalgaları ile yüksek empedans uyumu göstermiştir, bu sebep ile absorpsiyon etkin mekanizma ile EMK etkinliği göstermişlerdir [118, 119, 220, 235].

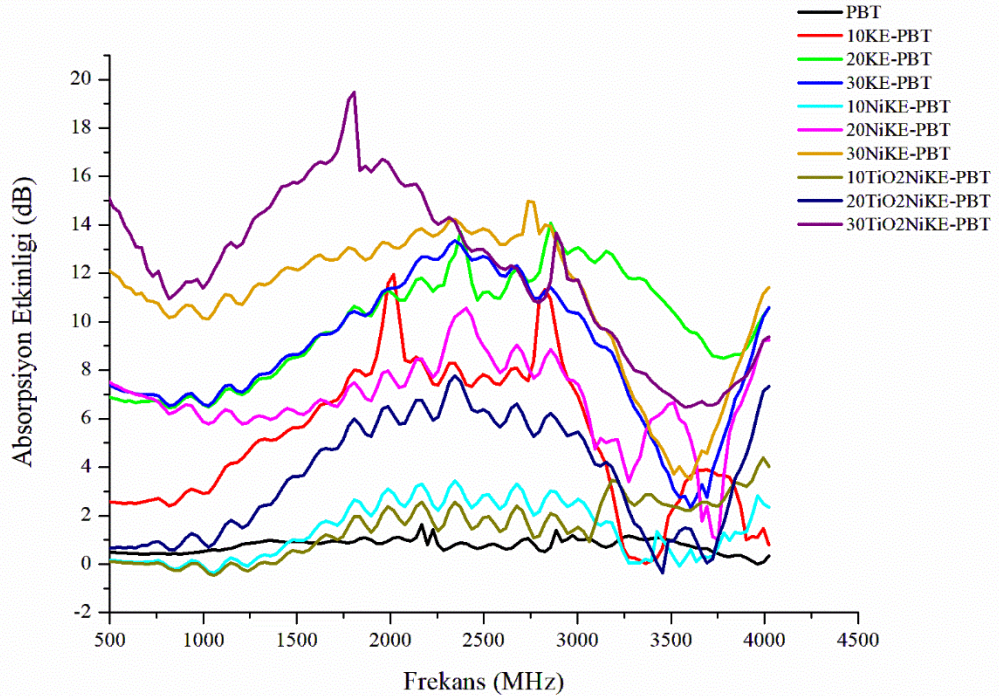
En yüksek EMK etkinliği 30TiO₂NiKE-PBT kompozitine aittir. TiO₂ nanopartiküllerinin özellikle düşük frekanslardaki EM absorpsiyon özelliği ile EMK etkinliğini (500 MHz'de 26,7 dB); nikel kaplanmış karbon elyaf (500 MHz'de 19,9 dB) ve karbon elyaf (500 MHz'de 16,7 dB) katkılarına göre daha fazla arttırdığı görülmüştür. Nikel kaplamada bulunan TiO₂ nanopartiküllerinin matris içerisinde yüzey alanı arttırması ve dipolar polarizasyon özelliği sayesinde, düşük frekanslarda yüksek dalga boyuna sahip EM dalgaları ile etkileşimi arttırmıştır, böylece daha fazla enerji kaybı sağlamıştır [118, 119].

Çizelge 3.25 : 1. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki EMK etkinlik değerleri.

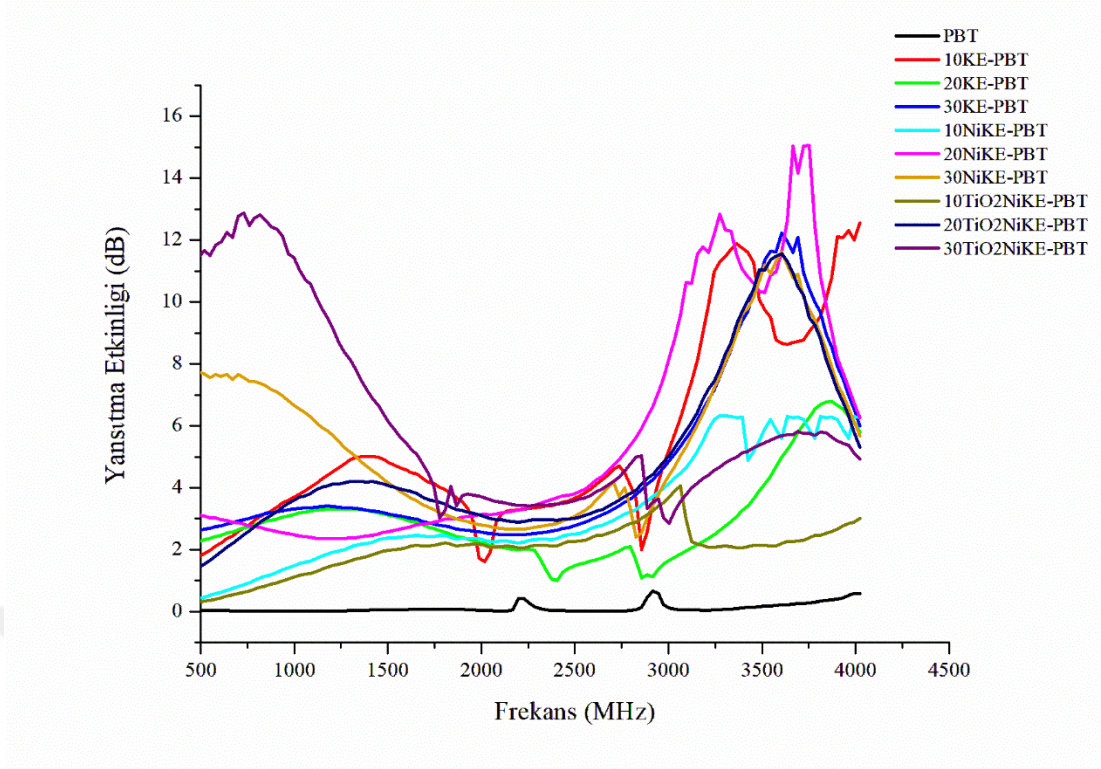
	Yansıtma Etkinliği (dB)			Absorpsiyon Etkinliği (dB)			Toplam EMK Etkinliği (dB)		
	En Yüksek Değer	En Düşük Değer	Ortalama Değer	En Yüksek Değer	En Düşük Değer	Ortalama Değer	En Yüksek Değer	En Düşük Değer	Ortalama Değer
PBT	0,7	0,0	0,1	1,6	0,0	0,8	1,9	0,4	0,9
10KE-PBT	12,5	1,6	5,5	12,0	0,0	5,2	15,0	4,3	10,6
20KE-PBT	6,8	1,0	3,0	14,1	6,4	9,9	16,4	9,1	12,8
30KE-PBT	12,2	2,5	4,7	13,4	2,3	8,7	16,7	9,7	13,4
10NiKE-PBT	6,3	0,4	3,2	3,4	0,0	1,4	8,8	0,6	4,6
20NiKE-PBT	15,0	2,4	5,6	10,6	1,0	6,8	17,0	8,2	12,3
30NiKE-PBT	11,6	2,4	5,6	15,0	3,5	10,9	19,9	14,9	16,5
10TiO ₂ NiKE-PBT	4,1	0,3	2,0	4,4	0,0	1,5	7,3	0,4	3,5
20TiO ₂ NiKE-PBT	11,6	1,4	4,8	7,8	0,0	3,5	12,9	2,1	8,4
30TiO ₂ NiKE-PBT	12,9	2,8	6,2	19,5	6,5	12,2	26,7	12,1	18,4



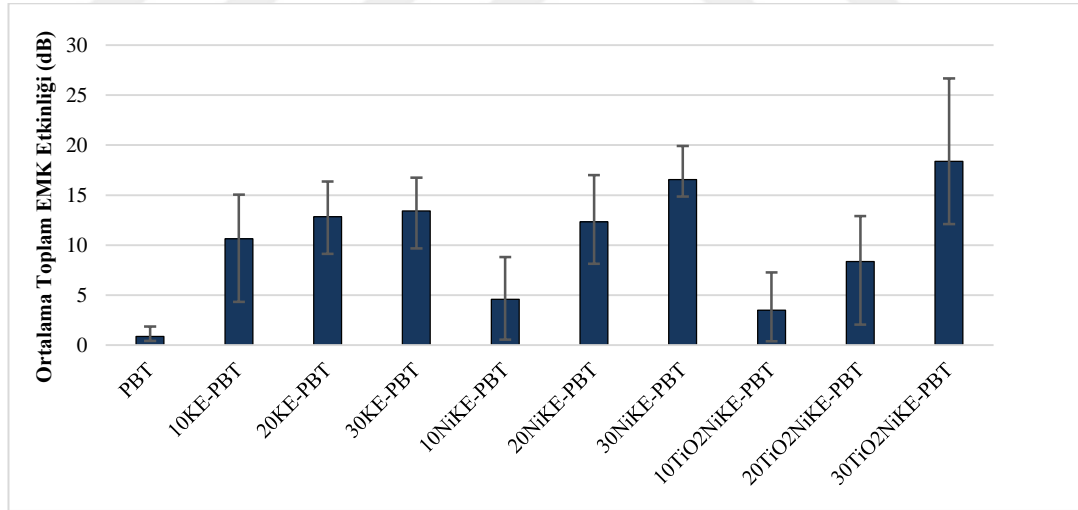
Şekil 3.66 : 1. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki toplam EMK etkinliği.



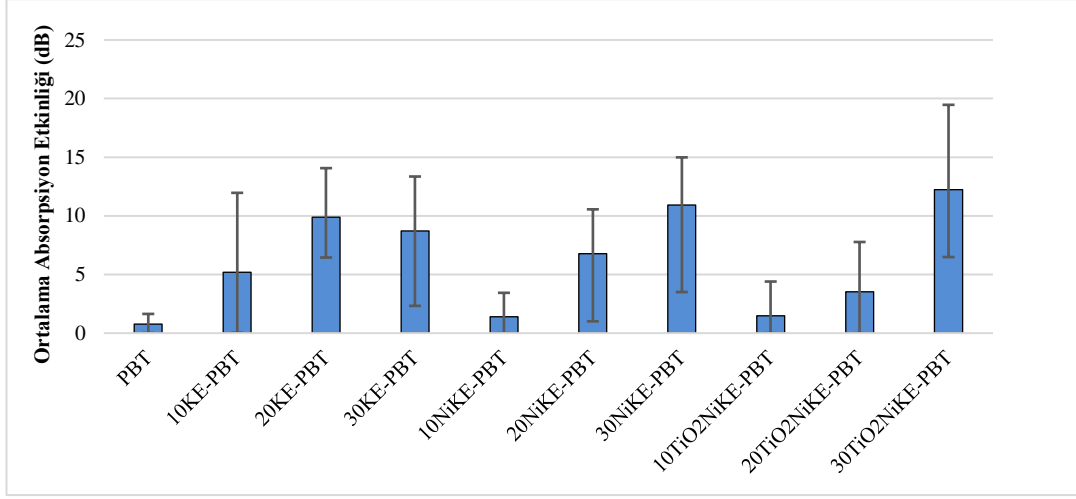
Şekil 3.67 : 1. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki absorpsiyon etkinliği.



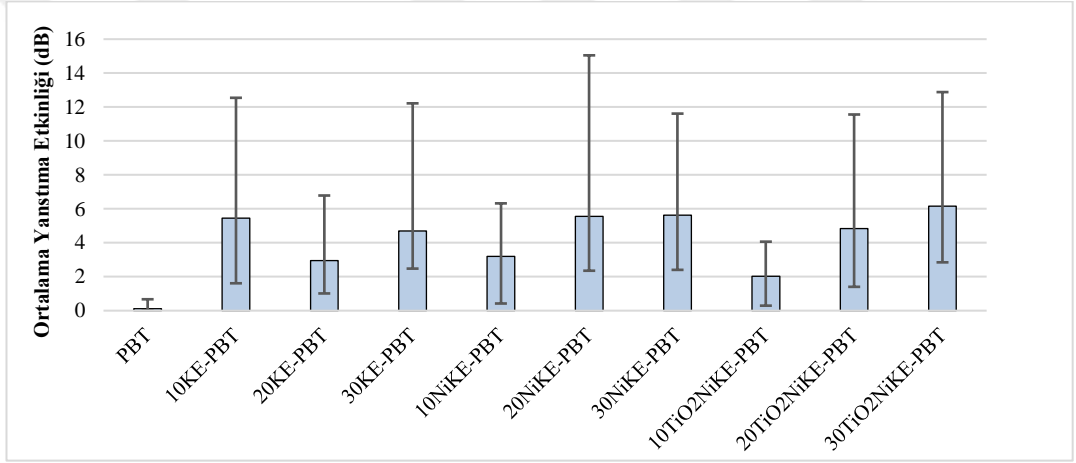
Şekil 3.68 : 1. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki yansıtma etkinliği.



Şekil 3.69 : 1. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki ortalama toplam EMK etkinliği bar grafiği.



Şekil 3.70 : 1. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki ortalama absorpsiyon etkinliği bar grafiği.



Şekil 3.71 : 1. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki ortalama yansıtma etkinliği bar grafiği.

3.5.8.2 Yüksek (8 - 13 GHz) frekans aralığındaki EMK ölçüm sonuçları

Üretilen 3 mm kalınlığındaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki EMK test sonuçları Çizelge 3.26'da ve toplam EMK grafikleri Şekil 3.72, absorpsiyon etkinliği grafikleri Şekil 3.73, yansıtma etkinliği grafikleri ise Şekil 3.74'te verilmiştir. Ayrıca tüm numunelerin ortalama toplam EMK, absorpsiyon, yansıtma değerlerine ait bar grafikleri, sırasıyla Şekil 3.75, Şekil 3.76, Şekil 3.77'de verilmiştir. Bar grafiklerindeki hata çubukları maksimum ve minimum değerleri ifade etmektedir.

Katkı miktarının EMK etkinliğine etkisi incelendiğinde; her bir katkı türü için katkı oranı arttıkça, kompozitlerin elektriksel iletkenliği, manyetik ve dielektrik özellikleri de arttığından toplam EMK etkinliği artmıştır [236, 237]. EMK etkinliği frekanstan bağımsız bir şekilde, absorpsiyon baskın mekanizma ile sağlanmıştır.

%10 oranında katkılı kompozitlerde EMK etkinlik sıralaması, KE (39 dB) > NiKE (17 dB) > TiO₂NiKE (13 dB) şeklindedir. Bu sonuç, karbon elyafların diğer katkılara göre matriste daha iyi dağılması dolayısıyla matris içerisinde daha iyi bir iletim ağı oluşturmasından kaynaklanmaktadır.

%20 oranında katkı içeren kompozitlerde EMK etkinlik sıralaması, KE (44 dB) = NiKE (44 dB) > TiO₂NiKE (37 dB) şeklindedir. EMK etkinliğinde NiKE ve KE katkıları arasında fark görülmemiştir. Bu sonuç, karbon elyafların matris içerisinde kaplamalı elyaflara göre daha iyi dağılmış olmasından kaynaklanmaktadır. TiO₂NiKE katkılı kompozitin EMK etkinliği ise NiKE katkılı kompozite göre daha düşüktür. Bu durum, TiO₂NiKE-PBT kompozitinin elektriksel direncinin (31,2 Ω.cm) NiKE-PBT kompozitinden (10,8 Ω.cm) yüksek olmasından kaynaklanmaktadır [220].

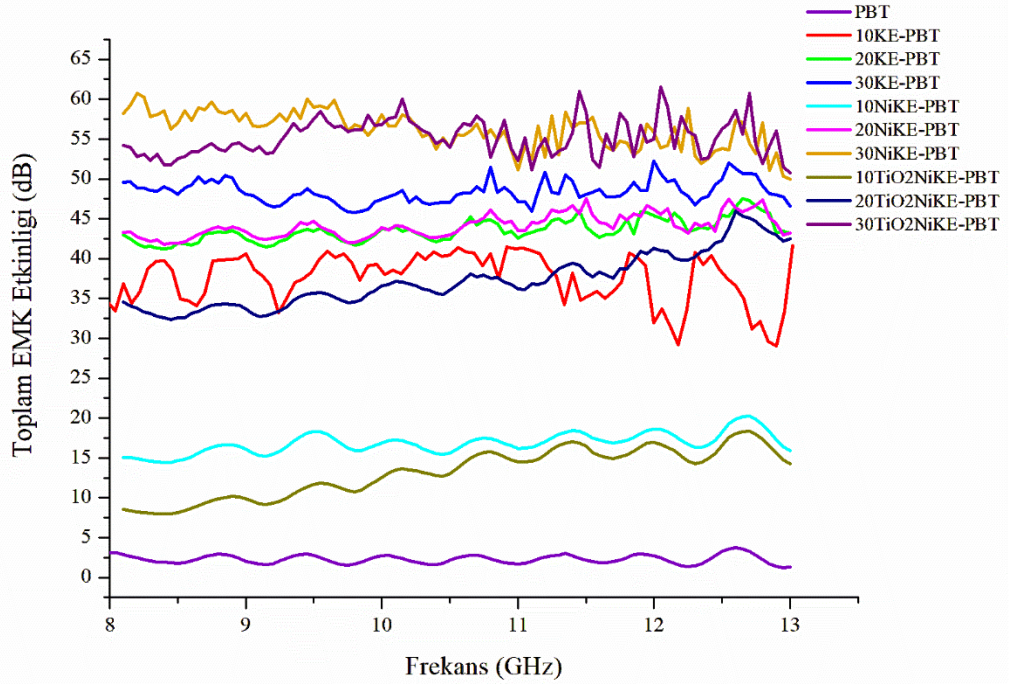
%30 oranında katkı içeren kompozitlerde, ortalama toplam EMK etkinlik sıralaması NiKE (56 dB) > TiO₂NiKE (55 dB) > KE (48 dB) şeklindedir. Bu sonuçlara göre karbon elyafa nikel veya TiO₂-Nikel kaplanması, kompozitin EMK etkinliğini yaklaşık %17 oranında arttırmıştır. Literatürde, laboratuvar tipi karıştırıcılar ile üretilmiş kompozitlerde nikel kaplamalı karbon elyaf katkılı kompozitin karbon elyaf katkılı kompozitten yüksek oranda EMK etkinliğine sahip olduğu çalışmalar bulunmaktadır [84, 116]. Ancak Huang ve ark., çift vidalı ekstrüder ile ürettikleri kompozitlerde, bu tez çalışmasının aksine, EMK etkinliği elde edememişlerdir [116].

TiO₂-NiKE katkılı kompozit ile NiKE katkılı kompozitin EMK etkinlik değerleri arasında önemli bir fark görülmemiştir. %30 oranında TiO₂NiKE katkılı kompozitin içerisindeki TiO₂ oranı yaklaşık %1,5 olarak hesaplanmıştır. Bu oranın, nikel kaplanmış karbon elyafın EMK etkisinin üzerinde bir etkinlik sağlaması için yetersiz kalmış olabileceği düşünülmektedir.

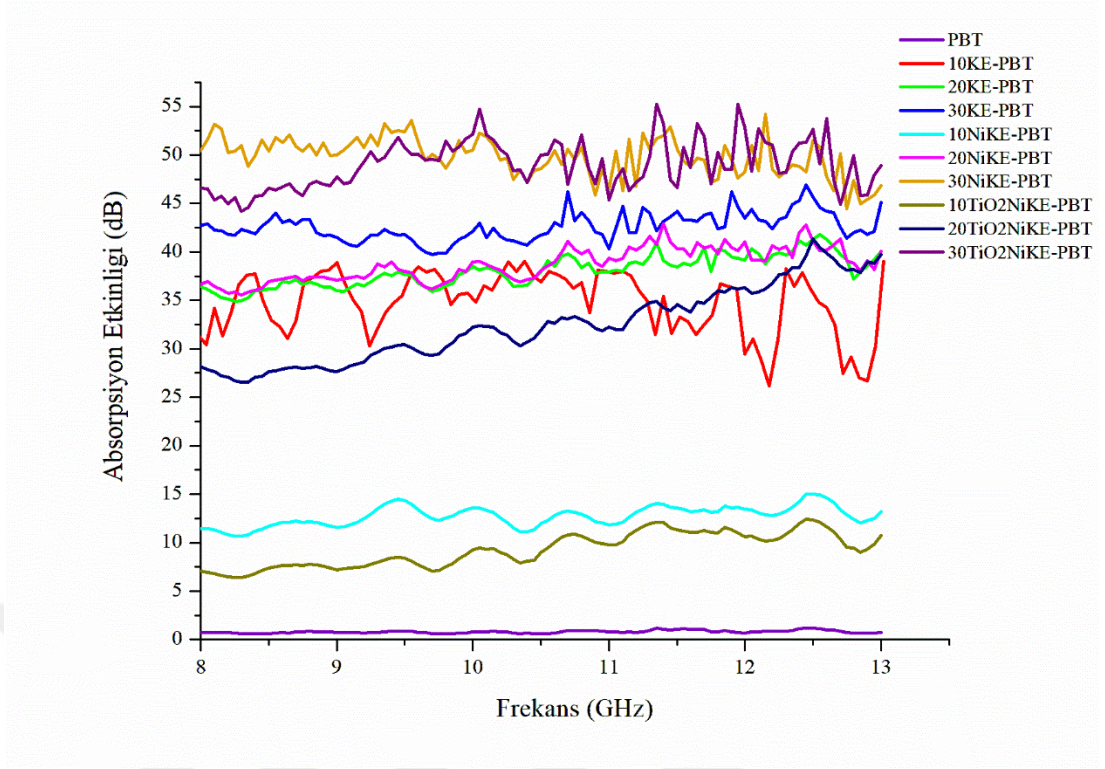
8 - 13 GHz frekans aralığında yansıma ve absorpsiyon etkinlikleri incelendiğinde, tüm katkıların absorpsiyon-baskın mekanizma ile EMK etkinliği gerçekleştirdiği ve katkı miktarının artmasıyla absorpsiyon etkinliğinin de arttığı görülmektedir. Bu sonuç teorik denklemler ile uyusmaktadır [21, 22, 118, 119, 220, 235].

Çizelge 3.26 : 1. gruptaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki EMK etkinlik değerleri.

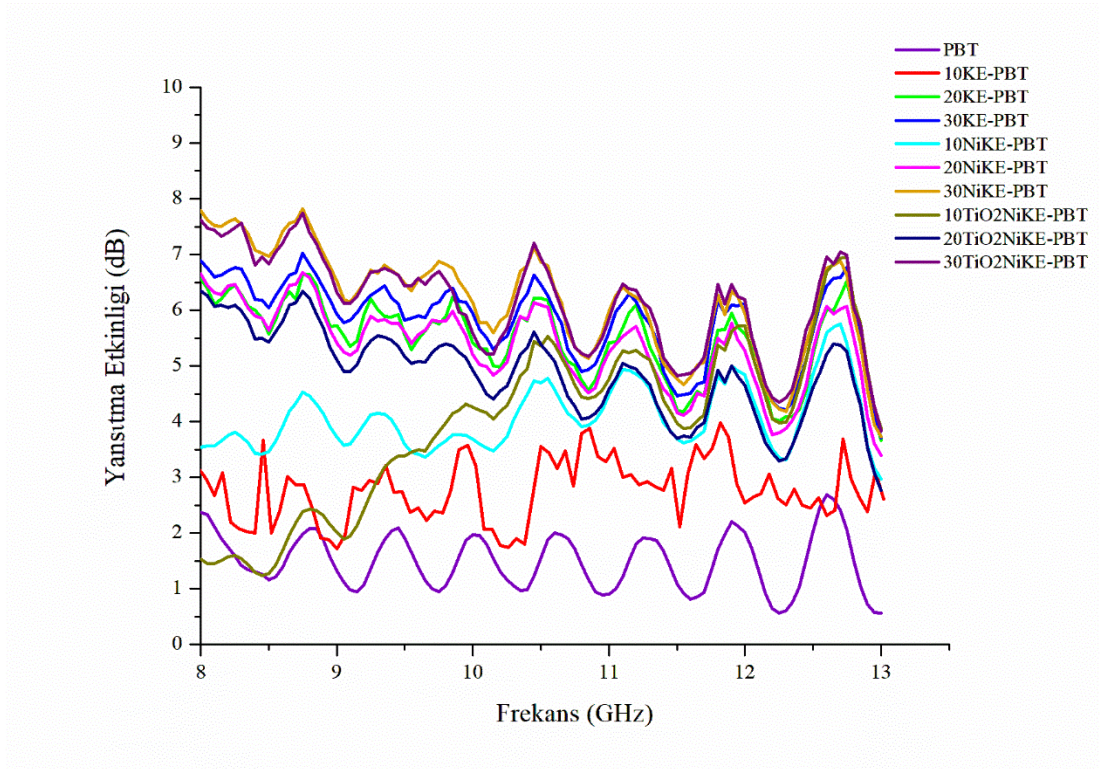
	Yansıtma Etkinliği (dB)			Absorpsiyon Etkinliği (dB)			Toplam EMK Etkinliği (dB)		
	En Yüksek Değer	En Düşük Değer	Ortalama Değer	En Yüksek Değer	En Düşük Değer	Ortalama Değer	En Yüksek Değer	En Düşük Değer	Ortalama Değer
PBT	2,7	0,6	1,5	1,2	0,6	0,8	3,7	1,2	2,3
10KE-PBT	3,4	1,7	2,8	39,0	26,2	34,8	41,6	29,1	37,6
20KE-PBT	6,6	3,7	5,5	41,8	34,9	38,0	47,5	41,2	43,5
30KE-PBT	7,0	3,7	5,8	46,9	39,7	42,6	52,3	45,8	48,4
10NiKE-PBT	5,8	3,0	4,1	15,0	10,7	12,7	20,2	14,4	16,8
20NiKE-PBT	6,7	3,4	5,4	42,9	35,6	38,7	47,5	41,8	44,1
30NiKE-PBT	7,8	3,7	6,2	54,2	44,4	49,8	60,7	49,8	56,0
10TiO2NiKE-PBT	7,0	1,2	3,9	12,4	6,4	9,3	18,3	8,0	13,2
20TiO2NiKE-PBT	6,3	2,8	4,9	41,4	26,6	32,4	46,0	32,4	37,3
30TiO2NiKE-PBT	7,7	3,8	6,2	55,3	44,2	49,0	61,5	50,7	55,1



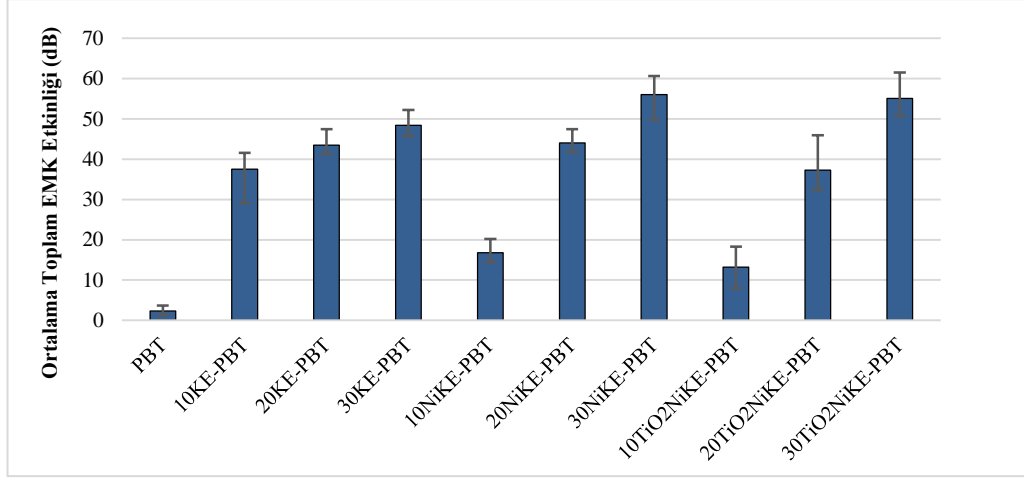
Şekil 3.72 : 1. gruptaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki toplam EMK etkinliği.



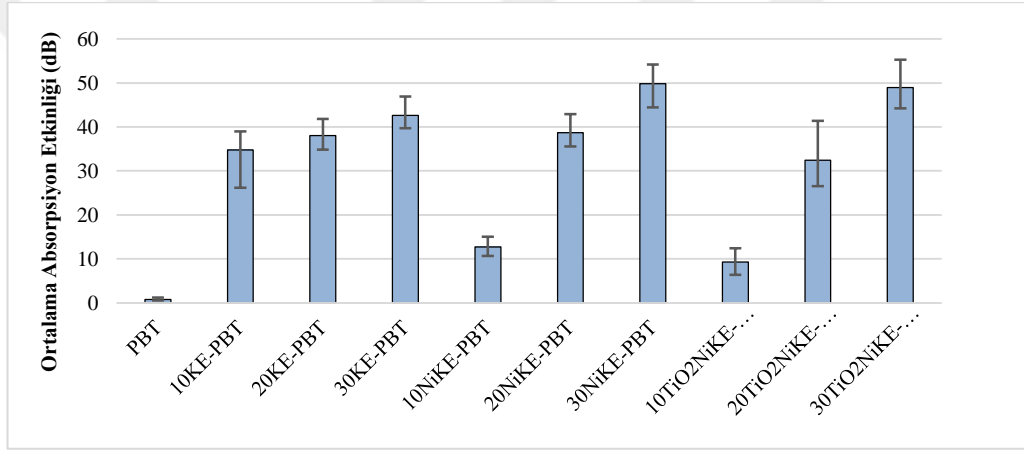
Şekil 3.73 : 1. gruptaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki absorpsiyon etkinliği.



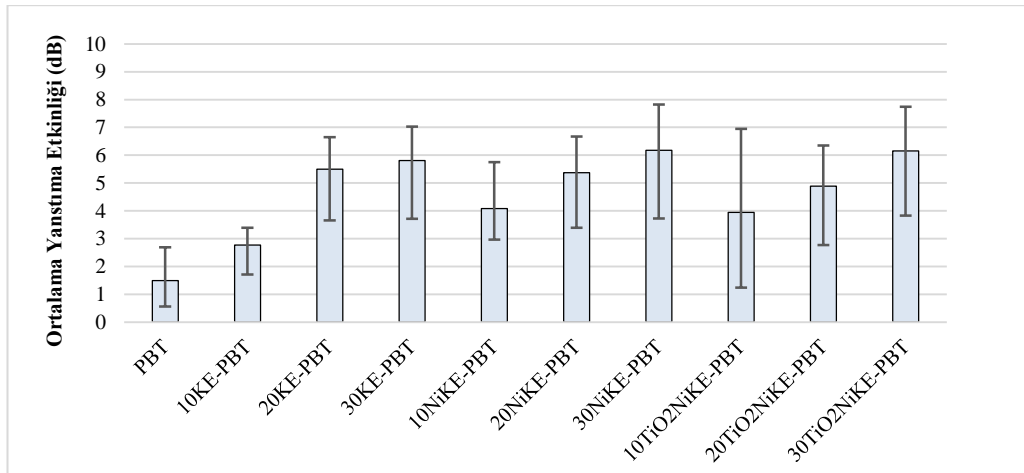
Şekil 3.74 : 1. gruptaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki yansıtma etkinliği.



Şekil 3.75 : 1. gruptaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki ortalama toplam EMK etkinliği bar grafiği.



Şekil 3.76 : 1. gruptaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki ortalama absorpsiyon etkinliği bar grafiği.



Şekil 3.77 : 1. gruptaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki ortalama yansıtma etkinliği bar grafiği.

3.6 Grup 2: TiO₂ Kaplanmış PBT ile Üretilmiş Kompozitlerin Özelliklerinin İncelenmesi

TiO₂ nanopartiküllerinin etkisini daha detaylı incelemek için daha yüksek miktarda TiO₂ içeren kompozitler üretilmiştir. Ayrıca TiO₂ nanopartiküllerinin bulunduğu yerin (matriste veya kaplamada) EMK üzerine etkisini incelemek için TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaf katkılı kompozitler ile karşılaştırılmıştır. TiO₂ nanopartiküllerinin EMK etkinliği üzerindeki olumlu etkisi sayesinde, düşük miktarda elyaf katkısı ile yüksek EMK etkinliği elde edileceği ön görüldüğünden; 1. grup kompozitlerinde ortalama EMK etkinliğine sahip %20 katkı oranı seçilmiştir. 2. grupta üretilen PBT kompozitler ağırlıkça %20 oranında elyaf, %1 ve %3 oranında TiO₂ katkısı ile üretilmiştir.

3.6.1 Kompozitlerdeki katkı miktarının tayini

2. gruptaki kompozitlerin kül tayini sonuçları Çizelge 3.27'de verilmiştir. Üretimde eklenen katkı miktarlarına yakın sonuçlar elde edilmiştir. Standart sapma değerlerinin düşük olması homojen karışım elde edildiğini göstermektedir.

Çizelge 3.27 : 2. gruptaki kompozitlerin kül tayini sonuçları.

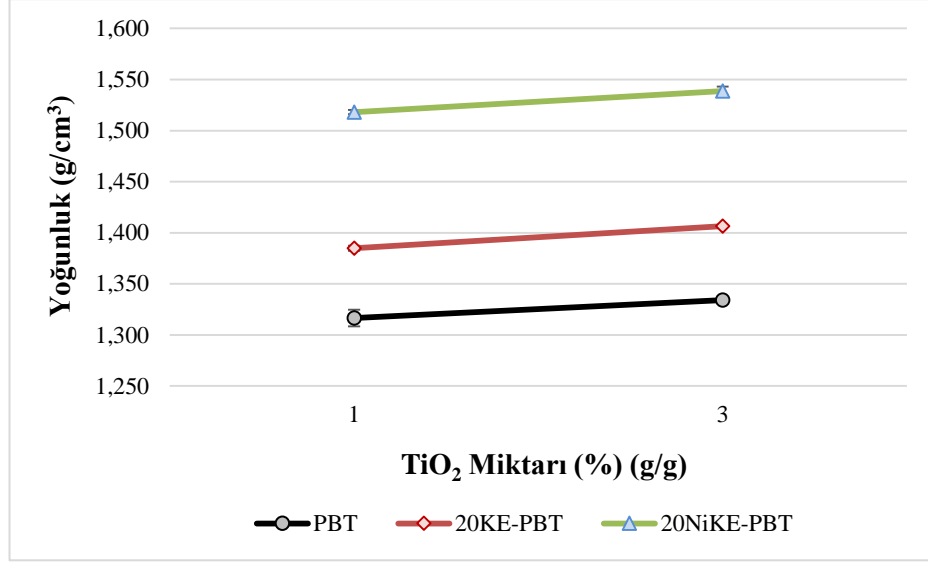
TiO ₂ Miktarı	Kül Miktarı (%)	
	%1	%3
PBT	1,18 ± 0,01	3,02 ± 0,00
Karbon elyaf-PBT	18,00 ± 0,26	20,83 ± 0,34
Nikel kaplanmış karbon elyaf-PBT	19,86 ± 0,08	21,45 ± 0,27

3.6.2 Yoğunluk tayini

Ağırlıkça %20 oranında karbon elyaf ve nikel kaplı karbon elyaf içeren 2. gruptaki kompozitlerin yoğunluk değerleri Çizelge 3.28'de verilmiştir. Katkı tipine ve TiO₂ miktarına göre yoğunluk değerleri grafiği Şekil 3.78'de verilmiştir. Kompozitlerin yoğunluğu, TiO₂ miktarı ile doğru orantılı olarak artmıştır.

Çizelge 3.28 : 2. gruptaki kompozitlerin yoğunluk ölçüm sonuçları.

TiO ₂ Miktarı	Yoğunluk (g/cm ³)	
	%1	%3
PBT	1,317 ± 0,002	1,334 ± 0,000
Karbon elyaf-PBT	1,385 ± 0,001	1,406 ± 0,001
Nikel kaplanmış karbon elyaf-PBT	1,518 ± 0,004	1,539 ± 0,004



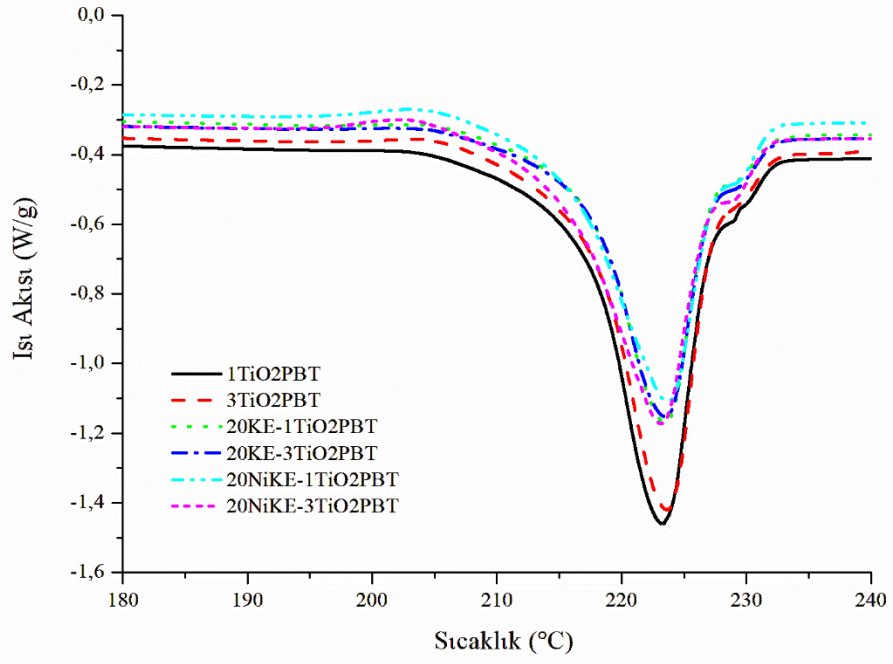
Şekil 3.78 : 2. gruptaki kompozitlerin TiO₂ miktarına göre yoğunluk grafiği.

3.6.3 Termal özellikler

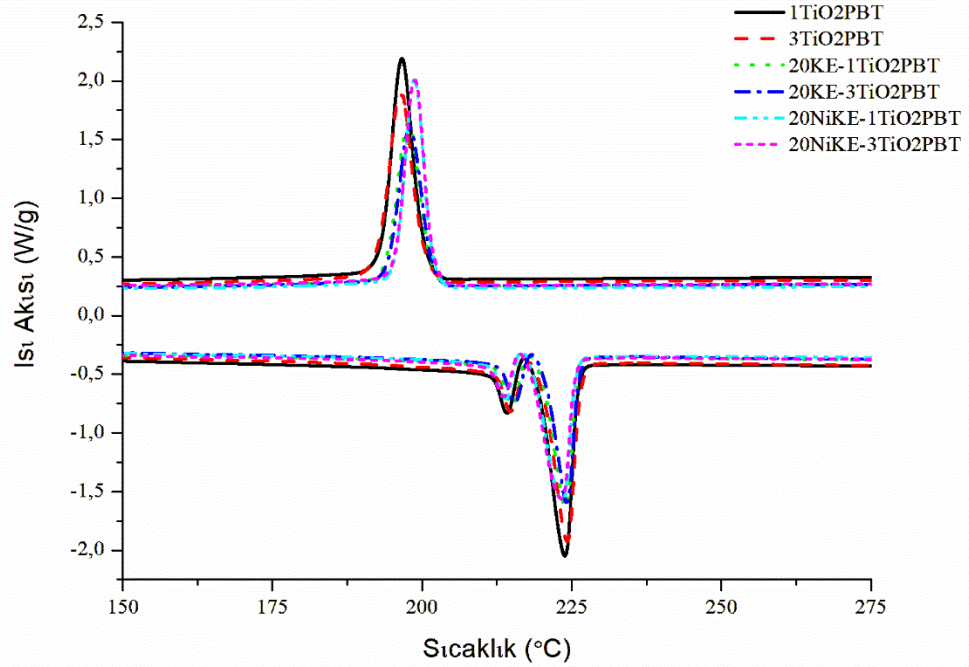
3.6.3.1 DSC analiz sonuçları

2. grupta üretilen kompozitlere ait 1. adım erime DSC grafiği Şekil 3.79, 2. adım kristallenme ve 3. erime DSC grafiği Şekil 3.80'de verilmiştir. DSC analiz sıcaklık sonuçları Çizelge 3.29 ve entalpi sonuçları 3.30'da verilmiştir. Kompozitlerin kristalinite oranı bar grafiği Şekil 3.81'de verilmiştir.

TiO₂ nanopartiküllerinin kompozitlerin erime davranışına etkisi incelenmiştir. TiO₂ nanopartikülleri katkılı kompozitlerin erime ve kristallenme sıcaklıklarında önemli oranda bir değişiklik görülmemiştir [203, 204]. 1. adım ve 3. adım kristalinite oranları incelendiğinde, elyaf içermeyen ve karbon elyaf içeren kompozitlerde, TiO₂ oranının artmasıyla, kristalinite oranı düşerken; nikel kaplanmış karbon elyaf katkılı kompozitlerde kristalinite oranı artmıştır. Yüksek yüzey alanına sahip TiO₂ nanopartikülleri ve kaplamasız karbon elyaflar, PBT polimer zincirlerinin arasına girerek, zincirlerin paketlenmesini engellemektedir. Ancak karbon elyafa göre en/boy oranı daha fazla olan nikel kaplanmış karbon elyaflar ile birlikte bulunduğu TiO₂ nanopartikülleri, çekirdekleştirici ajan olarak davranarak kristal oluşumuna ve büyümesine katkıda bulunmaktadır [209-212]. Ayrıca düşük sıcaklıkta eriyen α kristallerine göre, yüksek sıcaklıkta eriyen β kristallerinin oranı daha fazla artmıştır. β kristallerinin oranının daha fazla olması, daha yoğun ve büyük kristallerin oluştuğunu göstermektedir [238].



Şekil 3.79 : 2. gruptaki kompozitlerin 1. adımı (erime) ait DSC grafikleri.



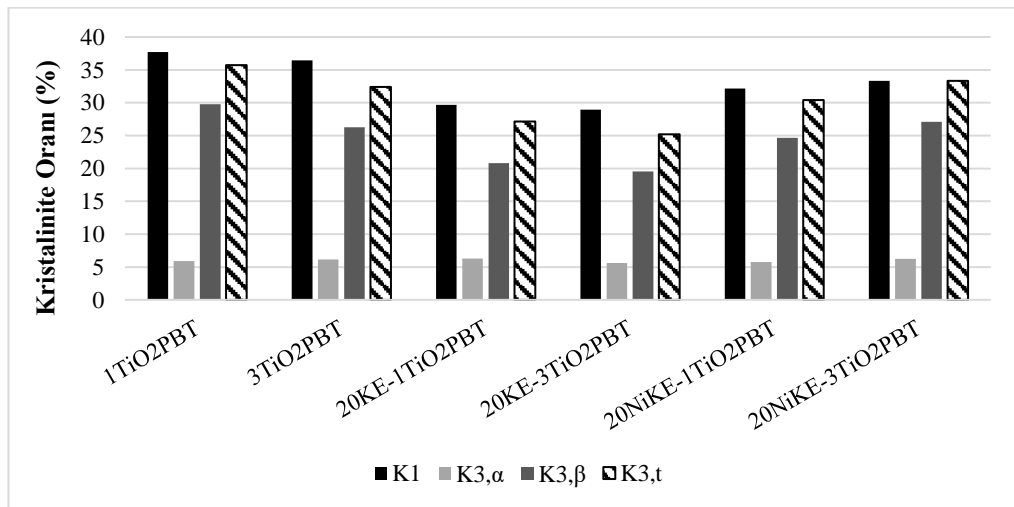
Şekil 3.80 : 2. gruptaki kompozitlerin 2. adım (kristallenme) ve 3. adımı (erime) ait DSC grafikleri.

Çizelge 3.29 : 2. gruptaki kompozitlerin DSC analizi hal değişim sıcaklıkları (°C).

	1. Adım Erime Sıcaklığı (Onset) $T_{m1,o}$	1. Adım Erime Sıcaklığı (Pik) $T_{m1,p}$	2. Adım Kristalizasyon Sıcaklığı (Onset) $T_{c,o}$	2. Adım Kristalizasyon Sıcaklığı (Pik) $T_{c,p}$	3. Adım Erime Sıcaklığı (Onset) $T_{m2,\alpha,o}$	3. Adım Erime Sıcaklığı (pik) $T_{m2,\alpha,p}$	3. Adım Erime Sıcaklığı (Onset) $T_{m2,\beta,o}$	3. Adım Erime Sıcaklığı (Pik) $T_{m2,\beta,p}$
1TiO2PBT	216,69	223,29	200,19	196,63	211,67	214,22	219,30	223,83
3TiO2PBT	216,80	223,63	200,25	196,38	212,21	214,80	219,97	224,23
20KE-1TiO2PBT	216,85	223,52	201,38	197,70	212,50	215,07	219,93	223,98
20KE-3TiO2PBT	216,81	223,51	201,62	197,96	212,93	215,44	220,31	224,11
20NiKE-1TiO2PBT	214,73	223,67	201,70	198,72	211,38	213,98	218,39	223,36
20NiKE-3TiO2PBT	214,34	223,11	201,81	198,90	210,88	213,60	218,16	223,31

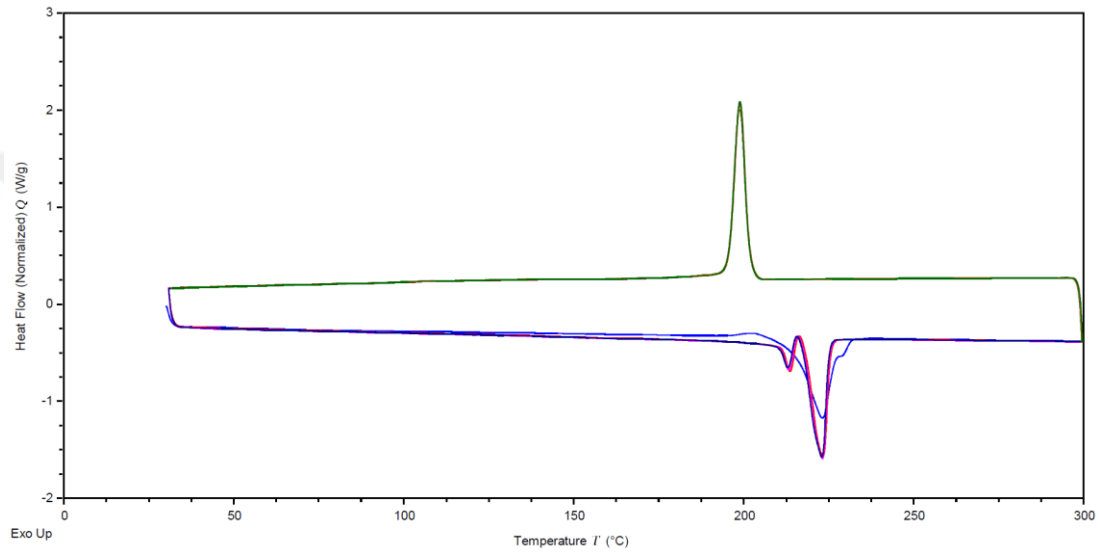
Çizelge 3.30 : 2. gruptaki kompozitlerin DSC analizi entalpi değerleri ve kristalinite oranları.

	1. Adım Entalpi ΔH_{m1} (J/g)	Kristalinite Oranı K_1 (%)	2. Adım Entalpi ΔH_{k2} (J/g)	3. Adım Entalpi $\Delta H_{m2,\alpha}$ (J/g)	Kristalinite Oranı $K_{3,\alpha}$ (%)	3. Adım Entalpi $\Delta H_{m2,\beta}$ (J/g)	Kristalinite Oranı $K_{3,\beta}$ (%)	Toplam Kristalinite $K_{3,t}$ (%)
1TiO2PBT	53,521	37,69	50,884	8,4140	5,93	42,305	29,79	35,72
3TiO2PBT	51,720	36,42	48,077	8,7049	6,13	37,278	26,25	32,38
20KE-1TiO2PBT	42,152	29,68	38,645	8,9709	6,32	29,541	20,80	27,12
20KE-3TiO2PBT	41,123	28,96	36,942	7,9950	5,63	27,753	19,54	25,17
20NiKE-1TiO2PBT	45,637	32,14	44,219	8,2030	5,78	34,993	24,64	30,42
20NiKE-3TiO2PBT	47,348	33,34	43,566	8,8446	6,23	38,480	27,10	33,33



Şekil 3.81 : 2. gruptaki kompozitlerin TiO₂ miktarına göre kristalinite oranı bar grafiği.

Ayrıca, üretilen kompozitlerin geri-dönüştürülebilirliğini analiz etmek için, 20NiKE-2TiO₂PBT kompozitine 4 çevrimli DSC testi gerçekleştirilmiştir. DSC grafiği Şekil 3.82’de verilmiştir. Kompozitin erime ve kristallenme sıcaklıklarında ve pik şiddetlerinde önemli bir değişiklik bulunmamaktadır. 1. çevrim sonundaki kristalinite oranı %33,33 iken 4. çevrim sonundaki kristalinite oranı %33,35’tir. Bu sonuç, kompozitin erime davranışında herhangi bir farklılık olmadığını, dolayısıyla üretilen TiO₂ nanopartikülleri ve nikel kaplanmış karbon elyaf içeren PBT kompozitlerin geri dönüştürülerek tekrarlı kullanılabilceğini göstermektedir.



Şekil 3.82 : 30TiO₂NiKE-PBT’nin 4 çevrimli DSC grafiği.

3.6.3.2 Termogravimetrik analiz sonuçları

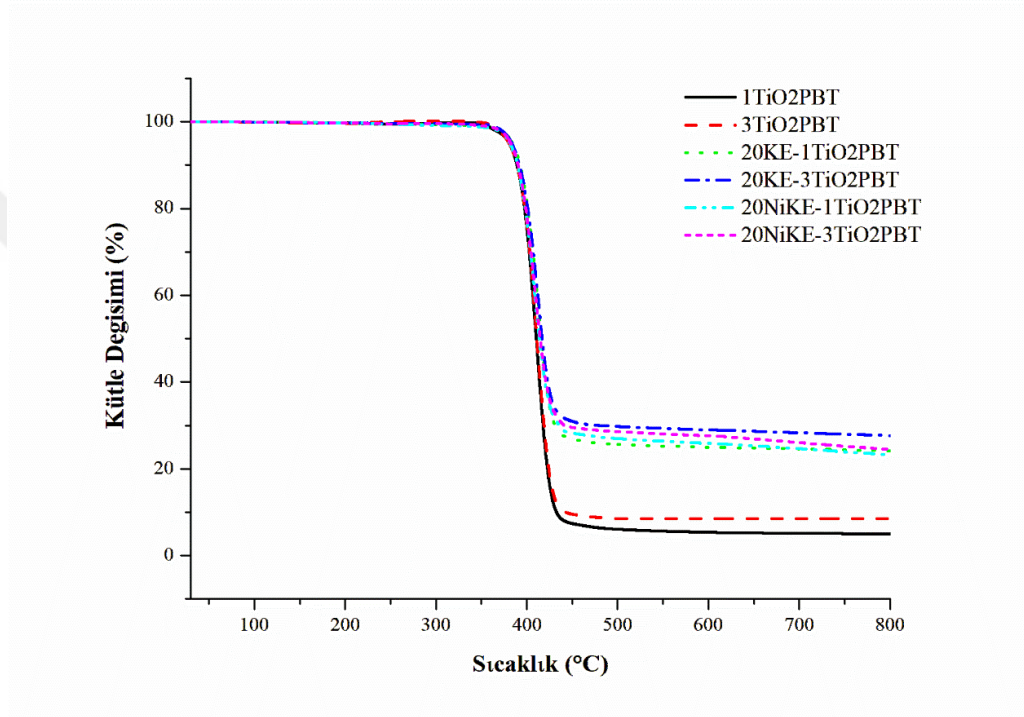
2. grupta üretilen tüm kompozitlere ait TGA grafikleri Şekil 3.83’te verilmiştir. Üretilen kompozitlerin TGA analiz sonuçları Çizelge 3.31’de verilmiştir.

TiO₂ katkısının, bozunma başlangıç sıcaklığını arttırırken (Şekil 3.84); bozunma bitiş sıcaklığını düşürdüğü (Şekil 3. 85) görülmektedir. TiO₂ katkısı, yüksek termal dayanım özelliği ile kompozitlerin termal dayanımını iyileştirmiştir [215, 216].

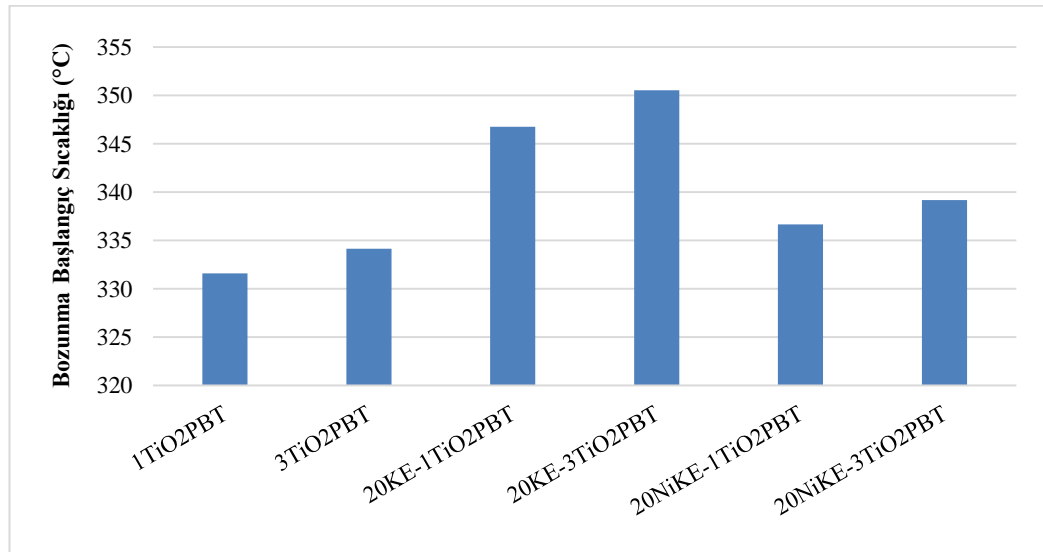
Kalıntı oranları karşılaştırıldığında ise, kompozitlerin katkı oranları ile orantılı sonuçlar elde edilmiştir. Yakma sonrası kalıntı miktarları da kompozitlerde bulunan inorganik katkıların (TiO₂ ve Nikel) miktarları ile orantılıdır.

Çizelge 3.31 : 2. gruptaki kompozitlerin termogravimetrik analiz sonuçları.

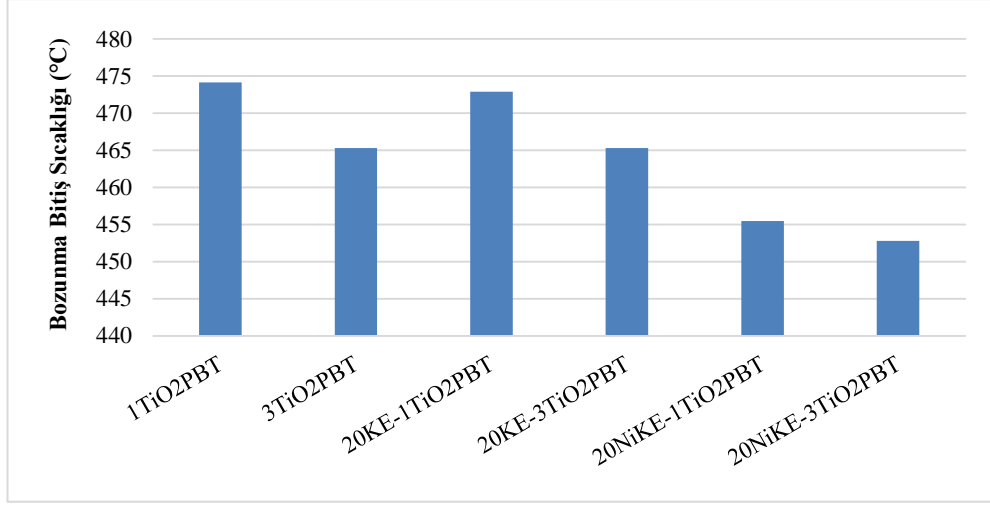
	Bozunma Başlangıç Sıcaklığı (°C)	Bozunma Pik Sıcaklığı (°C)	Bozunma Bitiş Sıcaklığı (°C)	Bozunma Bitiş Sıcaklığındaki Kalıntı (%)	800 °C'deki Kalıntı (%)
1TiO2PBT	331,61	411,08	474,14	6,54	4,99
3TiO2PBT	334,14	408,55	465,30	9,09	7,17
20KE-1TiO2PBT	346,75	414,86	472,88	26,01	24,20
20KE-3TiO2PBT	350,53	413,60	465,31	30,03	27,69
20NiKE-1TiO2PBT	336,66	408,55	455,45	28,12	23,30
20NiKE-3TiO2PBT	339,18	408,55	452,72	29,30	24,51



Şekil 3.83 : 2. gruptaki kompozitlerin TGA grafikleri.



Şekil 3.84 : 2. gruptaki kompozitlerin TGA bozunma başlangıç sıcaklıkları.



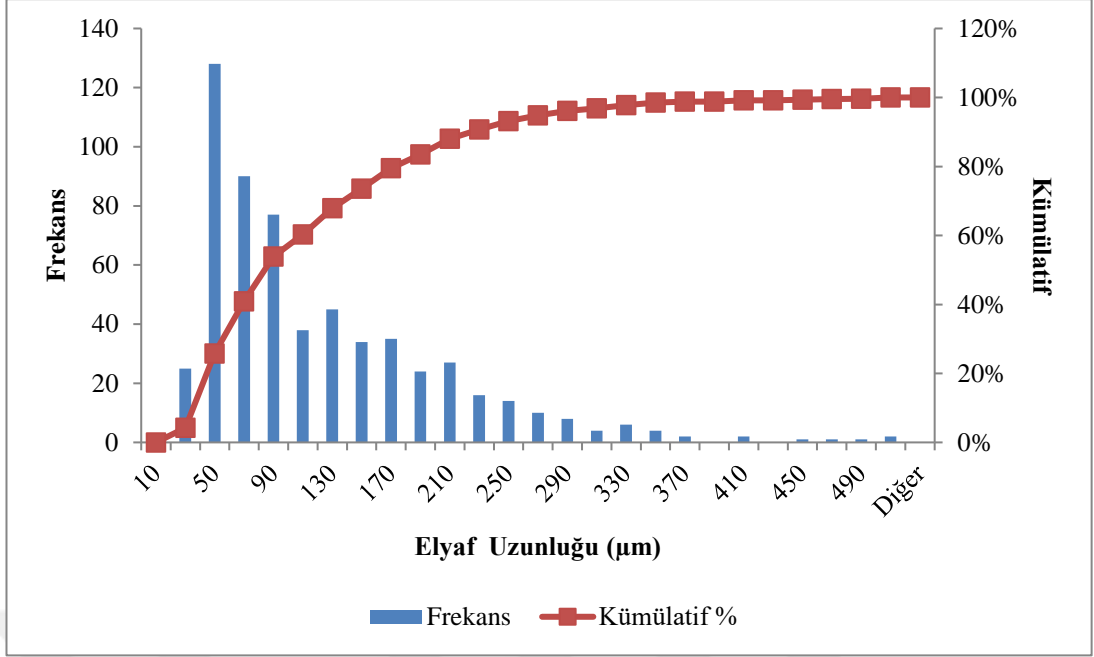
Şekil 3.85 : 2. gruptaki kompozitlerin TGA bozunma bitiş başlangıç sıcaklıkları.

3.6.4 Kompozitlerdeki elyaf uzunluk dağılımı analiz sonuçları

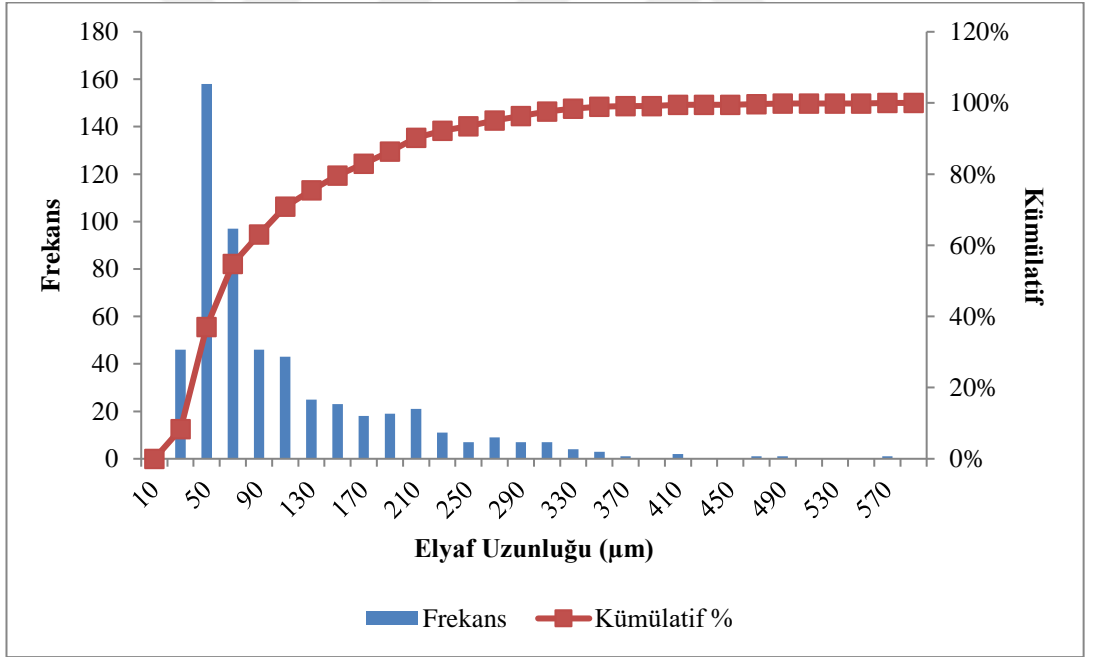
Kompozitlere ait elyaf uzunluk ölçüm sonuçları Çizelge 3.32’de verilmiştir. Kompozitlere ait histogram grafikleri Şekil 3.86, 3.87, 3.88, 3.89’da, kümülatif dağılım grafikleri Şekil 3.90’da verilmiştir. Karbon elyaf içeren kompozitlerde, matristeki TiO₂ nanopartiküllerinin oranı arttıkça elyaf uzunluğu düşmüştür. Bu durum, TiO₂ nanopartiküllerinin PBT zincirlerinin arasına girerek PBT zincirlerinin hareketini kısıtlamasıyla eriyik viskozitesini arttırması [239] ve dolayısıyla elyafların daha yüksek tork kuvvetine maruz kalmasından kaynaklanmaktadır. Junaedi ve ark. çift vidalı ekstrüder ve enjeksiyon kalıplama yöntemleriyle ürettikleri %10 oranında kısa karbon elyaf (ortalama uzunluk 150 µm) takviyeli PP kompozitlere %5 oranında TiO₂ eklediklerinde ortalama elyaf uzunluğu 115 µm’den 107 µm’ye düşmüştür [240]. Nikel kaplanmış karbon elyaf katkılı kompozitlerde ise TiO₂ oranının artmasıyla elyaf uzunluğu artmıştır. Nikel kaplaması karbon elyafların kırılmaya dayanımını arttırdığından, TiO₂ oranının artışıyla birlikte eriyik viskozitesinin artmasına rağmen elyafların kırılmasını önlemiştir.

Çizelge 3.32 : 2. gruptaki kompozitlerin elyaf uzunluk dağılımı analiz sonuçları.

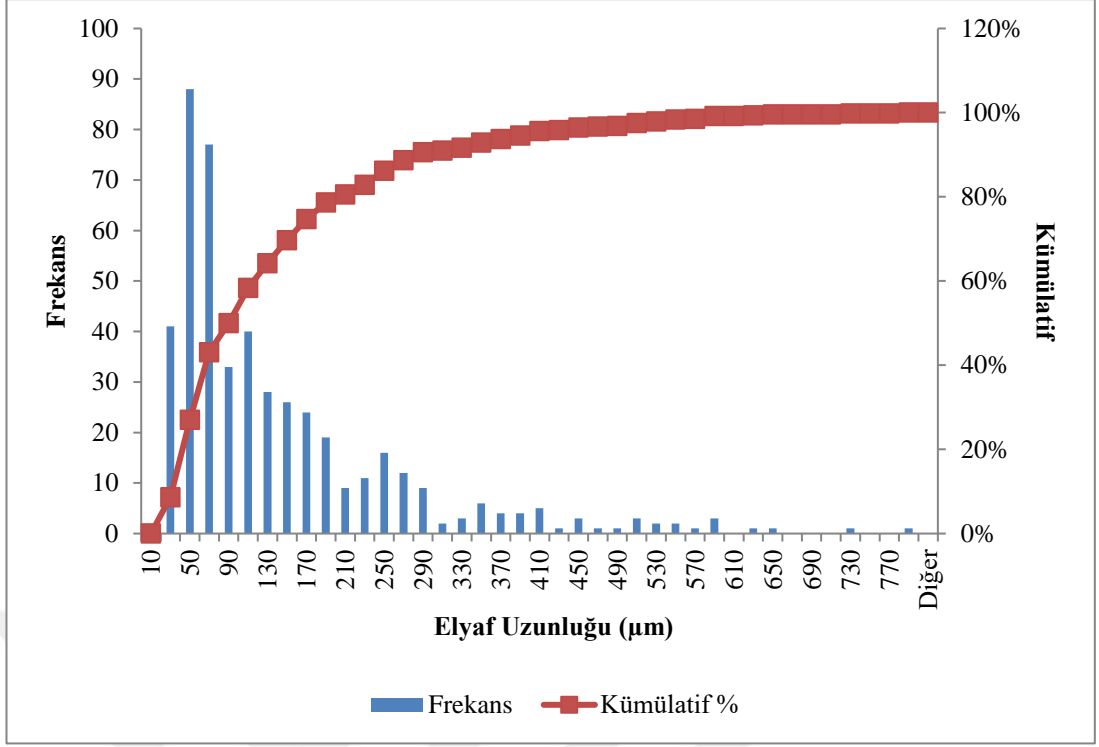
	Ortalama Uzunluk (µm)	Ağırlıklı Ortalama Uzunluk (µm)	Lp/Ln	En büyük Uzunluk (µm)	En küçük Uzunluk (µm)
20KE-1TiO2PBT	112,18 ± 82,35	172,53	1,54	715,10	28,99
20KE-3TiO2PBT	96,85 ± 81,08	164,61	1,70	566,92	14,43
20NiKE-1TiO2PBT	132,80 ± 125,58	251,30	1,89	786,23	16,99
20NiKE-3TiO2PBT	155,41 ± 133,41	269,64	1,74	976,73	29,43



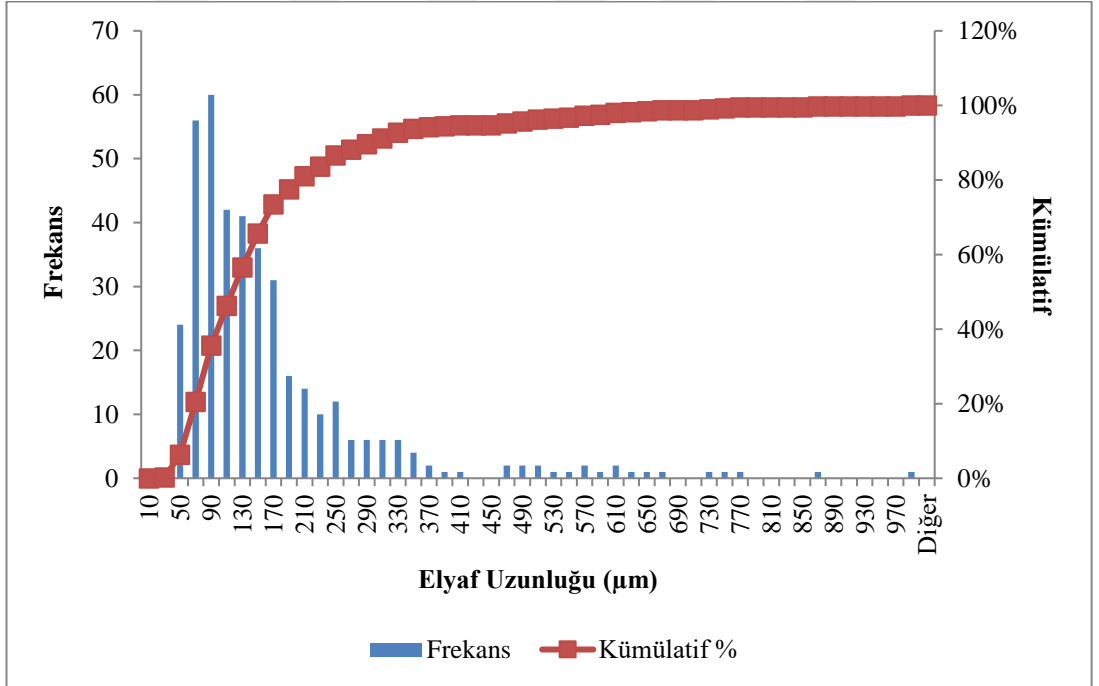
Şekil 3.86 : 20KE-1TiO₂PBT kompozitinde bulunan elyaf ölçümlerine ait histogram grafiği.



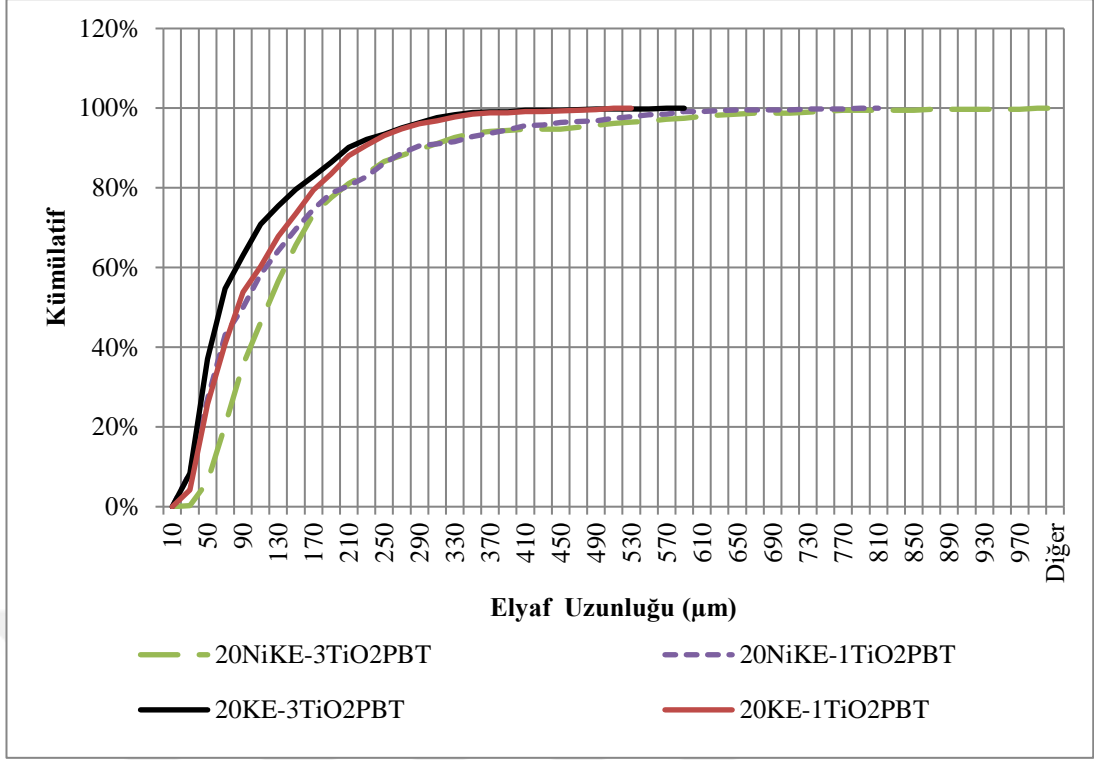
Şekil 3.87 : 20KE-3TiO₂PBT kompozitinde bulunan elyaf ölçümlerine ait histogram grafiği.



Şekil 3.88 : 20NiKE-1TiO₂PBT kompozitinde bulunan elyaf ölçümlerine ait histogram grafiği.



Şekil 3.89 : 20NiKE-3TiO₂PBT kompozitinde bulunan elyaf ölçümlerine ait histogram grafiği.



Şekil 3.90 : 2. gruptaki kompozitlerde bulunan elyaf ölçümlerine ait kümülatif dağılım grafikleri.

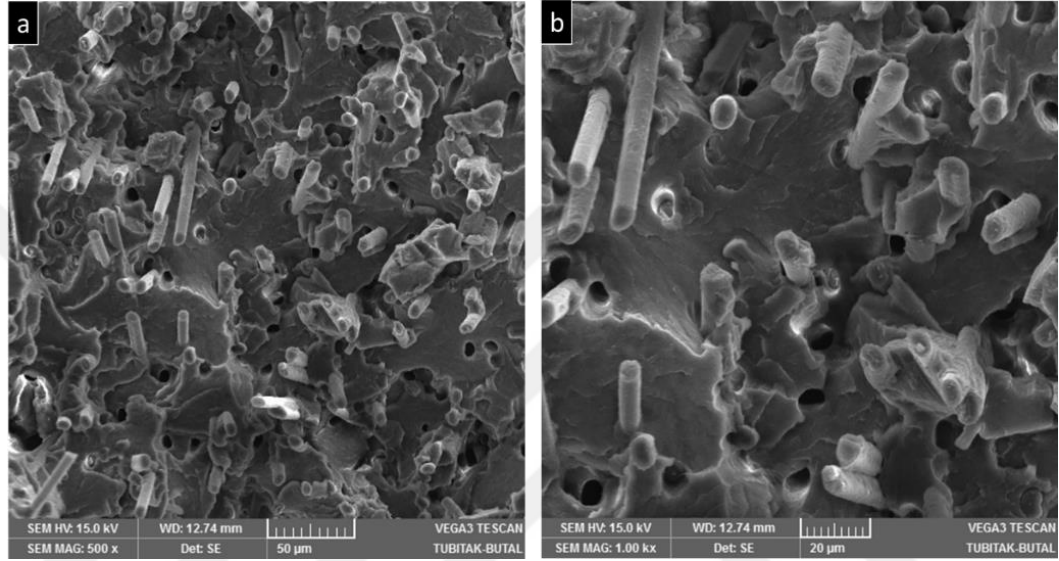
3.6.5 Kompozitlerin SEM görüntüleri - Fraktografi (Kırık yüzey analizi)

Çekme testi gerçekleştirilmiş numunelerin kırık yüzeylerinin SEM görüntüleri alınmıştır. Karbon elyaf ve TiO_2 katkılı kompozitlere ait SEM görüntüleri Şekil 3.91, 3.92'de verilmiştir. Nikel kaplanmış karbon elyaf ve TiO_2 katkılı kompozitlere ait SEM görüntüleri Şekil 3.93, 3.94'te verilmiştir.

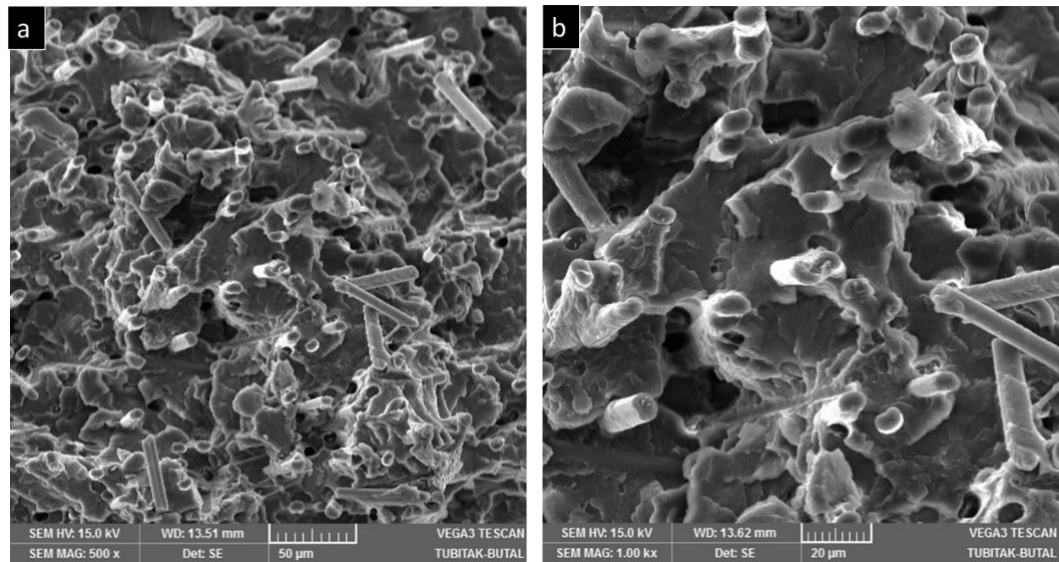
Karbon elyaf katkılı kompozitlerde, TiO_2 oranından bağımsız olarak, elyaflar homojen dağılmıştır. Nikel kaplanmış karbon elyaf içeren kompozitlerde; TiO_2 oranından bağımsız olarak, elyafların rastgele dağıldığı, gruplar halinde bulunan elyafların fazla olduğu görülmektedir. Bu durum, TiO_2 nanopartiküllerinin PBT zincirlerinin arasına girerek PBT zincirlerinin hareketini kısıtlamasıyla eriyik viskozitesini arttırması [239] ve dolayısıyla elyafların ayrılamamasına sebep olmuştur. Nikel kaplanmış karbon elyaf katkılı kompozitlerde elyafların rastgele yönlendiği görülmektedir [120].

Tüm kompozitler için elyaf, TiO_2 ve PBT matrisin ara yüzey etkileşiminin iyi olduğu, ara yüzeylerde boşluk olmamasından ve elyaf çıkışları görülmesine rağmen elyaf kopuşlarının daha fazla olmasından anlaşılmaktadır [175, 218].

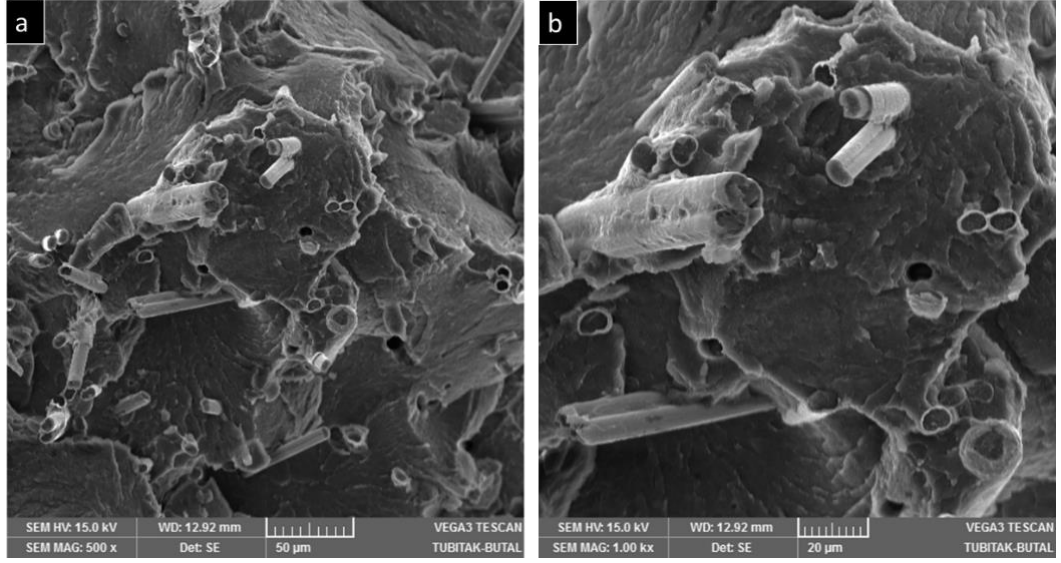
Duan ve ark. TiO_2 'i toz haldeki PP ile karıştırmış sonrasında nikel kaplanmış cam elyaf ile birlikte tork reometre ve sıcak pres ile kompozitler üretmiştir. SEM görüntülerinde matris içerisinde aglomere olmuş TiO_2 nanoparçacıkları bulunmaktadır [118]. Yoo ve ark. yaptığı çalışmada da benzer bir durum görülmüştür [119]. Bu çalışmada TiO_2 nanopartiküllerinin PBT granüllerine kaplanarak karışımın gerçekleştirilmesi ile tüm kompozitlerde homojen karışım elde edilmiş dolayısıyla matriste aglomere olmuş TiO_2 partikülleri görülmemektedir.



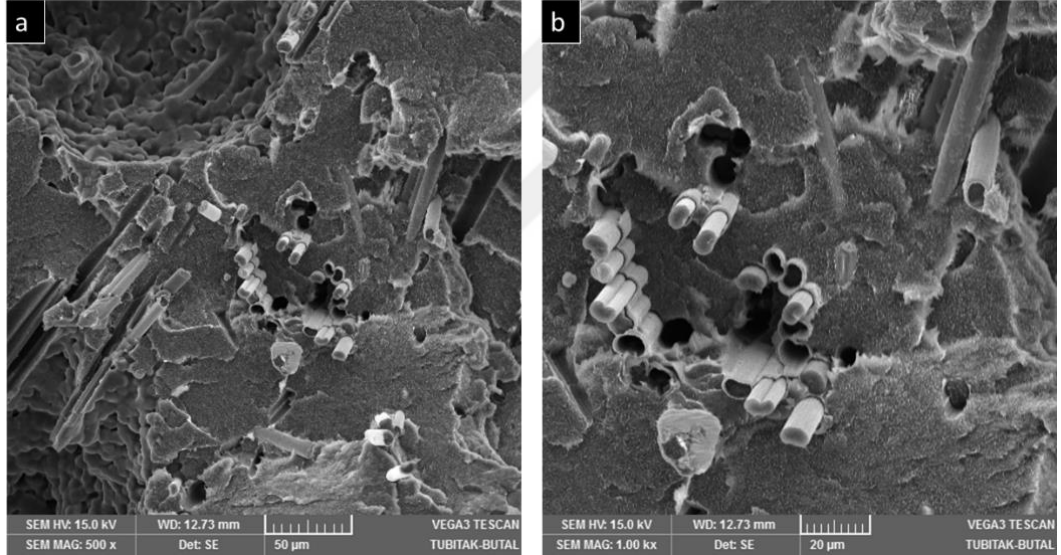
Şekil 3.91 : 20KE-1TiO2PBT kompozitine ait çekme test numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri a) 500x, b) 1000x büyütme.



Şekil 3.92 : 20KE-3TiO2PBT kompozitine ait çekme test numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri a) 500x, b) 1000x büyütme.



Şekil 3.93 : 20NiKE-1TiO₂PBT kompozitine ait çekme test numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri a) 500x, b) 1000x büyütme.



Şekil 3.94 : 20NiKE-3TiO₂PBT kompozitine ait çekme test numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri a) 500x, b) 1000x büyütme.

3.6.6 Mekanik test sonuçları

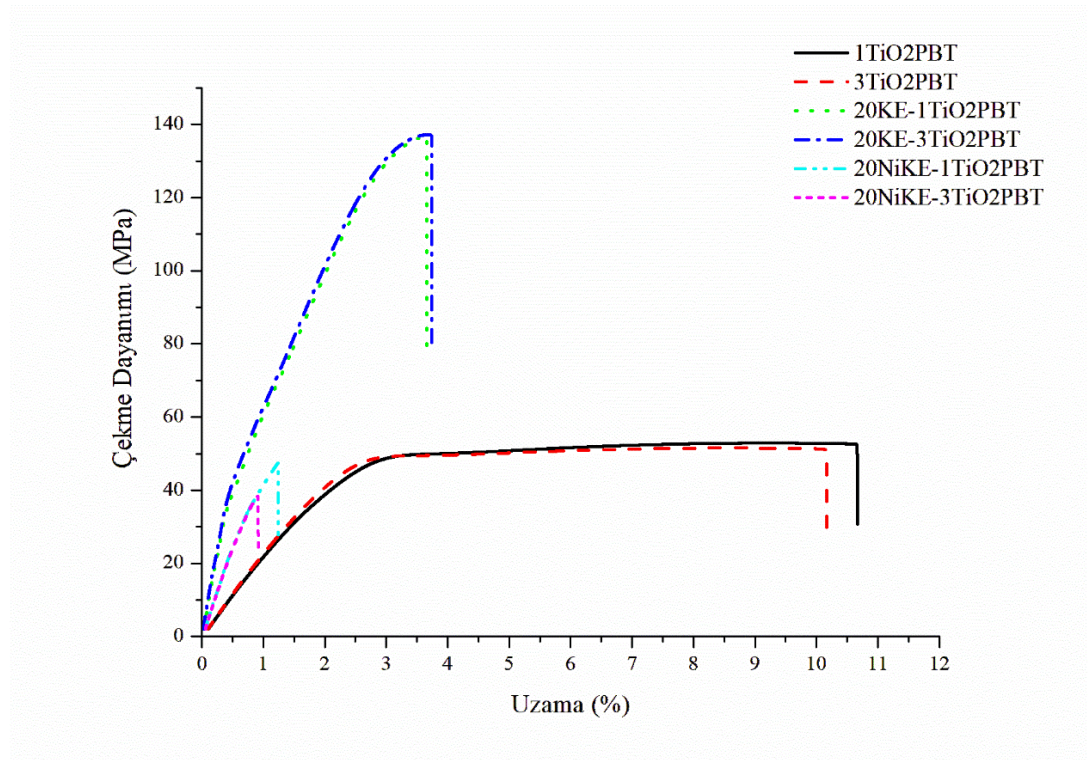
3.6.6.1 Çekme test sonuçları

2. grupta üretilen kompozitlere ait çekme dayanımı-uzama grafikleri Şekil 3.95'te verilmiştir. Çekme dayanımı, uzaması ve modül değerleri Çizelge 3.33'te ve bar grafikleri Şekil 3.96, 3.97, 3.98'de verilmiştir.

Karbon elyaf katkılı kompozitlerin çekme dayanımı, çekme uzaması ve elastisite modülü değerleri, TiO₂ oranı ile değişmezken, TiO₂ katkısı olmayan 1. grupta üretilen

%20 oranında elyaf katkılı kompozitlere göre artmıştır. PBT matrisinde dağılmış TiO_2 nanopartikülleri, matris-karbon elyaf ara yüzey etkileşimini arttırmış dolayısıyla kompoziti daha rijit hale getirmiştir. Junaedi ve ark. çift vidalı ekstrüder ve enjeksiyon kalıplama yöntemleriyle ürettikleri %10 oranında kısa karbon elyaf takviyeli PP kompozitlere %2,5 oranında TiO_2 eklediklerinde çekme dayanımı iyileşmiş ancak TiO_2 oranı %5'e çıkarıldığında, matriste oluşan aglomere olması sebebiyle çekme dayanımı düşmüştür [240].

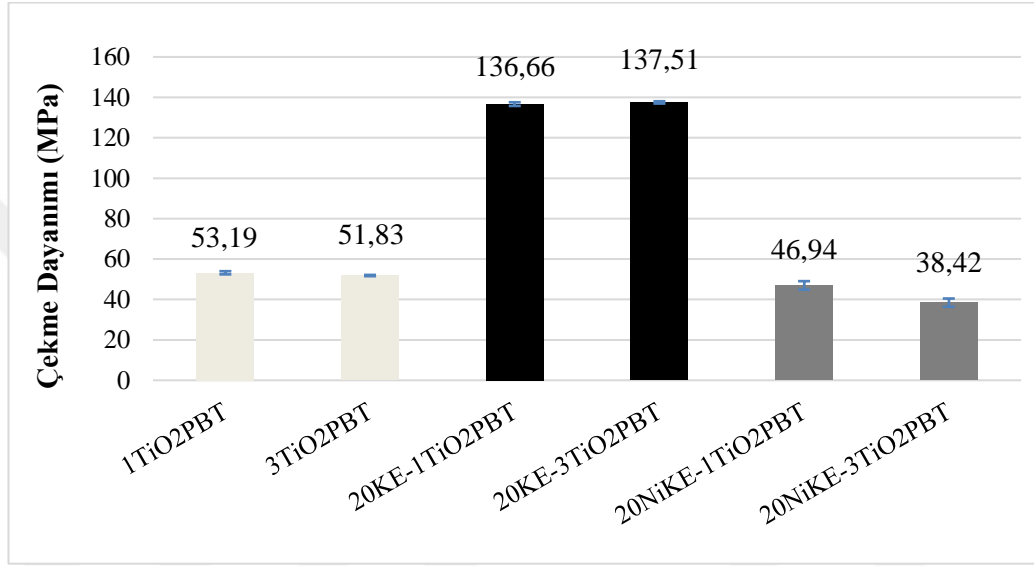
Nikel kaplanmış karbon elyaf içeren kompozitlerde ise, TiO_2 miktarının artmasıyla mekanik özelliklerde düşüş gözlenmiştir. Karbon elyafa göre daha rijit olan kaplamalı karbon elyafların kompozit içerisinde rastgele dağıldığı ve kopuşların bu bölgelerden gerçekleştiği SEM analizleri ile tespit edilmiştir. Literatürde benzer sonuçların elde edildiği çalışmalar mevcuttur [116, 222-224]. Nikel kaplanmış karbon elyaf içeren kompozitlerde TiO_2 oranının artmasıyla, kristalinite oranı da artan TiO_2 -PBT matrisi daha kırılğan hale gelmiş ve uzama oranı düşmüştür. Bu sebeple, elyaf uzunluklarının karbon elyafa göre daha fazla olmasına rağmen çekme dayanımı düşmüştür.



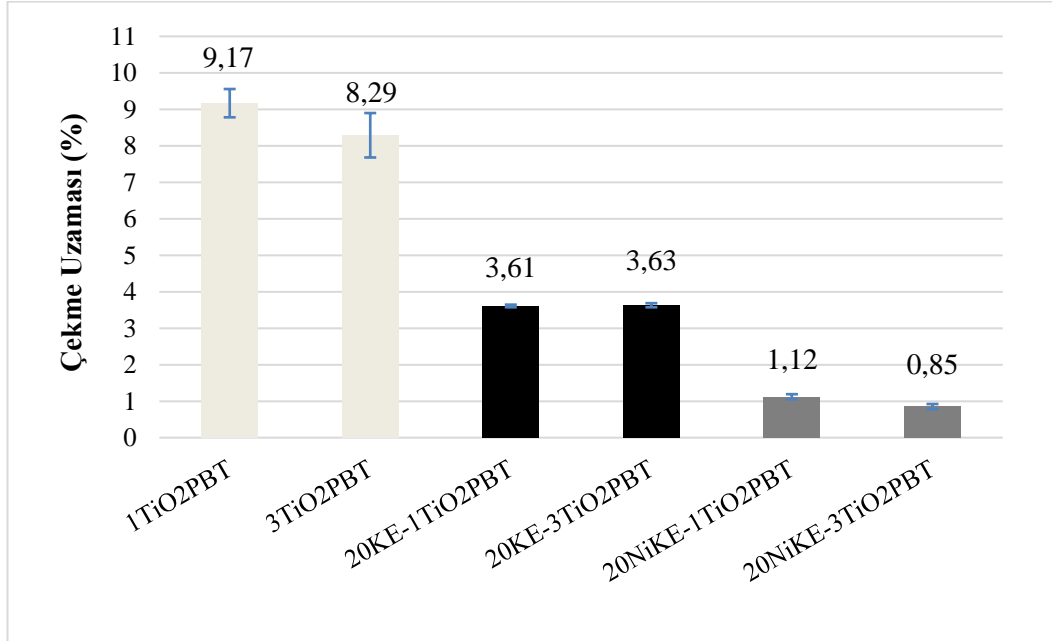
Şekil 3.95 : 2. gruptaki kompozitleri çekme dayanımı-uzama grafiği.

Çizelge 3.33 : 2. gruptaki kompozitlerin çekme test sonuçları.

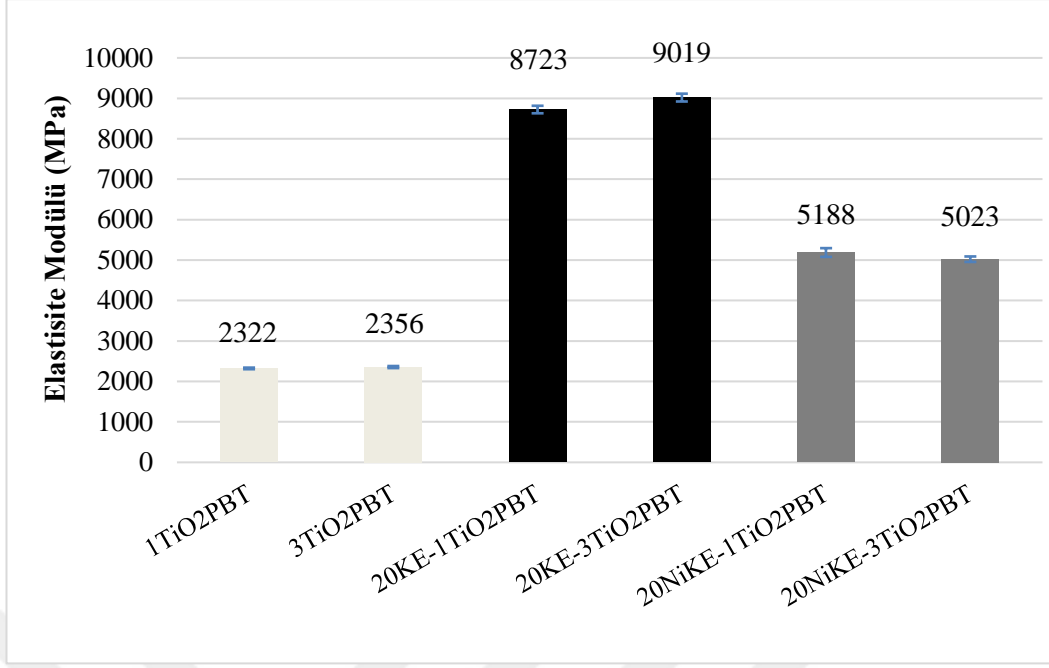
	Çekme Dayanımı (MPa)	Çekme Uzaması (%)	Elastisite Modülü (MPa)
1TiO2PBT	53,19 ± 0,79	9,17 ± 0,39	2322 ± 19,64
3TiO2PBT	51,83 ± 0,312	8,29 ± 0,61	2356 ± 25,41
20KE-1TiO2PBT	136,66 ± 0,91	3,61 ± 0,04	8723 ± 93,02
20KE-3TiO2PBT	137,51 ± 0,57	3,63 ± 0,06	9019 ± 96,51
20NiKE-1TiO2PBT	46,94 ± 2,11	1,12 ± 0,07	5188 ± 108,08
20NiKE-3TiO2PBT	38,42 ± 204	0,85 ± 0,07	5023 ± 67,20



Şekil 3.96 : 2. gruptaki kompozitlerin çekme dayanımı sonuçları.



Şekil 3.97 : 2. gruptaki kompozitlerin çekme uzaması sonuçları.



Şekil 3.98 : 2. gruptaki kompozitlerin elastisite modülü sonuçları.

3.6.6.2 Izod darbe test sonuçları

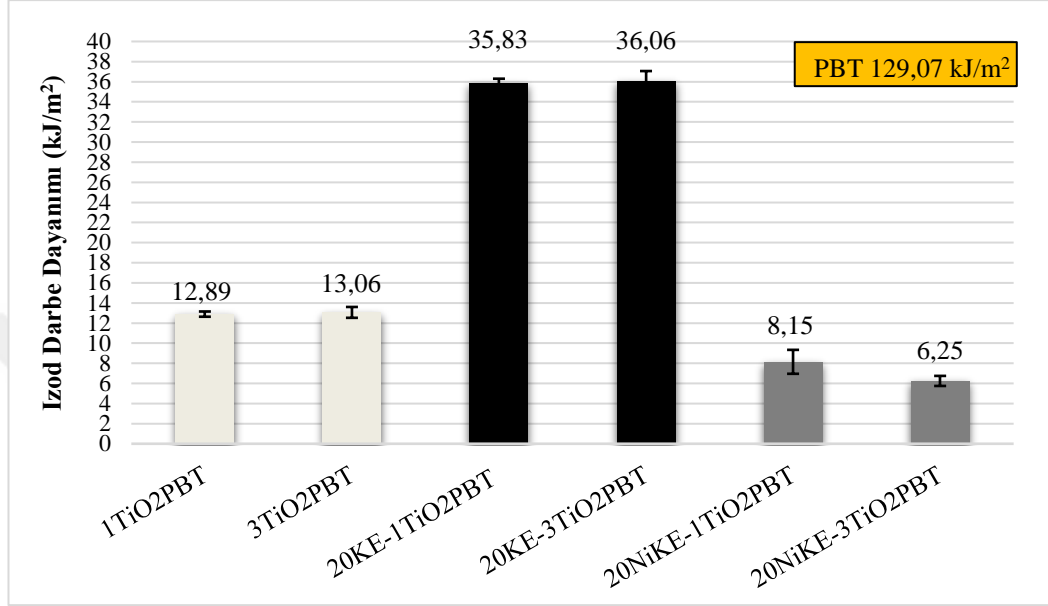
Katkısız PBT ve kompozitlere ait darbe dayanımı değerleri Çizelge 3.34'te ve bar grafiği Şekil 3.99'da verilmiştir. Çekme dayanımı test sonuçlarına benzer sonuçlar elde edilmiştir.

Karbon elyaf katkılı kompozitlerin Izod darbe dayanımı, TiO₂ oranı ile değişmezken, TiO₂ katkısı olmayan 1. gruptaki kompozitlere göre artmıştır. PBT matrisinde dağılmış TiO₂ nanopartikülleri, matris-karbon elyaf ara yüzey etkileşimini arttırmış dolayısıyla kompoziti daha rijit hale getirmiştir. Junaedi ve ark. çift vidalı ekstrüder ve enjeksiyon kalıplama yöntemleriyle ürettikleri kısa karbon elyaf takviyeli PP kompozitlere %5 oranına kadar TiO₂ eklemesinin çentikli Izod darbe dayanımı iyileştirdiğini belirtmişlerdir [240].

Nikel kaplanmış karbon elyaf içeren kompozitlerde ise TiO₂ oranının artmasıyla darbe dayanımında düşüş gözlenmiştir. Karbon elyafa göre daha rijit olan nikel kaplanmış karbon elyafların, kompozit içerisinde rastgele dağılması ve TiO₂-PBT matrisinin yüksek kristalinite oranından dolayı elastik uzamasının düşmesi, darbe dayanımını düşürmüştür [84, 116, 226].

Çizelge 3.34 : 2. gruptaki kompozitlerin Izod darbe dayanımı değerleri.

	1TiO ₂ PBT	3TiO ₂ PBT	20KE-1TiO ₂ PBT	20KE-3TiO ₂ PBT	20NiKE-1TiO ₂ PBT	20NiKE-3TiO ₂ PBT
Izod darbe dayanımı (kJ/m ²)	12,89 ± 0,26	13,06 ± 0,54	35,83 ± 0,47	36,06 ± 1,00	8,15 ± 1,19	6,25 ± 0,50



Şekil 3.99 : 2. gruptaki kompozitlerin Izod darbe dayanımı test sonuçları bar grafiği.

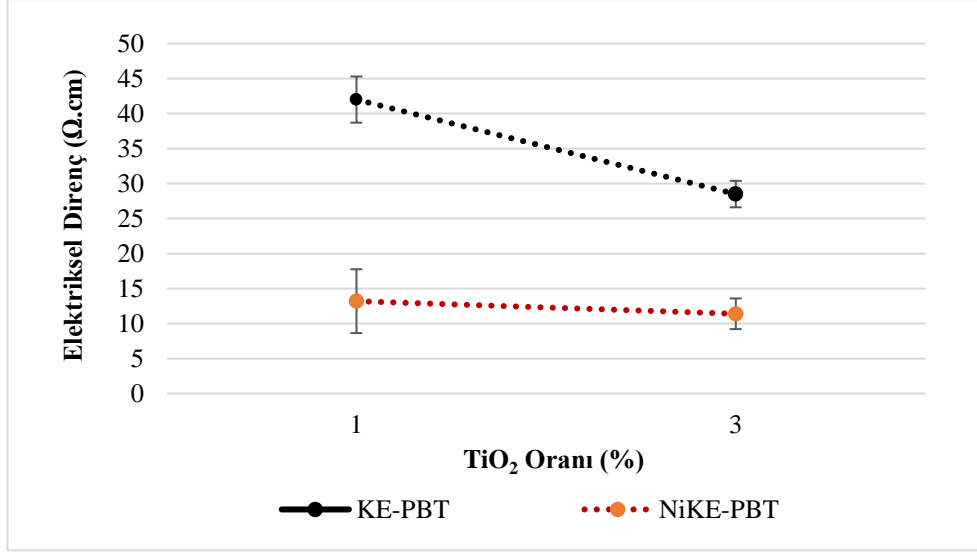
3.6.7 Elektriksel direnç ve manyetik özellikler

Kompozitlere ait ortalama elektriksel direnç ölçüm sonuçları Çizelge 3.35 ve grafiği Şekil 3.100'de verilmiştir. Tüm katkı türleri için, TiO₂ arttıkça elektriksel direnç bir miktar düşmüştür. TiO₂ nanopartikülleri, matriste polarizasyon özelliği sayesinde elektronların iletimini kolaylaştırmıştır.

Nikel kaplanmış karbon elyaf içeren kompozitlerde, manyetik özelliği bulunmayan TiO₂ eklemesine rağmen, 1. gruptaki kompozitlerde olduğu gibi; kompozit plakalar, mıknatısa yaklaştırıldığında, karbon elyaf katkılı kompozitler ile herhangi bir etkileşim olmazken; mıknatısın nikel kaplanmış karbon elyaf katkılı kompozit plakaları çekmesi ile kompozitlerin manyetik özelliğinin olduğu tespit edilmiştir

Çizelge 3.35 : 2. gruptaki kompozitlerin ortalama elektriksel direnç ölçüm sonuçları.

TiO ₂ Miktarı	Elektriksel Direnç (Ω.cm)	
	% 1	% 3
Karbon elyaf-PBT	42,0 ± 3,3	28,5 ± 1,9
Nikel kaplanmış karbon elyaf-PBT	13,2 ± 4,6	11,4 ± 2,2



Şekil 3.100 : 2. gruptaki kompozitlerin TiO₂ oranına göre elektriksel direnç ölçüm sonuçları grafiği.

3.6.8 Elektromanyetik kalkanlama etkinliği sonuçları

3.6.8.1 Düşük (500 MHz- 4 GHz) frekans aralığındaki EMK ölçüm sonuçları

2. grupta üretilen kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki EMK test sonuçları Çizelge 3.36'da ve toplam EMK grafikleri Şekil 3.101, absorpsiyon etkinliği grafikleri Şekil 3.102, yansımaya etkinliği grafikleri ise Şekil 3.103'te verilmiştir. Ayrıca tüm numunelerin ortalama toplam EMK, absorpsiyon, yansıtma değerlerine ait bar grafikleri, sırasıyla Şekil 3.104, Şekil 3.105, Şekil 3.106'da verilmiştir. Bar grafiklerindeki hata çubukları maksimum ve minimum değerleri ifade etmektedir.

Karbon elyaf içeren kompozitlerde, TiO₂ oranı arttıkça EMK etkinliği de artmıştır. Bu sonuç, TiO₂ arttıkça kompozitin elektriksel direncinin düşmesi ile örtüşmektedir (Şekil 3.100).

Nikel kaplanmış karbon elyaf katkılı kompozitlerde ise TiO₂ oranı artışı ile EMK değerinde artış gözlenmemiştir, toplam EMK değerleri birbirine oldukça yakındır. Bu sonuçlar da elektriksel direnç ölçüm sonuçlarıyla örtüşmektedir (Şekil 3.100).

Şekil 3.101 incelendiğinde, 500 MHz - 1 GHz frekans aralığında, TiO₂ miktarı arttıkça EMK etkinliğinin arttığı görülmektedir. 500 MHz'de 20NiKE-1TiO₂PBT kompozitinin ortalama EMK değeri ~4 dB iken, 20NiKE-3TiO₂PBT kompozitinin ortalama EMK değeri ~10 dB'dir. Nikel kaplanmış karbon elyafın EMK etkinliğine etkisi frekans düştükçe düşmektedir. TiO₂ nanopartikülleri katkısı, EM dalgalar ile etkileşimi artırması sayesinde, kompozitlerin düşük frekanslardaki EMK etkinliğini

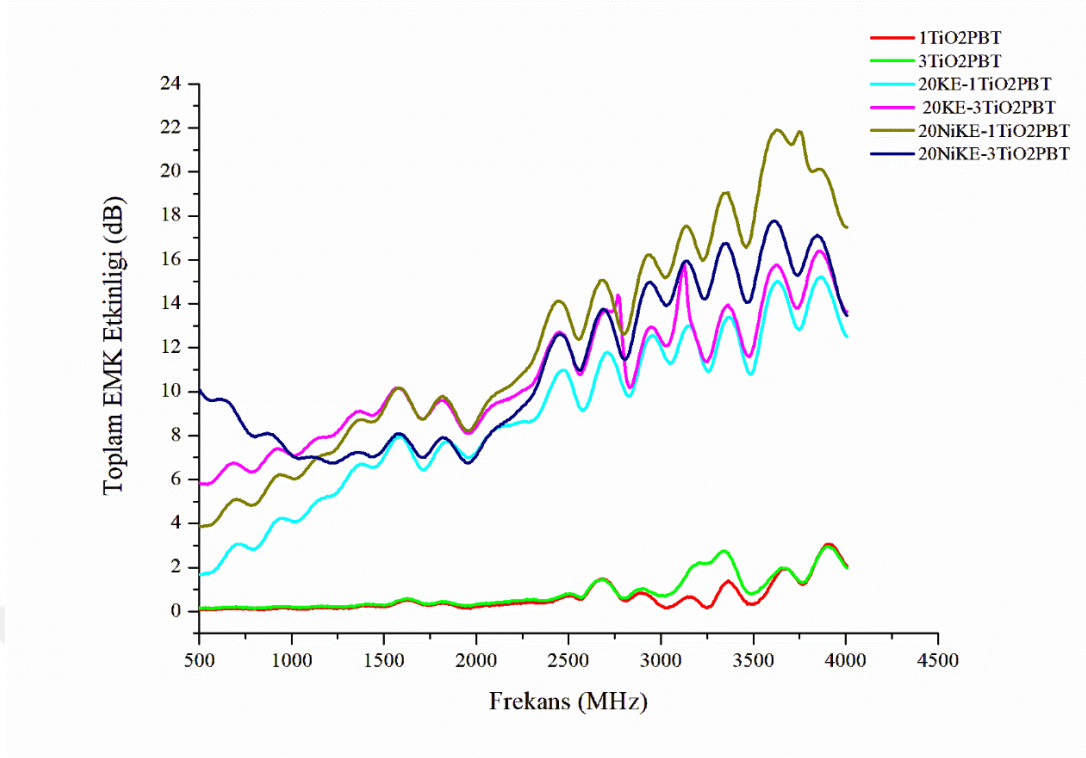
iyileştirmiştir. Literatürde bu konudaki çalışmalarda genellikle 100 MHz - 1,5 GHz frekans aralığında EMK etkinlik ölçümü yapmıştır [119, 120]. Bu çalışmada ise daha geniş frekans aralığındaki EMK etkinlik özellikleri incelenmiştir. Katkı türleri karşılaştırıldığında, 500 MHz ve 3 GHz frekanslarda, NiKE katkılı kompozitlerin toplam EMK etkinliği, KE katkılı kompozitlere göre artış göstermiştir. 500 MHz’de 20KE-3TiO2PBT ortalama toplam EMK değeri 6 dB iken 20NiKE-3TiO2PBT’nin ortalama toplam EMK değeri 10 dB’dir. 3 GHz’de 20KE-3TiO2PBT ortalama toplam EMK değeri 12,2 dB iken 20NiKE-3TiO2PBT’nin ortalama toplam EMK değeri 14,2 dB’dir. Bu durum, 20KE-3TiO2PBT kompozitinde iletim, dipolar polarizasyon mekanizmaları etkin iken; 20NiKE-3TiO2PBT kompozitindeki manyetik özellikteki nikel sayesinde, belirtilen mekanizmalara manyetik rezonans ve manyetik polarizasyon mekanizmalarının da eklenmesiyle daha yüksek EMK etkinliği sağlanmasından kaynaklanmaktadır..

1. grupta üretilen kompozitlerden, içerisinde yaklaşık %1 oranında TiO₂ içeren TiO₂-NiKE katkılı kompozite (20TiO₂NiKE-PBT, 8,4 dB) göre, 2. gruptaki, matrisin içerisinde dağılmış halde %1 oranında TiO₂ içeren NiKE katkılı kompozitinin (20NiKE-1TiO₂PBT, 12,1 dB) toplam EMK değerinde artış görülmüştür. Bu artış, TiO₂ nanopartiküllerinin matriste homojen dağılmasıyla, EM dalgalar ile daha fazla etkileşime girmesi ve dipolar polarizasyon mekanizması ile absorpsiyon etkinliğini arttırmamasından kaynaklanmaktadır [118].

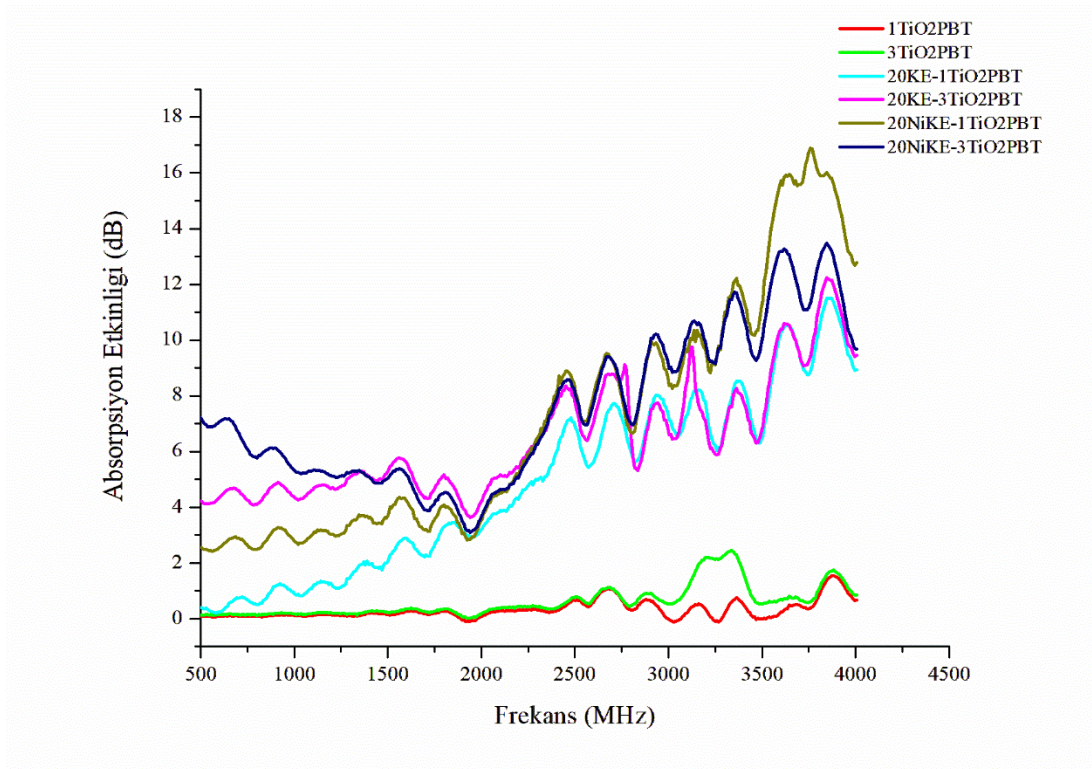
Tüm katkılar için 1. grupta olduğu gibi frekans arttıkça yansıma düşerken absorpsiyon artmıştır, genel olarak absorpsiyon baskın bir mekanizma ile EMK etkinliği sağlanmıştır.

Çizelge 3.36 : 2. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki EMK etkinlik değerleri.

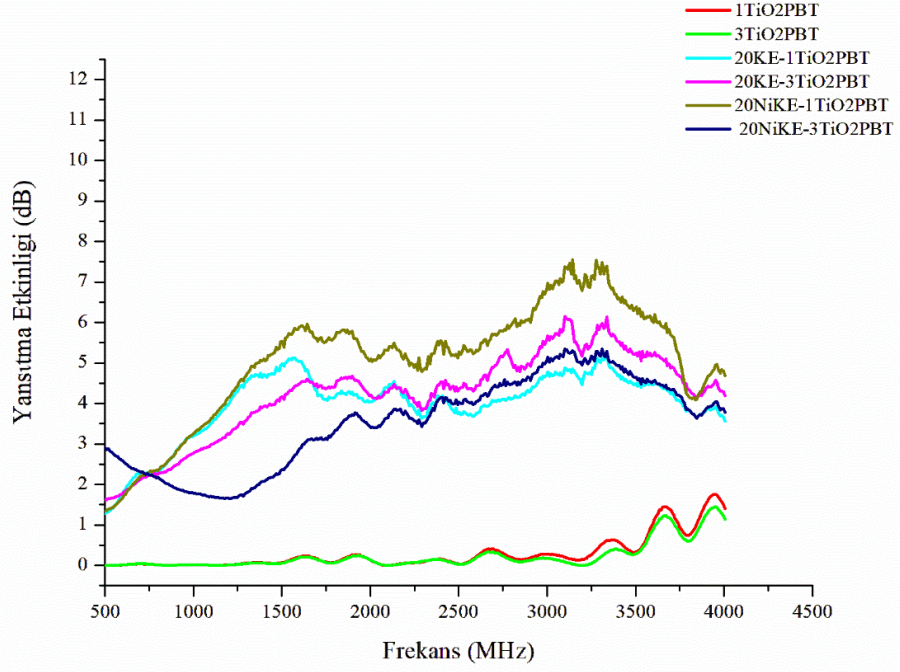
	Yansıtma Etkinliği (dB)			Absorpsiyon Etkinliği (dB)			Toplam EMK Etkinliği (dB)		
	En Yüksek Değer	En Düşük Değer	Ortalama Değer	En Yüksek Değer	En Düşük Değer	Ortalama Değer	En Yüksek Değer	En Düşük Değer	Ortalama Değer
1TiO ₂ PBT	1,8	0	0,3	1,5	0,1	0,3	3,1	0,1	0,6
3TiO ₂ PBT	1,4	0	0,2	2,4	0	0,6	2,9	0,1	0,8
20KE-1TiO ₂ PBT	5,2	1,3	4,0	11,5	0,2	4,8	15,2	1,7	8,8
20KE-3TiO ₂ PBT	6,1	1,6	4,2	12,2	3,6	6,4	16,4	5,8	10,6
20NiKE-1TiO ₂ PBT	7,5	1,3	5,1	16,9	2,4	7,1	21,9	3,9	12,1
20NiKE-3TiO ₂ PBT	5,3	1,6	3,5	13,5	3,1	7,5	17,8	6,7	11,0



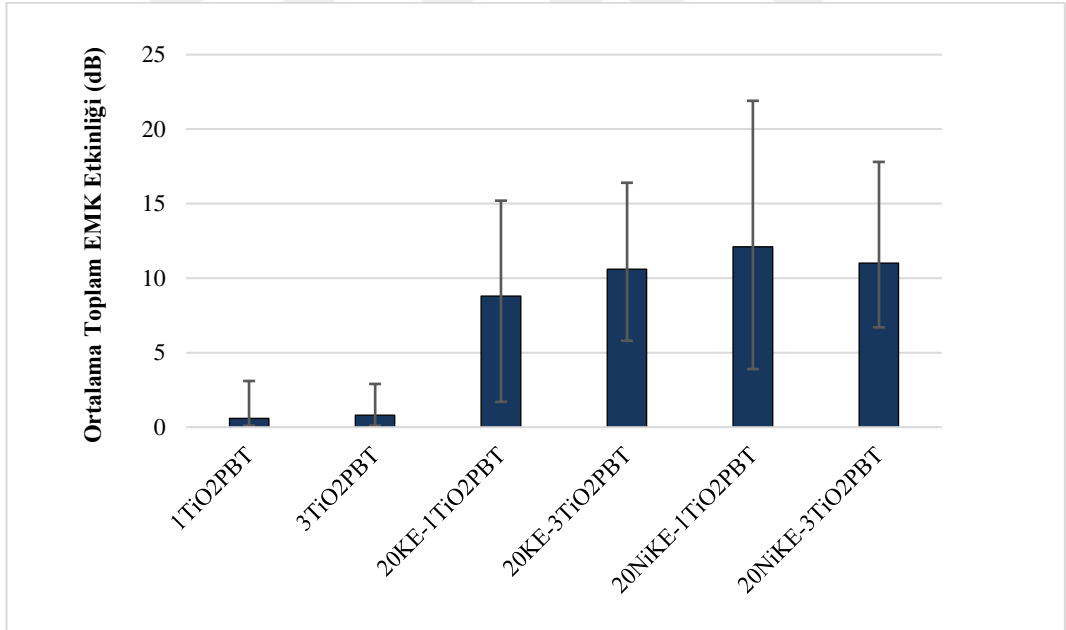
Şekil 3.101 : 2. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki toplam EMK etkinliği.



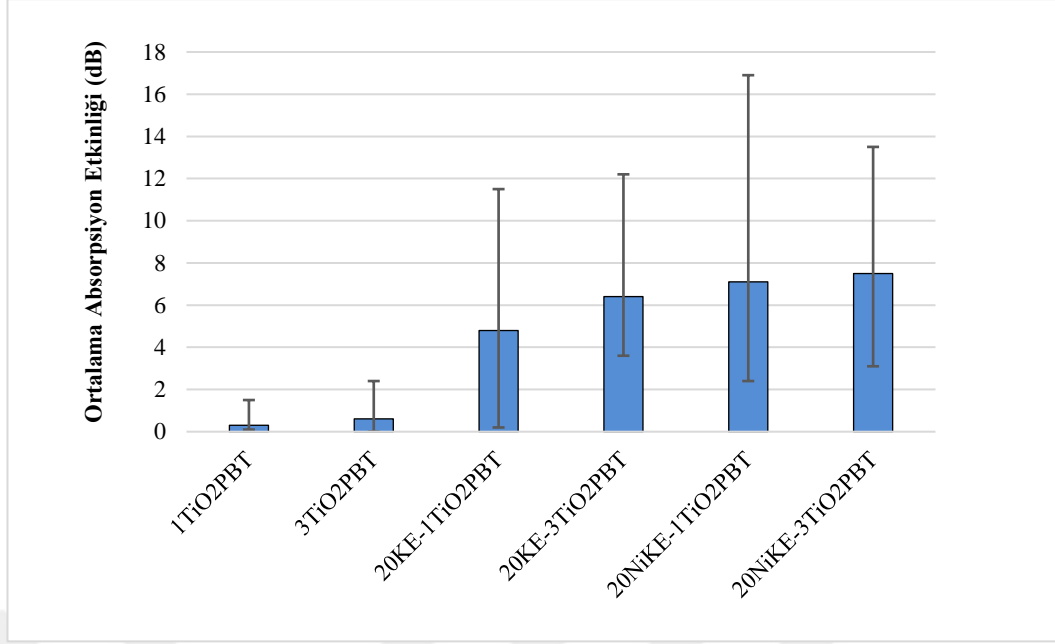
Şekil 3.102 : 2. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki absorpsiyon EMK etkinliği.



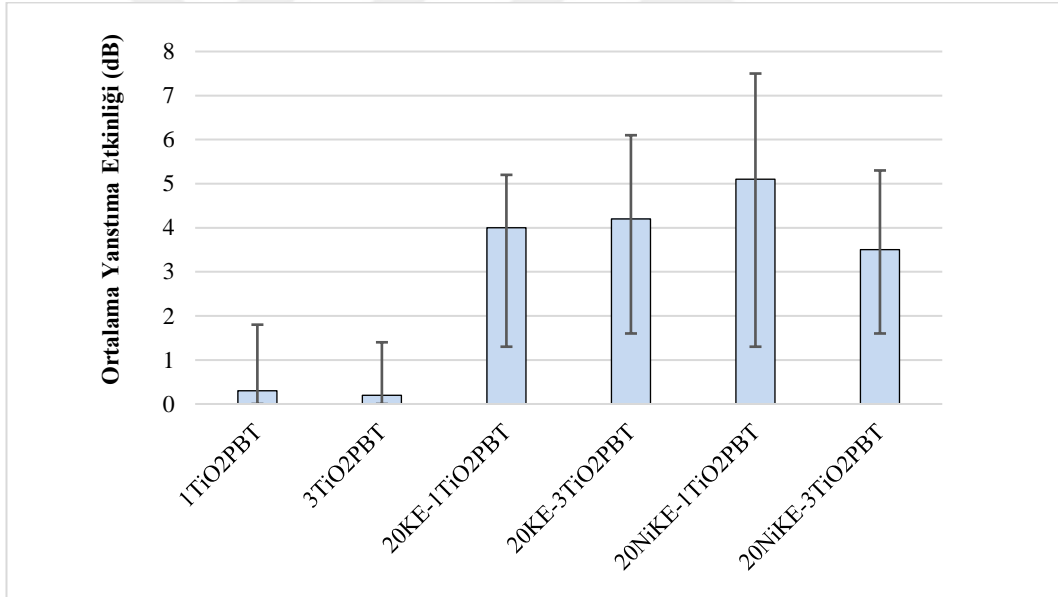
Şekil 3.103 : 2. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki yansıtma EMK etkinliği.



Şekil 3.104 : 2. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki ortalama toplam etkinliği bar grafiği.



Şekil 3.105 : 2. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki ortalama absorpsiyon etkinliği bar grafiği.



Şekil 3.106 : 2. gruptaki kompozitlerin 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki ortalama yansıtma etkinliği bar grafiği.

3.6.8.2 Yüksek (8 - 13 GHz) frekans aralığındaki EMK ölçüm sonuçları

2. grupta üretilen %20 oranında elyaf katkılı kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki EMK test sonuçları Çizelge 3.37'de ve toplam EMK grafikleri Şekil 3.107, absorpsiyon etkinliği grafikleri Şekil 3.108, yansıtma etkinliği grafikleri ise Şekil 3.109'da verilmiştir. Ayrıca tüm numunelerin ortalama toplam EMK, absorpsiyon, yansıtma değerlerine ait bar grafikleri, sırasıyla Şekil 3.110, Şekil 3.111,

Şekil 3.112’de verilmiştir. Bar grafiklerindeki hata çubukları maksimum ve minimum değerleri ifade etmektedir.

Kompozitteki TiO_2 oranının artmasıyla, KE katkılı kompozitlerde EMK etkinliği artmaz iken; NiKE katkılı kompozitlerde artış olmuştur. Bu durum, nikel kaplanmış karbon elyaf ile matristeki TiO_2 nanopartiküllerinin oluşturduğu manyetik ve iletken ağ yapısı sayesinde sinerjik bir etki ile kompozitin EMK etkinliğini arttırdığını göstermektedir. Duan ve ark. nikel kaplanmış cam elyaf katkılı PP kompozitlerine TiO_2 eklemesi ile 8-12 GHz frekans aralığında EMK etkinliğini iyileştirmişlerdir. Bu durumu, TiO_2 ’nin sağladığı dipolar polarizasyon ve nikelin sağladığı çoklu yansıma, saçılma ve adsorpsiyon mekanizmalarının birleşimiyle oluşan sinerjik etki ile açıklamışlardır [118].

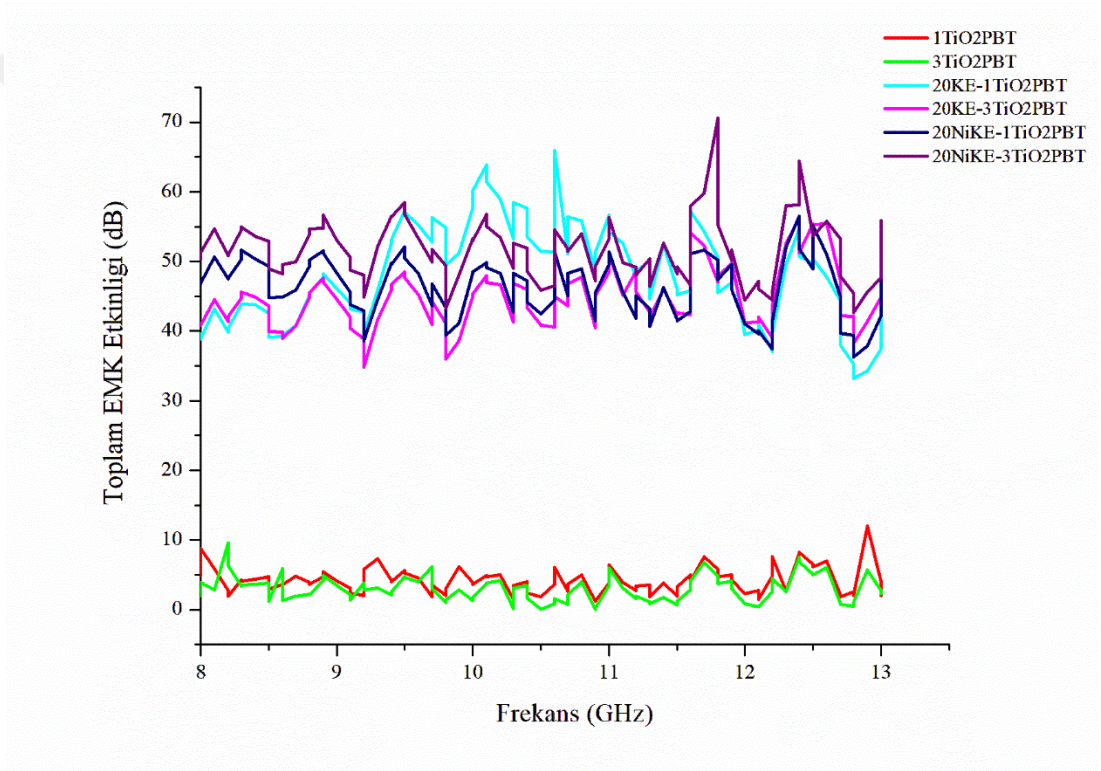
1. grupta üretilen, içerisinde yaklaşık %1 oranında TiO_2 içeren, TiO_2 -Nikel kaplanmış karbon elyaf içeren kompozite göre, 2. gruptaki, matrisin içerisinde dağılmış halde %1 oranında TiO_2 içeren nikel kaplanmış karbon elyaf katkılı kompozitinin toplam EMK değerinde %24 oranında artış görülmüştür. 20 TiO_2 NiKE-PBT’nin ortalama toplam EMK değeri 37,3 dB iken, 20NiKE-1 TiO_2 PBT’nin ortalama toplam EMK değeri 46,3 dB’dir. Bu artış, 2. grup kompozitlerinde üretim yöntemi değiştirilerek, TiO_2 nanopartiküllerinin nikel kaplama yerine, PBT’ye kaplanarak matris içerisine dahil edilmesi sayesinde, matriste daha homojen dağılmasıyla EM dalgalar ile daha fazla etkileşime girmesi ve daha etkin dipolar polarizasyon mekanizması ile absorpsiyon etkinliğini artırmasından kaynaklanmaktadır.

Ayrıca 2. gruptaki kompozitlerde, TiO_2 ve nikelin sinerjik etkisi ile ağırlıkça %3 oranında TiO_2 ile %20 oranında NiKE katkılı PBT (20NiKE-3 TiO_2 PBT) kompozitinin EMK etkinliği (51,7 dB); 1. grupta maksimum EMK etkinliğine sahip %30 oranında nikel kaplanmış karbon elyaf katkılı PBT (30NiKE-PBT) kompozitinin EMK değerine (56 dB) oldukça yakındır.

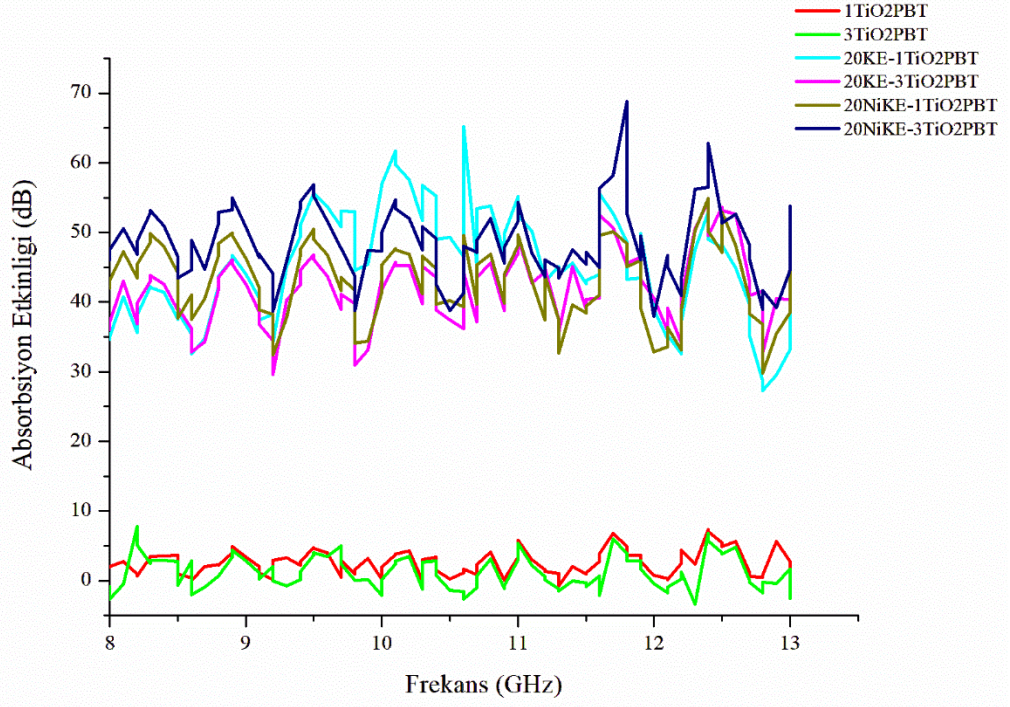
Genel olarak tüm kompozitler için EMK etkinliği, frekanstan bağımsız bir şekilde, absorpsiyon baskın mekanizma ile sağlanmıştır.

Çizelge 3.37 : 2. gruptaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki EMK etkinlik değerleri.

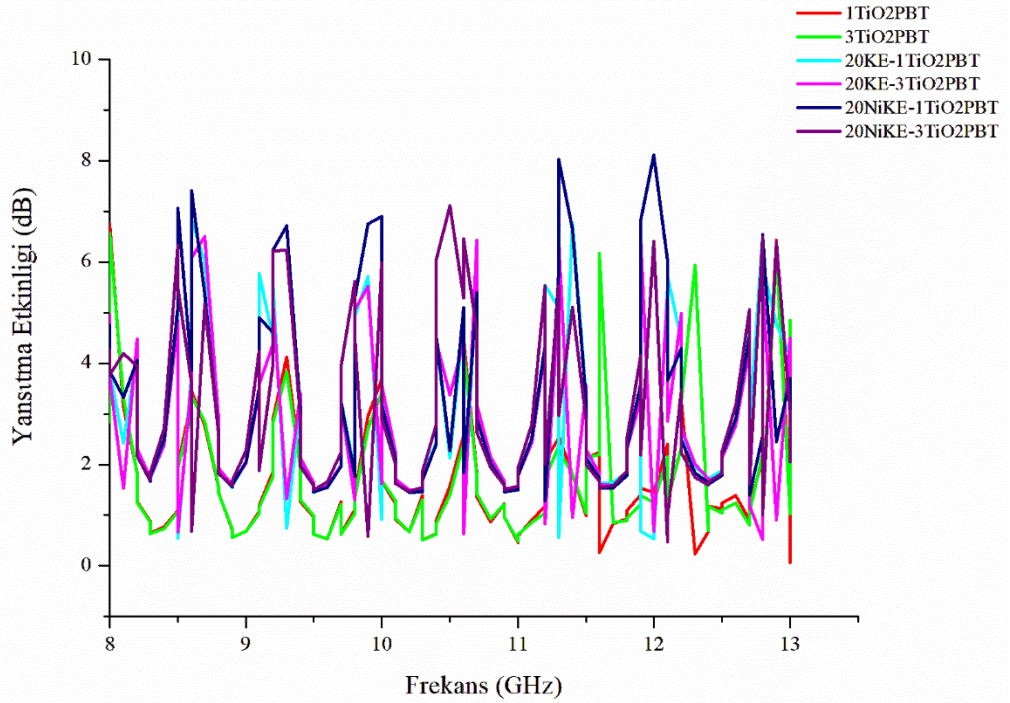
	Yansıtma Etkinliği (dB)			Absorpsiyon Etkinliği (dB)			Toplam EMK Etkinliği (dB)		
	En Yüksek Değer	En Düşük Değer	Ortalama Değer	En Yüksek Değer	En Düşük Değer	Ortalama Değer	En Yüksek Değer	En Düşük Değer	Ortalama Değer
1TiO2PBT	6,8	0,1	1,6	7,4	0,0	2,5	12,0	1,2	4,2
3TiO2PBT	6,6	0,5	1,8	7,8	0,0	2,1	9,6	0,0	3,0
20KE-1TiO2PBT	6,8	0,5	3,0	65,2	27,3	45,2	65,9	33,2	47,5
20KE-3TiO2PBT	6,5	0,5	2,8	54,4	29,6	42,0	56,2	34,8	44,8
20NiKE-1TiO2PBT	8,1	1,3	3,3	54,9	29,8	43,0	56,5	36,3	46,3
20NiKE-3TiO2PBT	7,1	0,5	3,1	68,8	38,0	48,6	70,6	42,8	51,7



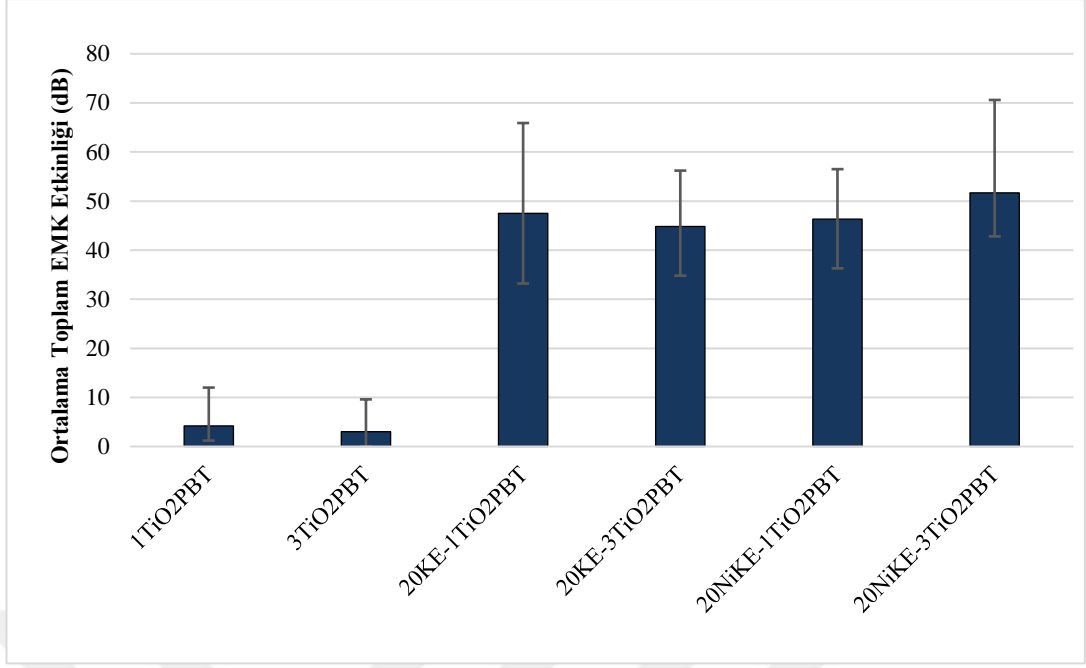
Şekil 3.107 : 2. gruptaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki toplam EMK etkinliği.



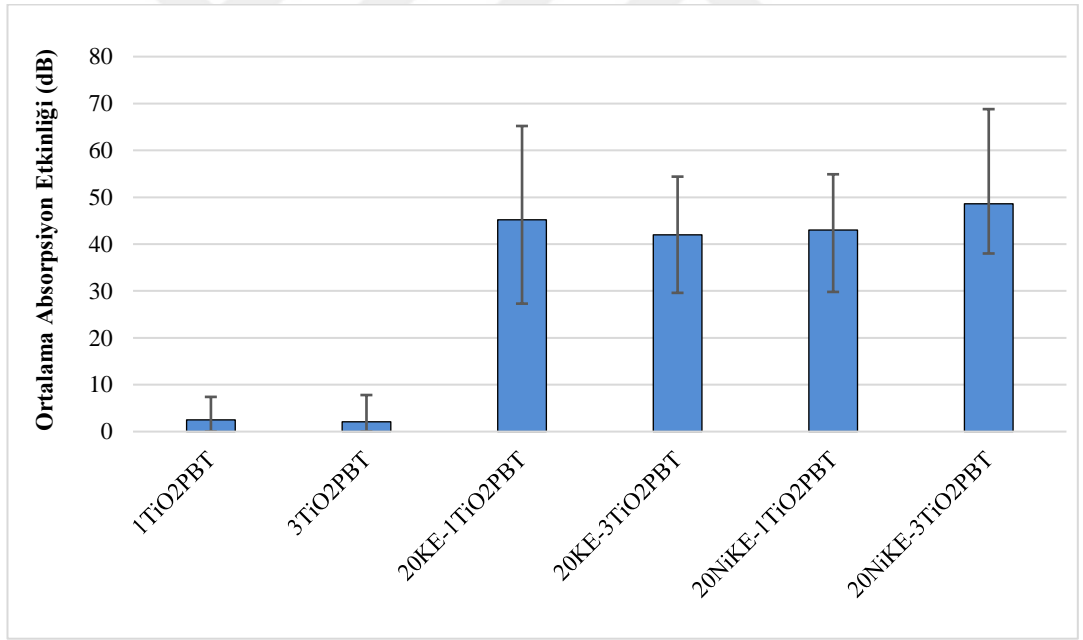
Şekil 3.108 : 2. gruptaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki absorpsiyon EMK etkinliği.



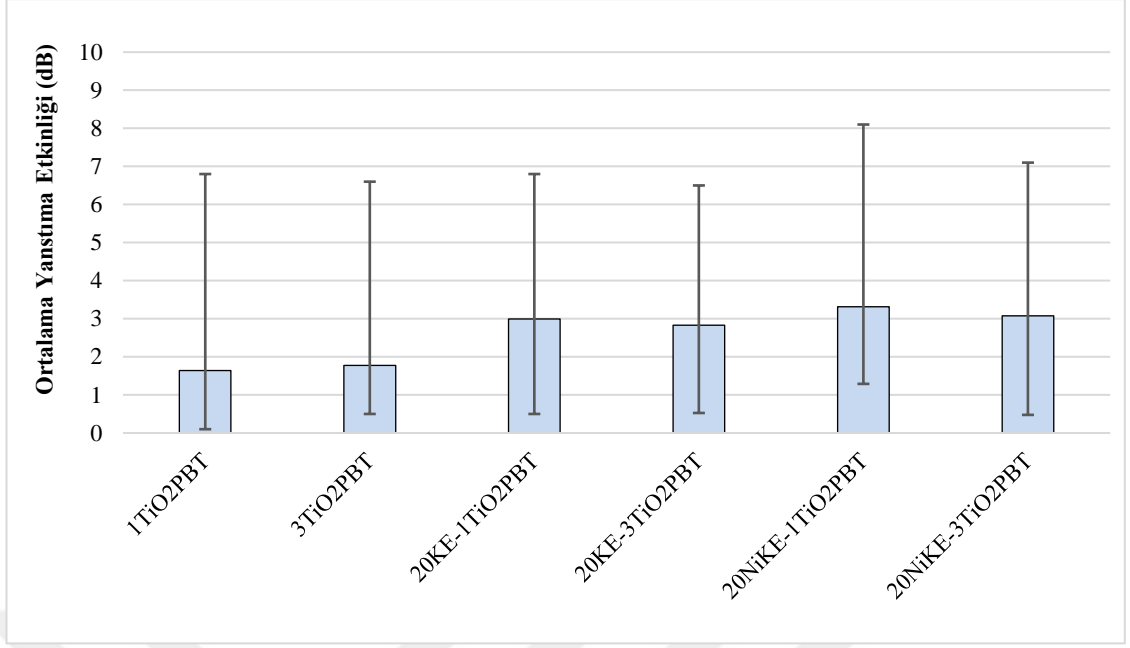
Şekil 3.109 : 2. gruptaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki yansıma etkinliği.



Şekil 3.110 : 2. gruptaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki toplam EMK etkinliği bar grafiği.



Şekil 3.111 : 2. gruptaki kompozitlerin 8 - 13 GHz frekans aralığındaki absorpsiyon etkinliği bar grafiği.



Şekil 3.112 : 2. gruptaki kompozitlerin 8-13 GHz frekans aralığındaki yansıtma etkinliği bar grafiği.

4. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında, geniş frekans aralığında (500 MHz - 4 GHz ve 8 - 13 GHz) EMK özelliğine sahip, ticari olarak üretilebilecek, sürdürülebilir PBT kompozit geliştirilmesi amaçlanmıştır. Bunun için öncelikle, elektrodepozisyon yöntemiyle karbon elyaflara nikel ve TiO₂ nanopartikülleri kaplanmıştır. Karbon elyafa nikel kaplama çalışmaları, literatürde çok sayıda bulunmasına rağmen karbon elyafa TiO₂-Nikel hibrit kaplama ile ilgili bir çalışmaya rastlanmamıştır. Maksimum seviyede elektriksel iletkenlik ve TiO₂ depolaması sağlamak için üretilebilirlik koşulları da göz önünde bulundurularak optimum elektrodepozisyon parametreleri; 13 cm karbon elyaf uzunluğu, 2 kat karbon elyaf iplik, 4 cm anot ile katot arası mesafe, 30 °C sıcaklık, 2 Amper akım, 20 dk kaplama süresi olarak belirlenmiştir. Ayrıca çözeltideki TiO₂ konsantrasyonu da 10 g/L ve karıştırma hızı 400 rpm olarak belirlenmiştir.

Optimum şartlarda kaplanmış karbon elyaflar, ağırlıkça ~%270 oranında nikel ve TiO₂-Nikel hibrit metal ile kaplanmıştır. Nikel kaplanmış karbon elyafların ortalama elektriksel direnci 0,073 Ω.cm iken; TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyafların ortalama elektriksel direnci 0,074 Ω.cm olarak ölçülmüştür. Nikel ve hibrit kaplama ile mevcut karbon elyafların elektriksel direnci yaklaşık 10 kat düşürülerek, elektriksel iletkenlik özelliği iyileştirilmiştir.

Bu tez çalışmasında, ticari üretime uygun ekstrüzyon ve enjeksiyon cihazları ile üretim yapıldığından yüksek miktarda katkıya ihtiyaç duyulmuştur. Bunun için elektrodepozisyon kaplama prosesinde, literatürde daha önce bulunmayan seri bağlama ile elektrodepozisyon kaplama sistemi geliştirilerek aynı anda daha fazla kaplama gerçekleştirilebilmiştir. Ayrıca, 2. grup kompozitlerin üretiminde, TiO₂ nanopartiküllerinin PBT matriste homojen dağılımını sağlamak için, TiO₂ nanopartikülleri PBT granüllerine; daha önce literatürde bulunmayan bir yöntemle belirli oranlarda fiziksel olarak kaplanmıştır, bu çalışma ile literatüre yeni bir metod kazandırılmıştır.

Kompozit üretimi için, katkılar ile polimer karışımları çift vidalı ekstrüder kullanılarak eriyik karıştırma metodu ile yapılmıştır. Optimum üretim parametreleri, katkı türüne

ve katkı oranına göre belirlenmiştir. Elyaf katkıların vida içerisinde daha az zarar görmesi için, 5-7 cm uzunluğunda kesilmiş elyaflar, 4. besleme gözünden el ile beslenmiştir. Üretilen kompozit granüller, enjeksiyon kalıplama cihazında test plakaları haline getirilmiştir.

1. grupta üretilen kompozitlerin mekanik dayanımları, yoğunluk değerleri, elektriksel iletkenlik ve manyetik özellikleri katkı oranı arttıkça artmıştır. Üretilen kompozitlerin geri-dönüştürülebilir özellikte olduğu, 4 çevrimli DSC analizi ile tespit edilmiştir.

Kompozitlerin elyaf uzunluk dağılımları analiz edilmiştir. Kompozitteki katkı oranı arttıkça elyaf uzunlukları düşmüştür. Yüksek katkı oranlarında, nikel ve TiO₂-nikel hibrit kaplanmış karbon elyafların elyaf uzunlukları, kaplamasız karbon elyafa göre daha yüksek olduğu ve dolayısıyla kaplamanın karbon elyafın mekanik dayanımını arttırdığı tespit edilmiştir.

Matris içerisindeki elyaf ve TiO₂ nanopartiküllerinin dağılımları da SEM ile analiz edilmiştir. Karbon elyafın, kaplamalı karbon elyaflara göre daha iyi dağıldığı ve üretim yönünde bir yönelme oluşturduğu görülmüştür. Nikel ve TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaf katkılı kompozitlerde ise rastgele dağılım görülmüştür. Bu durum, uzun elyafların birbiri ile temas ederek ağ yapısı oluşturmasını sağladığından, elektrik iletkenliğinin artmasına katkı sağlamıştır. Kaplamanın karbon elyaf ile yapışmasının iyi olduğu ve matris ile elyafların ara yüzey etkileşiminin iyi olduğu, SEM analiz sonuçlarından görülmüştür.

3 mm kalınlığa sahip, 1. ve 2. grupta üretilen kompozitlerin elektromanyetik kalkanlama etkinliği, 500 MHz - 4 GHz frekans aralığı için koaksiyel ölçüm yöntemiyle, 8 - 13 GHz frekans aralığı için ise dikdörtgen dalga kılavuzu yöntemiyle network analizör ile ölçülmüştür.

1. grupta üretilen kompozitlerden, %30 oranında TiO₂-Nikel kaplanmış karbon elyaf içeren PBT kompozitleri ile, 8 - 13 GHz frekans aralığında, ortalama 55,1 dB (%99,9997 enerji kaybı) EMK etkinliği elde edilirken; 500 MHz - 4 GHz frekans aralığında ortalama 18,4 dB (%98,4151 enerji kaybı) EMK etkinliği elde edilmiştir. EMK etkinliği, katkıların manyetik, yüksek elektriksel iletkenlik ve dielektrik özellikleri sayesinde absorpsiyon baskın mekanizma ile gerçekleşmiştir.

1. ve 2. grupta üretilen kompozitlerin EMK özellikleri karşılaştırıldığında, %20 oranında nikel kaplanmış karbon elyaf içeren kompozitlere, TiO₂ nanopartikülleri

eklendiğinde, kompozitlerin EMK etkinliği yükselmiştir. Ağırlıkça %20 oranında nikel kaplanmış karbon elyaf katkılı kompozitlere, ağırlıkça %3 oranında TiO₂ ilavesi ile 8 - 13 GHz frekans aralığında, ortalama EMK etkinliği 44,8 dB'den (%99,9967 enerji kaybı) (20NiKE-PBT) 51,7 dB'e (%99,9994 enerji kaybı) (20NiKE-3TiO₂PBT) yükseltilmiştir.

TiO₂ nanopartiküllerinin karbon elyaflara nikel ile birlikte kaplanması yerine; nikel kaplanmış karbon elyaflar ile birlikte matriste dağıtılmış halde kullanılmasının EMK etkinliğine daha fazla katkısı olduğu sonucuna varılmıştır. Aynı miktarlarda TiO₂ içeren ancak farklı yöntemler ile üretilen; 20NiKE-1TiO₂PBT kompozitinin (2. Grup) 20TiO₂NiKE-PBT kompozitine (1. Grup), göre; 500 MHz - 4 GHz frekans aralığındaki EMK etkinliği, %50 oranında artarken (8,4 dB'den 12,1 dB'e); 8 - 13 GHz frekans aralığında %24 oranında (37,3'den 46,3 dB'e) artmıştır.

2. gruptaki kompozitlerde, TiO₂ miktarının artmasıyla 8 - 13 GHz frekans aralığında, EMK etkinliği artışı, nikel kaplanmış karbon elyaf katkılı kompozitlerde, karbon elyaf katkılı kompozitlere göre daha fazladır. Nikel kaplaması ve TiO₂ nanopartiküllerinin sinerjik etkisi ile matris içerisindeki elektronların iletimi ve çoklu yansıması kolaylaşmıştır. Yüksek dielektrik sabitine sahip TiO₂ nanopartikülleri, dipolar polarizasyon özelliği sayesinde EM dalgalar ile etkileşime girerek dalgaların absorplanmasını sağlarken, matriste dağılmış halde olması, nikel kaplı karbon elyaflar ile birlikte bir ağ oluşturması sebebiyle çoklu yansıma mekanizması ile gelen EM dalgaların enerjisini düşürmüştür.

Sonuç olarak, 1. grupta üretilen TiO₂ -Nikel hibrit metal kaplanmış karbon elyaf katkılı kompozitler ile, hem düşük frekanslarda (500 MHz-4 GHz'de 18,4 dB) hem de yüksek frekanslarda (8-13 GHz'de 55,1 dB) yüksek EMK etkinliğine sahip PBT kompozitler geliştirilmiştir.

2. grupta üretilen kompozitler ile gösterildiği üzere, TiO₂ nanopartiküllerini matriste dağılmış halde kullanarak, kompozitte kullanılacak nikel kaplı karbon elyaf oranını %33 oranında düşürerek, 8 - 13 GHz frekans aralığında, 51,7 dB (%99,9994 enerji kaybı) gibi yüksek EMK etkinliği elde edilmiştir. Bu kompozit ile hem maliyetten hem de ağırlıktan tasarruf edilmiş olacaktır.

Elde edilen sonuçlar ile hedefe (en az 20 dB EMK etkinliđi) ulařılmış ve kompozitlerde kullanılan nikel kaplanmış karbon elyaf ve TiO₂ nanopartiküllerinin sinerjik etkisi tespit edilerek, tez hipotezi dođrulanmıştır.

Literatürde bulunan bazı çalıřmalara (ekstrüzyon ve enjeksiyon kalıplama yöntemleriyle üretilmiş nikel kaplı karbon elyaf içeren termoplastik matrisli kompozitlere) göre geniş frekans aralıđında daha yüksek EMK etkinliđi elde edilmiştir.

Geliřtirilen kompozitler, hem maliyetten hem de ađırlıktan tasarruf sađlarken; sürdürülebilir ticari ürünler olarak, elektrik-elektronik, otomotiv, havacılık, savunma sanayinde elektromanyetik kalkanlama uygulamalarında kullanılabilir.

Düşük frekanslardaki EMK etkinliđini iyileřtirmek için, TiO₂ – Nikel hibrit kaplamasındaki TiO₂ miktarını veya matristeki TiO₂ oranı arttırmak için ileri çalıřmalar yapılabilir. Kompozitlerin mekanik dayanımını iyileřtirmek için çalıřmalar gerçekleştirilebilir. Yapılacak ileri çalıřmalarda, maliyet, kompozit ađırlıđı, mekanik dayanım ve ticari olarak üretilebilirlik göz önünde bulundurulmalıdır.

KAYNAKLAR

- [1] Liu, Q., He, X., Yi, C., Sun, D., Chen, J., Wang, D., Liu, K., & Li, M. (2020). Fabrication of ultra-light nickel/graphene composite foam with 3D interpenetrating network for high-performance electromagnetic interference shielding, *Composites Part B: Engineering*, 182, 107614.
- [2] Kuruvilla, J., Runcy, W., & Gejo, G., (2019). *Materials for Potential EMI Shielding Applications: Processing, Properties and Current Trends*. Elsevier.
- [3] Rahaman, M., Khastgir, D., & Aldalbahi, A.K., (2019). *Carbon-Containing Polymer Composites*. Springer.
- [4] Kheifets, L., Afifi, A.A., & Shimkhada, R. (2006). Public health impact of extremely low-frequency electromagnetic fields, *Environmental Health Perspectives*, 114 (10), 1532-1537.
- [5] Türkkan, A. & Pala, K. (2009). Çok düşük frekanslı elektromanyetik radyasyon ve sağlık etkileri, *Uludağ Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 14 (2).
- [6] Protection, I.C.o.N.-I.R. (2010). Guidelines for limiting exposure to time-varying electric and magnetic fields (1 Hz to 100 kHz), *Health Physics*, 99 (6), 818-836.
- [7] Research, M.M. *Global EMI Shielding Materials Market: Industry Analysis and Forecast (2018-2026) -By Material, Application, and Region*. 2019 Erişim: 12.23.2019, <https://www.maximizemarketresearch.com/market-report/global-emi-shielding-materials-market/28737/>.
- [8] Türkiye Cumhuriyeti Ticaret Bakanlığı. *Avrupa Yeşil Mutabakatı*. Erişim: 22.07.2023, <https://ticaret.gov.tr/dis-iliskiler/yesil-mutabakat/genel-bilgi>.
- [9] Zhao, Q., Zhang, K., Zhu, S., Xu, H., Cao, D., Zhao, L., Zhang, R., & Yin, W. (2019). Review on the electrical resistance/conductivity of carbon fiber reinforced polymer, *Applied Sciences*, 9 (11), 2390.
- [10] Network, T.A. *Commercially Pure Nickel*. Erişim: 22.07.2023, <https://www.nickel-alloys.net/article/commercially-pure-properties.html>
- [11] Slater, J.C. (1936). The ferromagnetism of nickel, *Physical Review*, 49 (7), 537.
- [12] Kumar, S., Chen, C., Dong, C., Ho, Y., Lee, J., Chan, T., Thangavel, R., Chen, T., Mok, B., & Rao, S. (2013). Room temperature ferromagnetism in Ni doped ZnS nanoparticles, *Journal of Alloys and Compounds*, 554, 357-362.
- [13] Berberich, L. & Bell, M. (1940). The dielectric properties of the rutile form of TiO₂, *Journal of Applied Physics*, 11 (10), 681-692.
- [14] Wikipedia. *Non-ionizing radiation*. 2023 Erişim: 01.03.2023, https://en.wikipedia.org/wiki/Non-ionizing_radiation.
- [15] Kumar, R., Sahoo, S., Joanni, E., Singh, R.K., & Kar, K.K. (2022). Microwave as a Tool for Synthesis of Carbon-Based Electrodes for Energy Storage, *ACS Applied Materials & Interfaces*, 14 (18), 20306-20325.

- [16] *Elektromanyetik Radyasyon Nedir?* Erişim: 01.03.2023, http://www.zamandayolculuk.com/html-3/em_spektrum.htm.
- [17] MegaInd. *Microwave Frequency Bands*. 2022 Erişim: 01.03.2023, <https://www.megaind.com/microwave-frequency-bands/>.
- [18] **National Academies of Sciences, E. & Medicine**, (2015). *A Strategy for Active Remote Sensing Amid Increased Demand for Radio Spectrum*. Washington, DC: The National Academies Press. 247.
- [19] **Sezer Hicyilmaz, A. & Celik Bedeloglu, A.** (2022). Electromagnetic interference shielding thermoplastic composites reinforced with carbon based hybrid materials: a review, *Composite Interfaces*, 29 (13), 1413-1470.
- [20] **Geetha, S., Satheesh Kumar, K., Rao, C.R., Vijayan, M., & Trivedi, D.** (2009). EMI shielding: Methods and materials—A review, *Journal of Applied Polymer Science*, 112 (4), 2073-2086.
- [21] **Sankaran, S., Deshmukh, K., Ahamed, M.B., & Pasha, S.K.** (2018). Recent advances in electromagnetic interference shielding properties of metal and carbon filler reinforced flexible polymer composites: a review, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 114, 49-71.
- [22] **Kumar, R., Sahoo, S., Joanni, E., Singh, R.K., Tan, W.K., Kar, K.K., & Matsuda, A.** (2021). Recent progress on carbon-based composite materials for microwave electromagnetic interference shielding, *Carbon*, 177, 304-331.
- [23] **Ganguly, S., Bhawal, P., Ravindren, R., & Das, N.C.** (2018). Polymer nanocomposites for electromagnetic interference shielding: a review, *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 18 (11), 7641-7669.
- [24] **Qin, M., Zhang, L., & Wu, H.** (2022). Dielectric Loss Mechanism in Electromagnetic Wave Absorbing Materials, *Advanced Science*, 9 (10), 2105553.
- [25] **Wohlfarth, E.P.**, (1986). *Handbook of magnetic materials*. Vol. 2: Elsevier.
- [26] **Allen-Perry, K., Straka, W., Keith, D., Han, S., Reynolds, L., Gautam, B., & Autrey, D.E.** (2021). Tuning the magnetic properties of two-dimensional MXenes by chemical etching, *Materials*, 14 (3), 694.
- [27] **Iqbal, A., Sambyal, P., & Koo, C.M.** (2020). 2D MXenes for electromagnetic shielding: a review, *Advanced Functional Materials*, 30 (47), 2000883.
- [28] **Wu, N., Hu, Q., Wei, R., Mai, X., Naik, N., Pan, D., Guo, Z., & Shi, Z.** (2021). Review on the electromagnetic interference shielding properties of carbon based materials and their novel composites: Recent progress, challenges and prospects, *Carbon*, 176, 88-105.
- [29] **Huang, Y., Chen, M., Xie, A., Wang, Y., & Xu, X.** (2021). Recent advances in design and fabrication of nanocomposites for electromagnetic wave shielding and absorbing, *Materials*, 14 (15), 4148.
- [30] **Chandra, R.J., Shivamurthy, B., Kulkarni, S.D., & Kumar, M.S.** (2019). Hybrid polymer composites for EMI shielding application—a review, *Materials Research Express*, 6 (8), 082008.
- [31] **Rupprecht, L.**, (1999). *Conductive polymers and plastics: in industrial applications*. William Andrew.
- [32] **Bigg, D.** (1984). The effect of compounding on the conductive properties of EMI shielding compounds, *Advances in Polymer Technology: Journal of the Polymer Processing Institute*, 4 (3-4), 255-266.

- [33] **Gupta, S. & Tai, N.-H.** (2019). Carbon materials and their composites for electromagnetic interference shielding effectiveness in X-band, *Carbon*, 152, 159-187.
- [34] **Krueger, Q.J. & King, J.A.** (2003). Synergistic effects of carbon fillers on shielding effectiveness in conductive nylon 6, 6-and polycarbonate-based resins, *Advances in Polymer Technology: Journal of the Polymer Processing Institute*, 22 (2), 96-111.
- [35] **Huang, Y., Xu, Z., Shen, J., Tang, T., & Huang, R.** (2007). Dispersion of magnetic metals on expanded graphite for the shielding of electromagnetic radiations, *Applied physics letters*, 90 (13), 133117.
- [36] **Liu, W., Huang, Y.-A., Wei, L., Zhai, Y., Zhang, R.-L., Tang, T., & Huang, R.-S.** (2016). A Mössbauer investigation of nano-NiFe alloy/expanded graphite for electromagnetic shielding, *Nuclear Science and Techniques*, 27 (6), 127.
- [37] Parker Chomerics. **EMI Shielding Products**. 2020 Erişim: 07.01.2020, <https://ph.parker.com/us/17051/en/emi-shielding-chd>.
- [38] Greene Rubber, *Solutions for EMI/RFI and Thermal Management Challenges*.
- [39] 3M. **3M EMI/EMC Materials**. Erişim: 07.01.2020, https://www.3m.com/3M/en_US/company-us/all-3m-products/~/All-3M-Products/Electronics/Consumer-Electronics/Electronics-Materials/EMI/EMC-Materials/?N=5002385+8709318+8709341+8710652+8710755+8711017+3294857497&rt=r3.
- [40] RTP Company. **Electro Magnetic Interference (Emi/Rfi) Shielding Compounds**. 2019 Erişim: 07.01.2020, <http://web.rtpcompany.com/info/data/emi/index.htm>.
- [41] Parker Chomerics. **Premier- Conductive Plastic Pellet Materials**. 2020 Erişim: 07.01.2020, <https://ph.parker.com/us/17051/en/conductive-plastic-pellet-materials-chd>.
- [42] DSM. **Overcoming EMI Shielding electromagnetic interference** 2019 2019 Erişim: 07.01.2020, <https://www.dsm.com/markets/engineering-plastics/en/blog/ensuring-automotive-electronic-systems-components-surpass-performance-requirements.html>.
- [43] **Torabinejad, V., Aliofkhaezai, M., Assareh, S., Allahyazadeh, M., & Rouhaghdam, A.S.** (2017). Electrodeposition of Ni-Fe alloys, composites, and nano coatings–A review, *Journal of Alloys and Compounds*, 691, 841-859.
- [44] **Electroplating Process**. Erişim: 22.06.2023, <https://byjus.com/chemistry/electroplating-process/>.
- [45] **Milan Paunovic, M.S., and Dexter D. Snyder**, (2011). Modern Electroplating. M.S. Milan Paunovic, Editör *Fundamental Considerations* ed. M.S. Milan Paunovic. 5 John Wiley & Sons. Hoboken, New Jersey, 1-32.
- [46] **Walsh, F.C., Wang, S., & Zhou, N.** (2020). The electrodeposition of composite coatings: Diversity, applications and challenges, *Current Opinion in Electrochemistry*, 20, 8-19.
- [47] **Di Bari, G.A.**, (2000). Modern Electroplating. M.P. Mordechay Schlesinger, Editör *Electrodeposition of nickel* ed. M.P. Mordechay Schlesinger. ed., Vol. 5. 79-114.
- [48] **Rohini, R. & Bose, S.** (2019). Electrodeposited carbon fiber and epoxy based sandwich architectures suppress electromagnetic radiation by absorption, *Composites Part B: Engineering*, 161, 578-585.

- [49] **Hua, Z., Liu, Y., Yao, G., Wang, L., Ma, J., & Liang, L.** (2012). Preparation and Characterization of Nickel-Coated Carbon Fibers by Electroplating, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 21 (3), 324-330.
- [50] **Chou, K.S., Huang, K.C., & Shih, Z.H.** (2005). Effect of mixing process on electromagnetic interference shielding effectiveness of nickel/acrylonitrile–butadiene–styrene composites, *Journal of Applied Polymer Science*, 97, 128-135.
- [51] **Shui, X. & Chung, D.** (2000). Submicron diameter nickel filaments and their polymer-matrix composites, *Journal of Materials Science*, 35 (7), 1773-1785.
- [52] **Wang, R., He, F., Wan, Y., & Qi, Y.** (2012). Preparation and characterization of a kind of magnetic carbon fibers used as electromagnetic shielding materials, *Journal of Alloys and Compounds*, 514, 35-39.
- [53] **Wang, R., Wan, Y., He, F., Qi, Y., You, W., & Luo, H.** (2012). The synthesis of a new kind of magnetic coating on carbon fibers by electrodeposition, *Applied Surface Science*, 258 (7), 3007-3011.
- [54] **Yang, Y., Zhang, B., Xu, W., Shi, Y., Zhou, N., & Lu, H.** (2004). Preparation and electromagnetic characteristics of a novel iron-coated carbon fiber, *Journal of Alloys and Compounds*, 365 (1-2), 300-302.
- [55] **Meng, X., Wan, Y., Li, Q., Wang, J., & Luo, H.** (2011). The electrochemical preparation and microwave absorption properties of magnetic carbon fibers coated with Fe₃O₄ films, *Applied Surface Science*, 257 (24), 10808-10814.
- [56] **Deng, X. & Qiang, C.** (2013). Magnetic properties and microwave absorption properties of carbon fibers coated with FeCo alloy, *International Journal of Materials Research*, 104 (2), 157-161.
- [57] **Wang, L., He, F., & Wan, Y.** (2011). Facile synthesis and electromagnetic wave absorption properties of magnetic carbon fiber coated with Fe–Co alloy by electroplating, *Journal of Alloys and Compounds*, 509 (14), 4726-4730.
- [58] **Wan, Y., Xiao, J., Li, C., Xiong, G., Guo, R., Li, L., Han, M., & Luo, H.** (2016). Microwave absorption properties of FeCo-coated carbon fibers with varying morphologies, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 399, 252-259.
- [59] **Oriňáková, R., Strečková, M., Trnková, L., Rozik, R., & Galova, M.** (2006). Comparison of chloride and sulphate electrolytes in nickel electrodeposition on a paraffin impregnated graphite electrode, *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 594 (2), 152-159.
- [60] **Wu, W., Huang, J., Näther, J., Omar, N.A.B., Köster, F., Lampke, T., Liu, Y., Pan, H., & Zhang, Y.** (2021). Texture orientation, morphology and performance of nanocrystalline nickel coatings electrodeposited from a Watts-type bath: Effects of H₃BO₃ concentration and plating time, *Surface and Coatings Technology*, 424, 127648.
- [61] **Saraby-Reintjes, A. & Fleischmann, M.** (1984). Kinetics of electrodeposition of nickel from watts baths, *Electrochimica Acta*, 29 (4), 557-566.
- [62] **Oriňáková, R., Turoňová, A., Kladeková, D., Gálová, M., & Smith, R.M.** (2006). Recent developments in the electrodeposition of nickel and some nickel-based alloys, *Journal of Applied Electrochemistry*, 36, 957-972.

- [63] **Kumar, S., Pande, S., & Verma, P.** (2015). Factor effecting electro-deposition process, *International Journal of Current Engineering and Technology*, 5 (2), 700-703.
- [64] **Altenbach, H., Altenbach, J., & Kissing, W.**, (2004). *Mechanics of composite structural elements*. Springer.
- [65] **Hsissou, R., Seghiri, R., Benzekri, Z., Hilali, M., Rafik, M., & Elharfi, A.** (2021). Polymer composite materials: A comprehensive review, *Composite Structures*, 262, 113640.
- [66] **Koo, J.H.**, (2019). *Polymer nanocomposites: processing, characterization, and applications*. McGraw-Hill Education.
- [67] Omnexus. **Complete Guide on Polybutylene Terephthalate (PBT)**. Erişim: 08.07.2023, <https://omnexus.specialchem.com/selection-guide/polybutylene-terephthalate-pbt-plastic>.
- [68] **Ibeh, C.C.**, (2011). *Thermoplastic materials: properties, manufacturing methods, and applications*. CRC Press.
- [69] **Chow, W.**, (2015). Manufacturing of Nanocomposites with Engineering Plastics *Process–structure–property relationships in poly (butylene terephthalate) nanocomposites*. Elsevier. 225-254.
- [70] **Visakh, P. & Liang, M.**, (2015). *Poly (ethylene terephthalate) based blends, composites and nanocomposites*. William Andrew.
- [71] **Dai, K., Xu, X.-B., & Li, Z.-M.** (2007). Electrically conductive carbon black (CB) filled in situ microfibrillar poly (ethylene terephthalate)(PET)/polyethylene (PE) composite with a selective CB distribution, *Polymer*, 48 (3), 849-859.
- [72] **Feller, J.** (2004). Conductive polymer composites: Influence of extrusion conditions on positive temperature coefficient effect of poly (butylene terephthalate)/poly (olefin)–carbon black blends, *Journal of Applied Polymer Science*, 91 (4), 2151-2157.
- [73] **Rybak, A., Boiteux, G., Melis, F., & Seytre, G.** (2010). Conductive polymer composites based on metallic nanofiller as smart materials for current limiting devices, *Composites Science and Technology*, 70 (2), 410-416.
- [74] **Wu, C.S.** (2011). Polyester and multiwalled carbon nanotube composites: characterization, electrical conductivity and antibacterial activity, *Polymer International*, 60 (5), 807-815.
- [75] **Son, D.R., Raghunath, A.V., Reddy, K.R., & Jeong, H.M.** (2016). Compatibility of thermally reduced graphene with polyesters, *Journal of Macromolecular Science, Part B*, 55 (11), 1099-1110.
- [76] **Lei, Z., Chen, Z., Zhou, Y., Liu, Y., Xu, J., Wang, D., Shen, Y., Feng, W., Zhang, Z., & Chen, H.** (2019). Novel electrically conductive composite filaments based on Ag/saturated polyester/polyvinyl butyral for 3D-printing circuits, *Composites Science and Technology*, 180, 44-50.
- [77] PolymerDataBase. Erişim: 10.06.2023, <https://polymerdatabase.com/Polymer%20Brands/PBT.html>.
- [78] **Sathishkumar, T., Satheeshkumar, S., & Naveen, J.** (2014). Glass fiber-reinforced polymer composites—a review, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 33 (13), 1258-1275.
- [79] **Bakis, C.E., Bank, L.C., Brown, V., Cosenza, E., Davalos, J., Lesko, J., Machida, A., Rizkalla, S., & Triantafillou, T.** (2002). Fiber-

- reinforced polymer composites for construction—State-of-the-art review, *Journal of Composites for Construction*, 6 (2), 73-87.
- [80] **Andrews, R. & Weisenberger, M.** (2004). Carbon nanotube polymer composites, *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 8 (1), 31-37.
- [81] **Biron, M.**, (2007). *Thermoplastics and thermoplastic composites: technical information for plastics users*. Elsevier.
- [82] **Xavier, S.F.**, (2022). *Thermoplastic Polymer Composites: Processing, Properties, Performance, Applications and Recyclability*. John Wiley & Sons.
- [83] **Unterweger, C., Mayrhofer, T., Piana, F., Duchoslav, J., Stifter, D., Poitzsch, C., & Fürst, C.** (2020). Impact of fiber length and fiber content on the mechanical properties and electrical conductivity of short carbon fiber reinforced polypropylene composites, *Composites Science and Technology*, 188, 107998.
- [84] **Huang, C.-Y. & Wu, C.-C.** (2000). The EMI shielding effectiveness of PC/ABS/nickel-coated-carbon-fibre composites, *European Polymer Journal*, 36 (12), 2729-2737.
- [85] **Harper, C.A.**, (2002). *Handbook of plastics, elastomers, and composites*. McGraw-Hill Education.
- [86] Sadat, S.A. *Twin screw extruder design literature review*. 2023 Erişim: 30.06.2023, https://www.appropedia.org/Twin_screw_extruder_design_literature_review.
- [87] **Köse, E.** (2006). *Plastik Enjeksiyonda Proses ve Kalıp Kaynaklı Sorunların Giderilmesi*. (Yüksek Lisans) İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul. (4254).
- [88] **Guo, H., Chen, Z.-q., Li, J.-j., & Li, L.** (2019). Study of Fe/Ni alloy coated carbon fibres prepared by electroplating, *Surface Engineering*, 35 (10), 841-847.
- [89] **Serek, A. & Budniok, A.** (2003). Electrodeposition and thermal treatment of nickel layers containing titanium, *Journal of Alloys and Compounds*, 352 (1-2), 290-295.
- [90] **Shao, W., Nabb, D., Renevier, N., Sherrington, I., Fu, Y., & Luo, J.** (2012). Mechanical and anti-corrosion properties of TiO₂ nanoparticle reinforced Ni coating by electrodeposition, *Journal of the Electrochemical Society*, 159 (11), D671.
- [91] **Spanou, S., Pavlatou, E., & Spyrellis, N.** (2009). Ni/nano-TiO₂ composite electrodeposits: textural and structural modifications, *Electrochimica Acta*, 54 (9), 2547-2555.
- [92] **Thiemig, D. & Bund, A.** (2008). Characterization of electrodeposited Ni–TiO₂ nanocomposite coatings, *Surface and Coatings Technology*, 202 (13), 2976-2984.
- [93] **Gomez, M.J., Lucci, R.O., Franceschini, E.A., & Lacconi, G.I.** (2021). Effect of TiO₂ content on Ni/TiO₂ composites electrodeposited on SS316L for hydrogen evolution reaction, *Electrochimica Acta*, 378, 138136.
- [94] **Lajevardi, S. & Shahrabi, T.** (2010). Effects of pulse electrodeposition parameters on the properties of Ni–TiO₂ nanocomposite coatings, *Applied Surface Science*, 256 (22), 6775-6781.

- [95] **Napłoszek-Bilnik, I., Budniok, A., Łosiewicz, B., Pająk, L., & Łągiewka, E.** (2005). Electrodeposition of composite Ni-based coatings with the addition of Ti or/and Al particles, *Thin Solid Films*, 474 (1-2), 146-153.
- [96] **Huang, S., Hu, Y., & Pan, W.** (2011). Relationship between the structure and hydrophobic performance of Ni–TiO₂ nanocomposite coatings by electrodeposition, *Surface and Coatings Technology*, 205 (13-14), 3872-3876.
- [97] **Sarafrazi, M.H. & Alizadeh, M.** (2017). Improved characteristics of Ni-electrodeposited coatings via the incorporation of Si and TiO₂ particulate reinforcements, *Journal of Alloys and Compounds*, 720, 289-299.
- [98] **Benea, L., Danaila, E., & Celis, J.-P.** (2014). Influence of electro-co-deposition parameters on nano-TiO₂ inclusion into nickel matrix and properties characterization of nanocomposite coatings obtained, *Materials Science and Engineering: A*, 610, 106-115.
- [99] **Toledo, W., Couto, A., Almeida, D., & Ferreira, N.** (2019). Facile synthesis of TiO₂/rGO neatly electrodeposited on carbon fiber applied as ternary electrode for supercapacitor, *Materials Research Express*, 6 (6), 065040.
- [100] **Khorashadizade, F., Saghafian, H., & Rastegari, S.** (2019). Effect of electrodeposition parameters on the microstructure and properties of Cu-TiO₂ nanocomposite coating, *Journal of Alloys and Compounds*, 770, 98-107.
- [101] **Znati, S.A., Chedid, N., Miao, H., Chen, L., Bennett, E.E., & Wen, H.** (2015). Electrodeposition of Gold to Conformally Fill High Aspect Ratio Nanometric Silicon Grating Trenches: A Comparison of Pulsed and Direct Current Protocols, *Journal of Surface Engineered Materials and Advanced Technology*, 5 (4), 207-213.
- [102] **Song, W., Guo, M., Zhang, Y., Zhang, M., Wang, X., & Du, X.** (2015). Fabrication and application of zinc–zinc oxide nanosheets coating on an etched stainless steel wire as a selective solid-phase microextraction fiber, *Journal of Chromatography A*, 1384, 28-36.
- [103] **do Amaral Junior, M.A., Marcuzzo, J.S., da Silva Pinheiro, B., Lopes, B.H.K., de Oliveira, A.P.S., Matsushima, J.T., & Baldan, M.R.** (2019). Study of reflection process for nickel coated activated carbon fiber felt applied with electromagnetic interference shielding, *Journal of Materials Research and Technology*, 8 (5), 4040-4047.
- [104] **Kamimoto, Y., Okura, S., Hagio, T., Wada, T., Tanaka, H., Hara, H., Deevanhxay, P., & Ichino, R.** (2020). Nickel–carbon composite plating using a Watts nickel electroplating bath, *SN Applied Sciences*, 2, 170.
- [105] **Wang, R., Yang, H., Wang, J.L., Ma, Z.Q., & Li, F.X.** (2014). Preparation and characterization of conductive filler used for electromagnetic shielding materials, *Applied Mechanics and Materials*, 492, 268-272.
- [106] **Ślosarczyk, A., Kłapiszewski, Ł., Buchwald, T., Krawczyk, P., Kolanowski, Ł., & Lota, G.** (2020). Carbon Fiber and Nickel Coated Carbon Fiber–Silica Aerogel Nanocomposite as Low-Frequency Microwave Absorbing Materials, *Materials*, 13 (2), 400.

- [107] **Kim, J.T., Park, C.W., & Kim, B.-J.** (2017). A study on synergetic EMI shielding behaviors of Ni-Co alloy-coated carbon fibers-reinforced composites, *Synthetic Metals*, 223, 212-217.
- [108] **Böttger-Hiller, F., Kleiber, J., Böttger, T., & Lampke, T.** (2016). Multimetallic electrodeposition on carbon fibers, *Materials Science and Engineering*, 118, 012027.
- [109] **Park, J.K., Do, I.-H., Askeland, P., & Drzal, L.T.** (2008). Electrodeposition of exfoliated graphite nanoplatelets onto carbon fibers and properties of their epoxy composites, *Composites Science and Technology*, 68 (7-8), 1734-1741.
- [110] **Li, W., Liu, L., Zhong, C., Shen, B., & Hu, W.** (2011). Effect of carbon fiber surface treatment on Cu electrodeposition: The electrochemical behavior and the morphology of Cu deposits, *Journal of Alloys and Compounds*, 509 (8), 3532-3536.
- [111] **Tran, T.Q., Lee, J.K.Y., Chinnappan, A., Loc, N.H., Tran, L.T., Ji, D., Jayathilaka, W., Kumar, V.V., & Ramakrishna, S.** (2020). High-performance carbon fiber/gold/copper composite wires for lightweight electrical cables, *Journal of Materials Science & Technology*, 42, 46-53.
- [112] **Hage, E., Costa, S., & Pessan, L.** (1997). Modification of the carbon fiber surface with a copper coating for composite materials with epoxy, *Journal of Adhesion Science and Technology*, 11 (12), 1491-1499.
- [113] **Fallah, P., Rajagopalan, S., McDonald, A., & Yue, S.** (2020). Development of hybrid metallic coatings on carbon fiber-reinforced polymers (CFRPs) by cold spray deposition of copper-assisted copper electroplating process, *Surface and Coatings Technology*, 400, 126231.
- [114] **Tzeng, S.-S. & Chang, F.-Y.** (2001). EMI shielding effectiveness of metal-coated carbon fiber-reinforced ABS composites, *Materials Science and Engineering: A*, 302 (2), 258-267.
- [115] **Lu, G., Li, X., & Jiang, H.** (1996). Electrical and shielding properties of ABS resin filled with nickel-coated carbon fibers, *Composites Science and Technology*, 56 (2), 193-200.
- [116] **Huang, C.-Y. & Chiou, T.-W.** (1998). The effect of reprocessing on the EMI shielding effectiveness of conductive fibre reinforced ABS composites, *European Polymer Journal*, 34 (1), 37-43.
- [117] **Lee, S.H., Kim, J.Y., Koo, C.M., & Kim, W.N.** (2017). Effects of processing methods on the electrical conductivity, electromagnetic parameters, and EMI shielding effectiveness of polypropylene/nickel-coated carbon fiber composites, *Macromolecular Research*, 25, 936-943.
- [118] **Duan, H., Yang, J., Yang, Y., Zhao, G., & Liu, Y.** (2017). TiO₂ hybrid polypropylene/nickel coated glass fiber conductive composites for highly efficient electromagnetic interference shielding, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 28, 5725-5732.
- [119] **Yoo, T.W., Lee, Y.K., Lim, S.J., Yoon, H.G., & Kim, W.N.** (2014). Effects of hybrid fillers on the electromagnetic interference shielding effectiveness of polyamide 6/conductive filler composites, *Journal of Materials Science*, 49 (4), 1701-1708.
- [120] **Park, D.H., Lee, Y.K., Park, S.S., Lee, C.S., Kim, S.H., & Kim, W.N.** (2013). Effects of hybrid fillers on the electrical conductivity and EMI shielding

- efficiency of polypropylene/conductive filler composites, *Macromolecular Research*, 21 (8), 905-910.
- [121] **Yim, Y.-J., Rhee, K.Y., & Park, S.-J.** (2016). Electromagnetic interference shielding effectiveness of nickel-plated MWCNTs/high-density polyethylene composites, *Composites Part B: Engineering*, 98, 120-125.
- [122] **Choi, W.-K., Hong, M.-S., Lee, H.-S., An, K.-H., Bang, J.-H., Lee, Y.S., & Kim, B.-J.** (2014). Electromagnetic interference shielding effectiveness of electroless nickel-plated MWCNTs/CFs-reinforced HDPE matrix composites, *Bulletin of the Korean Chemical Society*, 35 (2), 597-600.
- [123] Anjaneyalu, A.M., Zeraati, A.S., & Sundararaj, U. (2019). Enhanced electromagnetic interference shielding effectiveness of hybrid fillers by segregated structure. in *AIP Conference Proceedings*. AIP Publishing LLC.
- [124] **Duan, H., He, P., Zhu, H., Yang, Y., Zhao, G., & Liu, Y.** (2021). Constructing 3D carbon-metal hybrid conductive network in polymer for ultra-efficient electromagnetic interference shielding, *Composites Part B: Engineering*, 212, 108690.
- [125] **Kumar, A., Agarwala, V., & Singh, D.** (2014). Microwave absorbing behavior of metal dispersed TiO₂ nanocomposites, *Advanced Powder Technology*, 25 (2), 483-489.
- [126] **Prabhakar, M.J., Jaisingh, J., & VR, A.P.** (2020). Role of Magnetite (Fe₃O₄)-Titania (TiO₂) hybrid particle on mechanical, thermal and microwave attenuation behaviour of flexible natural rubber composite in X and Ku band frequencies, *Materials Research Express*, 7 (1), 016106.
- [127] **Qiao, J., Zhang, X., Liu, C., Lyu, L., Wang, Z., Wu, L., Liu, W., Wang, F., & Liu, J.** (2020). Facile fabrication of Ni embedded TiO₂/C core-shell ternary nanofibers with multicomponent functional synergy for efficient electromagnetic wave absorption, *Composites Part B: Engineering*, 200, 108343.
- [128] **Zhao, B., Shao, G., Fan, B., Zhao, W., & Zhang, R.** (2015). Investigation of the electromagnetic absorption properties of Ni@ TiO₂ and Ni@ SiO₂ composite microspheres with core-shell structure, *Physical Chemistry Chemical Physics*, 17 (4), 2531-2539.
- [129] **Zhang, Y., Yang, Y., Xiao, P., Zhang, X., Lu, L., & Li, L.** (2009). Preparation of Ni nanoparticle-TiO₂ nanotube composite by pulse electrodeposition, *Materials Letters*, 63 (28), 2429-2431.
- [130] **Wang, T., He, J., Zhou, J., Tang, J., Guo, Y., Ding, X., Wu, S., & Zhao, J.** (2010). Microwave absorption properties and infrared emissivities of ordered mesoporous C-TiO₂ nanocomposites with crystalline framework, *Journal of Solid State Chemistry*, 183 (12), 2797-2804.
- [131] **Wang, Y., Zhu, H., Chen, Y., Wu, X., Zhang, W., Luo, C., & Li, J.** (2017). Design of hollow ZnFe₂O₄ microspheres@ graphene decorated with TiO₂ nanosheets as a high-performance low frequency absorber, *Materials Chemistry and Physics*, 202, 184-189.
- [132] **Phadtare, V.D., Parale, V.G., Kim, T., Lee, K.-Y., Pathak, S., & Park, H.-H.** (2020). Facile synthesis of a lightweight three-dimensional polymer scaffold dip-coated with multiple layers of TiO₂ aerogel for X-band

- microwave absorption applications, *Journal of Alloys and Compounds*, 823, 153847.
- [133] **Praveena, K., Sadhana, K., Liu, H.-L., Maramu, N., & Himanandini, G.** (2016). Improved microwave absorption properties of TiO₂ and NiO. 53Cu₀. 12Zn₀. 35Fe₂O₄ nanocomposites potential for microwave devices, *Journal of Alloys and Compounds*, 681, 499-507.
- [134] **Kashi, S., Hadigheh, S.A., & Varley, R.** (2018). Microwave attenuation of graphene modified thermoplastic poly (butylene adipate-co-terephthalate) nanocomposites, *Polymers*, 10 (6), 582.
- [135] **Gashti, M.P., Hajiraissi, R., & Gashti, M.P.** (2013). Morphological, optical and electromagnetic characterization of polybutylene terephthalate/silica nanocomposites, *Fibers and Polymers*, 14 (8), 1324-1331.
- [136] **Hwang, S.-s.** (2016). Tensile, electrical conductivity and EMI shielding properties of solid and foamed PBT/carbon fiber composites, *Composites Part B: Engineering*, 98, 1-8.
- [137] **Kim, I.C., Kwon, K.H., & Kim, W.N.** (2019). Effects of hybrid fillers on the electrical conductivity, EMI shielding effectiveness, and flame retardancy of PBT and PolyASA composites with carbon fiber and MWCNT, *Journal of Applied Polymer Science*, 136, 48162.
- [138] **Koysuren, O., Yesil, S., Bayram, G., Secmen, M., & Civi, O.A.** (2008). Effect of a carbon black surface treatment on the microwave properties of poly (ethylene terephthalate)/carbon black composites, *Journal of Applied Polymer Science*, 109 (1), 152-159.
- [139] **Sadeghi, A., Moeini, R., & Yeganeh, J.K.** (2019). Highly conductive PP/PET polymer blends with high electromagnetic interference shielding performances in the presence of thermally reduced graphene nanosheets prepared through melt compounding, *Polymer Composites*, 40 (S2), E1461-E1469.
- [140] **De Rosa, I.M., Dinescu, A., Sarasini, F., Sarto, M.S., & Tamburrano, A.** (2010). Effect of short carbon fibers and MWCNTs on microwave absorbing properties of polyester composites containing nickel-coated carbon fibers, *Composites Science and Technology*, 70 (1), 102-109.
- [141] **Song, J., Yuan, Q., Zhang, H., Huang, B., & Fu, F.** (2015). Elevated conductivity and electromagnetic interference shielding effectiveness of PVDF/PETG/carbon fiber composites through incorporating carbon black, *Journal of Polymer Research*, 22, 158.
- [142] **Gupta, A. & Choudhary, V.** (2011). Electrical conductivity and shielding effectiveness of poly(trimethylene terephthalate)/multiwalled carbon nanotube composites, *Journal of Materials Science*, 46, 6416-6423.
- [143] **Gupta, A. & Choudhary, V.** (2011). Electrical conductivity and shielding effectiveness of poly (trimethylene terephthalate)/multiwalled carbon nanotube composites, *Journal of materials science*, 46 (19), 6416-6423.
- [144] **Gupta, A. & Choudhary, V.** (2011). Electromagnetic interference shielding behavior of poly (trimethylene terephthalate)/multi-walled carbon nanotube composites, *Composites Science and Technology*, 71 (13), 1563-1568.
- [145] **Ajitha A. R, Mohammed Arif P, Aswathi M. K, Mathew, L.P., Kalarikkal, N., Thomas, S., & Volova, T.** (2018). An effective EMI shielding material based on poly (trimethylene terephthalate) blend

- nanocomposites with multiwalled carbon nanotubes, *New Journal of Chemistry*, 42, 13915-13926.
- [146] **Shui, X. & Chung, D.** (1995). Submicron nickel filaments made by electroplating carbon filaments as a new filler material for electromagnetic interference shielding, *Journal of Electronic Materials*, 24 (2), 107-113.
- [147] **Shui, X. & Chung, D.** (1997). Nickel filament polymer-matrix composites with low surface impedance and high electromagnetic interference shielding effectiveness, *Journal of Electronic Materials*, 26 (8), 928-934.
- [148] **Yim, Y.-J. & Park, S.-J.** (2015). Electromagnetic interference shielding effectiveness of high-density polyethylene composites reinforced with multi-walled carbon nanotubes, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 21, 155-157.
- [149] **Lee, S.H., Kim, J.Y., Koo, C.M., & Kim, W.N.** (2017). Effects of processing methods on the electrical conductivity, electromagnetic parameters, and EMI shielding effectiveness of polypropylene/nickel-coated carbon fiber composites, *Macromolecular Research*, 25 (9), 936-943.
- [150] **Sachdev, V., Patel, K., Bhattacharya, S., & Tandon, R.** (2011). Electromagnetic interference shielding of graphite/acrylonitrile butadiene styrene composites, *Journal of Applied Polymer Science*, 120 (2), 1100-1105.
- [151] **Duan, H., Yang, J., Yang, Y., Zhao, G., & Liu, Y.** (2017). TiO₂ hybrid polypropylene/nickel coated glass fiber conductive composites for highly efficient electromagnetic interference shielding, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 28 (8), 5725-5732.
- [152] **Leão, A., Indrusiak, T., Costa, M.F., & Soares, B.G.** (2020). Exploring the Potential Use of Clean Scrap PVDF as Matrix for Conductive Composites Based on Graphite, Carbon Black and Hybrids: Electromagnetic Interference Shielding Effectiveness (EMI SE), *Journal of Polymers and the Environment*, 28 (8), 2091–2100.
- [153] **Wei, B. & Yang, S.** Polymer composites with expanded graphite network with superior thermal conductivity and electromagnetic interference shielding performance, *Chemical Engineering Journal*, 404, 126437.
- [154] **Vaid, K., Rathore, D., & Dwivedi, U.K.** (2020). Electromagnetic interference of nickel ferrite and copper ferrite filled low-density polyethylene composite, *Journal of Composite Materials*, 54 (30), 4799-4806.
- [155] **Wang, L., Wu, Y., Wang, Y., Li, H., Jiang, N., & Niu, K.** (2020). Laterally compressed graphene foam/acrylonitrile butadiene styrene composites for electromagnetic interference shielding, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 133, 105887.
- [156] **Biswas, S., Muzata, T.S., Krause, B., Rzeczkowski, P., Pötschke, P., & Bose, S.** (2020). Does the Type of Polymer and Carbon Nanotube Structure Control the Electromagnetic Shielding in Melt-Mixed Polymer Nanocomposites?, *Journal of Composites Science*, 4 (1), 9.
- [157] **Vovchenko, L., Matzui, L., Oliynyk, V., Milovanov, Y., Mamunya, Y., Volynets, N., Plyushch, A., & Kuzhir, P.** (2020). Polyethylene Composites with Segregated Carbon Nanotubes Network: Low Frequency Plasmons and High Electromagnetic Interference Shielding Efficiency, *Materials*, 13 (5), 1118.

- [158] DowAksa. *Karbon Elyaf/Kumaş*. 2023 Erişim: 22.04.2023, <https://www.dowaksa.com/tr/karbon-elyaf-and-kumas.html>.
- [159] Saidi, M.A., Hassan, A., Wahit, M.U., & Lai, J., *Mechanical and Thermal Properties of Polyethylene Terephthalate/Polybutylene Terephthalate Blends*. 2018, IGCESSH.
- [160] **Kim, B.-J., Choi, W.-K., Um, M.-K., & Park, S.-J.** (2011). Effects of nickel coating thickness on electric properties of nickel/carbon hybrid fibers, *Surface and Coatings Technology*, 205 (11), 3416-3421.
- [161] **Saad, S., Boumerzoug, Z., Helbert, A.L., Brisset, F., & Baudin, T.** (2020). Effect of TiO₂-Nanoparticles on Ni Electrodeposition on Copper Wire, *Metals*, 10 (3), 406.
- [162] **Lee, K., Low, M., Khadijah, S., Leong, G., & Ang, Z.** Development of Two Electrode Electrodeposition System for Electroplating Components (Part 1).
- [163] **Darvishzadeh, A. & Nasouri, K.** (2021). Manufacturing, modeling, and optimization of nickel-coated carbon fabric for highly efficient EMI shielding, *Surface and Coatings Technology*, 409, 126957.
- [164] **Parida, G., Chaira, D., Chopkar, M., & Basu, A.** (2011). Synthesis and characterization of Ni-TiO₂ composite coatings by electro-co-deposition, *Surface and Coatings Technology*, 205 (21-22), 4871-4879.
- [165] **Rusu, D., Cojocaru, P., Magagnin, L., Gheorghies, C., & Carac, G.** (2010). Study of Ni-TiO₂ nanocomposite coating prepared by electrochemical deposition, *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, 12 (12), 2419-2422.
- [166] **Benea, L. & Danaila, E.** (2016). Nucleation and growth mechanism of Ni/TiO₂ nanoparticles electro-codeposition, *Journal of the Electrochemical Society*, 163 (13), D655-D662.
- [167] **Mohajeri, S., Dolati, A., & Ghorbani, M.** (2015). The influence of pulse plating parameters on the electrocodeposition of Ni-TiO₂ nanocomposite single layer and multilayer structures on copper substrates, *Surface and Coatings Technology*, 262, 173-183.
- [168] Dogus Kimya. *Elektrometal Kaplamanın Temel Prensipleri*. Erişim: 01.01.2023, https://www.doguskimya.com.tr/elektrometal-kaplamanin-temel-prensipleri_1-1398.
- [169] **Zhang, Y.-P., Zhou, C.-G., Sun, W.-J., Wang, T., Jia, L.-C., Yan, D.-X., & Li, Z.-M.** (2020). Injection molding of segregated carbon nanotube/polypropylene composite with enhanced electromagnetic interference shielding and mechanical performance, *Composites Science and Technology*, 197 (8), 108253.
- [170] **Feng, D., Liu, P., & Wang, Q.** (2019). Exploiting the piezoresistivity and EMI shielding of polyetherimide/carbon nanotube foams by tailoring their porous morphology and segregated CNT networks, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 124, 105463.
- [171] **Wang, J., Wu, M., Li, Y., Luo, F., Chen, F., Chai, S., & Fu, Q.** (2013). Preparation of expanded graphite/poly (phenylene sulfide) composites with high thermal and electrical conductivity by rotating solid-state premixing and melt processing, *Journal of Materials Science*, 48, 1932-1939.
- [172] **Ghaemi, F., Ahmadian, A., Yunus, R., Ismail, F., & Rahmanian, S.** (2016). Effects of Thickness and Amount of Carbon Nanofiber Coated Carbon

- Fiber on Improving the Mechanical Properties of Nanocomposites, *Nanomaterials*, 6 (1), 6.
- [173] **ISO** (2019). *Polyolefin pipes and fittings — Determination of carbon black content by calcination and pyrolysis — Test method* (ISO 6964:2019)
- [174] **ISO** (2006). *Plastics — Glass-fibre-reinforced products — Determination of fibre length* (ISO 22314:2006)
- [175] **Fu, S.Y., Lauke, B., Mäder, E., Yue, C.Y., & Hu, X.** (2000). Tensile properties of short-glass-fiber- and short-carbon-fiber-reinforced polypropylene composites, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 31 (10), 1117-1125.
- [176] **Ayrilmis, N., Kariz, M., Kwon, J.H., & Kitek Kuzman, M.** (2019). Effect of printing layer thickness on water absorption and mechanical properties of 3D-printed wood/PLA composite materials, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 102, 2195-2200.
- [177] **ISO** (2019). *Plastics — Methods for determining the density of non-cellular plastics — Part 1: Immersion method, liquid pycnometer method and titration method* (ISO 1183-1:2019)
- [178] **Haynes, W.M.**, (2016). *CRC handbook of chemistry and physics*. CRC press.
- [179] **Santos, L.G., Costa, L.C., & Pessan, L.A.** (2018). Development of biodegradable PLA/PBT nanoblends, *Journal of Applied Polymer Science*, 135 (12), 45951.
- [180] **Xiao, J., Hu, Y., Yang, L., Cai, Y., Song, L., Chen, Z., & Fan, W.** (2006). Fire retardant synergism between melamine and triphenyl phosphate in poly (butylene terephthalate), *Polymer Degradation and Stability*, 91 (9), 2093-2100.
- [181] **Danek, M., Lutomski, M., Maniukiewicz, W., & Kozanecki, M.** (2021). The crystallinity of poly (butylene terephthalate) in mass-scale extrusion products as seen by differential scanning calorimetry, *Polymers for Advanced Technologies*, 32 (3), 1272-1287.
- [182] **Ünsal, Ö.F., Altın, Y., & Çelik Bedeloğlu, A.** (2020). Poly (vinylidene fluoride) nanofiber-based piezoelectric nanogenerators using reduced graphene oxide/polyaniline, *Journal of Applied Polymer Science*, 137 (13), 48517.
- [183] **ISO** (2013). *Carbon fibre — Determination of volume resistivity* (BS ISO 13931:2013)
- [184] **ISO** (2022). *Plastics — Measurement of resistivity of conductive plastics* (BS EN ISO 3915:2022)
- [185] Wikipedia. **Electrical resistivity and conductivity**. Erişim: 23.07.2023, https://en.wikipedia.org/wiki/Electrical_resistivity_and_conductivity#:~:text=The%20SI%20unit%20of%20electrical,is%201%20%CE%A9%20%8B%85m.
- [186] **ISO** (2019). *Plastics — Determination of tensile properties — Part 1: General principles* (ISO 527-1:2019)
- [187] **ISO** (2012). *Plastics — Determination of tensile properties — Part 2: Test conditions for moulding and extrusion plastics* (ISO 527-2:2012)
- [188] **ISO** (2019). *Plastics — Determination of Izod impact strength* (ISO 180:2019)
- [189] **ASTM** (1999). ASTM D 4935-99 Standard Test Method For Measuring the Electromagnetic Shielding Effectiveness of Planar Materials.
- [190] **Abdelal, N.** (2018). Electromagnetic Interference Shielding of Stitched Carbon Fiber Composites, *Journal of Industrial Textiles*, 49 (6), 773-790.

- [191] Rosa, I.M.D., Dinescu, A., Sarasini, F., Sarto, M.S., & Tamburrano, A. (2010). Effect of short carbon fibers and MWCNTs on microwave absorbing properties of polyester composites containing nickel-coated carbon fibers, *Composites Science and Technology*, 70 (1), 102-109.
- [192] Lu, L., Xing, D., Teh, K.S., Liu, H., Xie, Y., Liu, X., & Tang, Y. (2017). Structural effects in a composite nonwoven fabric on EMI shielding, *Materials & Design*, 120 (15), 354-362.
- [193] Dřínovský, J. & Kejik, Z. (2009). Electromagnetic shielding efficiency measurement of composite materials, *Measurement Science Review*, 9 (4), 109-112.
- [194] Huang, L., Zhang, L., Song, J., Wang, X., & Liu, H. (2020). Superhydrophobic nickel-electroplated carbon fibers for versatile oil/water separation with excellent reusability and high environmental stability, *ACS Applied Materials & Interfaces*, 12 (21), 24390-24402.
- [195] Guo, C., Zuo, Y., Zhao, X., Zhao, J., & Xiong, J. (2008). The effects of electrodeposition current density on properties of Ni-CNTs composite coatings, *Surface and Coatings Technology*, 202 (14), 3246-3250.
- [196] Cai, D., Tao, E., Yang, S., Ma, Z., Li, Y., Liu, L., Wang, D., & Qian, J. (2022). Effect of mixed-phase TiO₂ doped with Ca²⁺ on charge transfer at the TiO₂/graphene interface, *Electrochimica Acta*, 422, 140503.
- [197] Erođlu, G. & Akgök, Y.Z. *Dünyada ve Türkiye’de Nikel*. 2018 Eriřim: 04.05.2023, <https://www.mta.gov.tr/v3.0/sayfalar/bilgi-merkezi/maden-serisi/img/Nikel.pdf>.
- [198] NanoGrafı. *Titanium Dioxide (TiO₂) Nanopowder/Nanoparticles, Rutile, High Purity: 99.5+ %, Size: 28 nm*. Eriřim: 18.12.2022, <https://nanografi.com/nanoparticles/titanium-dioxide-tio2-nanopowder-nanoparticles-rutile-high-purity-99-5-size-28-nm/>.
- [199] Gawdzińska, K., Bryll, K., Chykowski, L., & Berczyński, S. (2018). The impact of reinforcement material on selected mechanical properties of reinforced polyester composites, *Composites Theory and Practice*, 18 (2), 65-70.
- [200] Unterweger, C., Brüggemann, O., & Fürst, C. (2014). Effects of different fibers on the properties of short-fiber-reinforced polypropylene composites, *Composites Science and Technology*, 103, 49-55.
- [201] Pereira, G., Darabas Rzatki, F., Mazzaferro, L., Forin, D., & Barra, G. (2016). Mechanical and Thermo-Physical Properties of Short Glass Fiber Reinforced Polybutylene Terephthalate upon Aging in Lubricant/Refrigerant Mixture, *Materials Research*, 19, 1310-1318.
- [202] Meng, C. & Qu, J.-p. (2017). Mechanical and thermal properties of polybutylene terephthalate/ethylene-vinyl acetate blends using vane extruder, *e-Polymers*, 18 (1), 67-73.
- [203] Yenier, Z., Aker, S., Seki, Y., Altay, L., Bigun, O., & Sarikanat, M. (2023). Improving thermal conductivity of polybutylene terephthalate composites with hybrid synthetic graphite and carbon fiber, *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 36 (2), 595-614.
- [204] Karšli, N.G. & Aytac, A. (2011). Effects of maleated polypropylene on the morphology, thermal and mechanical properties of short carbon fiber reinforced polypropylene composites, *Materials & Design*, 32 (7), 4069-4073.

- [205] **Ren, X., Wang, X., Sui, G., Zhong, W., Fuqua, M., & Ulven, C.** (2008). Effects of carbon nanofibers on crystalline structures and properties of ultrahigh molecular weight polyethylene blend fabricated using twin-screw extrusion, *Journal of Applied Polymer Science*, *107* (5), 2837-2845.
- [206] **Karsli, N.G. & Aytac, A.** (2013). Tensile and thermomechanical properties of short carbon fiber reinforced polyamide 6 composites, *Composites Part B: Engineering*, *51*, 270-275.
- [207] **Şanlı, S., Durmus, A., & Ercan, N.** (2012). Effect of nucleating agent on the nonisothermal crystallization kinetics of glass fiber-and mineral-filled polyamide-6 composites, *Journal of Applied Polymer Science*, *125* (S1), E268-E281.
- [208] **Wurm, A., Herrmann, A., Cornelius, M., Zhuravlev, E., Pospiech, D., Nicula, R., & Schick, C.** (2015). Temperature Dependency of Nucleation Efficiency of Carbon Nanotubes in PET and PBT, *Macromolecular Materials and Engineering*, *300* (6), 637-649.
- [209] **Sullivan, E.M., Oh, Y.J., Gerhardt, R.A., Wang, B., & Kalaitzidou, K.** (2014). Understanding the effect of polymer crystallinity on the electrical conductivity of exfoliated graphite nanoplatelet/polylactic acid composite films, *Journal of Polymer Research*, *21* (563), 1-9.
- [210] **Li, G.-J., Fan, S.-R., Wang, K., Ren, X.-L., & Mu, X.-W.** (2010). Modification of TiO₂ with titanate coupling agent and its impact on the crystallization behaviour of polybutylene terephthalate, *Iranian Polymer Journal*, *19* (2), 115-121.
- [211] Metanawin, T., Jamjumrus, A., & Metanawin, S. (2015). Morphology, Mechanical and Thermal Properties of PBT-TiO₂ Polymer Nanocomposite. in *MATEC Web of Conferences*. EDP Sciences.
- [212] **Luo, Y.-B., Li, W.-D., Wang, X.-L., Xu, D.-Y., & Wang, Y.-Z.** (2009). Preparation and properties of nanocomposites based on poly (lactic acid) and functionalized TiO₂, *Acta Materialia*, *57* (11), 3182-3191.
- [213] Huang, J., Liu, H., Lu, X., & Qu, J. (2016). Thermal and mechanical properties of TPU/PBT reinforced by carbon fiber. in *AIP Conference Proceedings*. AIP Publishing LLC.
- [214] **Tripathi, D. & Dey, T.K.** (2013). Thermal conductivity, coefficient of linear thermal expansion and mechanical properties of LDPE/Ni composites, *Indian Journal of Physics*, *87*, 435-445.
- [215] **Zaman, H.U. & Khan, R.A.** Surface-Modified Nanoparticles Reinforced Polymer Nanocomposites, *International Journal of Research Publication and Reviews*, *2* (6), 158-163.
- [216] **Prakash, M. & Ghosh, A.K.** (2021). An investigation on optimization of instantaneous synthesis of TiO₂ nanoparticles and it's thermal stability analysis in PP-TiO₂ nanocomposite, *Solid State Sciences*, *120*, 106707.
- [217] **Fu, S.-Y. & Lauke, B.** (1996). Effects of fiber length and fiber orientation distributions on the tensile strength of short-fiber-reinforced polymers, *Composites Science and Technology*, *56* (10), 1179-1190.
- [218] **Rahmani, H., Ashori, A., & Varnaseri, N.** (2016). Surface modification of carbon fiber for improving the interfacial adhesion between carbon fiber and polymer matrix, *Polymers for Advanced Technologies*, *27* (6), 805-811.

- [219] **Karsli, N.G., Aytac, A., & Deniz, V.** (2012). Effects of initial fiber length and fiber length distribution on the properties of carbon-fiber-reinforced-polypropylene composites, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 31 (15), 1053-1060.
- [220] **Jung, S. & Cho, D.** (2020). Effect of fiber feeding route upon extrusion process on the electromagnetic, mechanical, and thermal properties of nickel-coated carbon fiber/polypropylene composites, *Composites Part B: Engineering*, 187, 107861.
- [221] **Lee, Y.K., Jang, S.H., Kim, M.S., Kim, W.N., Yoon, H.G., Park, S.D., Kim, S.-T., & Lee, J.D.** (2010). Effect of multi-walled carbon nanotube on the electrical, morphological and mechanical properties of polypropylene/nickel-coated carbon fiber composites, *Macromolecular Research*, 18, 241-246.
- [222] **Di Liello, V., Martuscelli, E., Ragosta, G., & Zihlif, A.** (1990). Tensile properties and fracture behaviour of polypropylene-nickel-coated carbon-fibre composite, *Journal of Materials Science*, 25, 706-712.
- [223] **Abraham, S., Pai, B.C., Satyanarayana, K.G., & Vaidyan, V.K.** (1992). Copper coating on carbon fibres and their composites with aluminium matrix, *Journal of Materials Science*, 27, 3479-3486.
- [224] **Abraham, S., Pal, B., Satyanarayana, K., & Vaidyan, V.** (1990). Studies on nickel coated carbon fibres and their composites, *Journal of Materials Science*, 25, 2839-2845.
- [225] **Rahmanian, S., Thean, K., Suraya, A., Shazed, M., Salleh, M.M., & Yusoff, H.** (2013). Carbon and glass hierarchical fibers: Influence of carbon nanotubes on tensile, flexural and impact properties of short fiber reinforced composites, *Materials & Design*, 43, 10-16.
- [226] **Ozkan, C., Karsli, N.G., Aytac, A., & Deniz, V.** (2014). Short carbon fiber reinforced polycarbonate composites: Effects of different sizing materials, *Composites Part B: Engineering*, 62, 230-235.
- [227] **Ahmad, M., Zihlif, A., Martuscelli, E., Ragosta, G., & Scafora, E.** (1992). The electrical conductivity of polypropylene and nickel-coated carbon fiber composite, *Polymer Composites*, 13 (1), 53-57.
- [228] **Ahmad, M.S., Zihlif, A.M., Martuscelli, E., Ragosta, G., & Scafora, E.** (1992). The electrical conductivity of polypropylene and nickel-coated carbon fiber composite, *Polymer Composites*, 13 (1), 53-57.
- [229] **Bard, S., Schönlf, F., Demleitner, M., & Altstädt, V.** (2019). Copper and nickel coating of carbon fiber for thermally and electrically conductive fiber reinforced composites, *Polymers*, 11 (5), 823.
- [230] **Huang, C.-Y., Mo, W.-W., & Roan, M.-L.** (2004). The influence of heat treatment on electroless-nickel coated fibre (ENCF) on the mechanical properties and EMI shielding of ENCF reinforced ABS polymeric composites, *Surface and Coatings Technology*, 184 (2-3), 123-132.
- [231] **Li, W., Zhou, Y., Liu, H., Yang, J., & Pei, K.** (2022). Improved strength, toughness and electrical properties of rigid polyurethane composites reinforced with Ni-coated carbon fibers, *Polymer Bulletin*, 79, 5235-5245.
- [232] **Gupta, V.K., Agarwal, S., & Saleh, T.A.** (2011). Chromium removal by combining the magnetic properties of iron oxide with adsorption properties of carbon nanotubes, *Water Research*, 45 (6), 2207-2212.

- [233] **Xu, W., Pan, Y.-F., Wei, W., & Wang, G.-S.** (2018). Nanocomposites of Oriented Nickel Chains with Tunable Magnetic Properties for High-Performance Broadband Microwave Absorption, *ACS Applied Nano Materials*, *1* (3), 1116-1123.
- [234] **Kumar, A., Anant, R., Kumar, K., Chauhan, S.S., Kumar, S., & Kumar, R.** (2016). Anticorrosive and electromagnetic shielding response of a graphene/TiO₂-epoxy nanocomposite with enhanced mechanical properties, *RSC Advances*, *6* (114), 113405-113414.
- [235] **Darvishzadeh, A. & Nasouri, K.** (2021). Broadband and tunable high-performance microwave absorption properties by Ni-coated carbon fibers, *Materials Chemistry and Physics*, *274*, 125127.
- [236] **Shajari, S., Arjmand, M., Pawar, S.P., Sundararaj, U., & Sudak, L.J.** (2019). Synergistic effect of hybrid stainless steel fiber and carbon nanotube on mechanical properties and electromagnetic interference shielding of polypropylene nanocomposites, *Composites Part B: Engineering*, *165*, 662-670.
- [237] **Yang, J., Yang, Y., Duan, H., Zhao, G., & Liu, Y.** (2017). Light-weight epoxy/nickel coated carbon fibers conductive foams for electromagnetic interference shielding, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, *28*, 5925-5930.
- [238] **Olmos, D., Dominguez, C., Castrillo, P., & Gonzalez-Benito, J.** (2009). Crystallization and final morphology of HDPE: Effect of the high energy ball milling and the presence of TiO₂ nanoparticles, *Polymer*, *50* (7), 1732-1742.
- [239] **Nguyen, V.G., Thai, H., Mai, D.H., Tran, H.T., & Vu, M.T.** (2013). Effect of titanium dioxide on the properties of polyethylene/TiO₂ nanocomposites, *Composites Part B: Engineering*, *45* (1), 1192-1198.
- [240] **Junaedi, H., Baig, M., Dawood, A., Albahkali, E., & Almajid, A.** (2020). Mechanical and physical properties of short carbon fiber and nanofiller-reinforced polypropylene hybrid nanocomposites, *Polymers*, *12* (12), 2851.

ÖZGEÇMİŞ

Ad-Soyad : Ayşe SEZER HİÇYILMAZ

Doğum Tarihi ve Yeri :

E-posta :

ÖĞRENİM DURUMU:

- **Lisans** : 2013, Selçuk Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Kimya Mühendisliği
- **Yüksek Lisans** : 2017, Bursa Teknik Üniversitesi, Lif ve Polimer Mühendisliği Ana Bilim Dalı

MESLEKİ DENEYİM VE ÖDÜLLER:

- 2020 Ağustos – Halen – TÜBİTAK – Bursa Test ve Analiz Laboratuvarı – Uzman Araştırmacı

TEZDEN TÜRETİLEN ESERLER, SUNUMLAR VE PATENTLER:

- **Sezer Hicyilmaz, A. & Celik Bedeloğlu, A.** (2022). Electromagnetic interference shielding thermoplastic composites reinforced with carbon based hybrid materials: a review, *Composite Interfaces*, 29 (13), 1413-1470.
- **Sezer Hicyilmaz, A. Unsal, O.F., A. Celik Bedeloğlu** (2021). Elektrodepozisyon Yöntemiyle Bakır Kaplanmış Karbon Fiberlerin Geliştirilmesi, 8. *Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu*, Online, Haziran 18-19.
- **Sezer Hicyilmaz, A. & A. Celik Bedeloğlu** (2021). Development of Ni-TiO₂ Coated Carbon Fiber Reinforcements For Electromagnetic Shielding Thermoplastic Composites, 5. *International Ege Composite Materials Symposium*, Antalya, Kasım 4-6.

DİĞER ESERLER, SUNUMLAR VE PATENTLER:

- **Yildirim, F.F., Hicyilmaz, A.S., & Yildirim, K.** (2022). The Effects of the Weathering Methods on the Properties of the ABS, ASA and PMMA Polymers, *Polymer Testing*, 107, 107484.
- **Sezer Hicyilmaz, A., Teke, S., Islek Cin, Z., & Celik Bedeloglu, A.** (2022). Development of thermo-regulating fabrics with enhanced heat dissipation via graphene-modified n-octadecane microcapsules, *Polymer Engineering and Science*, 62 (1), 210-219.
- **Ünsal, Ö.F., Sezer Hıçyılmaz, A., Bedelođlu, A.**, (2021). *POLİMERLER: ÖZELLİKLERİ VE UYGULAMALARI*. H. Avcı, Editor *Polimerlerin Elektriksel Özellikleri*, 159 – 181, ESOGÜ Basımevi Eskişehir,.
- **Sezer Hicyilmaz, A. & Celik Bedeloglu, A.** (2021). Applications of polyimide coatings: A review, *SN Applied Sciences* 3, 1-22.
- **Ünsal, Ö.F., Sezer Hıçyılmaz, A., Yüksel Yılmaz, A. N., Altın, Y., Borazan, İ., Bedelođlu, A.**, (2020). *Advances in Functional and Protective Textiles*. S.U. Islam and B.S. Butola, Editörler, *Energy-generating textiles* (1), 415 – 455, Woodhead Publishing.
- **Hicyilmaz, A.S. & Bedeloglu, A.C.** (2020). Silver nanowire loaded self-healing EVA films, *Journal of Thermoplastic Composite Materials* 35 (12): 2288-2297.
- **Sezer Hicyilmaz, A., Celik Bedeloglu, A.** (2020). Development of Self-healing EVA Films , 6. *Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu*, Bursa, Ocak 24-25.
- **Sezer Hicyilmaz, A., Celik Bedeloglu, A.** (2019). Microcapsules for Self-Healing Materials, 5. *Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu*, İstanbul, Mayıs 2-3.
- **Sezer Hicyilmaz, A., Altın, Y., & Bedeloglu, A.** (2019). Polyimide-coated fabrics with multifunctional properties: flame retardant, UV protective, and water proof, *Journal of Applied Polymer Science*, 136 (23), 47616.
- **Hicyilmaz, A.S. & Bedeloglu, A.C.** (2019). In Situ Graphene Oxide Reinforced Poly (Urea-Formaldehyde) Microencapsulation of Epoxy, *Materials Science. Research India* 16 (1), 7.
- **Sezer Hicyilmaz, A., Altın, Y., Celik Bedeloglu, A.** (2018). Development of Multi-functional Polyimide Coated Fabrics, 4. *Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu*, Bursa, Ekim 4-5.
- **Hicyilmaz, A.S., Seckin, A.K. & Cerkez, I.** (2017). Synthesis, characterization and chlorination of 2-acrylamido-2-methylpropane sulfonic acid sodium salt-based antibacterial hydrogels, *Reactive and Functional Polymers* 115, 109-116.
- **Cerkez, I., Sezer, A. & Bhullar, S.K.** (2017). Fabrication and characterization of electrospun poly (ε-caprolactone) fibrous membrane with antibacterial functionality, *Royal Society Open Science* 4 (2), 160911.
- **Sezer, A., Cerkez, I.** (2016). Development of Super Absorbant Hydrogels with Biocidal Functionality, *International Conference on Natural and Engineering Sciences*, Üsküp, Makedonya, Eylül 1-5.
- **Bhullar, S.K., Cerkez, I., Sezer, A., & Jun, M.B.** (2015). Swelling Behavior of Hydrogels within Auxetic Polytetrafluoroethylene Jacket, *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 54 (17), 1787-1793