T.C.
BURSA TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

HAVACILIK UYGULAMALARI İÇİN BİYOMONOMER İÇEREN ABLATİF AEROJEL KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Gözdenur GÜVENÇ

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Kimya Mühendisliği Tezli Yüksek Lisans Programı

TEMMUZ 2025

T.C.
BURSA TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

HAVACILIK UYGULAMALARI İÇİN BİYOMONOMER İÇEREN ABLATİF AEROJEL KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Gözdenur GÜVENÇ
(22434968603)
ORCID: 0000-0002-1793-2029

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı
Kimya Mühendisliği Tezli Yüksek Lisans Programı

Danışman: Doç. Dr. Derya ÜNLÜ
ORCID: 0000-0001-5240-5876

TEMMUZ 2025

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, 1649B022305286 numaralı TUBİTAK 2210-C Öncelikli Alanlara Yönelik Yurt İçi Yüksek Lisans Burs Programı ve 125M245 numaralı TUBİTAK 1002-A Hızlı Destek Modülü 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 SOYADI: Gözdenur GÜVENÇ

İmzası:

Aileme,

ÖNSÖZ

Lisans ve yüksek lisans eğitimim boyunca bilgi ve birikimlerini benden esirgemeyen, tez boyunca anlayışı ve yapıcı yaklaşımıyla bu süreci kolayca atlamama katkı sağlayan bana her zaman ilham veren değerli danışmanım Doç. Dr. Derya ÜNLÜ'ye teşekkür ederim.

Tez çalışmamı destekleyen Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK)'na (1649B022305286 başvuru numaralı, Bilim İnsanı Destek Programları Başkanlığı tarafından yürütülen 2210-C Öncelikli Alanlara Yönelik Yurt İçi Yüksek Lisans Burs Programı ve 125M245 proje numaralı, 1002-A Hızlı Destek Modülü) teşekkür ederim.

Çalışmalarımın karakterizasyon testlerinde yardımlarını esirgemeyen Beykent Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümü'nden Doç. Dr. Üyesi Ferda CİVAN ÇAVUŞOĞLU'na, Kocaeli Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümü'nden Arş. Gör. Emel ENGİNTEPE'ye, Bursa Teknik Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümü'nden Arş. Gör. Sevgi KEMEÇ ASLAN'a, Bursa Teknik Üniversitesi Kimya Bölümü'nden Dr. Öğr. Üyesi Neriman SİNAN TATLI'ya, Bursa Teknik Üniversitesi Polimer Malzeme Mühendisliği Bölümü'nden Arş. Gör. Dr. Ayten Nur YÜKSEL YILMAZ ve Arş. Gör. Recep İLHAN'a, teşekkür ederim.

Çalışmalarım boyunca bana her zaman yol gösteren Sefa ARAS'a ve aynı laboratuvarı paylaştığımız Mehmet ÖZTÜRK ve Rüveyda ÖZDEMİR'e teşekkürü borç bilirim.

Kendilerine duyduğum minnettarı bir teşekkürle ödeyemeyeceğim, benden hiçbir zaman desteklerini esirgemeyen aileme, annem Feryal GÜVENÇ, babam Tuncay GÜVENÇ, biricik kardeşlerim Murat GÜVENÇ ve Onur GÜVENÇ'e sonsuz teşekkür ederim.

Temmuz 2025 Gözdenur GÜVENÇ

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ ..... **viii**
İÇİNDEKİLER ..... **ix**
KISALTMALAR ..... **xi**
SEMBOLLER ..... **xiii**
ÇİZELGE LİSTESİ ..... **xiv**
ŞEKİL LİSTESİ ..... **xv**
ÖZET ..... **xvii**
SUMMARY ..... **xix**
1. GİRİŞ **1**
1.1 Termal Koruma Sistemleri 3
1.2 Termal Koruma Sistemlerinin Tarihsel Gelişimi 4
1.3 Ablatif Termal Koruma Sistemleri 6
1.4 Ablatif Kompozitlerin Sınıflandırılması 8
1.5 Ablatif Kompozitlerin Yapıları 8
1.5.1 Takviye malzemeleri 9
1.5.2 Matris malzemeleri 10
1.6 Ablatif Polimerik Kompozitlerin Üretim Yöntemleri 13
1.6.1 Elle yerleştirme yöntemi 13
1.6.2 Püskürtme yöntemi 14
1.6.3 Vakum torbalama yöntemi 14
1.6.4 Reçine transfer kalıplama yöntemi 15
1.6.5 Sıkıştırma kalıplama yöntemi 15
1.6.6 Pultrüzyon yöntemi 16
1.6.7 Enjeksiyon kalıplama yöntemi 16
1.7 Ablasyon İşlemi ve Mekanizması 17
1.7.1 Ark-Plazma torcu 18
1.7.2 Küçük ölçekli roket testi 20
1.7.3 Oksiasetilen Ablasyon Testi (OAT) 21
1.8 Literatür Araştırması 22
1.9 Matris Malzemesinde Kullanılan Kimyasallar 25
1.9.1 Resorsinol 25
1.9.2 Furfural 26
1.9.3 Fenilboronik asit 27
2. MATERYAL VE YÖNTEM **28**
2.1 Materyal ve Ekipmanlar 28
2.1.1 Deneylerde kullanılan kimyasallar 28
2.1.2 Karakterizasyon işlemleri için kullanılan cihazlar ve testler 29
2.2 Kompozitler İçin Matris Malzemesinin Hazırlanması 31
2.2.1 Resorsinol-furfural (RF) reçinesinin sentezi 31
2.2.2 Fenilboronik asit modifiyeli resorsinol-furfural (RFB) reçinesinin sentezi 32

2.3 Ablatif Polimerik Kompozitlerin Üretimi 33
2.4 Kompozitlerin Eğilme Mukavemeti Testleri İçin Hazırlanması 34
2.5 Üretilen Kompozitlerin Yoğunluk Deneyleri 36
2.6 Ablatif Polimerik Kompozitlerin Ablasyon Deneyleri 37
3. BULGULAR VE TARTIŞMA 41
3.1 Resorsonol-furfural ve Fenilboronik Asit Modifiyeli Resorsinol-furfural Reçinelerinin Karakterizasyonu 41
3.1.1 BET analizi 41
3.1.2 FT-IR analizi 42
3.1.3 TGA analizi 44
3.1.4 DSC analizi 46
3.2 Üretilen Ablatif Polimerik Kompozitlerin Karakterizasyonu 47
3.2.1 SEM analizi 47
3.2.2 TGA analizi 49
3.2.3 Üç nokta eğme mukavemeti testi 51
3.2.4 Yoğunluk analizi 52
3.2.5 XRD analizi 53
3.3 Ablatif Polimerik Kompozitlerin Ablasyon Özellikleri 54
3.4 Ablasyon Sonrası Polimerik Kompozitlerin Karakterizasyonu 55
3.4.1 SEM analizi 55
3.4.2 XRD analizi 56
3.4.3 Ablatif kompozitlerin yüksek sıcaklık ortamındaki davranışları 57
3.4.4 Ablatif kompozitlerin ablasyon performansları 61
4. SONUÇ VE ÖNERİLER 67
KAYNAKLAR 71
ÖZGEÇMİŞ 77

KISALTMALAR

ABPR : Aril-boronik asit modifiyeli fenolik reçine
ASTM : Amerikan Test ve Malzeme Kurumu
B_20_3 : Dibor trioksit
BET : Brunauer-Emmett-Teller
C : Sodyum karbonat
CNT : Karbon nanotüp
DAO : Doğrusal ablasyon oranı
DSC : Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
DTG : Diferansiyel Termal Termogravimetri
ETOH : Etanol
F : Furfural
FBA : Fenilboronik asit
FR : Formaldehit
FTIR : Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi
HCL : Hidroklorik asit
HMTA : Hekzametilen tetramin
KAO : Kütle ablasyon oranı
KO : Kömürleşme oranı
K-RF : Bor modifiyesiz Resorsinol-furfural reçine matrisli kompozit
K-RFB : Bor modifiyeli Resorsinol-furfural reçine matrisli kompozit
MERLAB : Merkezi Araştırma Laboratuvarı
NASA : Ulusal Havacılık ve Uzay Dairesi
OAT : Oksiasetilen Alev Testi
PAN : Poliakrilonitril
PBPR : Bor ile modifiye edilmiş fenolik reçine
R : Resorsinol
RF : Resorsinol-furfural reçinesi
RFB : Bor modifiyeli Resorsinol-furfural reçinesi
RFR : Resorsinol-formaldehit reçinesi
SEM : Taramalı Elektron Mikroskobu

SPAR **:** Yapısal Plastik Ablatif Roket

TGA **:** Termogravimetrik Analiz

TPS **:** Termal Koruma Sistemi

W **:** Su

XRD **:** X-ışını kırınım

SEMBOLLER

°C	**:** Sıcaklık (Santigrat)
b	**:** Numune genişliği
d_1	**:** Ablasyon öncesi numune kalınlığı
d_2	**:** Ablasyon sonrası kömür tabakası ile birlikte numune kalınlığı
d_c	**:** Ablasyon sonrası kömür tabakasız numune kalınlığı
EM	**:** Eğilme mukavemeti
h	**:** Numune yüksekliği
L	**:** Destek aralığı
m_1	**:** Ablasyon öncesi numune kütlesi
m_2	**:** Ablasyon sonrası numune kütlesi
P	**:** Uygulanan maksimum kuvvet
r	**:** Numune yarıçapı
t	**:** Ablasyon testi süresi
T_r	**:** Silindirik kompozitin ablasyon ön yüzeyinden uzaklığı
z	**:** Numune kalınlığı
π	**:** pi sayısı
$\rho_{kompozit}$	**:** Kompozit yoğunluğu

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 1.1: Ablasyon testleri için işletme maliyeti tahmini. **18**
Çizelge 2.1: Numune hazırlama oranları ve jelleşme süreleri. **33**
Çizelge 2.2: Kompozitlerin fiziksel özellikleri. **36**
Çizelge 3.1: RF reçinelerin DTG maksimum kütle kaybı sıcaklıkları. **44**
Çizelge 3.2: RFB reçinelerin DTG maksimum kütle kaybı sıcaklıkları. **45**
Çizelge 3.3: RF polimerinin DSC verileri. **46**
Çizelge 3.4: RFB polimerinin DSC verileri. **47**
Çizelge 3.5: K-RF kompozitlerinin DTG maksimum kütle kaybı sıcaklıkları. **50**
Çizelge 3.6: K-RFB kompozitlerinin DTG maksimum kütle kaybı sıcaklıkları. **51**
Çizelge 3.7: Kompozitlerin eğilme mukavemeti değerleri. **52**
Çizelge 3.8: Kompozitlerin yoğunluk değerleri. **52**
Çizelge 3.9: Ablatif polimerik kompozitlerin ablasyon testlerindeki sıcaklık değerleri. **59**
Çizelge 3.10: Üretilen ablatif polimerik kompozitlerin DAO, KAO ve KO değerleri. **63**

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1: Termal koruma sistemlerinin tarihsel gelişimini gösteren özel görevler. ... **6**
Şekil 1.2: Bir kömürleşme ablatörünün piroliz ve erozyon mekanizması. ... **7**
Şekil 1.3: Kompozit malzemenin yapısı ve basit gösterimi. ... **9**
Şekil 1.4: Takviye malzemeleri; a) cam fiber, b) aramid fiber, c) karbon fiber. ... **9**
Şekil 1.5: Elle yerleştirme yönteminin gösterimi. ... **13**
Şekil 1.6: Püskürtme yönteminin gösterimi. ... **14**
Şekil 1.7: Vakum torbalama yöntemi gösterimi. ... **14**
Şekil 1.8: Reçine transfer yöntemi gösterimi. ... **15**
Şekil 1.9: Sıkıştırma kalıplama yöntemi gösterimi. ... **15**
Şekil 1.10: Pultrüzyon yöntemi gösterimi. ... **16**
Şekil 1.11: Enjeksiyon kalıplama yöntemi gösterimi. ... **16**
Şekil 1.12: Polimerik ablatif malzemelerin kömürleşmesi için ablasyon olayları. ... **17**
Şekil 1.13: Orion kapsülü ve dünyaya yeniden girişi. ... **18**
Şekil 1.14: Ark-jet testi cihazının ekipmanları. ... **19**
Şekil 1.15: Elektrotsuz torç cihazının ekipmanları. ... **20**
Şekil 1.16: Küçük ölçekli roket testi cihazı. ... **21**
Şekil 1.17: Oksiasetilen alev test düzeneği; a) test şeması ve b) test alevi. ... **22**
Şekil 1.18: Resorsinolün kimyasal yapısı. ... **26**
Şekil 1.19: Furfuralın kimyasal yapısı. ... **27**
Şekil 1.20: Fenilboronik asitin kimyasal yapısı. ... **27**
Şekil 2.1: Oksiasetilen alev test düzeneği (Aras, 2023). ... **30**
Şekil 2.2: a) Termal polimerizasyon öncesi etanole konulan reçineler, b) Termal polimerizasyon sonrası etanoldeki reçineler. ... **31**
Şekil 2.3: Elde edilen aerojeller a) RF4, b) RF8. ... **32**
Şekil 2.4: Kompozit hazırlamak için kullanılan şırınga düzeneği. ... **33**
Şekil 2.5: Üretilen kompozit örneği. ... **34**
Şekil 2.6: Eğilme mukavemeti deneyi için numune hazırlama aşamaları a) alt tablaya istiflenen keçeler, b) üst tablayla sıkıştırma aşaması, c) etüv içerisinde kürlendirme işlemi, d) kürlenmiş numune, e) deney için kesilen kompozit. ... **35**
Şekil 2.7: Ablasyon test düzeneği (Aras, 2023). ... **37**
Şekil 2.8: Oksiasetilen test bölgesi (Aras, 2023). ... **37**
Şekil 2.9: Numune derinliğine göre termokupl yerleştirme ve sıcaklık ölçüm düzeneği. ... **38**
Şekil 2.10: DAO ve KO için ölçüm şekli. ... **39**
Şekil 3.1: RF ve RFB aerojellerinin BET sonuç grafiği. ... **41**
Şekil 3.2: RF aerojellerinin FTIR spektrumları. ... **42**
Şekil 3.3: RF8 ve RFB aerojellerinin FTIR spektrumları. ... **43**
Şekil 3.4: RF reçinelerinin; a) TGA termogramları, b) DTG termogramları. ... **44**
Şekil 3.5: RFB reçinelerinin; a) TGA termogramları, b) DTG termogramları. ... **45**

Şekil 3.6: RF reçinelerinin DSC termogramları. **46**
Şekil 3.7: RFB reçinelerinin DSC termogramları..... **47**
Şekil 3.8: Kompozitlerin ablasyon öncesi SEM görüntüleri; a) K-RF1, b) K-RF2, c) K-RF4 ve d) K-RF8 kompozitleri. **48**
Şekil 3.9: Kompozitlerin ablasyon öncesi SEM görüntüleri; a) K-RFB5, b) K-RFB10, c) K-RFB15, d) K-RFB20 VE e) K-RFB25 kompozitleri..... **49**
Şekil 3.10: K-RF kompozitlerinin; a) TGA termogramları, b) DTG termogramları. **50**
Şekil 3.11: K-RF kompozitlerinin; a) TGA termogramları, b) DTG termogramları. **51**
Şekil 3.12: Yanma öncesi; a)K-RF, b)K-RFB polimerlerinin XRD spektrumları. ... **53**
Şekil 3.13: Oksiasetilen testi öncesi hizalanmış numune görseli. **54**
Şekil 3.14: K-RFB20 numunesinin ablasyon testi anındaki ve test sonrasındaki yüzey görünümleri..... **55**
Şekil 3.15: Oluşturulan oksiasetilen alevi ve alev sıcaklığı ölçüm değeri. **55**
Şekil 3.16: Ablasyon sonrası K-RFB kompozitlerinin SEM görüntüleri; a) K-RFB5, b) K-RFB10, c) K-RFB20 ve d)K-RFB25 kompozitleri. **56**
Şekil 3.17: Yanma sonrası; a)K-RF, b)K-RFB polimerlerinin XRD spektrumları. .. **57**
Şekil 3.18: Ablasyon testi boyunca kompozitlerin yüzey sıcaklık değişimleri. **58**
Şekil 3.19: Ablasyon sırasında kompozitlerin orta ve arka yüzey sıcaklık grafikleri. **60**
Şekil 3.20: Üretilen ablatif polimerik kompozitlerin doğrusal ablasyon oranları. **61**
Şekil 3.21: Üretilen ablatif polimerik kompozitlerin kütle ablasyon oranları. **62**
Şekil 3.22: Üretilen ablatif polimerik kompozitlerin kömürleşme oranları. **62**
Şekil 3.23: K-RF2 kompozitinin ablasyon mekanizması. **64**
Şekil 3.24: Ablasyon sonrası ablasyon yüzeyindeki kömür tabakası görüntüsü. **64**
Şekil 3.25: K-RFB25 kompozitinin ablasyon mekanizması..... **65**

HAVACILIK UYGULAMALARI İÇİN BİYOMONOMER İÇEREN ABLARİF AEROJEL KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

ÖZET

Havacılık ve uzay görevlerinde kullanılan malzemeler atmosfere yeniden girişleri esnasında şiddetli aerodinamik ısınmalardan dolayı yüksek sıcaklık ve basınçlara maruz kalmaktadır. Termal koruma sistemleri (TPS), uzay aracının dış yüzeyinde meydana gelen aerodinamik ısıyı aracın iç kısmına iletilmesini ve yüklerin (insanlar ve yükler) bu ısıdan etkilenmesini önleyerek bir ısı yalıtımı sağlamaktadır.

Bu tez çalışmasında, termal koruma sistemlerinde kullanılan ablatif polimerik kompozitler için matris malzemesi geliştirilerek kompozitler üretilmiştir. Üretilen kompozitlerin ablasyon özellikleri ve ablasyon mekanizmaları incelenmiştir. Resorsinol-furfural reçinesi (FR), ilk önce çapraz bağ oranın etkisinin anlaşılması için farklı ağırlık yüzdelerinde hekzametilen tetramin ile sentezlenmiş sonra farklı ağırlık yüzdelerinde fenilboronik asit ile modifiye edilerek matris malzemeleri geliştirilmiştir.

Matris malzemeleri, BET (Brunauer-Emmett-Teller), FTIR (Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi), TGA (Termogravimetrik analiz) ve DSC (Diferansiyel taramalı kalorimetre) yöntemleriyle karakterize edilmiştir.

Geliştirilen malzemelerin BET analizleri incelendiğinde artan çapraz bağ oranı ile arttığı fakat artan fenilboronik asit modifiyesiyle azaldığı bulunmuştur. FTIR pikleri incelendiğinde RF reçinelerin yoğun aromatik halkalara sahip olduğu görülürken, fenilboronik asit modifiyeli reçinelerde yeni boronat bağların oluştuğu görülmüştür. Matris malzemesinin borla modifiyelenmesi kömür verimini arttırmıştır. RF8 polimerinin kömür verimi 1000 °C'de %41,23 iken, ağırlıkça %25 fenilboronik asit ile modifiyelenerek hazırlanan matris malzemesinin (RFB25) kömür verimi %46,63 değerine çıkarılmıştır.

Hazırlanan matris malzemeleri poliakrilonitril (PAN) temelli iğne ile delinmiş karbon fiber keçelere emprenye edilerek kompozitler üretilmiştir. Hazırlanan kompozitlerin SEM görüntüleri incelendiğinde RF matrisli kompozitlerde çatlak ve oyuk oluşumu gözlemlenirken, RFB matrisli kompozitlerde bu oluşumlar gözlemlenmemiştir. Ayrıca RFB matrisli kompozitlerde yer alan karbon fiber keçelerin üzerinde serbest fenilboronik asit parçacıkları olduğu görülmüştür.

Kompozitlerin ablasyon özellikleri, oksiasetilen alev testi kullanılarak belirlenmiştir. Kompozitlerdeki fenilboronik asit ile modifiye edilmesi ile ablasyon direnci arttırılmıştır. RF8 matrisi ile hazırlanan kompozitin ortalama doğrusal ablasyon oranı (DAO), kütle ablasyon oranı (KAO) ve kömürleşme oranı (KO) sırasıyla 0,009 mm/sn,0,032 g/sn ve 0,235 mm/sn iken, en iyi ablasyon direncini

sağlayan K-RFB25 kompozitinin DAO, KAO ve KO değerleri sırasıyla 0,007 mm/sn, 0,024 g/sn ve 0,165 mm/sn değerine düşürülmüştür. Kompozitlerin oksiasetilen testinde ön yüzeylerine gelen 2733,8-2070,9 °C sıcaklık değerine karşın arka yüzey sıcaklıkları 25,3-27,5 °C aralığında kalarak ısı bariyeri sağlamıştır.

Anahtar kelimeler: Ablasyon, Termal koruma sistemi, Aerojel, Karbon fiber, Oksiasetilen alev testi, Kompozit.

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF ABLATIVE AEROGEL COMPOSITES CONTAINING BIOMONOMERS FOR AEROSPACE APPLICATIONS

SUMMARY

Materials used in aerospace missions are exposed to high temperatures and pressures due to severe aerodynamic heating during re-entry into the atmosphere. Thermal protection systems (TPS) provide thermal insulation by preventing the aerodynamic heat generated on the outer surface of the spacecraft from being transmitted to the interior of the vehicle and the loads (people and cargo) from being affected by this heat.

In this thesis, composites were produced by developing matrix material for ablative polymeric composites used in thermal protection systems. The ablation properties and ablation mechanisms of the composites were investigated. Resorcinol-furfural resin (FR) was first synthesized with different weight percentages of hexamethylene tetramine in order to understand the effect of crosslink ratio, and then matrix materials were developed by modifying with phenylboronic acid in different weight percentages.

The matrix materials were characterized by BET (Brunauer-Emmett-Teller), FTIR (Fourier transform infrared spectroscopy), TGA (Thermogravimetric analysis) and DSC (Differential scanning calorimetry) methods.

When the BET analysis of the developed materials was examined, it was found that it increased with increasing crosslink ratio but decreased with increasing phenylboronic acid modification. When the FTIR peaks were examined, it was observed that RF resins had dense aromatic rings, while new boronate bonds were formed in phenylboronic acid modified resins. Modification of the matrix material with boron increased the char yield. While the char yield of RF8 polymer was 41.23% at 1000 °C, the char yield of the matrix material prepared by modifying with 25 wt% phenylboronic acid (RFB25) was increased to 46.63%.

The prepared matrix materials were impregnated with polyacrylonitrile (PAN) based needle-punched carbon fiber felts and composites were produced. When SEM images of the prepared composites were examined, cracks and pitting were observed in composites with RF matrix, while these formations were not observed in composites with RFB matrix. In addition, free phenylboronic acid particles were observed on the carbon fiber felts in the composites with RFB matrix.

The ablation properties of the composites were determined using oxyacetylene flame test. The ablation resistance was increased by modifying the composites with phenylboronic acid. While the average linear ablation rate (LAR), mass ablation rate (MAR) and carbonization rate (CR) of the composite prepared with RF8 matrix were 0.009 mm/sec, 0.032 g/sec and 0.235 mm/sec, respectively, the LAR, MAR and CR values of the K-RFB25 composite, which provided the best ablation

resistance, were reduced to 0.007 mm/sec, 0.024 g/sec and 0.165 mm/sec, respectively. In the oxyacetylene test of the composites, the back surface temperatures remained in the range of 25.3-27.5 °C despite the temperature value of 2733.8-2070.9 °C on the front surfaces of the composites and provided a heat barrier.

Keywords: Ablation, Thermal protection system, Aerogel, Carbon fiber, Oxyacetylene flame test, Composite.

1. GİRİŞ

Uzaya erişmek fikri ve uzayda araştırmalar yapmak amacıyla yürütülen çalışmalar günden güne artmaktadır. Son zamanlarda bu çalışmalarda öne çıkan bir konu uzay araçlarında kullanılan malzemelerin geliştirilmesidir. Uzay araçları atmosfere yeniden girişleri esnasında yüksek aerodinamik ısınmaya maruz kalırlar ve bu ısınma sonucunda uzay araçlarının yüzeyi 1000 °C'ye ulaşabilmektedir. Bu durumun önüne geçebilmek için araştırmacılar termal koruma sistemlerini geliştirmişlerdir.

Termal koruma sistemlerinde yüksek sıcaklıklara dayanabilen birçok malzeme geliştirilmiştir. Geliştirilen malzemelerin çoğunluğu ablasyon temelli malzemelerdir. Ablatif kompozitler iki temel malzemeden oluşmaktadır. Bunlar takviye malzemeler ve matris malzemelerdir. Takviye malzemeleri, çoğunlukla karbon ya da silika fiberlerden oluşurken, matris malzemeleri ise sıkça kullanılan yüksek sıcaklık koşullarında kömür oluşturabilen fenolik reçinelerdir (Christidis ve diğ, 2020). Reçine yüksek sıcaklığa maruz kaldığında pirolize uğrayarak, piroliz gazlarını oluşturmaktadır. Açığa çıkan bu piroliz gazları malzemenin yüzeyine gelen yüksek sıcaklığı absorbe ederek ısı aktarımının önüne geçmektedir. Fenolik reçinelerin kömür oluşturma kapasitelerinin daha da arttırılması için, yüksek bağ enerjisine sahip bor ve fosfor gibi malzemeler kullanılabilir (Badhe ve Kandasubramanian, 2014).

Yapılan çalışmalarla çeşitli bor kaynakları kullanılarak fenolik reçinelerin termal dayanımı ve kömür oluşturma kapasiteleri artırılmıştır. Resorsinol-formaldehit reçinesinin borik asit ile modifiye edilmesi (Badhe ve Kandasubramanian, 2014), fenol-formaldehit reçinesinin borik asit ile modifiye edilmesi (Wang ve diğ, 2015), novolak tipi fenolik reçinenin fenilboronik asit ile modifiye edilmesi (Xing ve diğ, 2021), resol tipi fenolik reçinenin fenilboronik asit ile modifiye edilmesi (Wang ve diğ, 2013) sonucunda borsuz fenolik reçinelere göre kömür oluşturma kapasitelerinin arttığı bulunmuştur.

Fenolik bileşikler kullanılarak hazırlanan aerojeller, gözenek yapısı, hafifliği ve düşük yoğunluklu olması nedeniyle diğer gözenekli karbonlu malzemelere (örneğin karbon nanotüpler ve grafen) kıyasla son zamanlarda daha fazla tercih edilmektedir. Ayrıca aerojellerin, hafif ve elastik olması onları uzay araçları için harika birer malzeme haline getirmektedir (Gan ve diğ, 2023; Lermontov ve diğ, 2018;).

Fenolik aerojeller arasında en çok çalışılan malzeme resorsinol-formaldehit reçineleridir. Bu reçinede fenol yerine resorsinol kullanılır çünkü resorsinol yapısında bulunan iki hidroksil grubu sayesinde 10-15 kat daha aktiftir ve hatta oda sıcaklığı koşullarında bile reaksiyona girerek yer değiştirme ve yoğuşma ürünleri oluşturabilir (Lermontov ve diğ, 2017).

Genellikle fenolik reçine, formaldehit ve fenol ya da resorsinolden elde edilir fakat formaldehit yenilemeyen doğal gazlardan elde edildiği için bir atmosferik kirleticidir. Bu sebeple araştırmacılar son yıllarda formaldehitin yerine geçebilecek glioksal, paraformaldehit ve furfural gibi maddeleri araştırmaktadır. Bu malzemeler kıyaslandığında mısır koçanı ve şeker kamışı küspesi gibi biyokütle atıklarından elde edilen heterosiklik aldehit olan furfural dikkat çekmektedir. Yakın gelecekte fenolik reçine sentezinde formaldehitin yerine kullanılmasında önemli bir adaydır (Liu ve diğ, 2020).

Bu tez çalışmasında poliakrilonitril (PAN) temelli karbon fiber keçe, takviye malzemesi olarak kullanılmıştır. Bunun sebebi PAN temelli karbon fiber keçenin düşük ısıl iletkenliğe sahip olmasının yanında iğne delme yöntemiyle hazırlanmış olan fiber boşluklarına reçinenin kolayca emprenye edilebilir olmasıdır. Reçine matrisi olarak kolay sentezlenebilmesi, uygun sentez maliyeti, çevreci ve doğa dostu olmasının yanı sıra düşük kürlenme sıcaklığı ve yüksek termal özelliklerinden dolayı fenilboronik asit modifiyeli resorsinol-furfural reçinesi kullanılmıştır.

Tezin ilk kısmında modifiyesiz resorsinol-furfural aerojel reçineleri sentezlenmiş ve en uygun çapraz bağ oranı bulunduktan sonra resorsinol-furfural reçinesi farklı ağırlık oranlarında fenilboronik asit ile modifiye edilerek fenilboronik asit modifiyeli resorsinol-furfural aerojel reçineleri hazırlanmıştır. Hazırlanan aerojel reçinelerinin karakterizasyon testleri yapılmıştır. İkinci aşamada hazırlanan reçineler, takviye malzemesi olarak seçilen PAN bazlı karbon fiber keçeye emdirilerek ablatif kompozitler hazırlanmıştır. Hazırlanan kompozitlerin

karakterizasyon işlemleri gerçekleştirilmiş ve ablatif özelliğinin tayin edilebilmesi için ablasyon testleri gerçekleştirilmiştir.

Bu tez çalışmasında kullanılan fenilboronik asit modifiyeli resorsinol-furfural reçinesine ve bu reçinenin ablatif kompozit haline getirilmesine literatürde rastlanmamıştır. Bu nedenle bu tez çalışmasında elde edilen sonuçlar özgündür ve ablatif kompozitler alanında literatüre önemli katkılar sağlayıcı öngörülmektedir.

1.1 Termal Koruma Sistemleri

Termal koruma sistemleri (TPS), aerodinamik yüzeyleri, tahrik yapılarını ve yer ekipmanlarını yüksek sıcaklık ortamlarından etkili bir şekilde korudukları için uzayla ilgili birçok uygulama için hayati öneme sahiptir (Cheng ve diğ, 2017). Termal koruma sistemleri balistik füzeler, lazer koruma kalkanları, yüksek sıcaklık kaplamaları, roket nozulları, uzay kapsülleri ve yeniden giriş araçlarında kullanılan temel bir sistemdir (Daniel ve diğ, 2016; Rao ve diğ, 2020). Termal koruma sistemleri gelişmiş havacılık ve uzay araçları için kritik öneme sahiptir, çünkü bu araçlar aerodinamik ısınmadan dolayı 1650 °C'nin üzerindeki çok yüksek sıcaklıklara çıkmaktadır. Bunun yanı sıra uzay araçları fırlatma esnasında, atmosfere yeniden girişi sırasında veya dünya atmosferinde uçuşu sırasında titreşim, darbe ve termal yüklemeyle ilişkili yoğun mekanik streslere maruz kalmaktadır. Bu sebeple, termal koruma sistemleri ısı yalıtımı görevi görürken aynı zamanda sert aerodinamik kesme kuvvetlerine karşı dayanmalıdır (Ma ve diğ, 2022; Rao ve diğ, 2020).

Yeniden giriş esnasında, tüm ısı transfer mekanizmaları (konveksiyon, radyasyon ve iletim) etkilidir, fakat farklı şekillerde katkıda bulunurlar. Konveksiyon ile ısı transferi, uzay aracının etrafındaki hipersonik, sıcak gaz akışından ve yüzeyindeki katalitik kimyasalların kombinasyonundan kaynaklanır. Termal radyasyon, şok yay tabakasındaki sıcaklık artışının bir sonucu olarak atmosferik gazların ayrışması ve iyonlaşması sonucu ortaya çıkar. Radyasyonun tepe noktalarının konumu ve yoğunluğu, derin ultraviyole ile kızılötesi arasında geniş bir dalga boyu aralığını kapsar. Bu durum, yeniden giriş hızına, uzay aracının yörüngesine ve gezegenin atmosferinin yoğunluğu ile gaz bileşimine bağlı olarak değişiklik gösterir. Fiber temelli termal koruma sistemlerinde iletim, gözenekli fiber yapısının düşük

kalınlıktaki termal iletkenliği sebebiyle diğer iki mekanizmaya göre ihmal edilebilirdir (Chrisdistis ve diğ, 2020).

1.2 Termal Koruma Sistemlerinin Tarihsel Gelişimi

1920'lerin sonlarında Robert Goddard dünya atmosferine giren göktaşlarının davranışlarını gözlemleyerek, bir aracın iç parçalarının zarar görmemesi için koruma katmanı kullanma fikrini baz alarak bir ısı kalkanı konseptini geliştirmiştir. Dünya savaşı sırasında dünya atmosferini terk edebilen ve faydalı yükleri taşımak için atmosfere tekrar girebilen uzun menzilli füzeler ve roketlerin kullanılmaya başlamasıyla uzay uçuşu görevleri hızla önem kazanmaya başlamıştı. Bu tür araçların ilki, 1944 yılında Karman hattını ilk geçen V-2 roket motoruydu. Bu başarılı çalışmadan sonra roketlerin, insan uzay uçuşunda kullanılacağı öngörülüyordu. Bu dönemde farklı testler yapıldı fakat füzelerin aşırı ısınma problemi ve yüksek giriş hızları sebebiyle atmosfere yeniden giremediği görüldü. Yeniden giriş sırasında hipersonik hızlı araçlar, yüksek hız nedeniyle büyük basınç ve sıcaklıklara maruz kalmaktadır. Çoklu şok dalgaları ve türbülans, aracın yüzeyinde ciddi ısınmalara yol açmaktadır. Yüksek irtifalarda radyatif ısınma, konvektif ısınmaya ek olarak önem kazanır. Bu zorlu koşullarda sürükleme kuvveti artar ve bu da araç arızalarına neden olabilir. Isı yükünü azaltmak için, aracın atlamaları arasında soğumasını sağlayacak yeni bir yörünge oluşturmak için araç üzerindeki aerodinamik kaldırma kuvvetlerinin kullanılmasıyla geliştirilen "atlama/süzülme yörüngeleri" teorisi ile araç itme kuvveti alırken ve havada "atlarken", ısıyı atmosfere geri yayarak aracı soğutması bekleniyordu fakat bu teori başlangıçta umut verse de deneyler bunun ısınmayı artırarak aracı yok edebileceğini göstermiştir.

1950'lerin sonlarında ve 1960'ların başlarında yeniden giriş sırasında yaşanan sorunun karmaşıklığı dikkat çekmiş ve tam bu zamanlarda Von Karman tarafından "termal bariyer" kavramı ortaya atılmıştır. Yirminci yüzyılın ortalarından itibaren, uzay yarışı önem kazanmış bu nedenle atmosfere giriş sırasında uzay araçlarının güvenliğini sağlamak amacıyla çeşitli TPS teknolojileri geliştirilmiş ve test edilmiştir. Yeni malzemeler ve teknolojiler geliştirmek günümüz havacılık ve uzay endüstrisinin başlıca ilgilendiği konulardır (Uyanna ve Najafi, 2020).

Termal koruma sistemleri 3 ana başlıkta incelenir. Bunlar;

1) Pasif yöntemler
2) Yarı-Pasif yöntemler
3) Aktif yöntemler

Pasif yöntemlerde, ısı emici, sıcak yapı ve yalıtılmış yapı kullanılır. Isı alıcı, sadece kısa ısı darbeleri için uygun olan yüksek ısı depolama yeteneğine sahip olan metal bir yapıdan meydana gelir. Sıcak yapılar, bir yüzeyin sıcaklığı belirli bir noktaya ulaştığında termal radyasyon yayabilme yeteneğine sahip yapıdan meydana gelir. Bu yapıda bir önceki yapıda olan ısı darbesinin süresi önemli değil iken yapının dayanabileceği sıcaklık sınırlayıcı bir faktördür. Bu yöntemin son yapısı olan yalıtılmış yapılar, isminden de anlaşılacağı üzere gelen ısının çoğunu çevreye geri yönlendiren bir dış katman ve ısı transfer sürecini yavaşlatan yüksek sıcaklıklı seramik-fiber matris gibi bir alt katman yalıtım malzemesinden oluşurlar (Uyanna ve Najafi, 2020).

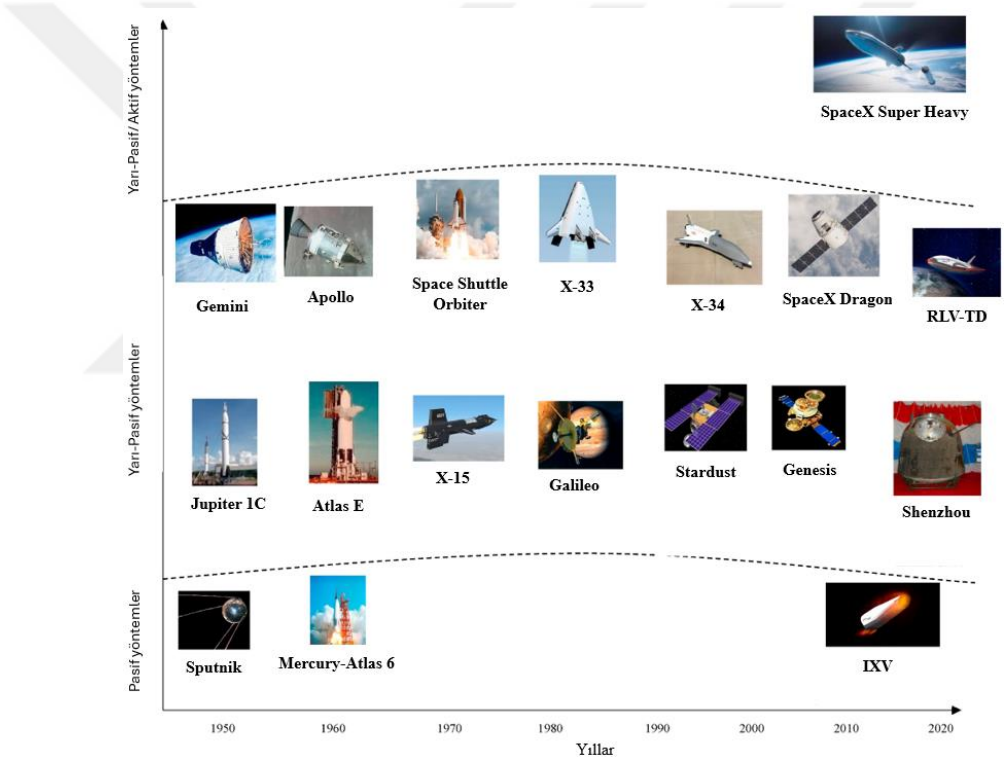
Yarı-Pasif yöntemlerde, ısı boruları ve ablasyon temel alınır. Isı boruları, termal yönetiminde faz değişim süreci sayesinde etkili ısı dağıtımı sağlamak için kullanılan cihazlardır. Farklı geometrilere sahip olmalarına rağmen, bir ısı borusu genellikle yoğun sıcaklığın bulunduğu bir alandan daha soğuk bir bölgeye ısı taşıyan bir çalışma akışkanından oluşur. Ablasyon, sürtünme kuvvetleri sayesinde bir malzemenin termo-fiziksel bozulması sonucunda 2000-3000 °C'lik yüksek sıcaklıklarda malzemenin 'kömür' olarak bilinen son derece yalıtkan bir karbonlu malzeme meydana getirmesi sonucu malzemeyi hipertermal ortamlardan ve aşırı ısınmış gazlardan izole etmesi yöntemidir (Badhe ve Kandasubramanian, 2014; Uyanna ve Najafi, 2020).

Aktif yöntemlerde, konvektif soğutma, film soğutma ve transpirasyon soğutma temel alınır. Konvektif soğutma, araç için yeterli soğutma sağlamak üzere termal koruma sisteminin yüzeyinin altına bir soğutucu akışkanın pompalanmasını içeren bir yöntemdir. Film soğutma yöntemi, hipersonik araçlarda soğutucu akışkanın aracın yüzeyine belirli bir noktadan enjekte edilmesiyle uygulanır. Enjekte edilen akışkan, daha sonra soğutulması gereken yapının yüzeyinde ince bir soğuk yalıtım tabakası oluşturur. Bu sayede, yapının erime sıcaklığını aşmaması sağlanır. Son olarak transpirasyon soğutmasında, bir soğutucu akışkan, gözenekli bir duvardan sıcak akışkanın yan yüzeyine yönlendirilir. Gözenekli yapıdan geçerken soğutucu akışkan, bu yapıyı emerek soğutma işlemini gerçekleştirir. Kararlı bir duruma

ulaşıldığında, soğutucu ile gözenekli duvar arasında bir termal denge sağlanır. Gözenekli katmanın içinden geçen soğutucu, cisim yüzeyinde bir film tabakası oluşturur. Bu film, ısı akısını emerek gözenekli duvara iletilen ısıyı daha da azaltır. Dolayısıyla, gözenekli katman, ısının soğutma sıvısından aracın yüzeyindeki sıcak (genellikle gaz halindeki) akışkana aktarılmasına olanak tanıyarak adeta bir ısı eşanjörü işlevi görür.

Termal koruma sistemi yönteminin seçimi, tahrik sistemi, geometri, yüzeydeki ısı akısı miktarı ve maruz kalma zamanı gibi çeşitli faktörlere bağlıdır.

Şekil 1.1'de farklı amaçlarla uzay görevlerinde kullanılan araçları ve kullandığı TPS sistemi gösterilmiştir (Uyanna ve Najafi, 2020).



Şekil 1.1: Termal koruma sistemlerinin tarihsel gelişimini gösteren özel görevler.

1.3 Ablatif Termal Koruma Sistemleri

Termal koruma sistemleri, aerodinamik yüzeyleri, tahrik bölgelerini ve yer ekipmanlarını yüksek sıcaklıktaki ortamlardan korudukları için uzayla ilgili birçok konuda araştırma alanı bulmaktadır. Ablatif malzemeler ablasyon yöntemi ile termal koruma sağlar. Ablatif malzemeler roket yanma odaları, küçük reaksiyon kontrol motorlarından ana tahrik sistemlerine kadar birçok önemli uygulamada

yaygın olarak kullanım alanı bulmuştur. Ablatif malzemelerin diğer termal koruma sistemlerinden ayıran olumlu özelliği, rejeneratif soğutma ceketi ve devresinin gerekliliğini ortadan kaldıran, yerleşik soğutma özelliklerini kendi kendine düzenleyen ve sağlayan bir ısı ve kütle transfer süreci olan ablasyonun faydalarından kaynaklanmaktadır (Cheng ve diğ, 2017; Natali ve diğ, 2011).

Ablasyon, büyük miktarda ısı enerjisinin malzemenin bir kısmının feda edilmesiyle dağıtıldığı düzenli bir ısı ve kütle aktarım sürecidir. Erime, buharlaşma, süblimleşme ve piroliz gibi faz değişimleri de dahil olmak üzere birçok fiziksel ve kimyasal dönüşümü içeren çok karmaşık bir süreçtir. Süreç sırasında birçok karmaşık pirolitik ve kömürleşme reaksiyonlarını içeren bir dizi endotermik reaksiyon meydana gelir (Badhe ve diğ, 2015; Kumar ve diğ, 2018).

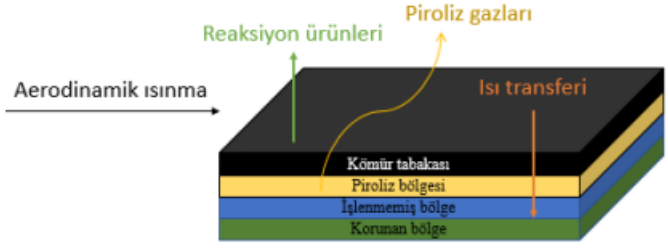
Bir termal koruma sisteminde ablasyon işlemi sırasında üç ana bölge oluşur (Şekil 1.2):

- Kömür tabakası: Katı yakıt yanma sürecindeki yüksek sıcaklıktan etkilenen ve kömür tabakasına sebep olan ilk bölge.

- Piroliz bölgesi: Kömürleşme bölgesi ile işlenmemiş malzeme arasında kalan, TPS ayrışması ve piroliz süreçlerinin gerçekleştiği bölge.

- İşlenmemiş bölge: Reaksiyona girmemiş termal koruma sisteminden oluşan bölge.

Kömür tabakası, kömürleşme bölgesinde meydana gelir ve ablatif TPS'nin etkinliğinden büyük ölçüde sorumludur. Kömür tabakasının ne kadar sağlam ve istikrarlı olduğu, TPS'nin tüketim hızını doğrudan etkiler; bu durum, daha düşük bir ablasyon oranının ortaya çıkmasına sebep olur. 2000-3000°C sıcaklık aralığında, ısı kalkanının mikroyapısının temeli, altındaki malzemeyi alev alan itici gazlardan gelen ısıya karşı koruyan kalın bir kömür tabakasının oluşumuna dayanmaktadır. (Amado ve diğ, 2020; Badhe ve Kandasubramanian, 2014).



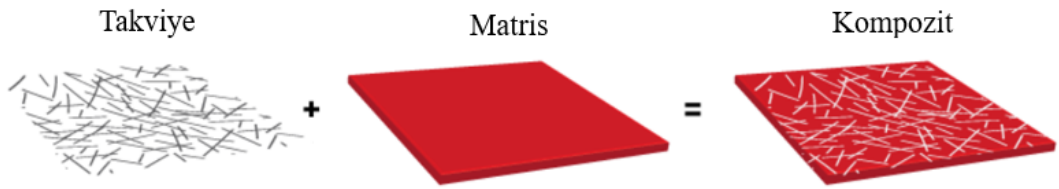
Şekil 1.2: Bir kömürleşme ablatörünün piroliz ve erozyon mekanizması.

1.4 Ablatif Kompozitlerin Sınıflandırılması

Ablatif kompozitler, genel olarak üç ana kategori altında polimerik, metalik veya seramik temelli malzemeler olarak sınıflandırılabilir. Yüksek ısıl direnç, hafiflik, mükemmel mekanik dayanım ve ısı yalıtım özelliklerine sahip olan ablatif polimerik kompozitler, termal koruma sistemlerinde en yaygın şekilde kullanılan malzemeler arasında yer almaktadır (Eslami ve diğ, 2015; Natali ve diğ, 2016). Bunun yanı sıra, seramik ve metal bazlı malzemeler de bu sistemlerde kullanılmaktadır. Metal matrisli ablatif malzemelerde genellikle renyum, molibden ve tungsten gibi metaller tercih edilmektedir. Seramik malzemelerde ise, hafniyum, zirkonyum ve tantal oksitleri veya bunların karbürleri gibi matrisler kullanılmaktadır (Natali ve diğ, 2016). Polimerik matrislere sahip ablatif kompozitlerin üretimi, diğer matrisli kompozit türlerine kıyasla daha ekonomik ve kısa döngülerle gerçekleştirilebilir. Seramik matrisli kompozitler, yüksek sıcaklık toleransı, ablasyon direnci ve sıcaklık değişikliklerine karşı iyi bir dayanıklılığa sahiptir; ancak bu malzemelerin yüksek maliyetleri ve uzun üretim süreci, termal koruma sistemlerinde önemli engeller oluşturmaktadır (Duan ve diğ, 2018).

1.5 Ablatif Kompozitlerin Yapıları

Kompozit materyaller, oldukça farklı özellikler barındıran iki ya da daha fazla malzemenin birleştirilmesiyle meydana gelir ve bu malzemeler birbirleri arasında çözünmez ya da karışmazlar. Kompozit içerisinde bulunan çeşitli malzemeler, kompozite özel nitelikler kazandırmak amacıyla bir arada etkileşimde bulunur (Ngo, 2020). Kompozitlerin temelinde iki malzeme yer almaktadır. Bunlar takviye malzemeleri ve matris malzemeleridir (Şekil 1.3) (Gebrehiwet ve diğ, 2023). Takviye malzemeleri, karbon ya da silika fiberlerden oluşmaktadır. Matris malzemesi ise en yaygın kullanılan yüksek sıcaklık özelliklerine sahip kömür oluşturabilen fenolik reçinelerdir (Christidis ve diğ, 2020). Takviye fazı, matristen daha fazla sertlik ve mukavemet sunarken, matris fazının işlevi takviye fazının hizalanmasını sağlayarak malzemeleri bir arada tutmasıdır. Takviye ile matris arasındaki uyum, kompozitlerin mekanik zarar görmemesinde önemli bir rol oynar. Takviye ve matris malzemeleri arasında bir ara yüz meydana gelmektedir. Bu ara yüz, kompozitlerin mekanik özelliklerini etkileyen kritik bir unsurdur (Advani ve Sozer, 2003; Daniel ve Ishai, 2006; Gebrehiwet ve diğ, 2023).



Şekil 1.3: Kompozit malzemenin yapısı ve basit gösterimi.

1.5.1 Takviye malzemeleri

Kompozitler oluşturulurken çeşitli takviye malzemeleri kullanılır. Takviye malzemesi olarak en yaygın cam, aramid ve karbon fiberler kullanılır. Şekil 1.4'te bu malzemelerin görselleri verilmiştir (Gebrehiwet ve diğ, 2023).



Şekil 1.4: Takviye malzemeleri; a) cam fiber, b) aramid fiber, c) karbon fiber.

Cam fiberler çeşitli mineral cam bileşenlerinden oluşan amorf yapıya sahip takviye malzemesidir. Cam elyaflar pek çok kimyasal maddeye ve neme karşı dirençlidir. Mükemmel elektrik yalıtım özelliklerine ve düşük dielektrik sabitine sahiptirler. Düşük termal genleşme katsayısına ve iyi termal iletkenliğe sahip olduklarından, yüksek sıcaklıklarda da kullanılabilirler (Pastuszak ve Muc, 2013). Aramid fiberler, sıvı bir kimyasal karışımın katı bir lif haline dönüştürülmesiyle elde edilen insan yapımı bir organik polimerdir. Aramid fiberler genel olarak darbelere karşı yüksek bir direnç gösterir ve düşük bir modüle sahiptir. Yüksek dayanıklılık ile düşük yoğunluk gibi çeşitli özelliklere sahip olabilirler. Aramid fiberler, çevre sıcaklığının yükselmesi halinde liflerin kısalması ve kalınlaşması durumunda termal genleşme açısından karbon fiberlere benzerlik gösterir. Özgül dayanımları ve esneklik modülleri genellikle karbon fiberlerle karşılaştırıldığında daha düşüktür (Gebrehiwet ve diğ, 2023). Karbon fiberler, tüm kompozit türlerinde en önemli takviye elyaflarından biridir. Karbon fiberler yüksek karbon içeriği, yüksek sertlik, çekme mukavemeti, kimyasal direnç, düşük ağırlık, termal genleşme ve sıcaklık toleransı gibi çeşitli avantajlara sahiptir (Daniel ve diğ, 2019; Gebrehiwet ve diğ, 2023). Karbon fiber takviyeli kompozitler, yalnızca mükemmel mekanik özelliklere değil, aynı zamanda iyi termal şok ve ablatif dirence de sahip oldukları için ablatif

kompozitlerde takviye malzemesi olarak sıkça tercih edilirler (Ding ve diğ, 2015; Zuo ve diğ, 2023;). Karbon fiberler yaygın olarak şu üç ana maddeden elde edilir: rayon, PAN ve petrol zifti. Daha iyi mekanik özellikler için PAN bazlı fiberler diğerlerine göre tercih edilir. Karbon fiber keçeleri imal etmek için iğne delme yöntemi kullanılmıştır. İğne delme işlemiyle, dokunmamış fiber tülbent yığınları üretilir. Çok düşük hacimli fiber içeriğine sahip fiber keçesi, iğne delme yoluyla gerçekleştirilebilir. Bu tür keçeler çok düşük ısı iletkenliğine sahiptir (Daniel ve diğ, 2020). Kompozit malzemelerin imalatında tercih edilen takviye malzemeleri, uzun sürekli fiber, dokuma kumaş, kısa kesilmiş fiber ve keçe gibi çeşitli biçimlerde bulunabilir (Mazumdar, 2001).

1.5.2 Matris malzemeleri

Matris malzemesi, takviyeleri bir arada tutmada ve ablatif kompozitlere yapısal bütünlük kazandırmada hayati bir rol oynar. Matris malzemeler termoplastikler ve termosetler olmak üzere temelde ikiye ayrılırlar. Termosetler günümüzde daha çok tercih edilirler. Termoplastik polimerler, monomerlerin zincirlere bağlanmasıyla oluşur ve ısıtıldıklarında yumuşamalarını sağlayan zincirler arasında çapraz bağlar yoktur. Polietilen, polivinil klorür ve naylon termoplastik polimerlere örnektir. Termoset reçineler bir kürleme maddesinin eklenmesini gerektirir ve bitmiş bir parça üretmek için bir takviye malzemesine emdirme ile karıştırılırlar. Termoset polimerler ilave ısıya maruz kalmaktan etkilenmezler, bu da ısıya, korozyona ve mekanik sünmeye karşı inanılmaz direnç göstermelerini sağlar. En yaygın termosetlerden bazıları epoksi, poliüretanlar, fenolik ve amino reçineler, bismaleimidler ve poliamidlerdir. Fenolik reçineler, ablatif TPS sistemlerinde yaygın şekilde kullanılmaktadır. Bu tür sistemlerin daha yüksek kömür verimi ve ablasyon özellikleri, fenolik reçine yapısında bulunan aromatik halkalardan kaynaklanmaktadır. Bir ablasyon polimer matrisinde, maksimum kömür verimi içindeki aromatik halkalardan kaynaklanır. Bu nedenle, bir polimerdeki aromatik içerik ne kadar büyükse, kömür verimi de o kadar büyük olur (Daniel ve diğ, 2020; Gebrehiwet ve diğ, 2023).

1.5.2.1 Fenolik reçineli matrisler

Düşük yanıcılık, yüksek kömürleşme verimi, üstün termal yalıtım ve iyi termal kararlılık nedeniyle ilk sentetik termoset polimer olan fenolik reçine, ablatif

malzeme olarak kullanılmak üzere dikkat çeken bir adaydır (Eslami ve diğ, 2015). Fenolik reçineler yaygın olarak bir fenol ve bir aldehit kaynağından, fenol ve formaldehit oranında ve ayrıca katalizör tipinde farklı olan resol ve novolak olmak üzere iki şekilde sentezlenmiştir. (Noparvar-Qarebagh ve diğ, 2016a). Sentez yöntemlerine bakıldığında, bu iki yöntem arasındaki ana farklılık esasen kullanılan katalizörlerin çeşitliliği ve molar oranlardan kaynaklanmaktadır. Resoller, bazik katalizör varlığında üretilir ve formaldehit ile fenol arasındaki mol oranı (Formaldehit/fenol ≥ 1) bire eşit ya da daha fazla olmalıdır. Novolaklar asidik bir katalizör ile üretilir ve formaldehitin fenole molar oranı (Formaldehit/fenol <1) birden küçüktür. (Pilato, 2010).

Ablatif kompozitlerde kullanılan aerojeller, üç boyutlu ağ yapısına sahip ve çok sayıda gözenek içeren katı halde bulunan köpük yapıdaki malzemelerdir. Gözenekli yapısı, düşük yoğunluklu ve çok geniş yüzey alanlı özel bir malzeme olmasını sağlar. Ayrıca aerojel, hafif ve oldukça elastik olması nedeniyle son yıllarda dikkatleri üzerine çeken bir malzemedir (Aghabararpour ve diğ, 2018; Lermontov ve diğ, 2018; Liu ve diğ, 2020). Fenolik bileşikler kullanılarak hazırlanan aerojeller, diğer gözenekli karbonlu malzemelere (örneğin karbon nanotüpler ve grafen) kıyasla daha düşük hammadde maliyetlerine ve daha kolay hazırlama süreçlerine sahip olduğu için sıklıkla tercih edilen maddeler arasında yer alırlar. Ek olarak mükemmel ani yüksek sıcaklık ablasyon direncine sahiptir, bu da onu ablasyon termal koruma sistemleri için tercih edilen matris reçinesi yapmıştır (Gan ve diğ, 2023; He ve diğ, 2022; Lermontov ve diğ, 2017). En iyi bilinen organik aerojel olan resorsinol-formaldehit (RFR) aerojeli, resorsinol ve formaldehitin sol-jel polikondenzasyonu ile hazırlanır. Resorsinol, fenol-formaldehit reçinesinde fenol yerine kullanılır. Çünkü elektrofilik yer değiştirme reaksiyonlarında fenolden yaklaşık 10-15 kat daha aktiftir ve bu nedenle formaldehit ile daha düşük sıcaklıklarda reaksiyona girerek yer değiştirme ve yoğunlaşma ürünleri oluşturabilir. RFR aerojeller, resorsinolün formaldehit ile baz veya asit katalizli polikondenzasyonu yöntemi ile sentezlenir. En yaygın Resorsinol-formaldehit aerojel genellikle monomer olarak resorsinol (R) ve formaldehit (FR), çözücü olarak su (W) ve katalizör olarak sodyum karbonat (C) kullanılarak sentezlenir. Sentez parametreleri arasında pH değeri, resorsinolün formaldehite oranı (R/FR), resorsinolün suya oranı (R/W), konsantrasyon ve katalizör (R/C) oranı gibi proses

parametreleri değiştirilerek RFR aerojelin fiziksel (yoğunluk, spesifik yüzey alanı, partikül boyutu, gözenek boyutu dağılımı) ve kimyasal özellikleri geliştirilir (He ve diğ, 2022; Lermontov ve diğ, 2017; Lermontov ve diğ, 2018). Geleneksel fenolik reçineler, formaldehit kullanılarak üretilir. Fakat, formaldehitin havada kirliliğe yol açtığı ve genellikle yenilenemeyen doğal gazdan elde edildiği bilinmektedir. Bu sebeplerden ötürü, son yıllarda paraformaldehit, asetaldehit, glioksal ve furfural (F) gibi birçok alternatif madde üzerinde çalışmalar yapılmıştır. Diğerleri ile karşılaştırıldığında, furfural, büyük bir sanayileşme umudu taşıyan bir yenilenebilir heterosiklik aldehit türüdür. Şu an için çoğunlukla mısır koçanı ve şeker kamışı posası gibi biyokütle atıklarından elde edilmektedir ve fenolik reçinelerin üretiminde formaldehitin yerine geçmek için uygun bir seçenek olarak değerlendirilmektedir (Liu ve diğ, 2020).

Fenolik reçinelerin modifikasyonu:

Fenolik reçine geleneksel bir endüstriyel malzemedir, kendi yüksek termal stabilitesine ve düşük maliyet avantajları sebebiyle, termal koruma ve ablatif kompozitlerin hazırlanmasında sıkça tercih edilmektedir. Bunun yanı sıra, fenolik reçinelerin fenolik, hidroksil ve metilen gruplarının oksidatif bozunmaya çok yatkın olması, ısı yalıtımı ile ilgili alanda geniş ölçekli kullanımlarını sınırlamaktadır. Bu nedenle, fenolik reçinenin ısı direncini artırmak için modifiye edilmesi gerekir (Liu ve diğ, 2020). Fenoliklerin yapısal modifikasyonu yüksek termal kararlılık, alev geciktiricilik, oksidasyon direnci ve yüksek karbon verimi değerleri ile sonuçlanır. Bu bağlamda, bor, fosfor veya silikon bileşiklerinin fenoliklerin yapısal değiştiricilerinin bazı önemli örnekleridir (Daniel ve diğ, 2016; Noparvar-Qarebagh ve diğ, 2016). Bu malzemeler arasında bor ile modifiye edilmiş fenolikler (PBPR) mükemmel termal özellik iyileştirmeleri göstermişlerdir. Fenolik reçinedeki bor elementi içeriğinin, omurga zincirine eklediği düzenlilik sebebiyle kömür verimini artırabildiği için termal stabiliteyi artırdığı bildirilmektedir. (Daniel ve diğ, 2016; Daniel ve diğ, 2020). Borik asitler C-C bağa göre daha yüksek bağlanma enerjisine sahip B-O bağları ve çok sayıda B-O-Ph yapısı sayesinde fenoliklerin sertliğini artırabilir ve termal kararlıklarını iyileştirebilir (Noparvar-Qarebagh ve diğ, 2016; Wang ve diğ, 2013). Bu termal iyileşme ilk olarak, PBPR'nin yüksek kömür verimi, B-O bağının yüksek bağ ayrışma enerjisinden (774 kJ/mol) kaynaklanmaktadır. İkinci olarak, yüksek sıcaklıktaki piroliz esnasında, yüzeydeki B-O bağları ile oluşan boroksin yapısı,

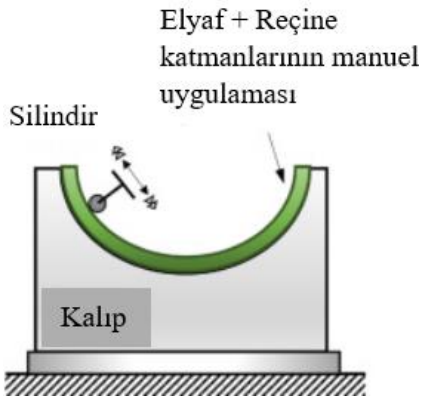
oksijen difüzyonunu etkili bir şekilde dışlayabilmesi ve yanmanın daha fazla yayılmasını önleyebilmesinden kaynaklanmaktadır. Bu oluşan boroksin yapısı borik asitin dehidratasyonundan oluşan dibor trioksit (B_2O_3) olduğuna inanılmaktadır. Düşük erime noktasına (171 °C) sahip borik asit yavaşça ısıtıldığında su kaybeder ve önce metaborik aside, sonra oksoborinik asit'e ve son olarak B_2O_3'e dönüşür. En önemlisi, bu inorganik bor bileşikleri piroliz işlemi sırasında kömürleşme oluşumunu destekleyerek fenolik reçineye mükemmel ısı yalıtım özellikleri sağlar (Liu ve diğ, 2021; Wang ve diğ, 2015; Xing ve diğ, 2021).

1.6 Ablatif Polimerik Kompozitlerin Üretim Yöntemleri

Kompozitler çeşitli farklı tekniklerle üretilir, bazen iki veya daha fazla işlemin bir kombinasyonu olabilir. Üretim teknikleri, kullanılan matris veya takviye malzemesinin türüne göre seçilir (Rajak ve diğ, 2019). Aşağıda üretim yöntemlerinden kısaca bahsedilmiştir.

1.6.1 Elle yerleştirme yöntemi

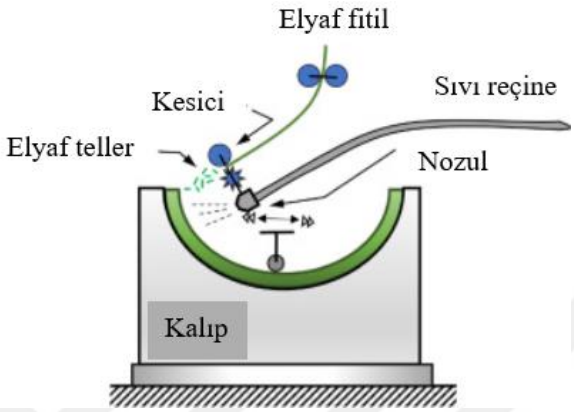
Az ekipman kullanıldığı için kompozit üretiminde en yaygın kullanılan yöntemdir. Bu yöntemde, dokuma, örme, dikişli veya bağlı kumaşlar şeklindeki fiber takviyesi elle kalıba yerleştirilir. Daha sonra takviyelere emdirmek için reçine uygulanır ve reçine malzemesi bir takviye malzemelerinin birbirini takip eden katmanları arasında gelişmiş bir etkileşim sağlamak için silindir kullanılır. Şekil 1.5'te bu yöntem şematize edilmiştir (Waqar ve diğ, 2024).



Şekil 1.5: Elle yerleştirme yönteminin gösterimi.

1.6.2 Püskürtme yöntemi

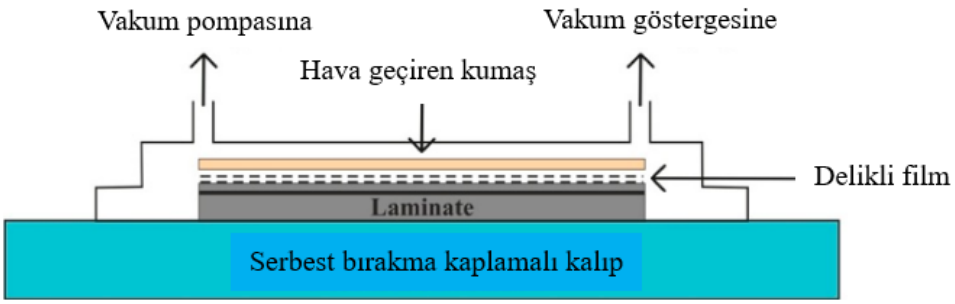
Püskürtme yönteminde, doğranmış elyaflar (teller) ve sıvı reçine, özel ekipman kullanılarak bir kalıp üzerine aynı anda püskürtülür. Daha sonra Şekil 1.6'da görüldüğü gibi reçine ve takviyeyi birbirine kaynaştırmak için bir silindir kullanılır (Waqar ve diğ, 2024).



Şekil 1.6: Püskürtme yönteminin gösterimi.

1.6.3 Vakum torbalama yöntemi

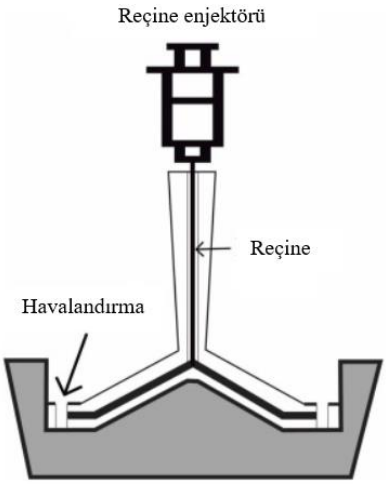
Vakum torbası kalıplama yönteminde, parçayı dış etkenlerden korumak ve kapatmak için naylon, polietilen veya polivinil alkol gibi bir malzemeden yapılmış esnek bir film kullanılır. Vakumlu torba kalıplama tekniği çoğu zaman el yatırma tekniğinin yardımıyla gerçekleştirilir. Laminat ilk olarak el yatırma tekniği kullanılarak yapılır ve daha sonra takviye malzemesinin matris malzemesine adil bir şekilde infüzyonunu sağlamak için vakum torbası ile kalıp arasına yerleştirilir. Kalıp ve vakum torbası arasındaki hava daha sonra atmosferik basınçtaki parçayı sıkıştırırken bir vakum pompası tarafından çekilir. Süreç Şekil 1.7 ile daha iyi anlaşılabilir (Rajak ve diğ, 2019).



Şekil 1.7: Vakum torbalama yöntemi gösterimi.

1.6.4 Reçine transfer kalıplama yöntemi

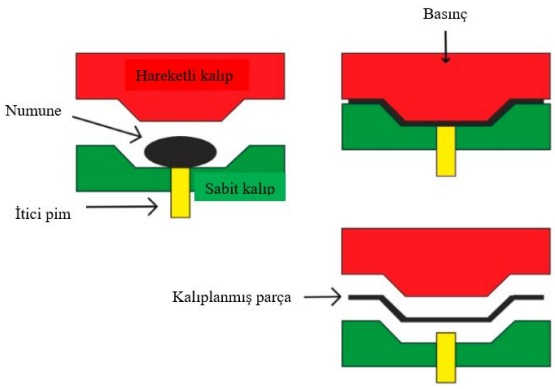
Bu yöntemde, kuru takviye malzemelerinin önceden yerleştirildiği kalıp boşluğuna enjeksiyon ekipmanı kullanarak basınç altında reçine enjekte edilir. Bu yöntemin düşük maliyet ve lif yönelimini değiştirme olasılığı avantajları vardır. Şekil 1.8'de bu yöntem gösterilmiştir (Kargarzadeh ve diğ, 2017; Rajak ve diğ, 2019a).



Şekil 1.8: Reçine transfer yöntemi gösterimi.

1.6.5 Sıkıştırma kalıplama yöntemi

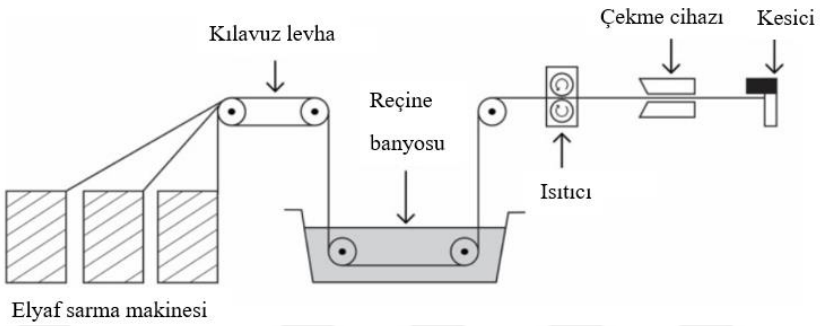
Bu yöntemde hidrolik ya da mekanik bir pres üzerine yerleştirilmiş önceden ısıtılmış kalıplar kullanılmaktadır. Prepreg malzemesinden (reçine ile önceden emprenye edilmiş bir takviye malzemesi) oluşturulmuş bir takviye seti, kalıbın iki kısmı arasına konulur ve sonrasında kalıbın istenen formunun elde edilmesi için birbirlerine baskı yapılır. Şekil 1.9 sıkıştırma kalıplama sürecinin aşamalarını göstermektedir. Kısa döngü süresi, yüksek üretkenlik ve boyutsal kararlılık ile otomasyon sağlar (Rajak ve diğ, 2019).



Şekil 1.9: Sıkıştırma kalıplama yöntemi gösterimi.

1.6.6 Pultrüzyon yöntemi

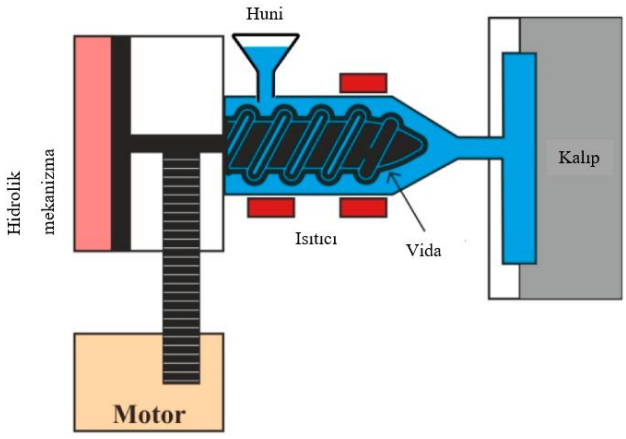
Pultrüzyon işlemi, sürekli cam, karbon veya bazalt elyaf telleri bir reçine banyosundan çekilmesi ve ısıtılmış bir kalıpta daha da birleştirilmesi olarak açıklanabilir (Şekil 1.10). Çok yüksek yapısal özelliklere sahip sürekli bir süreçtir ve hem basit hem de karmaşık kesit şekilleri için uyarlanabilir (Rajaj ve diğ, 2019a).



Şekil 1.10: Pultrüzyon yöntemi gösterimi.

1.6.7 Enjeksiyon kalıplama yöntemi

Enjeksiyon kalıplama, karmaşık şekillere ve mükemmel yüzey pürüzsüzlüğüne sahip malzemeler üretmek için kullanılan katı hal işlemidir. Kısa lifli polimer granüller veya granül karışımları metal bir varil içinde karıştırılır ve ısıtılır. Yumuşatılmış malzeme daha sonra diğer araçların yanı sıra hava basıncı kullanılarak bir vida ile kalıp boşluğuna taşınır . Kalıp boşluğunda soğutulur ve istenen şekil elde edilir. Polimerler normalde erimiş halde olduğundan, enjeksiyon, enjektör ve kalıp sıcaklıkları ve basınçlarının kontrolü yoluyla hazırlanan numunelere iyi kontrollü koşullar sağlar. Şekil 1.11'de bu yöntemin gösterimi verilmiştir (Kargarzadeh ve diğ, 2017; Rajak ve diğ, 2019).



Şekil 1.11: Enjeksiyon kalıplama yöntemi gösterimi.

1.7 Ablasyon İşlemi ve Mekanizması

Ablasyon işlemi, ısı akışının dışarı doğru kütle akışı hâline dönüştürülmesi sayesinde termal yalıtım sağlayan bir dizi birleşik termomekanik, termokimyasal ve termofiziksel olaydır. Bu durum, endotermik süblimasyon ve kimyasal aşındırma süreçlerinin bir sonucudur (Cheng ve diğ, 2017).

Termal koruma sistemi yüzeyinde elde edilen çok yüksek sıcaklık sebebiyle, aşağıdaki olaylar meydana gelebilir:

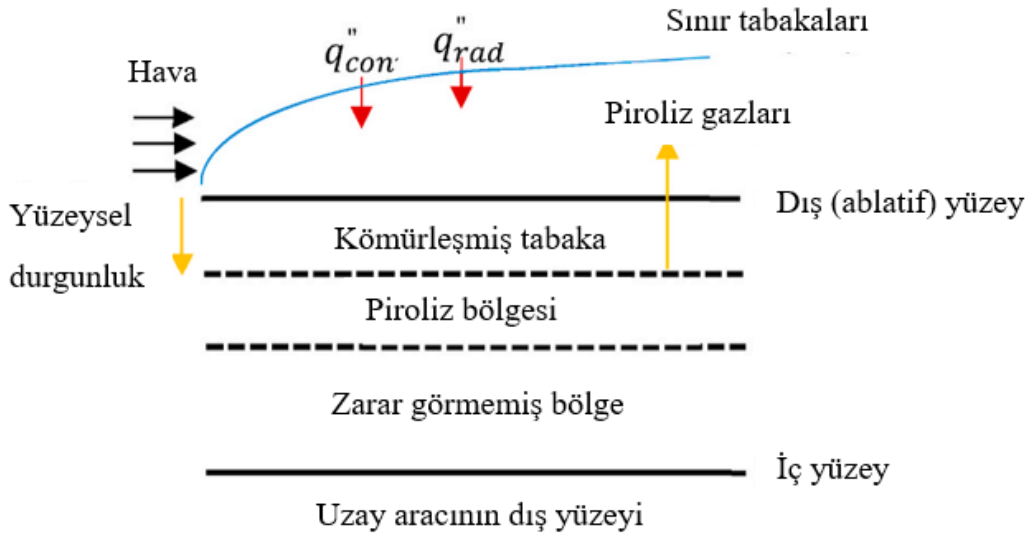
1. Termal enerjinin dış yüzeyden atmosfere yeniden yayılması. Denge sıcaklığında gelen enerjinin tamamı dağılır;

2. Dış katmanda piroliz gerçekleşir;

3. Dış katmanlar kömürleşir ve piroliz bölgesi iç katmanlara doğru ilerler;

4. Yumuşak kömür aerodinamik kesme kuvveti ile yüzeyden uzaklaştırılır (mekanik ablasyon) (Mirzapour ve diğ, 2013).

Şekil 1.12'de ablasyon işleminin mekanizması gösterilmiştir (Uyanna ve Najafi, 2020).



Şekil 1.12: Polimerik ablatif malzemelerin kömürleşmesi için ablasyon olayları.

Şekil 1.13'te Orion kapsülünün yapısı ve dünyaya yeniden girişi sırasında geçirdiği TPS sistemi gösterilmiştir (Le ve diğ, 2021).



Şekil 1.13: Orion kapsülü ve dünyaya yeniden girişi.

Ablatif malzemeler için test teknikleri ve tesisleri, en iyi ablatif direnç ve yalıtım özelliklerine sahip istenen malzemeleri belirlemek için hiper termal çalışma ortamlarını simüle etmelidir. Ablatif malzemeler için kullanılan teknikler ark-plazma torcudur (ark-jet torçları ve elektrotsuz torçlar). Küçük ölçekli roketler ve oksiasetilen torcu ablasyon test ekipmanlarına örnektir. Test tekniklerinin basit, ucuz, kolay temin edilebilir ve hem nicel hem de tekrarlanabilir sonuçlar verebilecek nitelikte olması istenmektedir. Tablo 1'de bunların kullanımı için tahmin edilen işletme maliyeti gösterilmektedir (Amado ve diğ, 2020; Kumar ve Kandasubramanian, 2019).

Çizelge 1.1: Ablasyon testleri için işletme maliyeti tahmini.

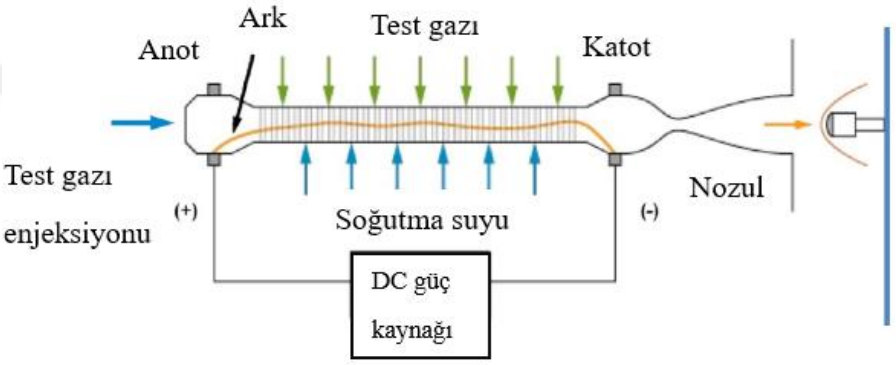
Test ekipmanları	İşletme maliyeti tahmini
Oksiasetilen ablasyon testi	Düşük maliyetli
Küçük ölçekli roket testi	Orta veya yüksek maliyet
Ark jetli torç ve elektrotsuz test	Yüksek maliyet

1.7.1 Ark-Plazma torcu

Ark jetli torçlar veya ark ısıtıcılar ile elektrotsuz torçlar veya indüktif plazmalar, ablatif kompozit malzemelerin maruz kaldığı yüksek ısı akışı koşullarını simüle etmek için mevcut olan iki farklı plazma jet tesisi türüdür. Her iki tesis türü, farklı yollar ve çeşitli gaz karışımları ile belirli bir noktada ısıtma oranlarını çoğaltma imkânı sunar. Elektrotsuz torç, gaz ile radyo frekansı elektromanyetik alanı aracılığıyla yüksek entalpi akışını sağladığından, fiziksel olguları izole etmek için daha elverişli bir test metodudur. Ancak, elektrotsuz torçlar, ark jetli torçlara göre daha az ısı akışı üretmektedir (Kumar ve Kandasubramanian, 2019).

1.7.1.1 Ark-Jet torçları

Elektrikli ark ısıtıcı ve bir jet jeneratörü, yüksek sıcaklıktaki gazları kullanarak sondalar ve uzay araçları için termal koruma sistemleri olarak ablatif malzemelerin maruz kaldığı yoğun ısı akışını simüle etmek amacıyla kullanılmaktadır. Bu malzemelerin geçici ve sabit durum tepkilerini belirleyerek ortamları modelleme işlemi gerçekleştirilir. Test, her türlü gazın kullanılmasıyla çalıştırılabildiği için farklı kimyasal koşulların simülasyonu adına geniş bir yelpaze sunmaktadır. Bu sistemin şematik gösterimi Şekil 1.14'te gösterilmiştir (Kumar ve Kandasubramanian, 2019).

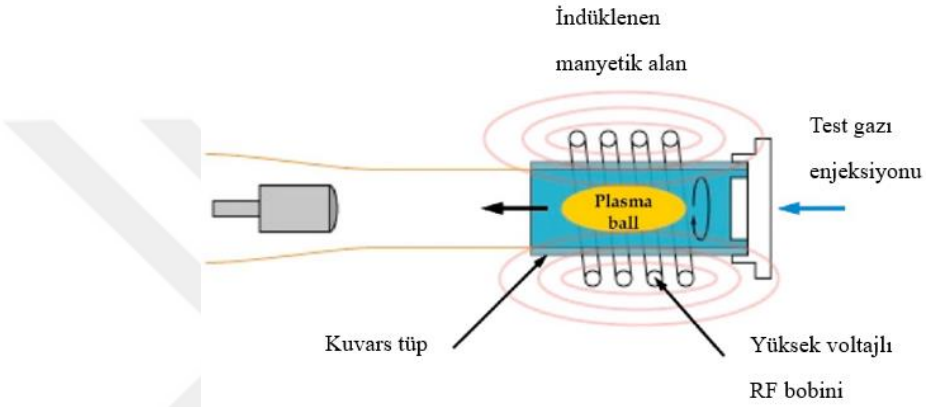


Şekil 1.14: Ark-jet testi cihazının ekipmanları.

Soğutma sistemine sahip bir hazne, içerisinde iki adet elektrot barındırır. Ark odasına bir gazın enjekte edilmesiyle birlikte, elektrotlar arasında bir ark meydana gelir ve bu durum ark ısıtıcısının çalışmasını gerçekleştirir. Elektrik deşarjı bölgesi, enjekte edilen gazı ısıtarak, gazın nozuldan çıkmasıyla daha yüksek sıcaklıkta bir akış sağlar. Test edilmek üzere hazırlanan örnekler, düz paneller ya da çubuklar şeklindedir. Test süresi ve test örneğinin maruz kaldığı miktar ayarlanabilir. Yükseklikle ilişkili koşullarla benzer şekilde, daha düşük basınçlı hiper termal ortamlarda simüle edilebilir. Bu, ark ısıtıcısının boş bir odada çalıştırılmasıyla gerçekleştirilir. Ark jetli torç testinin en büyük dezavantajı, odadaki aşınmış malzemeler nedeniyle akışın kirlenme olasılığıdır ve bu durum yüzey kimyası analizini zor hale getirir. Diğer test tesisleri ile karşılaştırıldığında, ark jetli torçlar hem başlangıç hem de işletme maliyetleri açısından maliyetli bir test yöntemidir (Kumar ve Kandasubramanian, 2019).

1.7.1.2 Elektrotsuz torçlar

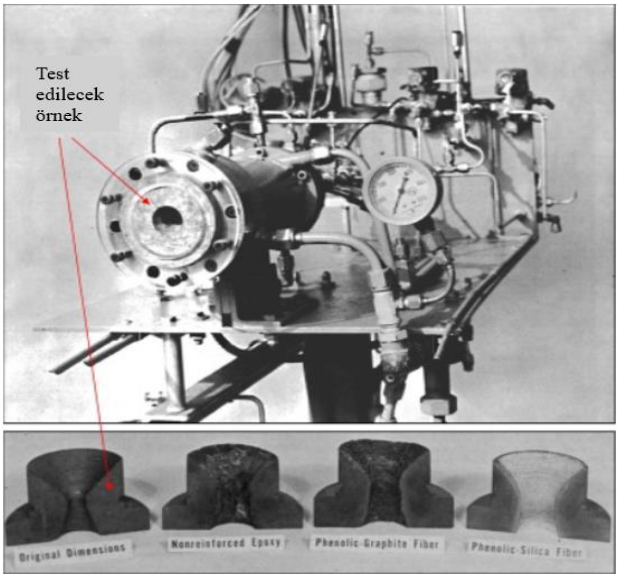
Elektrotsuz torçlar endüktif olarak eşleşmiş plazma torçları olarak da bilinir. Plazma, test gazının (argon, N_2, CO_2, hava) bir plazma torcu içinde indüklenen elektrik akımı döngüleri kullanılarak yaklaşık 10000 °C'ye kadar ısıtılmasıyla üretilir (Şekil 1.15). Elektrotsuz endüktif olarak eşleşmiş plazma jeneratörleri, buharlaşmış elektrot malzemesinden kaynaklanan herhangi bir kirlilik olmadığından, klasik ark jetlerine kıyasla çok daha iyi plazma saflığı sunabilir (Natali ve diğ, 2016).



Şekil 1.15: Elektrotsuz torç cihazının ekipmanları.

1.7.2 Küçük ölçekli roket testi

Ablatif malzemeleri test etmek için küçük ölçekli bir roket kullanmaya yönelik bir girişim Yapısal Plastik Ablatif Roket (SPAR) tarafından oluşturulmuştur; sırasıyla oksitleyici ve yakıt olarak gaz oksijen ve gaz hidrojen kullanmıştır. SPAR motoru (Şekil 16) ~1100 ila 3300 °C arasında kontrol edilebilen bir durgunluk sıcaklığı ve ~5 ila 50 bar arasında kontrol edilebilen bir hazne basıncı ile ateşlenecek şekilde tasarlanmıştır. Numuneler, doğrudan motorun arka ucuna takılan küçük test nozulları halinde üretilmiştir; test nozullarının boğaz çapları ~6,3 ila ~19,1 mm arasında değiştirilebilmiştir (Şekil 1.16). SPAR motorun ateşleme süresi, istenen veri türüne bağlı olarak otomatik veya manuel olarak kontrol edilmiştir. İlk SPAR motor araştırmaları, test değişkenlerini ve prosedürlerini oluşturmak ve böylece belirli malzeme sınıflarının genel özellikleri hakkında bilgi sağlamak için tasarlanmıştır. Testler, belirli bir boğaz-nozul malzemesinin ablasyon oranının ve numunelerin yanma sonrası iç şeklinin ateşleme süresine, oda basıncına ve sıcaklığa bağlı olduğunu ortaya koymuştur (Natali ve diğ, 2016).



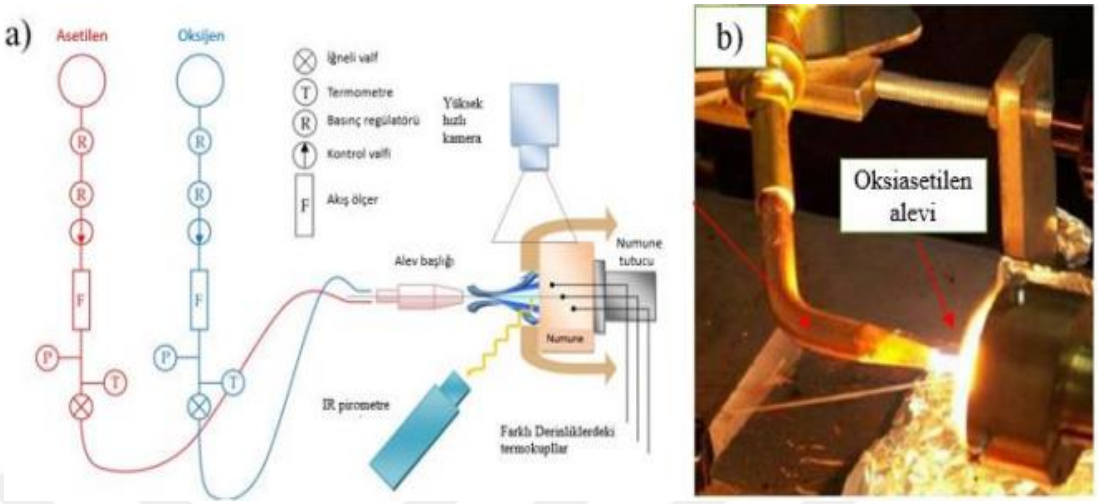
Şekil 1.16: Küçük ölçekli roket testi cihazı.

1.7.3 Oksiasetilen Ablasyon Testi (OAT)

Oksiasetilen torç testi, bir roket motorunun şiddetli hiper termal ortamlarını simüle ederek ablatifleri test etmek için yaygın olarak kabul edilen, güvenilir ve uygun maliyetli bir tekniktir. Genellikle bu yöntem, üstün malzemeleri kısa listeye almak için kullanılırken, zayıf olanları ablatif performans için daha fazla değerlendirmeden elimine eder. Test koşulları bir roket motorundaki hizmet koşullarına yakından benzediğinden, oksiasetilen torç testi genellikle roket motoru uygulamaları (roket nozulları ve gömlekleri) için ablatif malzemeleri taramak için kullanılır (Kumar ve Kandasubramanian, 2019).

Oksiasetilen torç testi, yüksek sıcaklıkta alev (~3000 °C) ve ısı akısı (~900 W/ cm^2) oluşturmak için kullanılır. ASTM-E-285-80'de genel yönergeleri verilen ablatif malzemelerin taranması için bir oksiasetilen torcuna dayalı bir test düzeneği oluşturulmuştur. Temel olarak şu cihazlardan oluşur: asetilen ve oksijen tankları, basınç göstergeleri, akış ölçerler, torç ısı kaynağı ve oksiasetilen torç testi için test yatağı. Basıncı ve gaz akışını hassas bir şekilde kontrol etme imkânı, tekrarlanabilir, nicel bir test gerçekleştirmek için gereklidir; bu nedenle, hassas basınç ölçümleri sağlayabilen ve doğru bir gaz akışını sürdürebilen göstergeler kullanılmalıdır. Bu testin tipik düzeni Şekil 1.17(a)'da sunulmuştur. Torç ucunu numune tutucuya hizalamak için, OAT'yi oluşturan bu parçalar uygun bir kayar sisteme monte edilebilir; diğer eşdeğer çözümler de düşünülebilir. Belirli hipertermal koşullarda ölçümlerin kaydedilmesini sağlamak için genellikle torç ucu ile numune tutucu

arasına ayarlanabilir bir mesafe regülatörü yerleştirilir. Şekil 1.17(b)'de ablasyon test alevi gösterilmiştir (Kumar ve Kandasubramanian, 2019; Natali ve diğ, 2016).



Şekil 1.17: Oksiasetilen alev test düzeneği; a) test şeması ve b) test alevi.

1.8 Literatür Araştırması

Literatürde ablatif polimerik kompozitler için, farklı matris malzemesi ve takviye malzemesi ile üretilen kompozitler bulunmaktadır. Badhe ve Kandasubramanian (2014a) resorsinol (R)-formaldehit (FR) reçinesini FR/R=2 mol oranında tutarak bazik katalizör varlığında ve borik asit ile modifiye ederek reçine matrisini elde etmişlerdir. Matris materyalinin kürleme işlemi bir silindirik kalıp içinde 60°C'de 4 saat süreyle gerçekleştirilmiş. Matris malzemesinin bor ile modifiye edilmesi, 800°C'de kömür verimlerini %26 oranında artırmış ve kütle ablasyon hızını 0,078 g/sn'den 0,048 g/sn'ye, doğrusal ablasyon hızını ise 0,043 mm/sn'den 0,013 mm/sn'ye düşürerek kompozitlerin ablasyon performansını geliştirmişlerdir. Wang ve diğ. (2013) fenolik reçineyi aril-boronik asit ile modifiye ederek ABPR (aril-boronik asit modifiyeli fenolik reçine) tozları elde etmişlerdir. Daha sonra ABPR'ler etanol ile 75 °C'de 1 saat karıştırılmış ve reçine transfer kalıplama yöntemi kullanarak 3 boyutlu dokunmuş karbon fiberlere enjekte etmişlerdir. Son olarak kalıbı fırına yerleştirerek 75 °C/2 saat + 120 °C/2 saat + 140 °C/2 saat + 180 °C/6 saat çok aşamalı kürleme yöntemi kullanılarak kompozitleri elde etmişlerdir. Matris malzemesinin aril boronik asit ile modifiye edilmesi, 800°C'de kömür verimlerini %5,9 oranında artırmış ve kütle ablasyon hızını 0,052 g/sn'den 0,049 g/sn'ye düşürerek kompozitlerin ablasyon performansını geliştirmişlerdir. Yin ve

diğ. (2017), fenolik reçine ve silikon kombinasyonu ile ablasyon özellikleri taşıyan aerojel kompozitleri geliştirmek için fenolik reçineyi matris malzemesi olarak, hekzametilentetramin'i çapraz bağlayıcı olarak, etilen glikolü çözücü değişimi amacıyla ve metiltrimetoksisilanı reçine modifikasyonu için kullanarak oda sıcaklığında karıştırmışlardır. Karbon fiber kumaşları vakum yöntemiyle emprenye etmişler, emprenye edilmiş kumaşlara sırasıyla 90°C'de 1 saat, 120°C'de 3 saat ve 180°C'de 3 saat boyunca kürleme işlemi uygulamışlardır. Fenolik reçine ile silikon birleşimi gerçekleştirildiğinde, 1000°C'de saf kompozite göre kömür veriminde yaklaşık %6,4 oranında bir artış gözlemlenmiştir. Ayrıca, doğrusal ablasyon oranı 0,119 mm/sn'den 0,073 mm/sn'ye ve kütle ablasyon oranı 0,020 g/sn'den 0,017 g/sn'ye düşürülmüştür. Wang ve diğ. (2013a) resol tipi fenolik reçinesini fenilboronik asit ile modifiye ederek PBPR (fenilboronik asit modifiyeli fenolik reçine) tozları elde etmişlerdir. Daha sonra PBPR'ler etanol ile karıştırılmış ve elle yerleştirme yöntemi kullanarak takviye malzemesi olarak yüksek silika cam fiberlere emprenye etmişlerdir. Hazırladıkları ıslak laminatların son kurutma süreçlerini 5 MPa basınca maruz bırakarak, 120°C'de 2 saat, 175°C'de 4 saat ve fırında 220°C'de 2 saat boyunca uygulamışlardır. Reçinedeki aromatik halkalı bor bileşeni sayesinde azot atmosferinde 1000°C'de kömür verimini %10 artırmayı başarmışlardır. Bor ile matris malzemesinin modifiye edilmesinin ardından, kütle ablasyonu oranını 0,077 g/sn'den 0,028 g/sn'ye, doğrusal ablasyon oranını ise 0,180 mm/sn'den 0,010 mm/sn'ye düşürmüşlerdir. Daniel ve diğ. (2016) resorsinol ve formaldehit reçinesini (molar oran 1:2) bazik katalizör varlığında bor nitrür ile modifiye ederek reçine matrisini elde etmişlerdir. Karışımlar, silindirik bir kapta 60°C sıcaklıkta 4 saat boyunca kürlenerek kompozitler oluşturulmuştur. Matris materyaline bor nitrür katılması, ortalama kütle ablasyon oranını 0,079 g/sn'den 0,074 g/sn'ye, ortalama doğrusal ablasyon oranını ise 0,051 mm/sn'den 0,042 mm/sn'ye indirmiştir. Wang ve diğ. (2014) fenolik reçine CNT (karbon nanotüp) ile modifiye edilerek, kürleme işlemi 690 kPa basınçta bir otoklavda 70 °C'de 1,5 saat, ardından 100 °C'de 1 saat ve daha sonra 140 °C'de 4 saat olarak 3 aşamada gerçekleştirilmiş. CNT ile fenolik reçinenin modifiye edilmesinin ardından, doğrusal ablasyon oranını 0,55 mm/sn'den 0,13 mm/sn'ye düşürmüşlerdir. Badhe ve diğ. (2015) resorsinol ve formaldehit reçinesini (molar oran 1:2) bazik katalizör varlığında karbon isi ile modifiye ederek reçine matrisini elde etmişlerdir. Karışımlar, silindirik bir kapta 60°C sıcaklıkta 4 saat boyunca kürlenerek

kompozitler oluşturulmuştur. Matris malzemesinin karbon isi ile modifiye edilmesi, 800°C'de kömür verimlerini %19,2 oranında artırmış ve kütle ablasyon hızını 0,087 g/sn'den 0,053 g/sn'ye, doğrusal ablasyon hızını ise 0,054 mm/sn'den 0,019 mm/sn'ye düşürerek kompozitlerin ablasyon performansını geliştirmişlerdir. Wang ve diğ. (2018) fenol: formaldehit: borik asit: feniltrietoksi silan mol oranı 1: 1,2: 0,2: 0,1 olacak şekilde karıştırılarak fenolik reçine bor ve silikon ile modifiye edilmiş reçine elde etmişlerdir. Elde edilen bu reçinenin 800 °C'deki kömür veriminin %15 arttığını görmüşlerdir. Ek olarak, modifiye edilmiş fenolik reçineler, nano-Al_2O_3 tozları, cam tozları ve camsı silika lifleri, yeni bir kompozit elde edilmiş ve bu kompozitin kütle ablasyon hızının 0,053 g/sn'den 0,029 g/sn'ye, doğrusal ablasyon hızını ise 0,079 mm/sn'den 0,063 mm/sn'ye düşürerek kompozitlerin ablasyon performansını geliştirmişlerdir. Xing ve diğ. (2022), novolak tipi fenol-formaldehit reçinesini bir matris malzemesi olarak kullanmış ve bu reçineyi fenilboronik asit ile modifiye etmiştir. Ayrıca, hekzametilentetramini etanol içerisinde çözerek, bu karışımı düz dokuma karbon fibere uygulamak için kullanmışlardır. Karbon fiberlerin emprenye edilmesinin ardından, bunları vakum fırınında 170°C'de 2 saat süreyle kürlemişlerdir. Kürlendikten sonra, fiber kompozitleri vulkanizatörde 180°C sıcaklıkta ve 10 Mpa basınç altında 2 saat boyunca sıkıştırarak kompozitler üretmişlerdir. Fenolik reçinenin bor ile modifikasyonu, ortalama kütle ablasyon oranını 0,087 g/sn'den 0,055 g/sn'ye, ortalama doğrusal ablasyon oranını ise 0,037 mm/sn'den 0,027 mm/sn'ye düşürmüştür. Daniel ve diğ. (2020) matris malzemesi olarak resorsinol-formaldehit reçinesini bor nitrür ile modifiye edilerek, PAN bazlı karbon dokuma kumaşlarını takviye malzemesi olarak elle yerleştirme yöntemiyle emprenye ettiler. Ardından, 10 kg/cm^2 basınç ve 80°C sıcaklıkta 5 saat boyunca sıkıştırma kalıplama ile kompozitler geliştirdiler. Bor nitrür ile modifikasyonu sayesinde, kompozitlerin kütle ablasyon oranını yaklaşık 0,039 g/sn'den 0,034 g/sn'ye indirmeyi başarmışlardır. Aras ve diğ. (2025) resorsinol formaldehit reçinesini fenilboronik asit ile modifiye ederek vakum torbalama yöntemi ile PAN temelli karbon fiber keçelere emprenye etmişlerdir. Karbon fiberlerin emprenye edilmesinden sonra 10 bar basınç altında 4 saat boyunca 80 °C sıcaklıkta sıkıştırma kalıplama yöntemi kullanılarak kompozitleri elde etmişlerdir. Matris malzemesinin fenilboronik asit ile modifiye edilmesi, 1000°C'de kömür verimlerini artırmış ve kütle ablasyon hızını 0,0652 g/sn'den 0,0616 g/sn'ye, doğrusal ablasyon hızını ise 0,0273

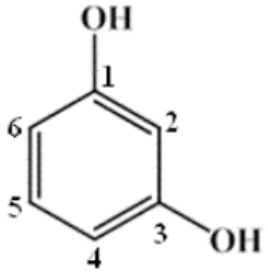
mm/sn'den 0,0231 mm/sn'ye düşürerek kompozitlerin ablasyon performansını geliştirmişlerdir.

Literatür incelemeleri sonucunda, kompozitlerdeki matris malzemesinin modifiye edilmesi ile ablasyon performansının artırdığı gösterilmiştir. Gerçekleştirilen araştırmalarda matris malzemeleri modifiye edilerek ve takviye malzemeleri eklenerek kompozitler oluşturulmuş, bunların ablatif nitelikleri incelenmiştir. Sınırlı sayıda çalışma, matris malzemesinin bor kaynağı ile değiştirilmesini ve bunun ablasyon özelliklerini incelemiştir. Literatür taramalarında resorsinol-furfural reçinesinin, aromatik yapıda bir bor kaynağı (fenilboronik asit) ile modifikasyonu hakkında bir bilgiye ulaşılamamıştır.

1.9 Matris Malzemesinde Kullanılan Kimyasallar

1.9.1 Resorsinol

Resorsinol, organik kimyada bulunan en çeşitli kimyasal bileşiklerden birisidir ve bazı farmasötiklerin temel taşıdır. Moleküler formülü $C_6H_6O_2$ ve molekül ağırlığı 110,1 g/mol olan beyaz kristal yapısında bulunan dihidrik fenolik bir bileşiktir. Resorsinol ve türevleri, farmasötikler, gıda katkı maddeleri, veterinerlik ürünleri, boyalar, zirai kimyasallar, kauçuk ürünler, alev geciktiriciler, ultraviyole stabilizatörleri, ahşap yapıştırıcılar, polimerler vb. gibi çeşitli endüstrilerde geniş bir uygulama alanına sahiptir (Kumar ve diğ, 2016). Resorsinol yapısında bir benzen halkası üzerinde iki adet hidroksil (-OH) fonksiyonel grubuna sahiptir. İki -OH fonksiyonel grubu benzen halkasının 1. ve 3. konumlarına yerleştirilmiştir. 2., 4. ve 6. konumlar çeşitli kimyasal reaksiyonlar için moleküldeki reaktif bölgelerdir. Resorsinolün meta konumunda bulunan -OH grubu sayesinde mükemmel bir moleküler yapı sergiler. Resorsinolün reaktivitesinin, aynı şartlar altında formaldehit ve fenolün 12,2 katı olduğu bildirilmiştir. Fenoldeki bir hidroksil grubuna kıyasla resorsinolde bulunan iki hidroksil grubunun sayesinde yüksek reaktif bölgeler oluşur ve bu sayede daha hızlı kürlenme gerçekleşir. Daha hızlı kürlenme nedeniyle ilave çapraz bağlanma meydana gelmektedir. Ayrıca, çapraz bağlanmadaki artış sebebiyle reçine yapısı daha kararlı hale gelir. Daha hızlı reaksiyon hızları sayesinde resorsinol, oda sıcaklığında kürlenme yeteneğine sahiptir, sonuç olarak bu durum enerji tasarrufu sağlar (Badhe ve diğ, 2015; Daniel ve diğ, 2020).



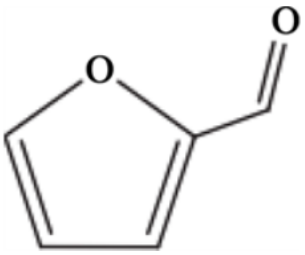
Şekil 1.18: Resorsinolün kimyasal yapısı.

1.9.2 Furfural

Furfural, $C_5H_4O_2$ moleküler formülüne sahip, 96,08 g/mol molekül ağırlığında yenilenebilir heterosiklik ve aromatik aldehittir. 2-furankarboksialdehit, furaldehit, 2-furanaldehit, fural ve furfuraldehit olarak da adlandırılır. Furfuralın mükemmel fiziksel özellikleri sayesinde viskozite ve sıcaklık arasındaki ilişkiyi iyileştiren yağlama yağlarından aromatiklerin giderilmesinde, tutuşma özelliklerini iyileştirmek için dizelden aromatiklerin giderilmesinde, polimerlerde çapraz bağlanmada ve fungisit olarak kullanılabilen mükemmel bir seçici ekstraktan yapar (Machado ve diğ, 2016).

Furfural, bir aldehit (CHO) ve bir konjuge sistem (C=C-C=C) olmak üzere iki önemli fonksiyonel gruba sahiptir ve birçok reaksiyon için çok kullanışlı bir bileşiktir. Furfural aldehit grubu asetilasyon, açilasyon, aldol ve knoevenagel kondensasyonu, alkollere indirgeme, aminlere indirgeyici aminasyon, dekarboksilasyon, karboksilik asitlere oksidasyon ve grignard reaksiyonları gibi farklı reaksiyon türlerine girebilir. Furan halka sistemi (C=C-C=C) alkilasyon, hidrojenasyon, oksidasyon, halojenasyon, açık halka reaksiyonları ve nitrasyon reaksiyonlarına uğrayabilir (Machado ve diğ, 2016).

Furfural, geleneksel fenolik reçinelerde kullanılan atmosferik bir kirletici olarak bilinen ve genellikle yenilemeyen kaynak olan doğal gazdan dönüştürülen formaldehitin yerine kullanılması son zamanlarda araştırılmaktadır. Furfural, çoğunlukla mısır koçanı ve şeker kamışı küspesi gibi biyokütle atıklarından elde edilmektedir ve fenolik reçinelerin sentezinde formaldehitin yerini almak için çok güçlü bir adaydır (Liu ve diğ, 2020).

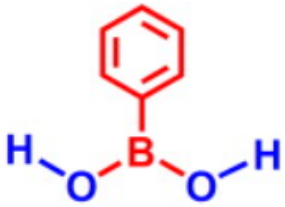


Şekil 1.19: Furfuralın kimyasal yapısı.

1.9.3 Fenilboronik asit

Boronik asit, üç hidroksil grubundan birinin bir alkil veya aril grubu ile yer değiştirdiği borik asit türevlerinden biridir. Fenilboronik asit, $C_6H_7BO_2$ moleküler formüle sahip, 121,93 g/mol moleküler ağırlığına sahip bir boronik asit türevidir. Boronik asit türevleri; tıp, biyoloji, malzeme bilimi ve supramoleküler veya analitik kimyada çok sayıda uygulamada kullanım potansiyeli olduğu bulunmuştur (Bilge, 2019).

Boronik asitler, yüksek B-O bağ enerjisine sahip boronatlar oluşturmak için dioller ve bunların türdeşleriyle kolayca ve tersinir bir şekilde yoğunlaşır. Bu reaksiyon özelliklerinin kullanılmasıyla, fenolik reçinelere boronik asit eklenmesi, sertliklerini artırabilir ve termal stabilitelerini geliştirebilir (Wang ve diğ, 2013; Wang ve diğ, 2014).



Şekil 1.20: Fenilboronik asitin kimyasal yapısı.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

2.1 Materyal ve Ekipmanlar

2.1.1 Deneylerde kullanılan kimyasallar

- Resorsinol (R): Resorsinol-furfural matrisli reçinesinde kullanılan resorsinol, %99,8 saflığında ve kristal formda bulunmaktadır. Deneylerde kullanılan resorsinol Kimetsan Kimya Maden ve Metalurji Endüstrisi Uluslararası Ticaret Müşavirlik ve Mühendislik Limited Şirketi'nden tedarik edilmiştir.
- Furfural (F): Resorsinol-furfural matrisli reçinesinde kullanılan furfural, %99 saflığında ve sıvı formda bulunmaktadır. Deneylerde kullanılan furfural Sigma-Aldrich firmasından tedarik edilmiştir.
- Hidroklorik Asit (HCl): Resorsinol-furfural reçinesi sentezinde katalizör olarak kullanılan hidroklorik asit, 0,1 N konsantrasyonunda ve sıvı formda bulunmaktadır. Deneylerde kullanılan hidroklorik asit Norateks Kimya San. Tic. Ltd. Şti. firmasından tedarik edilmiştir.
- Hekzametilen Tetramin (HMTA): Resorsinol-furfural matrisli reçinesinde çapraz bağlayıcı amacıyla kullanılan hekzametilen tetramin, >%99 saflığında ve katı formda bulunmaktadır. Deneylerde kullanılan hekzametilen tetramin Tekkim Kimya Sanayi Limited Şirketi'nden tedarik edilmiştir.
- Fenilboronik asit (FBA): Resorsinol-furfural matrisli reçinesinin bor modifikasyonunun sağlanması için kullanılan FBA, >%98 saflıkta olup Santa Cruz Biotechnology firmasından tedarik edilmiştir.
- Etanol (ETOH): Resorsinol-furfural matrisli reçinede çözücü, katalizörde seyreltici ve kürlenmiş reçine ve kompozitte çözücü değişimi amaçları için kullanılan etanol, ≥%99,9 saflığında ve sıvı formda bulunmaktadır. Deneylerde kullanılan etanol Merck firmasından tedarik edilmiştir.
- N-heptan: Resorsinol-furfural matrisli reçinede ve kompozitte kurutma yardımcı çözücüsü amacıyla kullanılan n-heptan, ≥ %99 saflığında ve sıvı formda bulunmaktadır. Deneylerde kullanılan n-heptan Merck firmasından tedarik

edilmiştir.

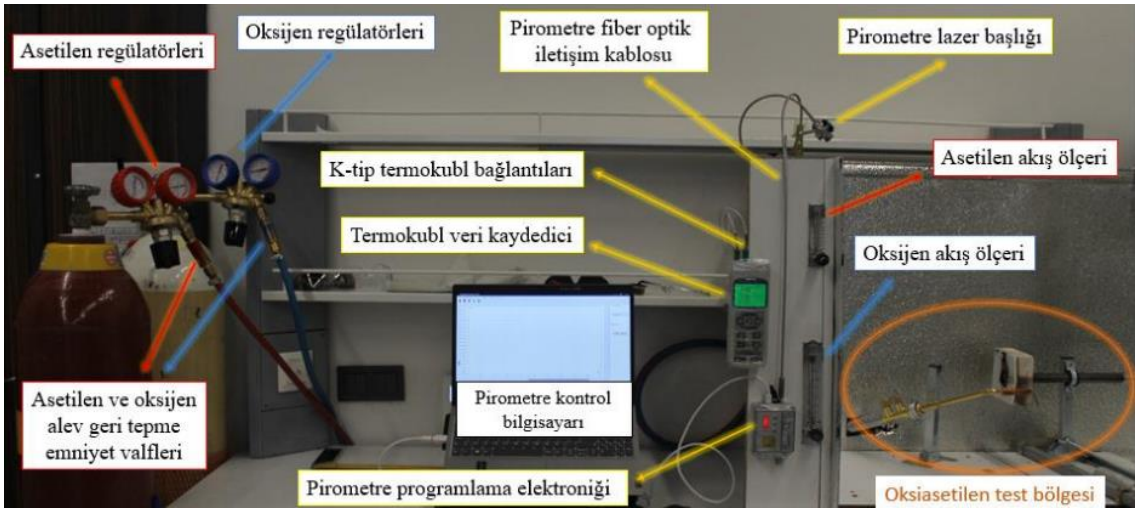
- Poliakrilonitril (PAN) bazlı iğne ile delinmiş karbon fiber keçe: İğneleme yoluyla hazırlanmış olan dokumasız poliakrilonitril temelli, 230 gr/cm^2 alan yoğunluğuna sahip %100 karbon fiber keçe, Ritmo Supply Composite Savunma ve Havacılık firmasından tedarik edilmiştir.

2.1.2 Karakterizasyon işlemleri için kullanılan cihazlar ve testler

- Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR): Elde edilen reçine matrisli aerojellerin fonksiyonel grupları ile bağ oluşumları, Bursa Teknik Üniversitesi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi Kimya Bölümü laboratuvarında bulunan Perkin Elmer/Spectrum Two marka/model FTIR cihazı ile oda sıcaklığında 400 ila 4000 cm^{-1} dalga sayısı aralığında tarama yapılarak incelendi.
- Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC): Elde edilen aerojellerin ısı kapasitesi özellikleri, azot atmosferi altında, 10°C/dk ısıtma hızında, oda sıcaklığından 300°C'ye ısıtma koşullarında, Bursa Teknik Üniversitesi MERLAB bünyesinde bulunan TA/Discovery DSC250 marka/model cihaz ve Bursa Teknik Üniversitesi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi Polimer Malzeme Mühendisliği Bölümü laboratuvarında bulunan Ta Instrument/DSC25 marka/model cihaz kullanılarak analiz edilmiştir.
- Yüzey Alanı ve Porozite Analiz Cihazı (BET): Hazırlanan aerojellerin yüzey alanlarının, boşluk hacimlerini ve dağılımlarını ölçmek amacıyla, Bursa Teknik Üniversitesi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi Kimya Mühendisliği Bölümü laboratuvarında bulunan Micrometrics/Tristar II marka/model cihazı kullanılarak analiz gerçekleştirilmiştir.
- Termogravimetrik Analiz (TGA): Hazırlanan aerojellerin ve kompozitlerin termal kararlığı ve kömür kalıntı verimlerinin tayin edilebilmesi için Beykent Üniversitesi Kimya Mühendisliği Laboratuvarında bulunan Hitachi/STA 7200 marka/model TGA cihazından faydalanılmıştır. Numuneler azot atmosferi altında, 10°C/dk ısıtma hızında, oda sıcaklığından 1000°C'ye ısıtılarak analiz edilmiştir.
- Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM): Hazırlanan kompozitlerin morfolojik yapılarını incelemek için Bursa Teknik Üniversitesi MERLAB bünyesinde bulunan Carl Zeiss / Gemini 300 marka/model cihazı kullanılmıştır.
- Üç Nokta Eğilme Testi: Elde edilen kompozitlerin eğilme mukavemetleri ASTM

D7264 test standardı baz alınarak; span/kalınlık oranı 20/1, destek span açıklığı 80 mm, numune kalınlığı 4 mm, numune genişliği 13 mm, numune toplam uzunluğu 96 mm (destek span açıklığından %20 daha uzun), basma hızı 1mm/dk ile Bursa Teknik Üniversitesi Polimer Malzeme Mühendisliği Bölümü'nde bulunan Shimadzu-Ags-X marka mekanik test cihazı ile analiz edilmiştir.

- X-Işını Kırınım (XRD): Matris malzemesinin ve kompozitlerin kristalografik analizleri 40 kV ve 40 mA çalışma koşullarıyla CuKα ışını altında, 2°/dk tarama hızı ve 2θ=10°-80° aralığında Bursa Teknik Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı (MERLAB) bünyesinde yer alan Bruker AXS/Discovery D8 XRD cihazı ve Kocaeli Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümü'nde bulunan Rigaku D-max 2200 Model XRD cihazı kullanılarak yapılmıştır.
- Üretilen Kompozitlerin Yoğunluk Deneyleri: Üretilen kompozitlerin yoğunlukları OEM marka kumpas ve Weightlab marka hassas terazi cihazları kullanılarak Bursa Teknik Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümü Laboratuvarı'nda ölçülmüştür.
- Oksiasetilen Alev Testi (OAT): Kompozitlerin ablasyon testleri Bursa Teknik Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümü Laboratuvarı'nda kurulan oksiasetilen alev testi (OAT) düzeneğinde gerçekleştirilmiştir. Şekil 2.1'de oksiasetilen alev test düzeneği yer almaktadır.

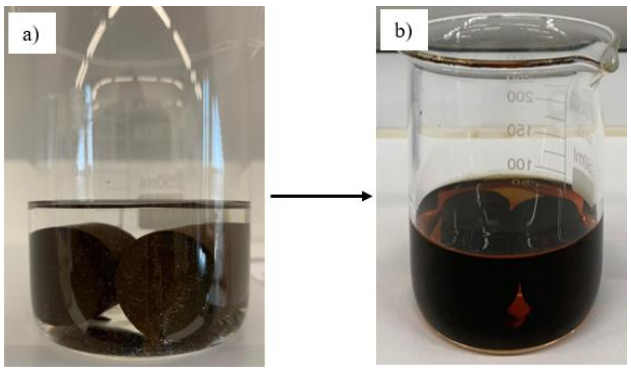


Şekil 2.1: Oksiasetilen alev test düzeneği (Aras, 2023).

2.2 Kompozitler İçin Matris Malzemesinin Hazırlanması

2.2.1 Resorsinol-furfural (RF) reçinesinin sentezi

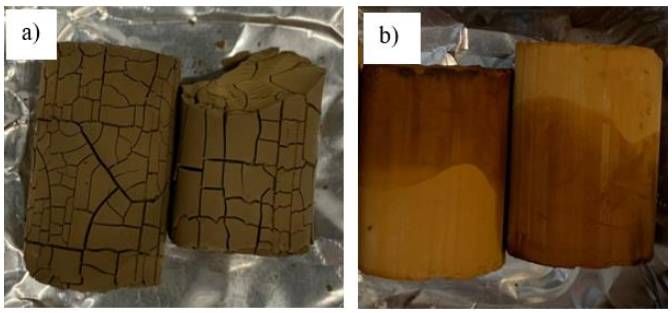
Resorsinol-furfural reçinesi, manyetik karıştırıcı ve termometre kullanılarak beher içerisinde sentezlenmiştir. Resorsinol (R), furfural (F) içerisinde R/F: 0,53 molar oranında oda sıcaklığında manyetik olarak karıştırılmıştır. Resorsinol, furfural içerisinde tamamen çözündükten sonra karışıma pastör yardımıyla katalizör olarak kullanılan etanol varlığında çözündürülerek hazırlanmış 0,1 mol/L hidroklorik asit çözeltisi damla damla ilave edilerek pH değeri 6-6,2 aralığında ayarlanmıştır. Reçinenin katalizör ilavesiyle kürlenmemesi için katalizör molaritesi 0,1 mol/L olarak sabitlenmiştir. Resorsinol ve furfural arasındaki reaksiyon ekzotermik olduğundan reaksiyon 38-42 °C aralığında 20 dakika yürütülmüştür. Katalizör ilavesi tamamlandıktan sonra çözücü olarak karışıma ağırlıkça %409 oranında etanol ilave edilmiş ve reaksiyon 1 saat boyunca manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Çözücü ilavesinden sonra karışıma çapraz bağlayıcı olarak ağırlıkça %1-2-4 ve 8 (RF1, RF2, RF4 ve RF8) oranında hekzametilen tetramin ayrı ayrı hazırlanarak reaksiyon karışımına eklenmiş ve çözünene kadar karıştırılmıştır. Reaksiyon tamamlandıktan sonra oluşan viskoz resorsinol-furfural reçinesi kaplara alınarak 70°C'de etüvde ıslak jel görünümüne gelene kadar kürlendirilmiştir. Daha sonra jelin yüzeyini geçecek miktarda etanol eklenmiş ve 6 saat 70°C'de etüvde, 40 saat ortam sıcaklığında termal polimerizasyona tabi tutulmuştur.



Şekil 2.2: a) Termal polimerizasyon öncesi etanole konulan reçineler, b) Termal polimerizasyon sonrası etanoldeki reçineler.

Elde edilen resorsinol-furfural jeli, etanol ve diğer safsızlıklardan temizlemek için 75°C'de n-heptan ile birer saat aralıklarla yıkanarak çözücü değişimi sağlanmıştır. Yıkama işlemi n-heptan çözücüsünün sarı renkten şeffaf renge dönene kadar devam

ettirilmiştir. Yıkama işlemi sonrasında resorsinol-furfural jeli 40-60-80 °C'de etüvde kurutulmuştur. Kurutma işlemi jelin sabit bir ağırlık değerini koruyana kadar devam ettirilmiştir. Kurutma işlemleri sonrası resorsinol-furfural aerojelleri elde edilmiştir.



Şekil 2.3: Elde edilen aerojeller a) RF4, b) RF8.

Reçineler kurutulduktan sonra RF1, RF2 ve RF4 aerojellerinin çatlayarak kırıldığı gözlemlenmiştir. Sadece RF8 aerojeli bir bütün olarak kaldığı için %8 HMTA oranında reçine sentezlenmesine karar verilmiştir.

2.2.2 Fenilboronik asit modifiyeli resorsinol-furfural (RFB) reçinesinin sentezi

Beherde furfural/resorsinol 0,53 mol oranında ayarlanan homojen karışıma katalizör eklemeden önce ayrı ayrı ağırlıkça %5-10-15-20 ve 25 fenilboronik asit ilavesi yapılarak homojen karışım sağlanıncaya kadar manyetik olarak karıştırılmıştır. Katalizör (0,1 mol/L HCl-EtOH çözeltisi) eklenmesi ile pH değeri 6-6,2 aralığında tutularak 38-42 °C aralığında 20 dk boyunca reaksiyon yürütülmüştür. Katalizör ilavesi sonrasında çözücü olarak karışıma ağırlıkça %409 oranında etanol ilave edilmiş ve reaksiyon 1 saat boyunca manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Çözücü ilavesinden sonra karışıma çapraz bağlayıcı olarak ağırlıkça %8 oranında hekzametilen tetramin reaksiyon karışımına eklenmiş ve çözünene kadar karıştırılmıştır. Reaksiyon tamamlandıktan sonra oluşan viskoz resorsinol-furfural-fenilboronik asit reçinesi kaplara alınarak 70°C'de etüvde ıslak jel görünümüne gelene kadar kürlendirilmiştir. Daha sonra jelin yüzeyini geçecek miktarda etanol eklenmiş ve 6 saat 70°C'de etüvde, 40 saat ortam sıcaklığında termal polimerizasyona tabi tutulmuştur. Elde edilen resorsinol-furfural-fenilboronik asit jeli, etanol ve diğer safsızlıklardan temizlemek için 75°C'de n-heptan ile birer saat aralıklarla yıkanarak çözücü değişimi sağlanmıştır. Yıkama işlemi n-heptan çözücüsünün sarı renkten şeffaf renge dönene kadar devam

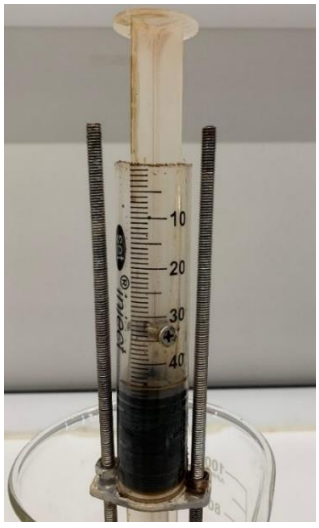
ettirilmiştir. Yıkama işlemi sonrasında resorsinol-furfural-fenilboronik asit jeli 40-60-80 °C'de etüvde kurutulmuştur. Kurutma işlemi jelin sabit bir ağırlık değerini koruyana kadar devam ettirilmiştir. Kurutma işlemleri sonrası resorsinol-furfural-fenilboronik asit aerojelleri elde edilmiştir.

Çizelge 2.1: Numune hazırlama oranları ve jelleşme süreleri.

Numune	Resorsinol (g)	Furfural (g)	Etanol (g)	HMTA (g)	FBA (g)	Jelleşme süresi (h)
RF1	5,51	9,16	60	0,1467	0	17
RF2	5,51	9,16	60	0,2934	0	10
RF4	5,51	9,16	60	0,5868	0	4,5
RF8	5,51	9,16	60	1,1736	0	3
RFB5	5,51	9,16	60	1,1736	0,7335	3,5
RFB10	5,51	9,16	60	1,1736	1,467	4
RFB15	5,51	9,16	60	1,1736	2,2005	4,5
RFB20	5,51	9,16	60	1,1736	2,934	5
RFB25	5,51	9,16	60	1,1736	3,6675	5,5

2.3 Ablatif Polimerik Kompozitlerin Üretimi

PAN temelli iğne ile delinmiş karbon fiber keçeler 25 mm çapında olacak şekilde daire biçiminde kesildi. Kesilen parçalara, daha önce hazırlanmış olan RF1, RF2, RF4, RF8, RFB5, RFB10, RFB15, RFB20, RFB25 reçinelerinin her birinden ayrı ayrı eklendi. Bir örnekte 20 adet karbon fiber keçe olacak şekilde hazırlanan karbon fiber keçelerin içine reçinelerin emdirilmesi sağlandı. Karbon fiber keçenin boşlukları tamamen ıslatıldıktan sonra 20 adet karbon fiber keçe hazırlanmış olan şırınga düzeneğine yerleştirildi (Şekil 2.4).



Şekil 2.4: Kompozit hazırlamak için kullanılan şırınga düzeneği.

Şırınga düzeneğine yerleştirilen karbon fiber keçeler 20-25 mm aralığında yüksekliğe sahip olacak şekilde sıkıştırıldı ve Çizelge 2.1'de gösterilen jelleşme sürelerine göre 70°C'de etüvde kürlendirildi. Daha sonra kompozitin yüzeyini geçecek miktarda etanol eklendi ve 70°C'de 6 saat etüvde, 40 saat ortam sıcaklığında termal polimerizasyona tabi tutuldu. Elde edilen resorsinol-furfural ve resorsinol-furfural-fenilboronik asit kompozitleri, etanol ve diğer safsızlıklardan temizlemek için 75°C'de n-heptan ile birer saat aralıklarla yıkanarak çözücü değişimi sağlandı. Yıkama işlemine n-heptan çözücüsünün rengi sarı renkten şeffaf renge dönene kadar devam edildi. Yıkama işlemi sonrasında resorsinol-furfural ve resorsinol-furfural-fenilboronik asit kompozitleri 40-60-80 °C'de etüvde kurutuldu. Kurutma işlemi kompozitlerin sabit bir ağırlık değerini koruyana kadar devam ettirildi. Kurutma işlemleri sonrası resorsinol-furfural ve resorsinol-furfural-fenilboronik asit kompozitleri (K-RF1, K-RF2, K-RF4, K-RF8, K-RFB5, K-RFB10, K-RFB15, K-RFB20, K-RFB25) elde edilmiştir. Hazırlanan kompozitler, ablasyon testlerine uygun olması için yaklaşık 25-26 mm çapında ve yaklaşık 20-25 mm yüksekliğinde silindirik şekilde elde edilmiştir.

Ablasyon testi sırasında ön yüzeyden arka yüzeye doğru ilerleyen sıcaklık dağılımının belirlenmesi amacıyla silindirik şekilde hazırlanan numunelerin orta kısımlarında K-tip tel termokupl yerleştirmek için delikler açılmıştır. Hazırlanan ablasyon test numunesi Şekil 2.5'te gösterilmiştir.

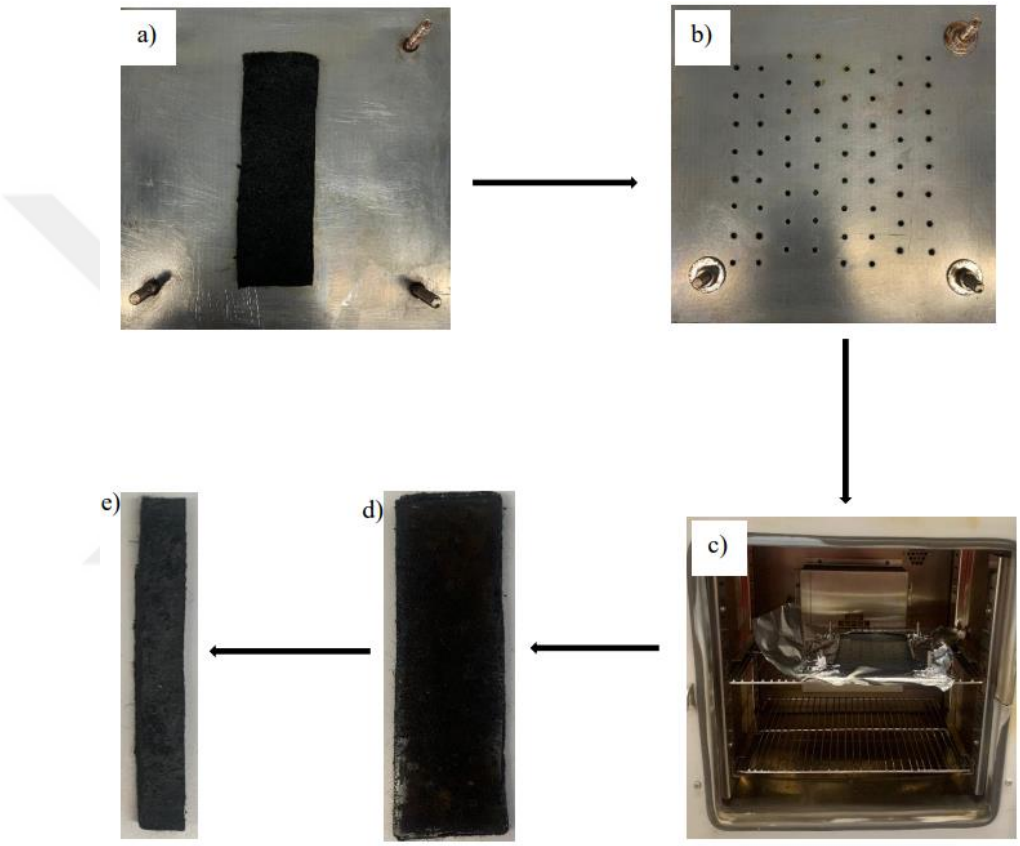


Şekil 2.5: Üretilen kompozit örneği.

2.4 Kompozitlerin Eğilme Mukavemeti Testleri İçin Hazırlanması

150 mm uzunluğunda ve 50 mm genişliğinde olacak şekilde PAN-temelli iğne delinmiş karbon fiber keçeler kesilmiştir. Dört adet karbon fiber keçe üst üste dizilerek her bir reçine matrisi ile (RF1, RF2, RF4, RF8, RFB5, RFB10, RFB15,

RFB20, RFB25) ıslatılmıştır. Reçine ile emprenye edilmiş karbon fiber keçeler 200 mm uzunluğunda ve 200 mm genişliğinde olan iki adet çelik tabla arasına yerleştirilmiş ve 4 mm kalınlığında sıkıştırılmıştır. Sıkıştırılan kompozitler 70°C'de etüv içerisinde 17 saatte kürlendirilmiştir. Elde edilen kompozitler eğilme mukavemeti testlerinin yapılabilmesi için 96 mm uzunluğunda ve 13 mm genişliğinde kesilmişlerdir. Şekil 2.6(e)'de eğilme mukavemeti için elde edilen kompozit numunesi gösterilmiştir.



Şekil 2.6: Eğilme mukavemeti deneyi için numune hazırlama aşamaları a) alt tablaya istiflenen keçeler, b) üst tablayla sıkıştırma aşaması, c) etüv içerisinde kürlendirme işlemi, d) kürlenmiş numune, e) deney için kesilen kompozit.

Üretilen kompozitlerin eğilme mukavemetleri testi, ASTM D7264 standardı göz önünde bulundurularak, 96 mm uzunluk, 13 mm genişlik ve 4 mm kalınlık olarak hazırlanmıştır. Kompozitlerin eğilme mukavemetleri, maksimum eğilme kuvveti kullanılarak Denklem 2.1'de yer alan formülle hesaplanmıştır (Feng ve diğ, 2020).

$$EM: \frac{3 * P * L}{2 * b * (z)^2} \tag{2.1}$$

Denklem 2.1'deki formülde yer alan EM, eğilme mukavemetini; P, uygulanan maksimum kuvveti (N); L, destek aralığını (mm); b, numune genişliğini (mm) ve z, numune kalınlığını (mm) temsil etmektedir.

2.5 Üretilen Kompozitlerin Yoğunluk Deneyleri

Üretilen kompozitlerin yoğunluğu silindirin hacmi kullanılarak belirlenmiştir. Kumpas yardımıyla üretilen her bir kompozitin yüksekliği ve çapı ölçülüp Çizelge 2.2'de verildiği üzere elde edilmiştir. Elde edilen yükseklik ve çap değerleri aşağıda verilen Denklem 2.2'de yerine yerleştirilerek kompozitlerin hacimleri elde edilmiştir.

$$V = \pi * r^2 * h \tag{2.2}$$

Denklem 2.2'deki formülde yer alan V, silindirin hacmini (cm^3); r, numune yarıçapını (cm) ve h, numune yüksekliğini (cm) temsil etmektedir.

Çizelge 2.2: Kompozitlerin fiziksel özellikleri.

Numune	Yarıçap (cm)	Yükseklik (cm)	Kütle (g)
K-RF1 (1)	1,2625	2,465	7,25
K-RF1 (2)	1,2605	2,41	6,679
K-RF2 (1)	1,298	2,322	5,501
K-RF2 (2)	1,3065	2,504	5,464
K-RF4 (1)	1,3015	2,77	6,285
K-RF4 (2)	1,276	2,577	5,922
K-RF8 (1)	1,2885	2,526	5,437
K-RF8 (2)	1,286	2,964	6,297
K-RFB5 (1)	1,314	2,266	5,515
K-RFB5 (2)	1,291	2,603	6,233
K-RFB10 (1)	1,2905	2,5	6,427
K-RFB10 (2)	1,3065	2,752	6,59
K-RFB15 (1)	1,3	2,348	5,569
K-RFB15 (2)	1,29	2,649	5,74
K-RFB20 (1)	1,2865	2,276	5,268
K-RFB20 (2)	1,297	2,27	5,87
K-RFB25 (1)	1,285	2,161	4,766
K-RFB25 (2)	1,2955	2,182	5,179

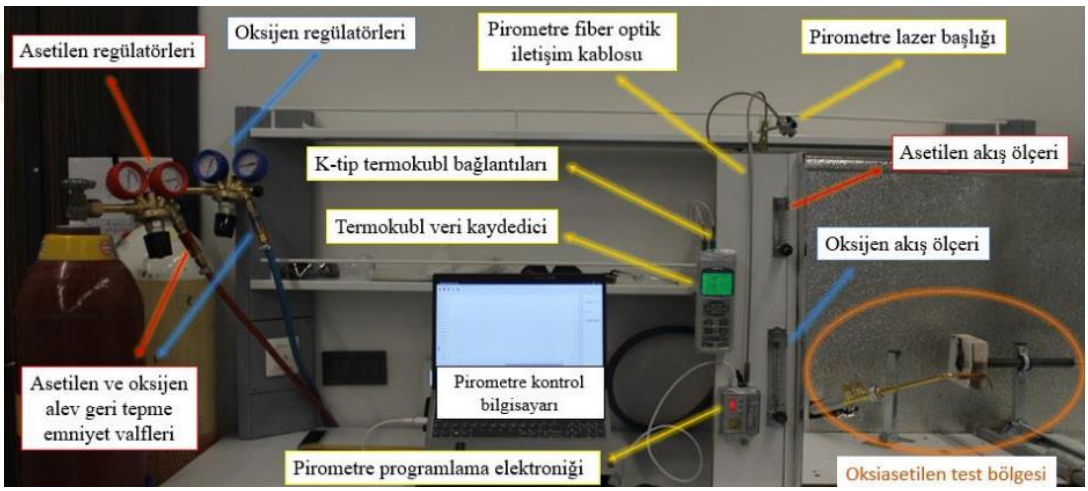
Kompozitlerin kütleleri hassas terazide tartılmış ve Çizelge 2.2'de verildiği gibi elde edilmiştir. Kompozitlerin yoğunlukları Denklem 2.3'te verilen formül kullanılarak hesaplanmıştır.

$$\rho_{kompozit} = \frac{m}{V} \tag{2.3}$$

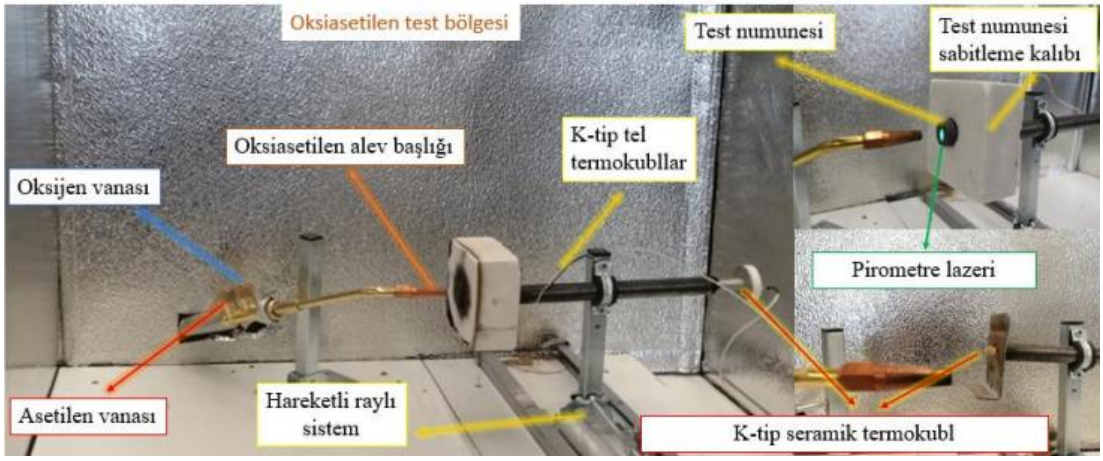
Denklem 2.3'te yer alan $\rho_{kompozit}$, kompozit yoğunluğunu (g/cm^3); m, kompozitin kütlesini (g) ve V, kompozitin hacmini (cm^3) temsil etmektedir.

2.6 Ablatif Polimerik Kompozitlerin Ablasyon Deneyleri

Ablasyon deneyleri, oksijen ve asetilen gazlarının karıştırılmasıyla elde edilen alev ortamında gerçekleştirilmiştir. Şekil 2.7'de ablasyon test düzeneği ve Şekil 2.8'de oksiasetilen test bölgesi verilmiştir.



Şekil 2.7: Ablasyon test düzeneği (Aras, 2023).

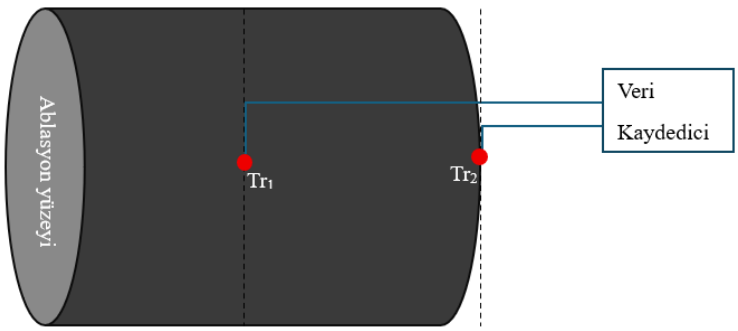


Şekil 2.8: Oksiasetilen test bölgesi (Aras, 2023).

Oksiasetilen alevi testi için kompozitler 25-26 mm aralığı çapında ve 21-29 mm yüksekliğinde silindirik şekilde hazırlanmıştır. Numunenin deney sırasında hareket etmemesi ısıya dayanaklı bir kalıba (fiber board) yerleştirilerek sağlanmıştır.

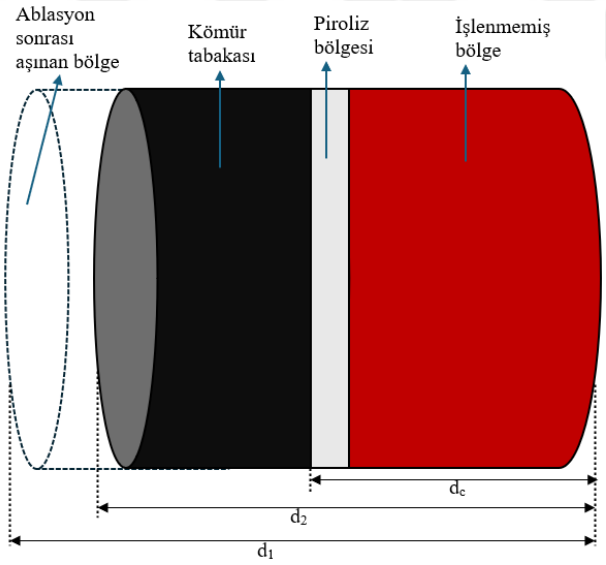
Oksiasetilen alevi elde edebilmek için oksijen akış hızı 25 L/dk, basıncı 4 bar ve asetilen akış hızı 15 L/dk, basıncı 0,5 bar olarak ayarlanmıştır. Her bir kompozitin ablasyon testleri oksijen ve asetilen gazlarının basınç ve akış hızı sabit tutularak gerçekleştirilmiştir. Numunelerin ön kısmına oksiasetilen alevi püskürtülmüştür. Alev çıkış ucu çapı 2 mm ve alev çıkış ucu ile numune arası mesafe 10 mm olacak şekilde konumlandırılmıştır (Badhe ve Kandasubramanian, 2015; Daniel ve diğ, 2016; Daniel ve diğ, 2019; Daniel ve diğ, 2020). Alev başlığı numuneye 90° açı yaparak silindirik numuneye bakacak şekilde yerleştirilmiştir (Eslami ve diğ, 2015). Ablasyon deneyleri ASTM E285-80 standartları baz alınarak gerçekleştirilmiştir. Her bir numune 60 saniye boyunca oksiasetilen alevine maruz bırakılmıştır. Numunenin ön yüzeyine gelen alev sıcaklığı pirometre cihazı ile ölçülmüştür. Numuneler, test sırasında alev tam olarak numune merkezine çarpacak şekilde yerleştirilmiş ve birincil alev ve yansıyan alev olarak adlandırılan alev bölgelerinin oluşması sonucunda alev numunenin tüm yüzeyine yayılmıştır. Bu sonuçtan yola çıkarak alev çıkış ucu ile numune arasında bırakılan boşluğun, alevin tüm çapı neredeyse homojen bir şekilde numuneye temas etmesi için yeterli olduğu görülmüştür.

Arka kısımlara doğru ilerleyen sıcaklık profilinin belirlenebilmesi için numunenin tam ortasına delik açılarak (Tr_1) K-tipi tel termokupl ve numunenin en arkasına (Tr_2) K-tipi seramik termokupl olmak üzere iki adet K-tipi termokupl yerleştirilmiştir. 60 saniye boyunca oksiasetilen alevine maruz kalan numunedeki sıcaklık değişimi verileri bir datalogger (veri kaydedici) ile kaydedilmiştir. Şekil 2.9'da numune derinliğine göre sıcaklık ölçüm düzeneği yer almaktadır.



Şekil 2.9: Numune derinliğine göre termokupl yerleştirme ve sıcaklık ölçüm düzeneği.

Malzemelerin ablasyonu sırasında termo-mekanik, termo-fiziksel ve termo-kimyasal ablasyon dahil olmak üzere çeşitli karmaşık olaylar meydana gelir ve yüksek hızlı ısı akışı, malzemeleri parçalamak ve aşındırmak için son derece yüksek basınç ve sıcaklık oluşturabilir. Bu parçalanma ve aşınma sonrasında numunelerin kütlesinde ve boyutlarında azalmalar gerçekleşir (Ji ve diğ, 2021). Numune boyutundaki azalma, doğrusal ablasyon oranı (DAO) ile temsil edilmektedir. DAO, aleve maruz kalmadan önceki ve alev sonrasındaki numune boyutundaki değişimin ablasyon süresine bölünmesi ile elde edilmektedir. Numune kütlesindeki kayıp, kütle ablasyon oranı (KAO) ile temsil edilmektedir. KAO, aleve maruz kalmadan önceki ve alev sonrasındaki numune kütlesindeki değişimin ablasyon süresine bölünmesiyle elde edilmektedir. Ablasyon testi sonrası oluşan kömür tabakası ise kömürleşme oranı (KO) ile temsil edilmektedir. Alev öncesi numune boyutundan, alev sonrası sağlam kalan numune boyutunun değişiminin ablasyon süresine bölünmesiyle elde edilmektedir. Şekil 2.10'da DAO, KAO ve KO formülleri için kullanılması gereken kısımlar gösterilmiştir.



Şekil 2.10: DAO ve KO için ölçüm şekli.

Ablatif polimerik kompozitlerin ablasyon performansının belirlenebilmesi için kullanılan doğrusal ablasyon oranı (DOA) ve kütle ablasyon oranı (KAO) denklemleri sırasıyla Denklem 2.4 ve Denklem 2.5'te verilmiştir (Badhe ve Kandasubramanian, 2014; Duan ve diğ, 2020; Feng ve diğ, 2020; Wang ve diğ, 2013). Kömürleşme oranı (KO) ise Denklem 2.6'de verilmiştir (Ji ve diğ, 2021).

DAO, KAO ve KO hesabında kullanılan denklemler aşağıda gösterildiği gibidir.

$$DAO = \frac{d_1 - d_2}{t} \quad (2.4)$$

$$KAO = \frac{m_1 - m_2}{t} \quad (2.5)$$

$$KO = \frac{d_1 - d_c}{t} \quad (2.6)$$

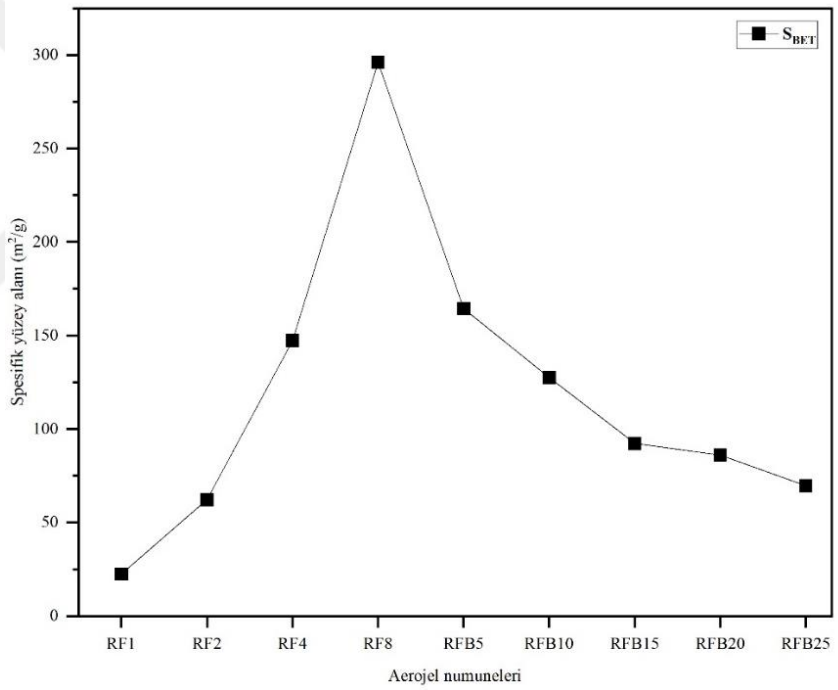
Denklemlerdeki d_1, ablasyon öncesi numune kalınlığını (mm); d_2, ablasyon sonrası kömür tabakası ile birlikte numune kalınlığını (mm); d_c, ablasyon sonrası kömür tabakasız numune kalınlığını (mm); m_1, ablasyon öncesi numune kütlesini (g); m_2, ablasyon sonrası numune kütlesini (g) ve t, ablasyon testi süresini (sn) göstermektedir.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1 Resorsonol-furfural ve Fenilboronik Asit Modifiyeli Resorsinol-furfural Reçinelerinin Karakterizasyonu

3.1.1 BET analizi

Hazırlanan malzemelerin birim kütle başına yüzey alanını belirlemek için BET analizi gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.1'de RF ve RFB aerojellerinin BET sonuçları grafik şeklinde gösterilmiştir.



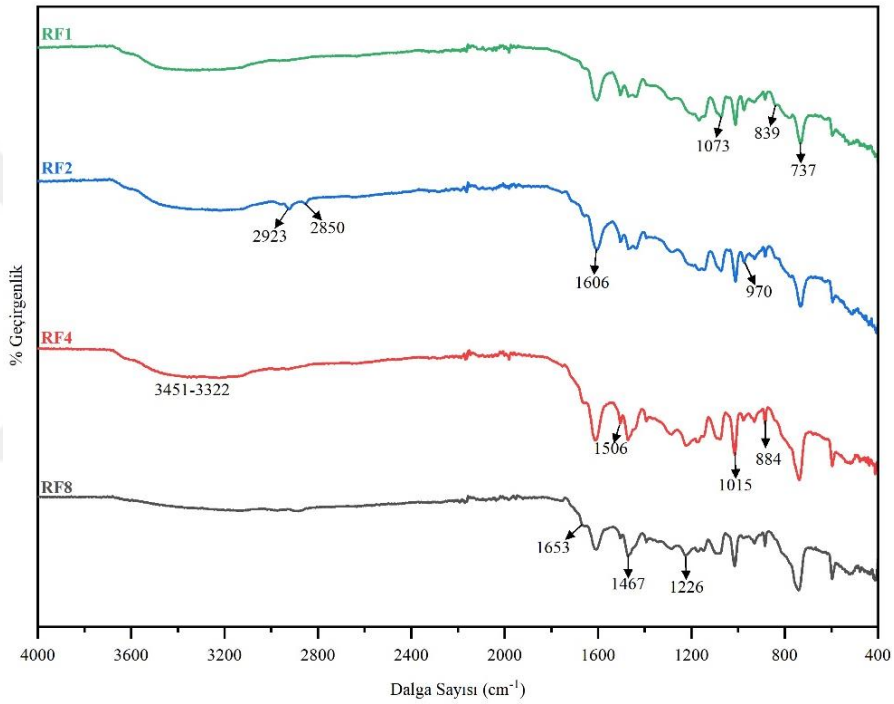
Şekil 3.1: RF ve RFB aerojellerinin BET sonuç grafiği.

HMTA'nın, resorsinol ve furfuralın etanol içindeki jelleşme sürecini etkilediği ve nihayetinde ortaya çıkan aerojellerin yapılarını ve özelliklerini Şekil 3.1 incelendiğinde artan HMTA miktarıyla aerojellerin spesifik yüzey alanının arttırmasından anlaşılmaktadır. Kullanılan HMTA miktarındaki bir azalmayla alkojeller kolayca büzülebilir veya çökebilir (kütle yoğunluğu artar), böylece aerojellerin spesifik yüzey alanlarında bir azalmaya neden olur (Wu ve diğ, 2004). RF8 aerojelinin fenilboronik ile modifiye edilmesi sonucunda oluşturulan yeni

aerojellerin artan fenilboronik asit miktarıyla spesifik yüzey alanlarında bir azalma meydana getirdiği görülmektedir. Bunun nedeni olarak reaksiyona girmeyen fenilboronik asitten kaynaklandığı düşünülmektedir.

3.1.2 FT-IR analizi

RF ve RFB reçinelerinin Fourier dönüşümlü kızılötesi (FTIR) spektrumları incelenmiş ve spektrumlar 4000-400 cm^{-1} arasında kaydedilmiştir. Şekil 3.2'de farklı HMTA miktarlarında hazırlanmış olan RF reçinelerinin FTIR spektrumları verilmiştir.

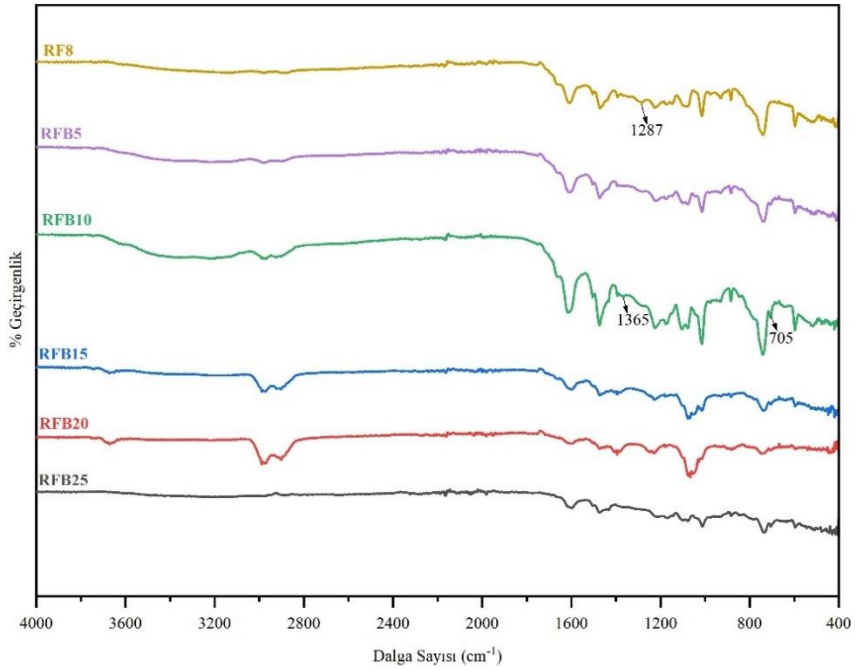


Şekil 3.2: RF aerojellerinin FTIR spektrumları.

3451-3322 cm^{-1} aralığında bulunan pik oksijen içeren fonksiyonel grup hidroksilin (O-H) gerilme titreşim pikleridir (Gan ve diğ, 2023). 2923 ve 2850 cm^{-1} pikler metilen ve furilmetil köprülerinin -CH_2- germe titreşimleri ile ilişkilidir (Wang ve diğ, 2017). 1653 cm^{-1} 'deki nispeten zayıf pik, reaksiyona girmemiş furfuralın varlığını göstermiştir (Liu ve diğ, 2020). 1606 cm^{-1} 'deki karakteristik pik aromatik ve furanik halkaların gerilme titreşimlerine atfedilmiştir (Rejitha ve diğ, 2013; Wang ve diğ, 2017). 1506 cm^{-1}'deki pik karbonil grubunun (-C=C-) gerilme titreşim karakteristik pikidir (Gan ve diğ, 2023; Liu ve diğ, 2020). 1467 cm^{-1} 'deki pik O-CH_2 ve C-CH_2-C'nin gerilme titreşimlerine atanmıştır (Liu ve diğ, 2020; Rejitha ve diğ, 2013). 1226 cm^{-1}'deki pik, fenolik -OH'ın germe titreşimidir (Wang

ve diğ, 2013). 1073 cm^{-1}'deki pik, furan çekirdeğindeki eter bağlarının simetrik gerilme titreşimine karşılık gelmektedir (Liu ve diğ, 2020). O-H grubunun simetrik gerilmesi ile ilişkili titreşim de 1015 cm^{-1}'de gözlenmiştir (Rejitha ve diğ, 2013). 970, 884, 839 ve 737 cm^{-1}'deki pikler aromatik halkaların -C-H-'nin düzlem dışı bükülmesiyle ilişkilendirilmiştir. Bu bulgular, aromatik çekirdeklerin metilen, furilmetil, metilen eter ve N-metilen köprüleri aracılığıyla bağlantı kurarak organik aerojellerin iskeletini oluşturduğunu ortaya koymuştur (Rejitha ve diğ, 2013; Wang ve diğ, 2017).

Şekil 3.3'te farklı FBA miktarlarında hazırlanmış olan RFB reçinelerinin ve RF8 reçinesinin FTIR spektrumları verilmiştir.

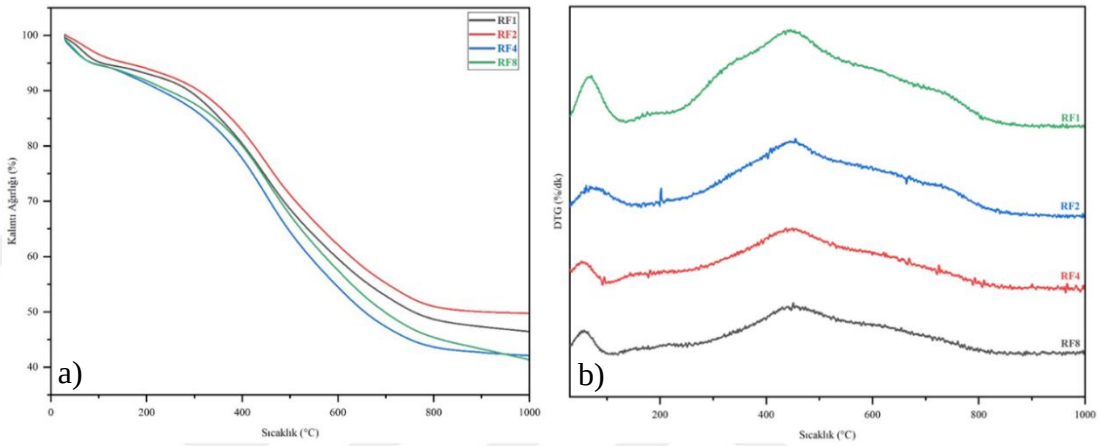


Şekil 3.3: RF8 ve RFB aerojellerinin FTIR spektrumları.

RF8 reçinesinde görülen 1287 cm^{-1} piki, aromatik yapılardaki C-H ve C-OH bağlarıyla ilişkilendirilmektedir. Spektrumlardaki 1287 cm^{-1} zirvesinin artan FBA yüzdesi ile kaybolması, fenilboronik asidin resorsinol-furfural reçinesine bağlanmasını göstermektedir (Aras ve diğ, 2024). RF reçinesinin FBA ile modifiyesini gösteren yeni oluşan pikler bulunmaktadır. Bu oluşan yeni piklerin ilki 1365 cm^{-1} pikidir. Bu pik fenilboronatlara ve B-O-C gerilme titreşimlerine karşılık gelmektedir. Diğer oluşan pik ise 705 cm^{-1} pikidir, bu pik B-O-B'nin gerilme titreşimine karşılık gelmektedir (Gao ve diğ, 2024).

3.1.3 TGA analizi

RF ve RFB reçinelerinin kömür verimleri ve termal dayanımları termogravimetrik analiz (TGA) kullanılarak belirlenmiştir. TGA termogramlarında en yüksek kütle kayıplarının meydana geldiği sıcaklıkları belirlemek için diferansiyel termal termogravimetrik (DTG) yöntemi kullanılmıştır. Şekil 3.4'te RF reçinelerinin TGA ve DTG termogramları verilmiştir.



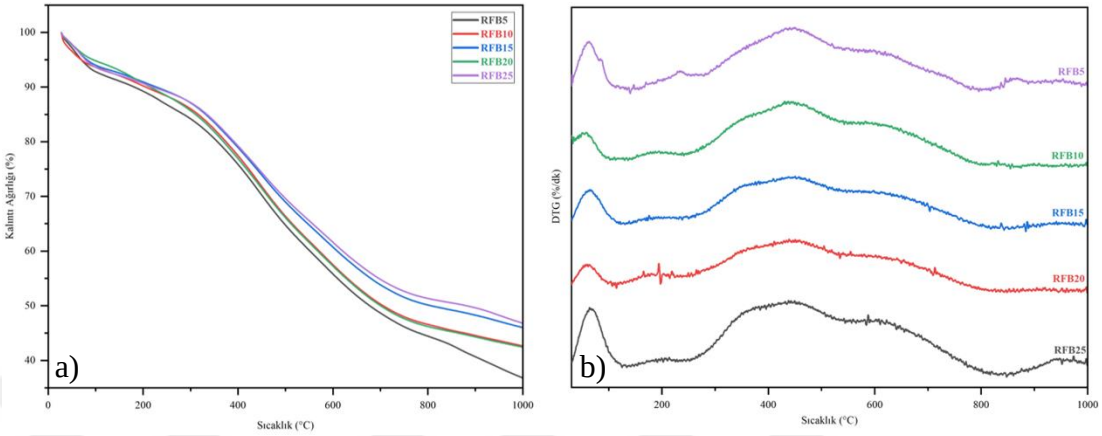
Şekil 3.4: RF reçinelerinin; a) TGA termogramları, b) DTG termogramları.

Şekil 3.4 (a) incelendiğinde 200 ile 800 °C aralığında RF aerojelinde daha büyük bir ağırlık kaybı gözlenir ve bu durum RF aerojelinin piroliz sürecine dayanmaktadır. Şekil 3.4 (b) incelendiğinde iki adet pik bölgesi oluştuğu görülmektedir. 200 °C'de daha düşük sıcaklıkta oluşan birinci pik bölgesi esas olarak başlangıçta bağlanan ve daha sonra polikondensasyondan kaynaklanan küçük moleküllerin (su ve etanol) buharlaşmasına karşılık gelmektedir (Liu ve diğ, 2020; Zhang ve diğ, 2019). 450 °C'de oluşan tepe noktası su buharı ve kalıcı gazların, hafif hidrokarbonların, aromatiklerin ve aromatik alkollerin çok bileşenli gaz ürününün salınmasından kaynaklanmaktadır (Wang ve diğ, 2017). Çizelge 3.1'de bu iki temel ağırlık kaybı bölgesindeki maksimum (pik) sıcaklık değerleri ve 1000 °C'deki kalıntı yüzdesi verilmiştir.

Çizelge 3.1: RF reçinelerin DTG maksimum kütle kaybı sıcaklıkları.

Numuneler	Birinci bölge (°C)	İkinci bölge (°C)	Kalıntı$_{\sim 1000°C}$
RF1	67	451	%46,39
RF2	61	447	%49,72
RF4	54	444	%42,03
RF8	52	443	%41,23

Resorsinol-furfural reçinesi ve ağırlıkça farklı FBA oranlarıyla modifiye edilmiş resorsinol-furfural reçinesinin azot atmosferi altında bozunma davranışları incelenmiştir. RFB reçinelerinin inceleme sonuçları TGA ve DTG termogramları halinde Şekil 3.5'te verilmiştir.



Şekil 3.5: RFB reçinelerinin; a) TGA termogramları, b) DTG termogramları.

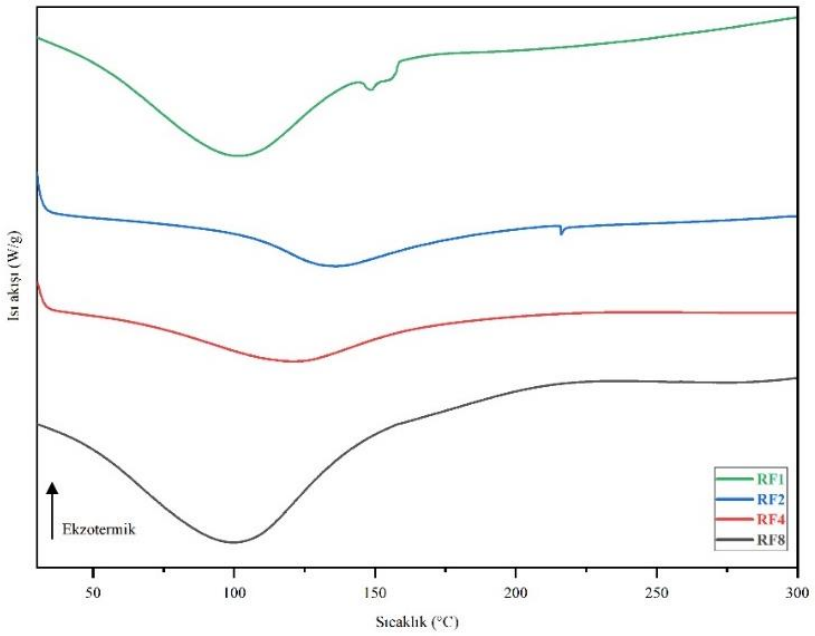
RF polimerinin FBA ile modifiye edilmesi sonucunda, aromatik halkalara boronatlar eklenmiştir. Aromatik boronatlar, bor atomlarına bağlı olan oksijen bulundurduğu için, uçucu karbon oksitlerin meydana gelmesini engeller, uçucu bileşenlerin miktarını sınırlar ve reçinenin ısıl dayanıklılığını artırır. Bu etkilerin yanı sıra, bor atomlarının RR polimerinin moleküler yapısına dahil edilmesi, B-O bağ enerjisinin (516 kJ/mol) C-C bağ enerjisinden (345 kJ/mol) yüksek olması nedeniyle kömürleşme verimini artırır. Bu nedenle, yapının deformasyonu için gerekli olan daha yüksek sıcaklık, kömürleşme veriminde bir yükselişe neden olur (Aras ve diğ, 2024). Çizelge 3.2'de iki temel ağırlık kaybı bölgesindeki maksimum (pik) sıcaklık değerleri ve 1000 °C'deki kalıntı yüzdesi verilmiştir.

Çizelge 3.2: RFB reçinelerin DTG maksimum kütle kaybı sıcaklıkları.

Numuneler	Birinci bölge (°C)	İkinci bölge (°C)	Kalıntı$_{\sim 1000°C}$
RFB5	61	446	%36,57
RFB10	54	440	%42,51
RFB15	64	436	%45,85
RFB20	57	434	%42,30
RFB25	66	432	%46,63

3.1.4 DSC analizi

DSC analizi, resorsinol-furfural ve fenilboronik asit ile değişiklik gösteren resorsinol-furfural polimerlerinin sıcaklık ve ısı akışı altında nasıl davrandığını incelemek amacıyla kullanılmıştır. Şekil 3.6'da RF polimerlerine ait DSC termogramları sunulmuştur.



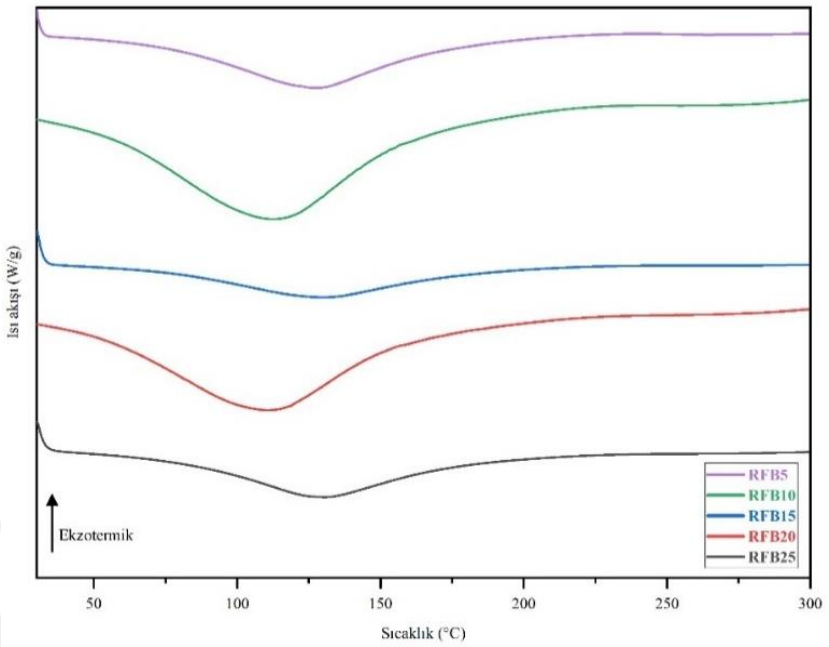
Şekil 3.6: RF reçinelerinin DSC termogramları.

Şekil 3.6 incelendiğinde 95-140 °C arasında endotermik bir süreç yaşanmış olup, bu süreç esas olarak reçinelere bağlı su, etanol ve furfural gibi küçük moleküllerin buharlaşmasından kaynaklanmıştır (Liu ve diğ, 2020). Çizelge 3.3'te RF polimerlerinin DSC ile ilgili özelliklerine dair veriler yer almaktadır.

Çizelge 3.3: RF polimerinin DSC verileri.

Numuneler	T_{Pik} (°C)
RF1	101,75
RF2	135,54
RF4	120,29
RF8	100,84

Şekil 3.7’de RFB polimerlerine ait DSC termogramları sunulmuştur.



Şekil 3.7: RFB reçinelerinin DSC termogramları.

Fenilboronik asit ile modifiye edilmiş resorsinol-furfural polimerlerinin RF8 polimerine kıyasla pik değerlerinin arttığı görülmektedir. Bunun sebebi malzemeye eklenen fenilboronik asitin RFB polimerinde yaptığı B-OH gruplarının yaptığı yoğuşmadan kaynaklandığı düşünülmektedir (Wang ve diğ, 2014). Çizelge 3.4’te RFB polimerlerinin DSC ile ilgili özelliklerine dair veriler yer almaktadır.

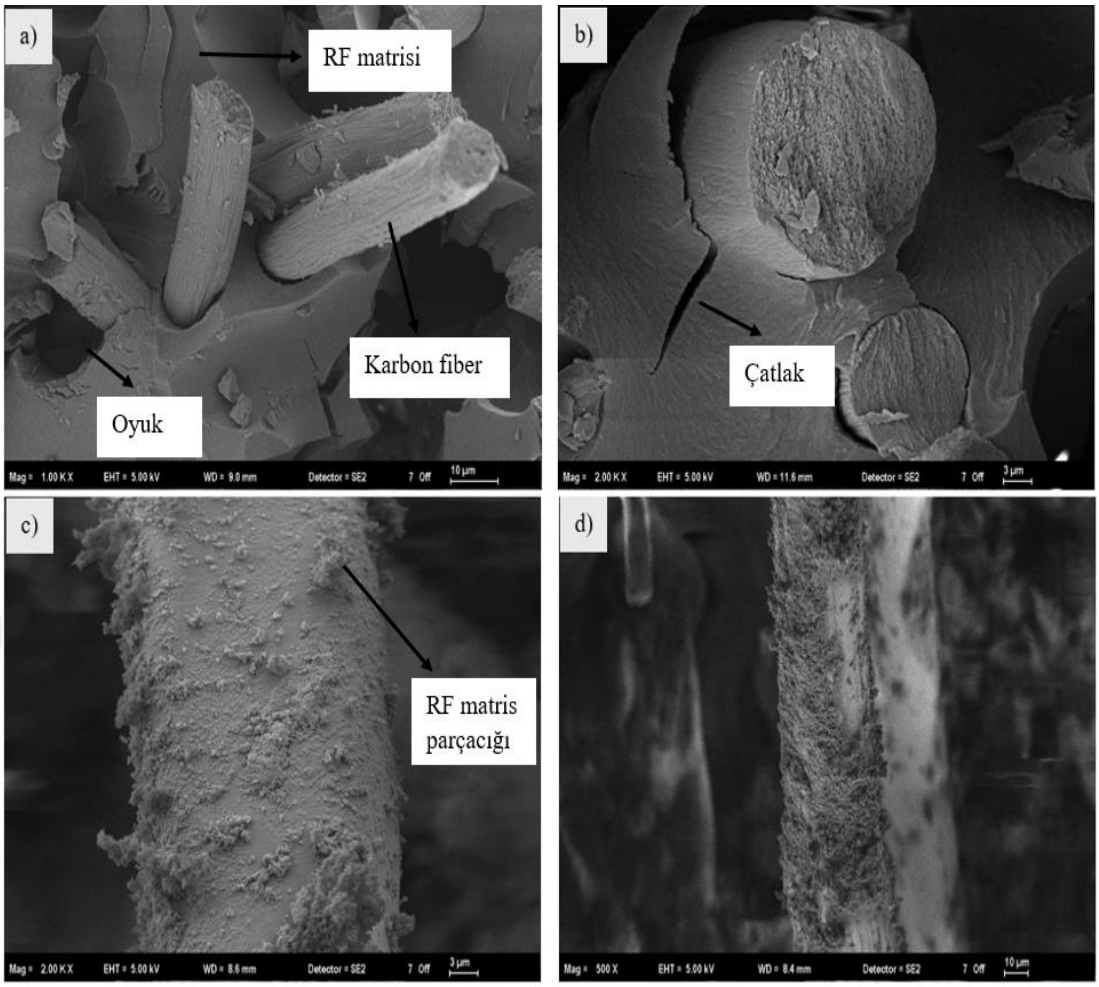
Çizelge 3.4: RFB polimerinin DSC verileri.

Numuneler	T_{Pik} (°C)
RFB5	127,8
RFB10	112,54
RFB15	129,43
RFB20	111,21
RFB25	130,47

3.2 Üretilen Ablatif Polimerik Kompozitlerin Karakterizasyonu

3.2.1 SEM analizi

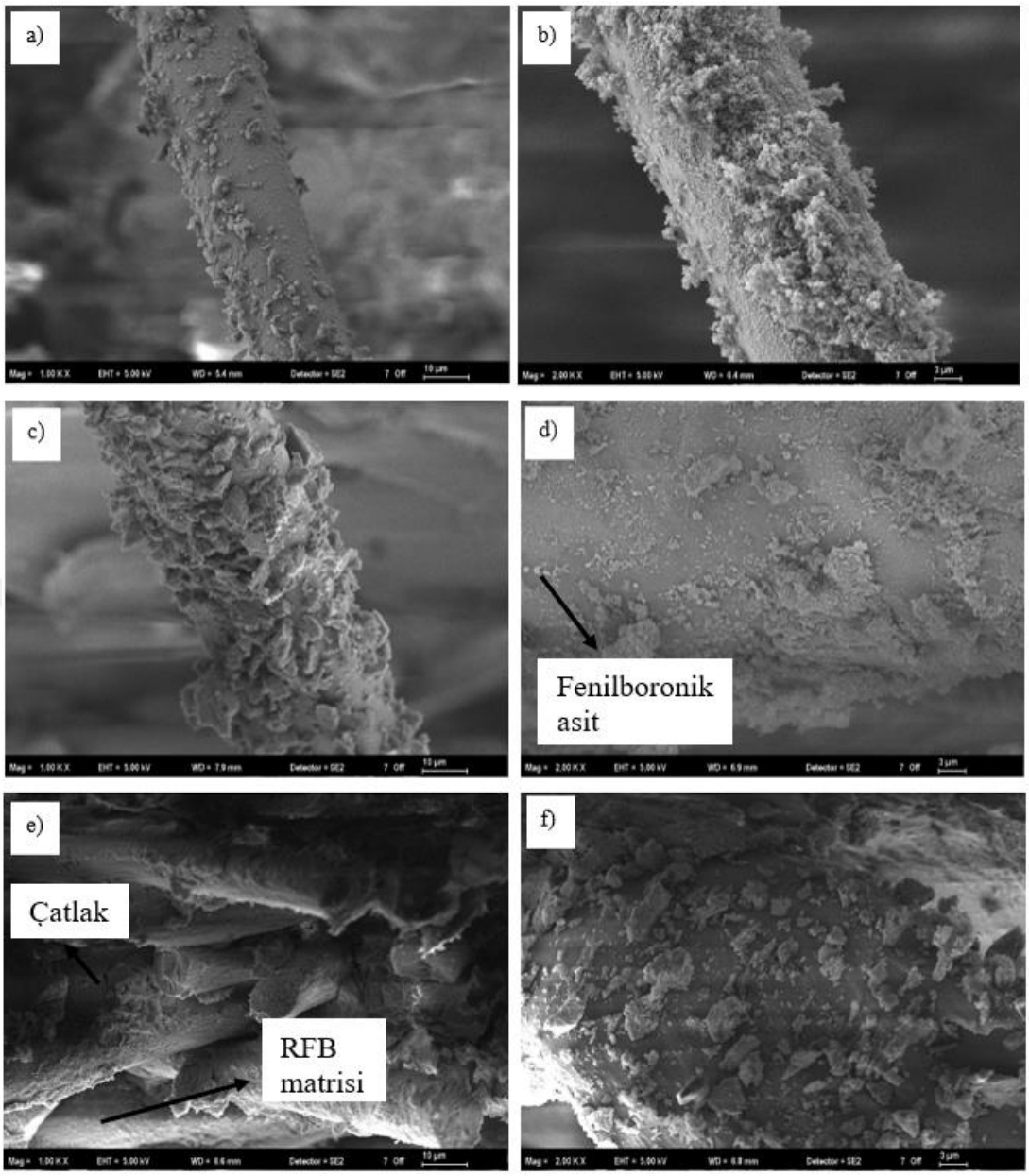
Üretilen kompozitlerin mikroyapı yapılarının incelenmesi amacıyla kırılma yüzeylerinin kesit alanları üzerinde SEM analizi gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.8’de ablasyon öncesi K-RF kompozitlerinin SEM görüntüleri verilmiştir.



Şekil 3.8: Kompozitlerin ablasyon öncesi SEM görüntüleri; a) K-RF1, b) K-RF2, c) K-RF4 ve d) K-RF8 kompozitleri.

K-RF kompozitinin kırılma yüzeyine ait SEM kesit alanı görüntüsü incelendiğinde kompozit içerisinde karbon fiberler ve RF matrisinin bulunduğu görülmektedir. RF matrisinin kırılması durumunda, yüzeyde çatlaklar ve karbon liflerinin matristen kopmasıyla birlikte oyuklar meydana geldiği gözlemlenmektedir (Şekil 3.8(a)-(b)). Karbon fiber keçelere matris malzemesinin tutunduğu görülmektedir (Şekil 3.8(c)).

Şekil 3.9'da ablasyon öncesi K-RFB kompozitlerinin SEM görüntüleri verilmiştir.



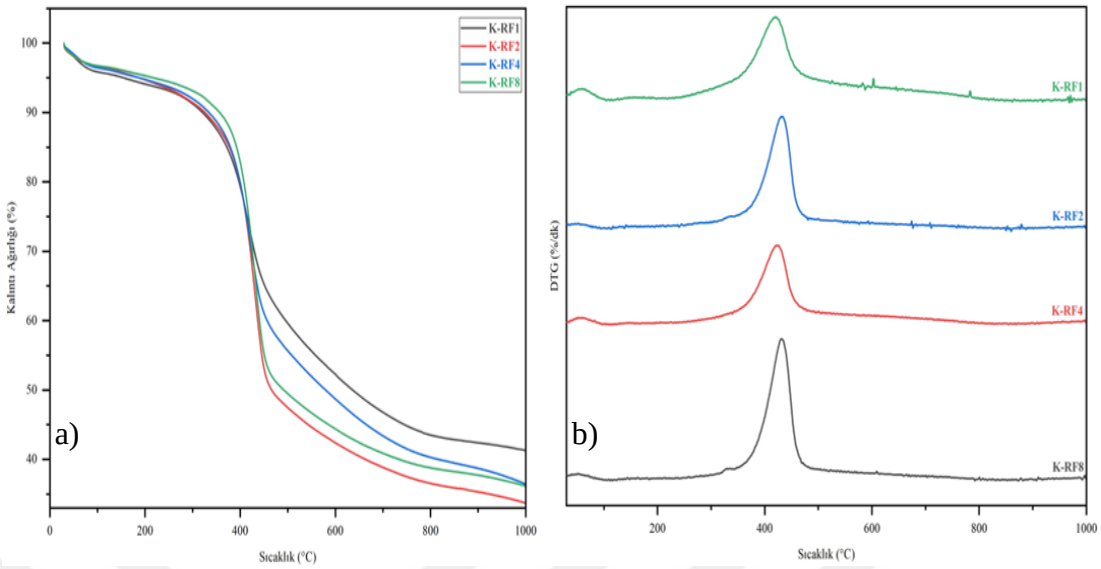
Şekil 3.9: Kompozitlerin ablasyon öncesi SEM görüntüleri; a) K-RFB5, b) K-RFB10, c) K-RFB15, d) K-RFB20 VE e) K-RFB25 kompozitleri.

Bor ile modifiye edilmiş RF matrisinin çatlakların azalmasına ve matrisin karbon fiberlere sıkıca yapışarak olukların oluşumunu engellediği görülmüştür. RFB matrisinin karbon fiber keçelere yapıştığı ve matris parçacıklarına tutunmuş olan serbest fenilboronik asitlerin bulunduğu görülmektedir.

3.2.2 TGA analizi

K-RF ve K-RFB reçinelerinin kömür verimleri ve termal dayanımları termogravimetrik analiz (TGA) kullanılarak belirlenmiştir. Şekil 3.10'da K-RF reçinelerinin TGA ve DTG termogramları verilmiştir.

c



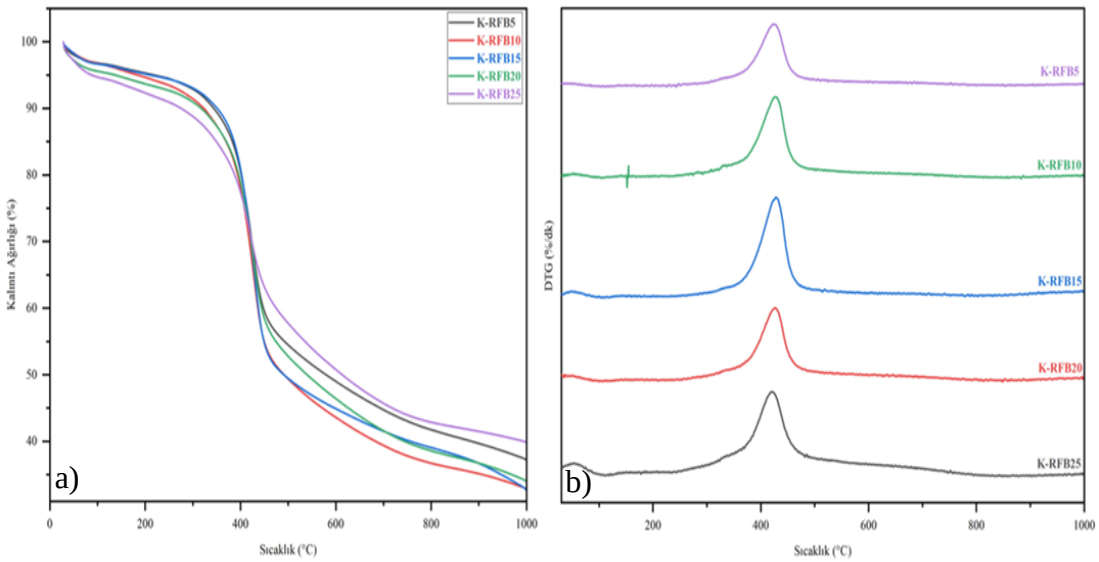
Şekil 3.10: K-RF kompozitlerinin; a) TGA termogramları, b) DTG termogramları.

Şekil 3.10 incelendiğinde en yüksek ağırlık kaybının 300-500 °C aralığında gerçekleştiği görülmektedir. Bu ağırlık kaybı, kompozit malzemenin yüksek ısıda parçalanmasını içeren piroliz süreçleriyle ilişkilidir. Piroliz süreçleri, su, karbon dioksit, karbon monoksit, resorsinol ve metil türevleri gibi farklı ürünler üretmektedir. Pirolizin ana yan ürünleri olan karbon monoksit, karbon dioksit ve su, oksijen içerdikleri için oksitleyici bir ortam oluştururlar. Kompozit malzemeler oksitlendikçe, bu alanda belirgin bir en yüksek sıcaklık zirvesi oluşmaktadır (Aras ve diğ, 2025). Çizelge 3.5'te temel ağırlık kaybı bölgesindeki maksimum (pik) sıcaklık değerleri ve 1000 °C'deki kalıntı yüzdesi verilmiştir.

Çizelge 3.5: K-RF kompozitlerinin DTG maksimum kütle kaybı sıcaklıkları.

Numune	Pik Sıcaklığı (°C)	Kalıntı$_{\sim 1000°C}$
K-RF1	420	%41,26
K-RF2	431	%33,61
K-RF4	423	%36,27
K-RF8	431	%36,5

Resorsinol-furfural reçinesi ve ağırlıkça farklı FBA oranlarıyla modifiye edilmiş resorsinol-furfural kompozitinin azot atmosferi altında bozunma davranışları incelenmiştir. K-RFB reçinelerinin inceleme sonuçları TGA ve DTG termogramları halinde Şekil 3.11'de gösterildiği gibi elde edilmiştir.



Şekil 3.11: K-RFB kompozitlerinin; a) TGA termogramları, b) DTG termogramları.

Şekil 3.11 incelendiğinde en yüksek ağırlık kaybının 300-500 °C aralığında gerçekleştiği görülmektedir. Bunun sebebi metilen bağlarındaki (-CH_2) kırılma ve aromatik halkaların dehidrosiklizasyonu, polimer iskeletinin çökmesine sebep olmakta ve bu durumda ağırlıkta keskin bir düşüşe neden olmaktadır. 700 °C'den sonra ağırlık kaybının azaldığı görülmektedir bu da neredeyse pirolizin tamamlandığını göstermektedir (Gao ve diğ, 2024). Çizelge 3.6'da temel ağırlık kaybı bölgesindeki maksimum (pik) sıcaklık değerleri ve 1000 °C'deki kalıntı yüzdesi verilmiştir.

Çizelge 3.6: K-RFB kompozitlerinin DTG maksimum kütle kaybı sıcaklıkları.

Numune	Pik Sıcaklığı (°C)	$Kalıntı_{\sim 1000°C}$
K-RFB5	424	%37,14
K-RFB10	427	%32,48
K-RFB15	428	%32,57
K-RFB20	426	%33,91
K-RFB25	420	%39,79

3.2.3 Üç nokta eğme mukavemeti testi

Bu tez çalışmasında yüksek performanslı ablatif kompozitler için geliştirilen resorsinol-furfural matris malzemesinin (RF) ve fenilboronik asit (FBA) ile modifiye edilen kompozitlerin mekanik özelliklerinin belirlenmesi için üç nokta eğme testi yapılmıştır. Üretilen kompozitlerin eğilme mukavemetleri Çizelge 3.7'de verilmiştir.

Çizelge 3.7: Kompozitlerin eğilme mukavemeti değerleri.

Numuneler	Eğilme mukavemeti (Mpa)
K-RF1	10,09
K-RF2	5,03
K-RF4	3,57
K-RF8	3,52
K-RFB5	3,12
K-RFB10	1,95
K-RFB15	5,68
K-RFB20	6,11
K-RFB25	2,64

Çizelge 3.7'de görüleceği üzere HMTA oranı artıkça malzemenin eğilme mukavemetinde azalma olduğu görülmemektedir. Bunun nedeni HMTA oranı artıkça malzemenin çapraz bağlanma oranı artmış ve malzeme daha gözenekli hale geldiği için eğilme dayanımları azalmıştır. Matris malzemesinin bor ile modifiye edilmesinin ardından elde edilen K-RFB20 kompozitinin ortalama eğilme dayanımı K-RF8 kompozitine kıyasla ortalama %73,58 oranında artırılmıştır. Bu artış, RFB20 matris ile karbon lifleri arasında güçlü bir arayüz yapışması olmasından dolayı gerçekleşmiştir (Aras, 2023).

3.2.4 Yoğunluk analizi

Çizelge 2.2'de verilen kompozit malzemelerin yükseklik ve yarıçap değerleri Denklem 2.2'de yerine yerleştirilerek ilk önce her bir kompozitin hacmi hesaplandı. Hesaplama sonuçları Çizelge 3.8'de verilmiştir. Daha sonra Denklem 2.3 kullanılarak her bir kompozitin ağrılığı hacmine bölünerek yoğunlukları hesaplanmıştır. Bulunan yoğunluk değerlerinin ortalaması alınarak her bir kompozitin yoğunluğu saptanmıştır. Yoğunluk değerleri Çizelge 3.8'de elde edildiği gibi bulunmuştur.

Çizelge 3.8: Kompozitlerin yoğunluk değerleri.

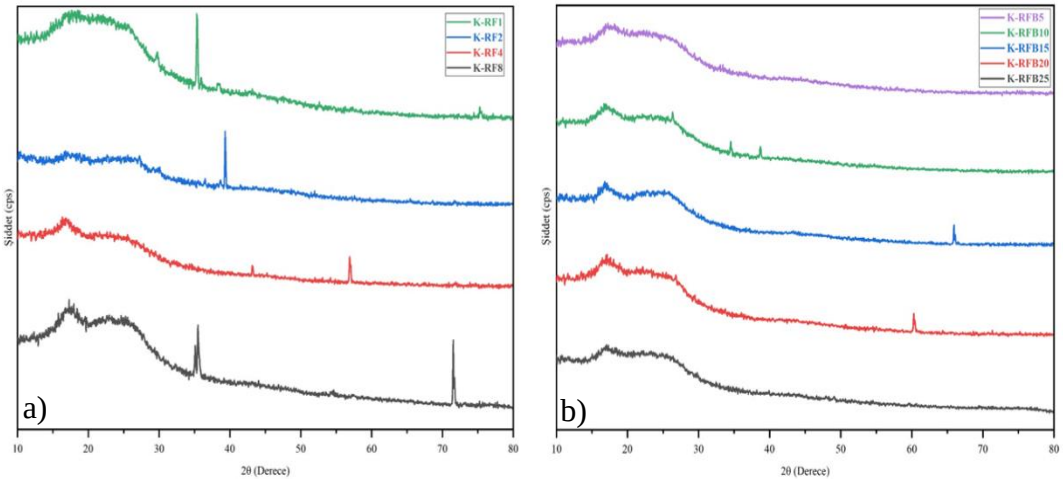
Numuneler	Kütle (g)	Hacim (cm^3)	Yoğunluk (g/cm^3)	Ortalama yoğunluk (g/cm^3)
K-RF1 (1)	7,25	12,34	0,59	0,57
K-RF1 (2)	6,68	12,03	0,55	
K-RF2 (1)	5,50	12,29	0,48	0,43
K-RF2 (2)	5,46	13,43	0,41	
K-RF4 (1)	6,28	14,74	0,43	0,44
K-RF4 (2)	5,92	13,18	0,45	
K-RF8 (1)	5,44	13,17	0,41	0,41

Çizelge 3.8 (devam): Kompozitlerin yoğunluk değerleri.

Numuneler	Kütle (g)	Hacim (cm^3)	Yoğunluk (g/cm^3)	Ortalama yoğunluk (g/cm^3)
K-RF8 (2)	6,30	15,40	0,41	
K-RFB5 (1)	5,52	12,29	0,45	0,45
K-RFB5 (2)	6,23	13,63	0,46	
K-RFB10 (1)	6,43	13,08	0,49	0,47
K-RFB10 (2)	6,59	14,76	0,45	
K-RFB15 (1)	5,57	12,47	0,45	0,43
K-RFB15 (2)	5,74	13,85	0,42	
K-RFB20 (1)	5,27	11,83	0,44	0,47
K-RFB20 (2)	5,87	11,99	0,49	
K-RFB25 (1)	4,77	11,21	0,42	0,44
K-RFB25 (2)	5,18	11,50	0,45	

3.2.5 XRD analizi

Şekil 3.12'da K-RF ve K-RFB polimerlerinin XRD spektrumları yer almaktadır.

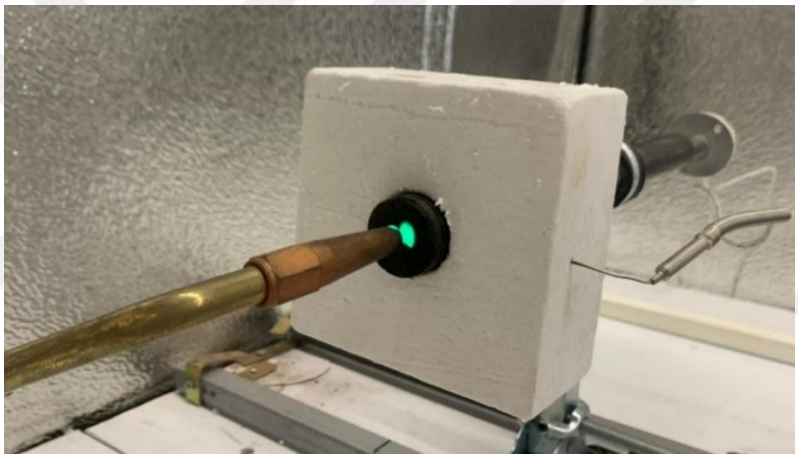


Şekil 3.12: Yanma öncesi; a)K-RF, b)K-RFB polimerlerinin XRD spektrumları.

Şekil 3.12 incelendiğinde 2θ = 19° civarındaki geniş pik, polimer yapısındaki doğrusal polimer zincirlerinin varlığı ile ilişkilidir. K-RFB'lerin XRD desenindeki pikler, PBA'nın artmasıyla polimer zincirindeki değişim nedeniyle 20°'ye doğru kaymaktadır. Şekil 3.12(a) incelendiğinde, kompozitler 2θ=35°40° arasında pik verdiği görülmüştür. Bu pikler karbonun grafitik fazına karşılık gelmektedir. Bu, karbon aerojellerdeki karbonun kristal malzeme olduğunu ve grafitik yapıya sahip olduğunu gösterir (Aras ve diğ, 2024; Rejitha ve diğ, 2013).

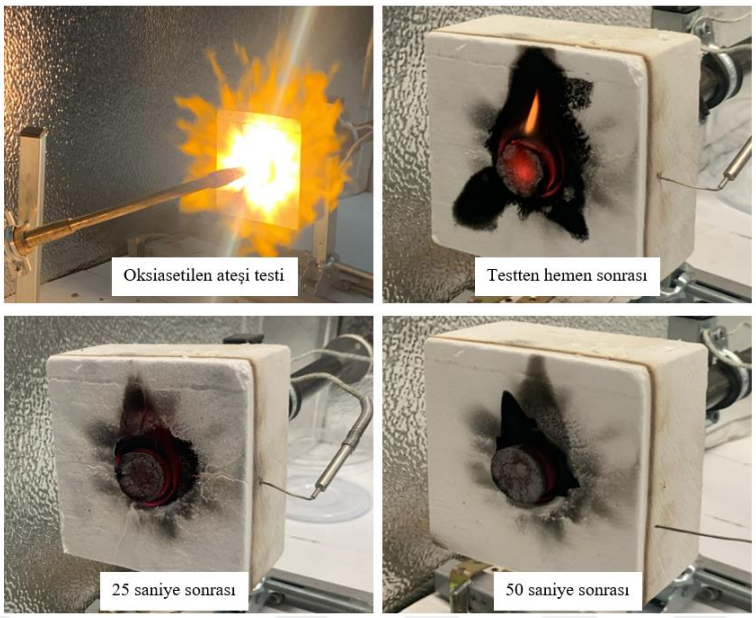
3.3 Ablatif Polimerik Kompozitlerin Ablasyon Özellikleri

Kompozitlerin ablasyon özelliklerini belirlemek amacıyla oksiasetilen testi gerçekleştirilmiştir. Asetilen için 0.5 bar basınç, 15 L/dk akış hızı ve oksijen için 4 bar basınç, 25 L/dk akış hızı altında karıştırılarak oksiasetilen alevi oluşturulmuştur. Bu koşullar altında ortaya çıkan alevin sıcaklığı, pirometre kullanılarak 2070-2730°C arasında ölçülmüştür. Ablasyon denemeleri için silindir şeklinde hazırlanan örnekler, oksiasetilen alevine maruz bırakılmıştır. Şekil 3.13'te oksiasetilen alev testinden önce numunelerin hizalanmasına dair bir görsel bulunmaktadır. Hizalanmış numune geri çekilmiş, oksiasetilen alevi elde edildikten sonra hareketli raylı sistemle alev kaynağının karşısında tekrar hizalanarak test işlemleri gerçekleştirilmiştir.



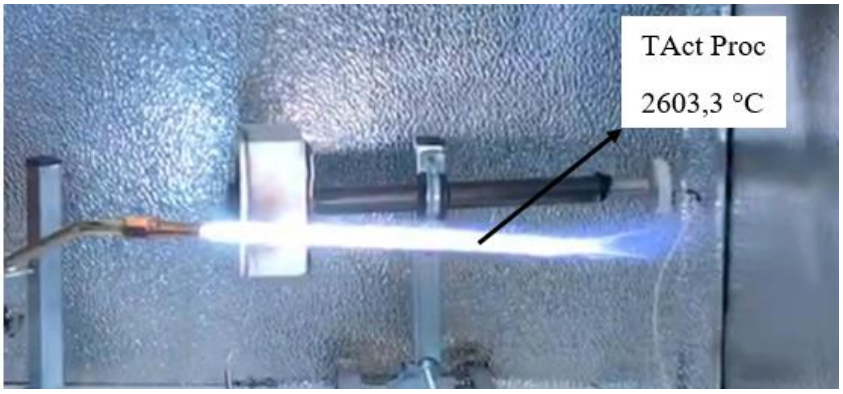
Şekil 3.13: Oksiasetilen testi öncesi hizalanmış numune görseli.

Kompozit örneği alevle temas ettikten 60 saniye sonra hareketli raylı sistemle geri çekilerek alevden uzaklaştırılmıştır. K-RFB20 kompozitinin ablasyon testi sırasında ve test tamamlandıktan sonra zamanla birlikte numunenin yüzey görünümü Şekil 3.14'te gösterilmiştir. Üretilen ablatif kompozitlerin ablasyon testi sonrasında hızlı bir şekilde soğuduğu gözlemlenmiştir.



Şekil 3.14: K-RFB20 numunesinin ablasyon testi anındaki ve test sonrasındaki yüzey görünümleri.

Oksijen ve asetilenin basınçları ile akış hızları sabitlenerek oksiasetilen alevinin sıcaklığı belirlenmiştir. Şekil 3.15'te elde edilen oksiasetilen alevi ve alev sıcaklığına dair ölçüm sonuçları gösterilmektedir. Ablasyon testleri gerçekleştirildiğinde, yanma ve çalışma koşullarının etkileri nedeniyle yalnızca tek bir sıcaklık değeri elde edilememiştir; bu nedenle alev sıcaklık değeri 2070-2730°C aralığında belirlenmiştir.



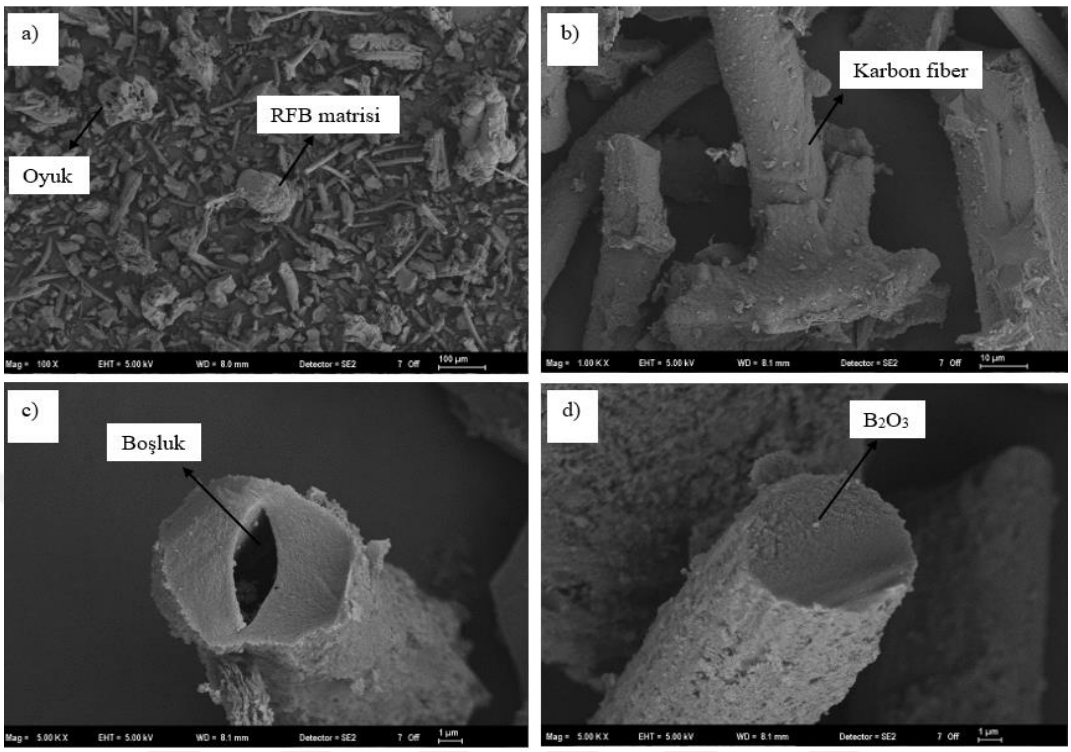
Şekil 3.15: Oluşturulan oksiasetilen alevi ve alev sıcaklığı ölçüm değeri.

3.4 Ablasyon Sonrası Polimerik Kompozitlerin Karakterizasyonu

3.4.1 SEM analizi

Kompozitlerin ablasyon mekanizmalarının anlaşılabilmesi için ablasyon sonrası kömür tabakasının yüzey alanın mikroyapıları SEM ile incelenmiştir. Şekil 3.16'da

K-RFB kompozitlerinin ablasyon sonrası kömür tabakasının yüzey alanın SEM görüntüleri verilmiştir.

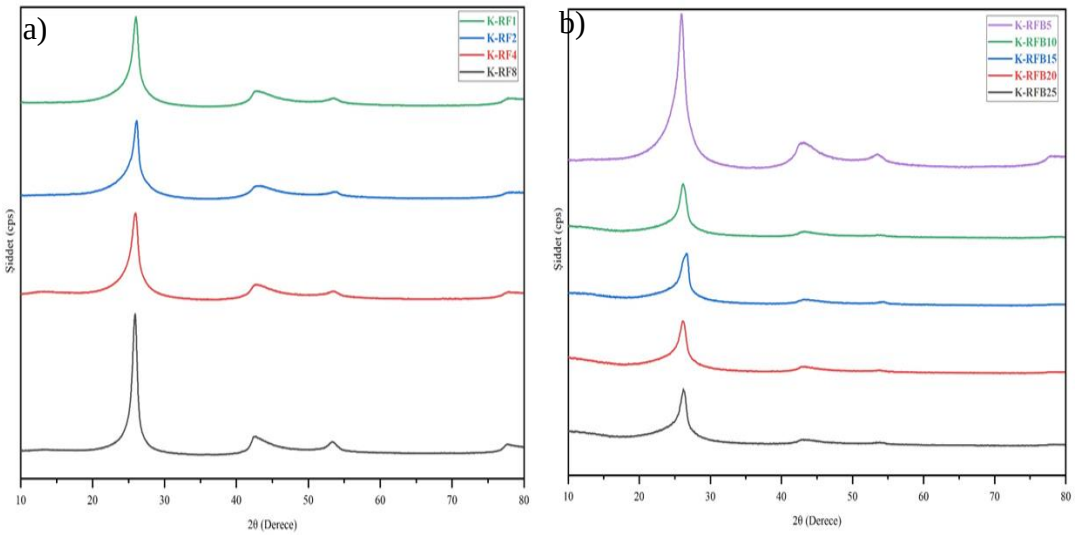


Şekil 3.16: Ablasyon sonrası K-RFB kompozitlerinin SEM görüntüleri; a) K-RFB5, b) K-RFB10, c) K-RFB20 ve d)K-RFB25 kompozitleri.

Şekil 3.16(a)'da K-RFB5 kompozitinin ablasyon sonrası SEM görüntüsünde yüksek sıcaklığın etkisiyle RFB5 matrisinin hasar gördüğü görülmektedir. Şekil 3.16(c)'de karbon fiberlerde boşlukların oluştuğu gözlemlenmektedir. Karbon fiberlerin oluşturduğu bu boşlukların, fiber yüzeyi ile iç kısmı arasındaki uyumsuzluktan kaynaklandığı ve yüksek sıcaklığın etkisiyle iç kısımların ayrışarak fiberden ayrılmasıyla içi boş bir yapı meydana getirdiği düşünülmektedir (Zhang ve diğ, 2019b). K-RFB25'in ablasyonu sonrasında karbon fiber keçelerde B_2O_3 oluşumu görülmektedir (Şekil 3.16(d)).

3.4.2 XRD analizi

Üretilen ablatif kompozitlerinin ablasyon testi sonrası ablasyona maruz kalan ön yüzeydeki kömür tabakaları toz haline getirilerek XRD analizi gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.17'de üretilen kompozitlerin ablasyon sonrası XRD modelleri yer almaktadır.

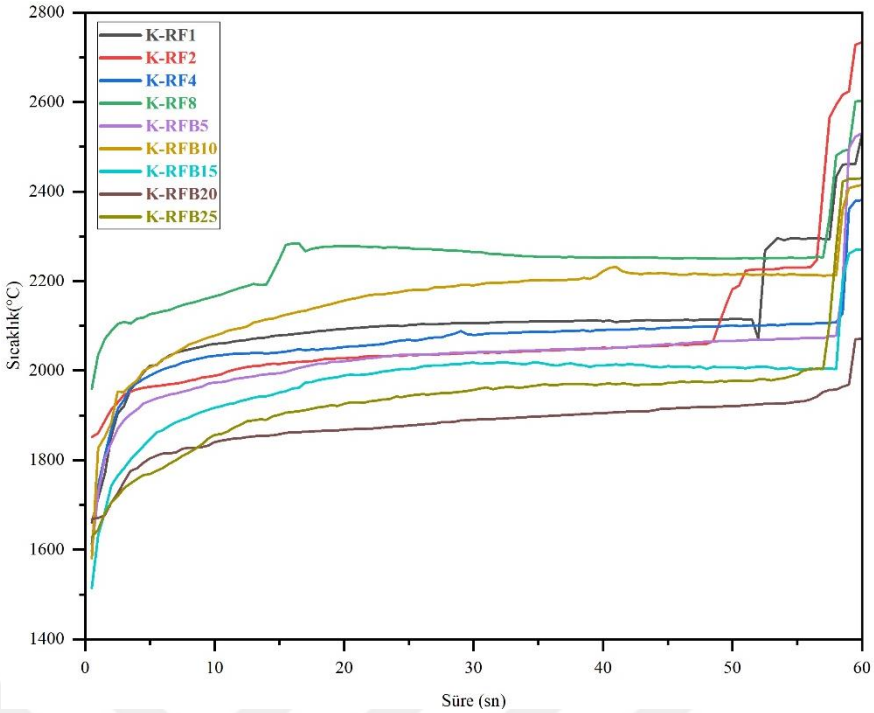


Şekil 3.17: Yanma sonrası; a)K-RF, b)K-RFB polimerlerinin XRD spektrumları.

Şekil 3.17(a) değerlendirildiğinde K-RF kompozitleri iki geniş zirve noktası göstermiştir. Bu zirveler, matris malzemesinin grafitlenmesi ile ilişkilidir. K-RF kompozitindeki geniş zirve aralığı, karbon fiberi ile RF matrisinin grafit yapısının ortaya çıkardığı karbonlaşmanın düzensizliğini yansıtmaktadır (Daniel ve diğ, 2019). Şekil 3.17(b) incelendiğinde K-RFB5 kompozitinin 2θ=28° değerinde gösterdiği zirve, B_2O_3 varlığı ile ilişkilendirilmektedir. Resorsinol-furfural reçinesinin bor ile modifiye edilmesi, ablasyon sonrası kompozitin grafitlenme alanında daha düzenli bir karbon yapısı sağladığını göstermektedir (Aras ve diğ, 2015).

3.4.3 Ablatif kompozitlerin yüksek sıcaklık ortamındaki davranışları

Ablasyon deneyi esnasında ablatif kompozitlerin yüzeylerindeki sıcaklık değişimlerinin tespit edilebilmesi için pirometre kullanılmıştır. Şekil 3.18'de kompozitlerin belirli bir zaman aralığında yüzey sıcaklığındaki değişimler verilmiştir. Modifiyesiz resorsinol-furfural reçinesinin matris olarak kullanıldığı kompozit ile kıyaslandığında, reçinenin bor ile modifiye edilmesi sonucunda ablatif yüzey sıcaklıklarında azalmalar olmuştur.



Şekil 3.18: Ablasyon testi boyunca kompozitlerin yüzey sıcaklık değişimleri.

Yüzeyde oluşan bu ısı farklarının birkaç ana nedeni bulunmaktadır. İlk nedeni, matris malzemesinin piroliz sırasında serbest kalan karbon monoksit, karbon dioksit ve su gibi piroliz gazlarının kompozit yüzeye gelen ısıyı emmesi ve ardından yüzeyden uzaklaştırarak soğutma sağlamasıdır (Ding ve diğ, 2018; Kumar ve diğ, 2017). İkincisi ise, modifiye edilmiş matris malzemesinin yüksek sıcaklıklarda yeni bileşikler (B_2O_3 ve grafit) oluşturmasıyla sağlanan ısı korumasıdır. Bu tezdeki ablasyon incelemeleri ve literatür taramaları sonunda, üretilen ablatif polimerik kompozitlerin yüksek sıcaklık koşullarında potansiyel olarak gerçekleşebilecek bazı kimyasal tepkimeleri Denklem 3.1-3.3'te sunulmuştur (Aras ve diğ, 2024).

$$RF \rightarrow C\ (katı) + CO\ (gaz) + CO_2\ (gaz) + H_2O\ (gaz) \quad (3.1)$$

$$RFB \rightarrow C\ (katı) + B_2O_3\ (sıvı) + CO\ (gaz) + CO_2\ (gaz) + H_2O\ (gaz) \quad (3.2)$$

$$B_2O_3\ (sıvı) \rightarrow B_2O_3\ (gaz) \quad (3.3)$$

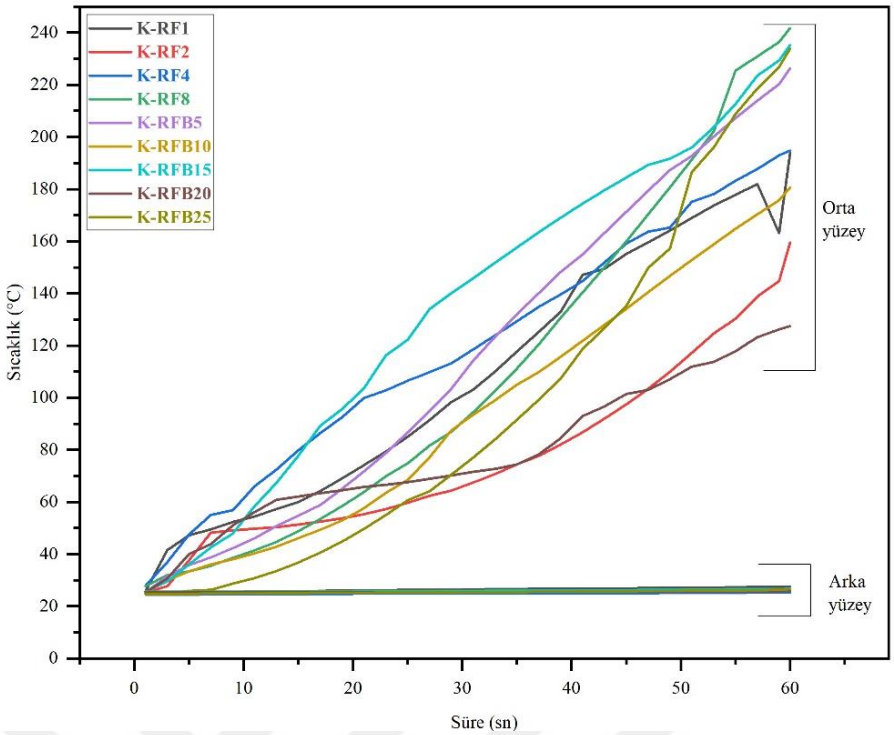
Hazırlanan ablatif kompozitlerin ablasyon işlemi sırasındaki sıcaklık değerleri Çizelge 3.9'da verilmiştir. K-RF2 reçinesinin matris malzemesi olarak kullanıldığı kompozitin en yüksek yüzey sıcaklığına sahip olduğu ve K-RFB20 reçinesinin matris malzemesi olarak kullanıldığı kompozitin en düşük yüzey sıcaklığına sahip olduğu görülmektedir (Çizelge 3.9).

Çizelge 3.9: Ablatif polimerik kompozitlerin ablasyon testlerindeki sıcaklık değerleri.

Ablatif kompozitler	Maksimum yüzey sıcaklığı (°C)	Test başlangıç sıcaklığı (°C)	Test sonu orta yüzey sıcaklığı (°C)	Test sonu arka yüzey sıcaklığı (°C)	Arka yüzey sıcaklık farkı (°C)
K-RF1	2529,2	25	194	27,5	2,5
K-RF2	2733,8	25,1	159,5	26,7	1,6
K-RF4	2380,4	24,4	194,8	25,3	0,9
K-RF8	2603,3	25,5	241,7	26,4	0,9
K-RFB5	2530,6	25,2	226,3	26,5	1,3
K-RFB10	2414,6	25,1	180,7	26,4	1,3
K-RFB15	2269,9	24,9	235,2	26,7	1,8
K-RFB20	2070,9	25,2	127,4	25,8	0,6
K-RFB25	2429,5	24,5	233,8	26,5	2

Çizelge 3.9'da belirtildiği gibi, K-RF8 kompozitinin serbest bıraktığı piroliz gazları, ablasyon testinde yüzey sıcaklığını en yüksek 2603,3°C seviyesine düşürebilmiştir. Resorsinol-furfural reçinesi, bor ile modifiye edildiğinde, ablatif yüzey sıcaklığı 2070,9 °C seviyelerine inmiştir. Bu durumun altında yatan ana etken hem matristen salınan piroliz gazlarının hem de yüksek sıcaklık şartları altında kompozit yüzeyinde ve kompozitin iç kısımlarında bor modifiye edilmiş reçinenin (RFB20) dibor trioksit (B_2O_3) oluşturmasıdır. Sıcaklığın daha da yükselmesiyle birlikte, eriyik faza (B_2O_3'ün erime noktası 450 °C'dir) geçerek ardından gaz fazına ulaşılması, yüzeye ulaşan ısının engellenmesine yardımcı olmaktadır (Aras ve diğ, 2025).

Ablasyon sürecinde kompozitlerin ortadaki ve arka yüzeydeki sıcaklıklar, yüzeydeki yüksek ısının etkisiyle yükselmektedir. Ön yüzeyden arka yüzeye sıcaklık geçişinin analiz edilmesi amacıyla termokupllar ve veri kaydedici aracılığıyla elde edilen veriler Çizelge 3.9'da sunulmakta, test süresince orta ve arka yüzey sıcaklıklarına ait grafikler ise Şekil 3.19'da gösterilmektedir.



Şekil 3.19: Ablasyon sırasında kompozitlerin orta ve arka yüzey sıcaklık grafikleri.

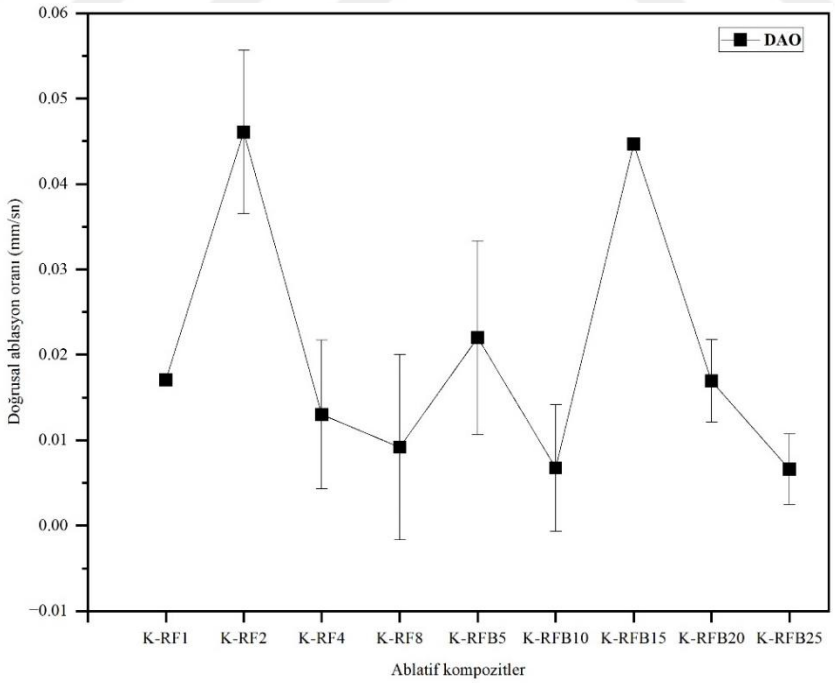
Şekil 3.19 ve Çizelge 3.9'da yer alan grafik ve verilerin incelenmesi sonucunda, kompozitlerde artan HMTA miktarının orta yüzey sıcaklık değerlerini yükselttiği görülmektedir. Bu durum beklenildiği gibi gerçekleşmiştir, çünkü daha fazla çapraz bağ oranı, daha gözenekli bir malzemenin ortaya çıkmasına neden olmuş ve bu da ısı transferini etkilemiştir. Kompozitlerin ablasyon testi sırasında, K-RF8 (bor modifikasyonsuz) en yüksek sıcaklık değerine sahip olduğu gözlemlenmiştir. Reçinenin borla modifiye edilmesi sonucunda elde edilen K-RFB20 kompozitinin orta yüzey sıcaklığında bir azalma meydana gelmiştir. Borla modifiye edilen matris sayesinde, ön yüzeyden numunenin kalınlığı boyunca orta yüzeye olan ısı transferi önemli ölçüde düşmüştür. Örneğin, K-RF8 kompozitinin orta yüzey sıcaklığı 241,7 °C iken, K-RFB20 kompozitinin orta yüzey sıcaklığı 127,4°C'ye gerilemiştir. Kompozitlerin arka yüzey sıcaklıkları incelendiğinde, K-RF4 kompoziti en düşük sıcaklık değerini sunarken, diğer kompozitlerin sıcaklık değerleri buna oldukça yakın görünmektedir. Test sonrasında arka yüzey sıcaklığı ile test öncesindeki arka yüzey sıcaklığı arasındaki fark alınarak, ön yüzeyden arka yüzeye geçen sıcaklık değişimleri araştırılmış ve Çizelge 3.9'da gösterilmiştir. K-RF1 kompozitinin 2,5 °C sıcaklık farkıyla en yüksek değere sahip olduğu, K-RFB20'nin ise 0,6 °C sıcaklık farkıyla en düşük ısı farkına sahip olduğu belirlenmiştir. Kompozitlerin ablasyon süresi boyunca arka yüzey sıcaklıkları, başlangıç arka yüzey sıcaklıklarında 0,6-2,5

°C gibi bir sıcaklık aralığında ısı transferi sağladığı için mükemmel bir termal bariyer özelliği göstermiştir.

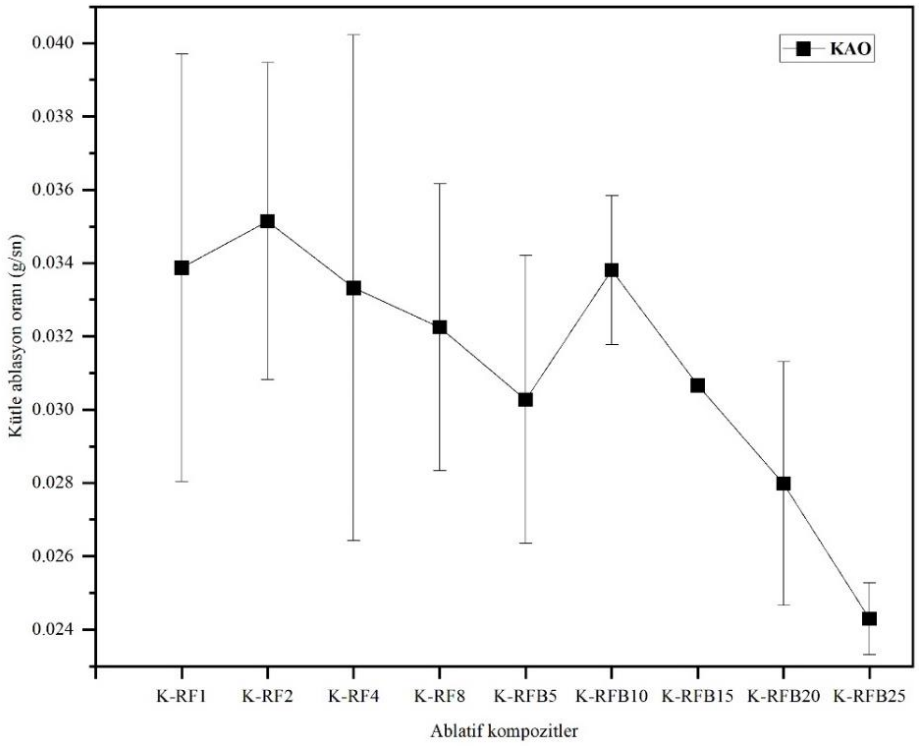
Atmosfere yeniden giriş sırasında uzay araçlarının maruz kaldığı yüksek yüzey ısısına karşı dayanıklı olmaları ve kompozitin yüzeyinden iç kısımlarına ısı geçişinin en aza indirilmesi gerektiği belirtilmiştir (Chen ve diğ, 2013). Bu tez çalışmasında elde edilen ablatif polimerik kompozitler, arka yüzey sıcaklığını uygun seviyelerde (maksimum 27,5 °C) tutarak üstün termal yalıtım özellikleri göstermişlerdir.

3.4.4 Ablatif kompozitlerin ablasyon performansları

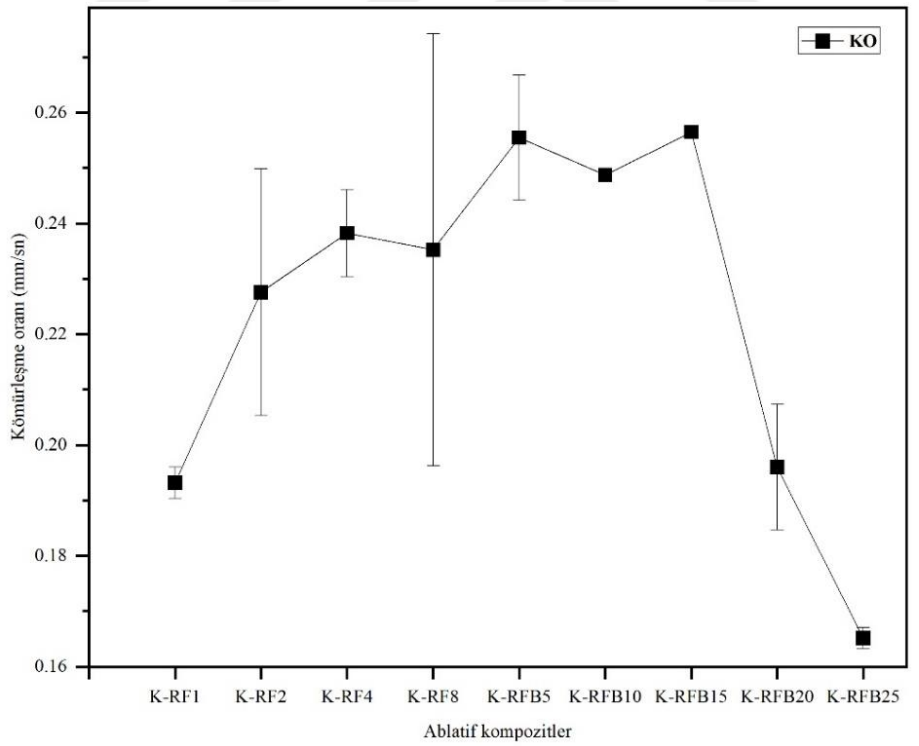
Ablatif kompozitlerin ablasyon yeteneklerinin belirlenmesi amacıyla doğrusal ablasyon oranı (DAO), kütle ablasyon oranı (KAO) ve kömürleşme oranı (KO) üzerinde çalışmalar yapılmıştır. Ablatif kompozitlerin en yüksek verimliliği sağlaması için DAO, KAO ve KO değerlerinin mümkün olduğunca düşük seviyede olması gerekmektedir. Üretilen kompozitlerin doğrusal ablasyon oranları Şekil 3.20'de, kütle ablasyon oranları Şekil 3.21'de ve kömürleşme oranları ise Şekil 3.22'de sunulmuştur.



Şekil 3.20: Üretilen ablatif polimerik kompozitlerin doğrusal ablasyon oranları.



Şekil 3.21: Üretilen ablatif polimerik kompozitlerin kütle ablasyon oranları.



Şekil 3.22: Üretilen ablatif polimerik kompozitlerin kömürleşme oranları.

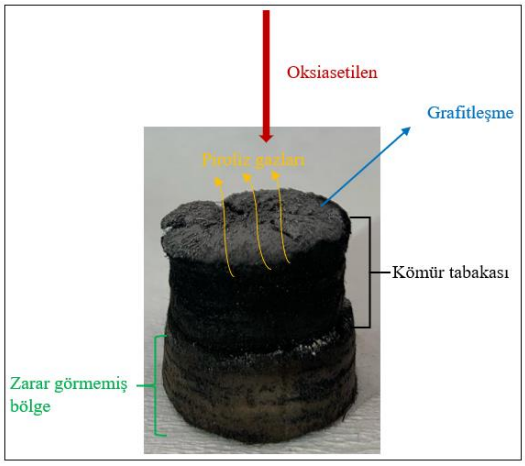
Üretilen ablatif polimerik kompozitlerin DAO, KAO ve KO değerleri Çizelge 3.10'da verilmiştir.

Çizelge 3.10: Üretilen ablatif polimerik kompozitlerin DAO, KAO ve KO değerleri.

Ablatif kompozitler	DAO (mm/sn)	KAO (g/sn)	KO (mm/sn)
K-RF1	0,0171±0,0003	0,0339±0,0058	0,1932±0,0028
K-RF2	0,0461±0,0095	0,0351±0,0043	0,2276±0,0222
K-RF4	0,0130±0,0087	0,0333±0,0069	0,2382±0,0079
K-RF8	0,0092±0,0108	0,0322±0,0039	0,2352±0,0390
K-RFB5	0,0220±0,0113	0,0303±0,0039	0,2555±0,0113
K-RFB10	0,0068±0,0074	0,0338±0,0021	0,2487±0,0008
K-RFB15	0,0447±0	0,0307±0	0,2565±0
K-RFB20	0,0169±0,0048	0,0280±0,0033	0,1960±0,0113
K-RFB25	0,0066±0,0014	0,0243±0,0009	0,1652±0,0019

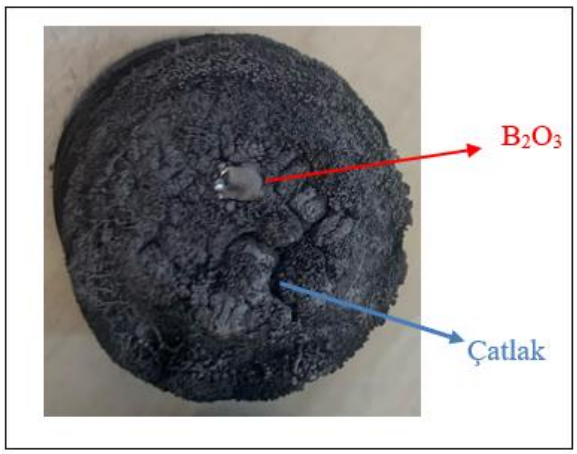
Ablasyon özellikleri değerlendirildiğinde, K-RF2 kompozitinin en düşük DAO ve KAO ablasyon özelliklerine sahip olduğu görülmüştür. Ablasyon süreci boyunca K-RF2 kompoziti, yüksek sıcaklık koşullarında resorsinol-furfural reçinesinin pirolizine bağlı olarak yüzeyde grafit oluşumu ve arka kısma doğru kömür tabakası oluşturmaya başlamıştır. Grafitleşme, matris malzemesinin pirolizinden kaynaklanmakta ve kompozitin ön yüzeyinden arka yüzeye ısı transferini engellemektedir. Kompozit ablasyon yüzeyindeki kömür tabakası, sıcaklık ortamının devam etmesiyle arka kısımlara doğru ilerleyerek kömürleşmiştir. Kömür tabakasının arka tarafa doğru ilerlemesi sırasında matrisin pirolizi sonucu ortaya çıkan piroliz gazları kömür tabakası içinde hareket ederken çatlaklar oluşturmuştur. Yüksek oranda kömür tabakası üreten K-RF2 kompoziti, oksiasetilen alevinin neden olduğu sürtünmelerle kömürlerin dağılmasına ve kompozitlerden ayrılmasına yol açarak doğrusal ablasyon oranı ile kütle ablasyon oranını artırmıştır.

Şekil 3.23'te K-RF2 kompozitinin ablasyon mekanizması gösterilmektedir.



Şekil 3.23: K-RF2 kompozitinin ablasyon mekanizması.

K-RFB25 kompozitinin K-RF kompozitlerine kıyasla daha düşük DAO, KAO ve KO özelliklerine sahip olduğu görülmektedir (Çizelge 3.10). Ablasyon işlemi sırasında K-RFB25 kompozitinin yüzeyine gelen yüksek sıcaklıktan dolayı matris materyali pirolize uğramaktadır. Piroliz esnasında matris materyalinin bozunmasıyla serbest kalan bor atomları oksidasyona uğramasıyla B_2O_3 meydana gelmektedir. Ablasyon işleminin sürmesi ile birlikte kompozitin ön kısmından arka kısmına doğru kömür tabakası oluşmaya devam etmektedir. Kömür tabakası içinde bulunan eriyik durumdaki B_2O_3, arka tarafa doğru gelişmekte olan kömür çatlaklarının arasından geçerek, kompozitin daha fazla oksitlenmesini ve bu nedenle kömür tabakasının ilerlemesini durdurmaktadır. Şekil 3.24'te ablasyon sonrasında K-RFB25 kompozitinin ablasyon sonrası yüzey görüntüsü yer almaktadır.



Şekil 3.24: Ablasyon sonrası ablasyon yüzeyindeki kömür tabakası görüntüsü.

Ablasyon sürecinin ardından B_2O_3, sıvı fazdan katı faza geçerek kompozitin içerisinde bulunmaktadır. B_2O_3'ün oluşumu, aynı zamanda yüksek sıcaklığa maruz kalan ablasyon yüzeyinde gaz fazına geçmesiyle, yüzeye ulaşan ısıyı kompozitten uzaklaştırmaktadır. K-RFB kompozitlerinin yüzeylerinde de K-RF kompozitlerine benzer bir şekilde grafitleşme gerçekleşmiştir. Bu zincirleme ablatif olaylar, K-RFB25 kompozitinin ablasyon özelliklerinin geliştirilmesine yardımcı olmuş ve K-RF kompozitlerinin daha yüksek ablasyon yeteneklerine sahip olmasını sağlamıştır. Şekil 3.25'te K-RFB25 kompozitinin ablasyon mekanizması gösterilmektedir.



Şekil 3.25: K-RFB25 kompozitinin ablasyon mekanizması.

Matris malzemesinin bor ile modifiye edilmesiyle kütle ablasyon oranları ve doğrusal ablasyon oranları daha da düşürülmüştür (Çizelge 3.10). Üretilen ablatif kompozitlerin kömürleşme oranları incelenince, matrisin bor ile modifikasyonu sayesinde kömürleşme oranlarının azaldığı gözlemlenmiştir (Şekil 3.22 ve Çizelge 3.10). Kompozitlerin kütle ablasyon oranları, doğrusal ablasyon oranları ve kömürleşme oranlarının performansını artırma potansiyeli, yüksek sıcaklık koşullarında bor ile modifiye edilmiş matris malzemesinin oksitlenmesinden kaynaklanmaktadır. Yüksek sıcaklıklarda bor oksitlenerek B_2O_3 üretmektedir. Yüksek erime sıcaklığına sahip B_2O_3 (450°C) sızıntıları, kompozitin ablasyonu sırasında kömür kalıntılarına yapışarak kütle kayıplarını ve aşınmayı engellemektedir. B_2O_3 oluşumu genellikle 700°C civarında meydana geldiğinden hem kompozitin yüzeyinde hem de ablasyon yüzeyi ile orta yüzey arasındaki bölgelerde oluşabilir. B_2O_3'in varlığı, yüzeyden arka yüze ısı transferini

engelleyerek kömürleşme oranlarını düşürmüştür. Üretilen kompozitlerin orta yüzey sıcaklıkları (ön yüzeyden 10 mm mesafedeki noktalarda) 127,4-241,7°C arasında değişmektedir; bu nedenle orta yüzeyde ve orta yüzey ile arka yüzey arasındaki bölgelerde B_2O_3 oluşumu gerçekleşmemektedir. Kompozitlerin orta ve arka yüzeyleri arasındaki alanlar koruma altında ve zarar görmemiş alanlardır.

Yeniden giriş sistemlerinde kullanılan kompozitlerin arka yüzeyleri, uzay araçlarındaki yüklerin (kargo ve insan) bulunduğu alanlara yakın yerleştirildiğinden, arka yüzeyin mümkün olan en düşük sıcaklıkta ve hasar görmemiş halde kalması zorunludur. Bu tez çalışmasında elde edilen kompozitlerden biri olan, K-RFB25, arka yüzey sıcaklığı (26,5°C) hem de oldukça düşük ablasyon özellikleri (0,00658 mm/sn ortalama doğrusal ablasyon oranı, 0,0242 g/sn ortalama kütle ablasyon oranı ve 0,1652 mm/sn kömürleşme oranı) sergilemiştir.

4. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında termal koruma sistemlerinde kullanılmak üzere hem hafif hem de yüksek sıcaklıklara dayanabilecek ablatif kompozitlerin geliştirilmesi için çalışmalar yapılmıştır. Çalışmanın ilk kısmında çapraz bağ amacıyla kullanılan hekzametilen tetramin maddesinin farklı oranlarda kullanılmasıyla reçine matrisinin özelliklerini nasıl etkileyeceği ile ilgili çalışmalar yürütülmüştür. Bu amaçla resorsinol-furfural reçinesine ağırlıkça %1, %2, %4 ve %8 oranlarında HMTA eklenilmiştir. Farklı oranlarda HMTA kullanılmasıyla jelleşme sürelerinde ciddi bir değişiklik gözlemlenmiştir. %1 HMTA kullanılan reçine matrisi 17 saatte jelleşme süresi gösterirken, %8 HMTA kullanılan reçine matrisi 3 saatte jelleşme özelliği göstermiştir. Malzemelerin birim kütlesi başına yüzey alanını belirlemek için yapılan BET analizleri incelendiğinde artan HMTA miktarıyla spesifik yüzey alanlarının arttığı bulunmuştur. %1 HMTA katkılı reçinenin BET değeri 22,7695 m^2/g iken %8 HMTA katkılı reçinenin BET değeri 296,1192 m^2/g bulunmuştur. Reçine matrislerinin kurutma proseslerinden sonra %1, %2 ve %4 HMTA katkılı matris malzemelerinin dağıldığı fakat %8 HMTA katkılı matris malzemesinin sağlam kalmasından ve en iyi BET sonucunu vermesinden dolayı bu tez çalışmasında RF8 polimeri matris malzemesi olarak tercih edilmiştir. Fakat diğer malzemelerin özelliklerini belirlemek amacıyla FTIR, TGA ve DSC analizleri gerçekleştirilmiştir. FTIR analizleri incelendiğinde, RF polimerlerinin yoğun aromatik halkalı yapılara sahip olduğu gözlemlenmiştir. TGA analizleri incelendiğinde RF2 reçine matrisinin %49,72 ile en yüksek kömür kalıntı verimine sahip olduğu görülmektedir ama %41,23 kömür kalıntı verimine sahip RF-8 reçine matrisi ile arasında bariz bir fark bulunmamaktadır. RF matris reçinelerinin DSC analizlerine bakıldığı endotermik pikler verdiği ve bu piklerin reçinelere bağlı olan küçük moleküllerin buharlaşmasından kaynaklandığı bulunmuştur. Endotermik piklerde en düşük sıcaklığı 100,84 °C ile RF-8 matrisinde elde edilmiştir.

Çalışmanın ikinci kısmında tercih edilen RF-8 matrisi ağırlıkça farklı oranlarda (%5, %10, %15, %20 ve %25) fenilboronik asit ile modifiye edilerek matris

malzemesinin özelliklerini nasıl etkileyeceğini gözlemleyebilmek amacıyla BET, FTIR, TGA ve DSC analizleri gerçekleştirilmiştir. BET sonuçları incelendiği zaman artan fenilboronik asit miktarıyla spesifik yüzey alanlarının azaldığı görülmüştür. Bu beklenilen bir durumdur çünkü reaksiyona girmeyen fenilboronik asit parçacıkları malzemede oluşan gözenekleri kapatma eylemine girerek spesifik yüzey alanını düşürmüştür. Bor modifiyeli resorsinol-furfural reçinelerinin FTIR pikleri incelendiğinde RFB polimerlerinin, yeni boronat bağlarının reçinenin moleküler yapısında yer aldığı belirlenmiştir. TGA analizi incelendiğinde RF8 reçine matrisinin kalıntı verimi %41,23 değerinde iken RFB25 reçine matrisinin kalıntı verimi %46,63 değerinde elde edilmiştir. Sonuç olarak malzemenin kalıntı verimi değeri %13,10 oranında arttırılmıştır. DSC verileri incelendiği zaman malzeme fenilboronik asit ile modifiye edildiğinde reçinelerde oluşan B-OH gruplarından dolayı endotermik pik derecelerinin arttığı gözlemlenmiştir.

Çalışmanın üçüncü kısmında hazırlanan her bir matris malzemesi takviye malzemesi olarak kullanılan poliakrilonitril bazlı iğne ile delinmiş karbon fiber keçeye emprenye edilerek ablatif kompozitler hazırlanmıştır. Hazırlanan ablatif kompozitlerin özelliklerinin belirlenebilmesi SEM, TGA, 3 nokta eğme ve XRD analizleri gerçekleştirilmiştir. SEM görüntüleri incelendiğinde, RF matrisinde çatlaklar ve oyuklar oluştuğu gözlemlenirken, malzemenin fenilboronik asit ile modifiyesi sayesinde bu çatlak ve oyukların kapandığı gözlemlenmiştir. Kompozitlerin TGA analizlerine bakıldığında K-RF8 kompoziti %36,5 kalıntı verimine sahipken, K-RFB25 kompoziti %39,79 kalıntı verimine sahiptir. Bu da kalıntı veriminin %9,01 oranında arttığını göstermektedir. 3 nokta eğme testlerinin sonuçlarına göre HMTA miktarı arttıkça eğilme mukavemetinin azaldığı görülmüştür. FBA miktarının artmasıyla eğme mukavemet değerlerinde değişken sonuçlar ortaya çıkmıştır. Bunun sebebi fenilboronik asit katkısının keçe içerisinde homojen bir şekilde dağılmadığından kaynaklandığı düşünülmektedir. Kompozitlerin yoğunlukları 0,41-0,57 g/cm^3 arasında oldukça düşük bir değer elde edilmiştir. Üretilen kompozitlerin XRD analizleri incelendiğinde grafitik yapıya sahip olduğu görülmüştür.

Çalışmanın son kısmında hazırlanan kompozitlerin ablatif özelliklerinin belirlenebilmesi için oksiasetilen ablasyon deneyi yapılmıştır. Hazırlanan her bir numune, asetilen için 0,5 bar basınç, 15 L/dk akış hızı ve oksijen için 4 bar basınç,

25 L/dk akış hızı altında karıştırılarak hazırlanan oksiasetilen alevi karşısında 60 saniye tutularak ablasyon testleri gerçekleştirilmiştir. Ablasyon sonrasında malzemede oluşan kömür tabakasının SEM görüntüsü incelenmiş ve matris yapısında oyuklar ve karbon fiber keçelerde boşluklar oluştuğu gözlemlenmiştir. Üretilen kompozitlerin ablasyon işleminden sonra yüzeyde meydana gelen kömür tabakalarının XRD incelemelerinde, K-RF kompozitlerinin kömür tabakalarında grafitleşmiş karbon, K-RFB kompozitlerinin kömür tabakalarında ise B_2O_3 ve grafitleşmiş karbon yapıları bulunmaktadır. Ablasyon deneyleri sırasında K-RF8 kompoziti 2603,3 °C sıcaklık değerine ulaşırken K-RFB25 kompozitinde bu değer 2429,5 °C değerine kadar düşme göstermiştir. K-RF8 kompozitinde orta yüzey sıcaklığı 241,5 °C değerindeyken, K-RFB25 kompozitinde bu değer 233,8 değerine kadar düşme göstermiştir. Fakat K-RFB20 kompoziti 2070,9 °C yüzey sıcaklığı ve 127,4 °C sıcaklık değeri ile en düşük sıcaklık değerlerinde olduğu görülmüştür. Kompozitlerin test sonu arka yüzey sıcaklıklarına bakıldığı zaman 25-27 °C arasında oldukları görülmüştür. Bu sonuçta malzemelerin üstün termal yalıtım özelliği gösterdiği bulunmuştur.

Üretilen ablatif polimerik kompozitlerin ablasyon özellikleri incelendiğinde, K-RF8 kompozitinin ortalama DAO, KAO ve KO değerleri sırasıyla 0,009 mm/sn, 0,032 g/sn ve 0,235 mm/sn iken artan fenilboronik asit katkısıyla birlikte ablasyon özelliklerinin geliştirildiği ve K-RFB25 kompozitinin ortalama DAO, KAO ve KO değerlerinin sırasıyla 0,007 mm/sn, 0,024 g/sn ve 0,165 mm/sn değerlerine düşürdüğü görülmüştür.

Üretilen ablatif polimerik kompozitlerin ablasyon özelliklerinin arttırılmasının yanı sıra, kullanılan matris ve takviye malzemelerinin arasındaki uyumluluk son derece önemli bir rol oynamaktadır. Ablasyon süreci sırasında, kompozitin yapısal bütünlüğünü korumak için yüksek sıcaklık ve basınç koşulları altında matris malzemesinin takviye ile birleşerek kademeli bir kömür tabakasının oluşmasına izin vermesi gerekmektedir. Eğer matris malzemesi takviye ile zayıf bir yapışma gösterirse, yüksek sıcaklıklarda matris liflerden ayrılabilir ve bunun sonucunda hem matris hem de takviye malzemesi zarar görebilir. Ayrıca, matrisin takviye malzemesiyle düşük yapışma göstermesi, kompozitlerin eğilme dayanımının azalmasına sebep olmaktadır. Modifiye edici olarak kullanılan malzemenin reçine içinde düzgün bir şekilde dağılması ve reçine tarafından tamamen emilmesi, takviye

edici malzemenin kolayca içine nüfuz etmesini sağlamaktadır. Modifiye edici maddenin yüksek sıcaklıklarda oksitlenmesi, matris ile takviye malzemesinin oksitlenmesini engelleyerek kompozitlerin termal dayanımını ve yanma direncini artırmaktadır. Bu nedenle, modifiye edici maddenin doğru tercihi, ablatif polimerik kompozitlerin yanma performansını yükseltebilmektedir.

KAYNAKLAR

Advani, S. G., Sozer, E. M. (2003). *Process Modeling in Composite Manufacturing*. New York: Marcel Dekker.

Aghabararpour, M., Mohsenpour, M., Motahari, S., Abolghasemi, A. (2018). Mechanical properties of isocyanate crosslinked resorcinol formaldehyde aerogels, *Journal of Non-Crystalline Solid*, *481*, 548–555.

Amado, J. C. Q., Ross, P. G., Sanches, N. B., Pinto, J. R. A., Dutra, J. C. N. (2020). Evaluation of elastomeric heat shielding materials as insulators for solid propellant rocket motors: A short review, *Open Chemistry*, *18*(1), 1452–1467.

Aras, S. (2023). *Termal koruma sistemleri için ablatif polimerik kompozitlerin üretimi ve karakterizasyonu*. (Yüksek lisans tezi). Bursa Teknik Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Bursa.

Aras, S., Cavusoglu, F. C., Unlu, D. (2024). Synthesis, Characterization, and Thermal Pyrolysis Mechanism of Resorcinol-Formaldehyde Resin-Containing Phenylboronic Acid, *Advanced Engineering Materials*, *26*(15), 2400285.

Aras, S., Cavusoglu, F. C., Karsli Yilmaz, N. G., Unlu, D. (2025). Microstructural, thermal and ablative properties of TiB2 modified carbon fiber reinforced resorcinol formaldehyde composites for thermal protection of aerospace vehicle, *Polymer Composites*, 1-13.

Badhe, Y., Kandasubramanian, B., Gupta, R. (2015). Cost-effective, low density, carbon soot doped resorcinol formaldehyde composite for ablative applications, *RSC Advances*, *5*(30), 23622–23634.

Badhe, Y., Kandasubramanian, B. (2014). Novel hybrid ablative composites of resorcinol formaldehyde as thermal protection systems for re-entry vehicles, *RSC Advances*, *4*(55), 28956.

Badhe, Y., Kandasubramanian, B. (2014). Reticulated three-dimensional network ablative composites for heat shields in thermal protection systems, *RSC Advances*, *4*(82), 43708–43719.

Badhe, Y., Kandasubramanian, B. (2015). Eco-friendly redemption of butyl rubber in cost efficient ablative composites for aerospace applications, *Energy and Environment Focus*, *4*(1), 40–46.

Bilge, D. (2019). Conformational and FTIR analyses of 2, 3-dimethoxyphenylboronic acid, *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, *25*(7), 899-903.

Chen, Y., Hong, C., Chen, P. (2013). The effects of zirconium diboride particles on the ablation performance of carbon–phenolic composites under an oxyacetylene flame, *RSC Advances*, *3*(33), 13734.

Cheng, H., Xue, H., Hong, C., Zhang, X. (2017). Preparation, mechanical, thermal and ablative properties of lightweight needled carbon fibre felt/phenolic resin aerogel composite with a bird's nest structure, *Composites Science and Technology*, *140*, 63–72.

Christidis, G., Koch, U., Poloni, E., De Leo, E., Cheng, B., Koepfli, S. M., Dorodnyy A., Bouville F., Fedoryshyn Y., Shklover V., Leuthold H. (2020). Broadband, high-temperature stable reflector for aerospace thermal radiation protection, *ACS Applied Materials & Interfaces*, *12*(8), 9925-9934.

Daniel, I. M., Ishai, O. (2006). *Engineering Mechanics of Composite Materials*. New York: Oxford university press.

Daniel, A., Badhe, Y., Srikanth, I., Gokhale, S., Balasubramanian, K. (2016). Laser shielding and thermal ablation characteristics of resorcinol formaldehyde/boron nitride composites for thermal protection systems, *Industrial & Engineering Chemistry Research*, *55*(40), 10645–10655.

Daniel, A., Gudivada, G., Srikanth, I., Kandasubramanian, B. (2019). Effect of zirconium diboride incorporation on thermal stability and ablation characteristics of carbon fiber reinforced resorcinol formaldehyde composites, *Industrial & Engineering Chemistry Research*, *58*(40), 18623-18634.

Daniel, A., Srikanth, I., Kandasubramanian, B. (2020). Effect of Boron Nitride Addition on Ablation Characteristics of Carbon Fiber Reinforced Resorcinol Formaldehyde Composites, *Industrial & Engineering Chemistry Research*, *59*(43), 19299-19311

Ding, J., Huang, Z., Qin, Y., Shi, M., Huang, C., Mao, J. (2015). Improved ablation resistance of carbon–phenolic composites by introducing zirconium silicide particles, *Composites Part B: Engineering*, *82*, 100– 107.

Ding, J., Sun, J., Huang, Z., Wang, Y. (2018). Improved high-temperature mechanical property of carbon-phenolic composites by introducing titanium diboride particles, *Composites Part B: Engineering*, 157, 289- 294.

Duan, L., Zhao, X., Wang, Y. (2018). Effects of polycarbosilane interface on oxidation, mechanical, and ablation properties of carbon fiberreinforced composites, *Ceramics International*, *44*(18), 22919-22926.

Duan, L., Zhao, X., Wang, Y. (2020). Oxidation and ablation behaviors of carbon fiber/phenolic resin composites modified with borosilicate glass and polycarbosilane interface, *Journal of Alloys and Compounds*, *827*, 154277.

Eslami, Z., Yazdani, F., Mirzapour, M. A. (2015). Thermal and mechanical properties of phenolic-based composites reinforced by carbon fibres and multiwall carbon nanotubes, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *72*, 22–31.

Feng, T., Tong, M., Yao, S., Li, H., Wen, S., Lin, H. (2020). Effect of PyC interface phase on the cyclic ablation resistance and flexural properties of twodimensional Cf/HfC composites, *Journal of the European Ceramic Society*, *41*(1), 158-166.

Gan, Z., Yang, Z., Zhang, Z., Li, K., Fei, Z., Li, X., Zhao, S. (2023). Low-density, high-strength and large-scaled monolithic carbon aerogels fabricated via modified ambient pressure drying, *Journal of Materials Science*, *58*(7), 3038-3052.

Gao, W., Wang, Z., Zhang, Y., Shen, C., Wang, Y., Zhan, L. (2024). High-energy BO bonds enable the phenolic aerogel with enhanced thermal stability and low thermal conductivity, *Applied Surface Science*, *669*, 160459.

Gebrehiwet, L., Abate, E., Negussie, Y., Teklehaymanot, T., Abeselom, E. (2023). Application of composite materials in aerospace & automotive industry, *International Journal of Advances in Engineering and Management (IJAEM)*, *5*(3), 697-723.

He, H., Geng, L., Liu, F., Ma, B., Huang, W., Qu, L., Xu, B. (2022). Facile preparation of a phenolic aerogel with excellent flexibility for thermal insulation, *European Polymer Journal*, *163*, 110905.

Ji, Y., Han, S., Xia, L., Li, C., Wu, H., Guo, S., Yan N., Li, H., Luan, T. (2021). Synergetic effect of aramid fiber and carbon fiber to enhance ablative resistance of EPDM-based insulators via constructing high-strength char layer, *Composites Science and Technology*, *201*, 108494.

Kargarzadeh, H., Mariano, M., Huang, J., Lin, N., Ahmad, I., Dufresne, A., & Thomas, S. (2017). Recent developments on nanocellulose reinforced polymer nanocomposites: A review, *Polymer*, *132*, 368-393.

Kumar, M., Branton, A., Trivedi, D., Nayak, G., Panda, P., Jana, S. (2016). Evaluation of the isotopic abundance ratio in biofield energy treated resorcinol using gas chromatography-mass spectrometry technique, *Pharmaceutica Analytica Acta*, *7*(5), 1000481.

Kumar, V., Singh, S., Kandasubramanian, B. (2017). Thermal ablation and laser shielding characteristics of ionic liquid-microseeded functionalized nanoclay/resorcinol formaldehyde nanocomposites for armor protection, *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, *56*(14), 1542–1555.

Kumar, L. M., Usha, K. M., Chakravarthy, P. (2018). Advanced Ablative composites for Aerospace applications, *In IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, *360*(1), 012036.

Kumar, C. V., Kandasubramanian, B. (2019). Advances in ablative composites of carbon based materials: A review, *Industrial & Engineering Chemistry Research*, *58*(51), 22663-22701.

Le, V. T., Ha, N. S., Goo, N. S. (2021). Advanced sandwich structures for thermal protection systems in hypersonic vehicles: A review, *Composites Part B: Engineering*, *226*, 109301.

Lermontov, S. A., Malkova, A. N., Sipyagina, N. A., Straumal, E. A., Baranchikov, A. E., Yorov, K. E., Ivanov, V. K. (2017). Facile synthesis of fluorinated resorcinol-formaldehyde aerogels, *Journal of Fluorine Chemistry*, *193*, 1-7.

Lermontov, S. A., Malkova, A. N., Sipyagina, N. A., Semakov, A. V., Baranchikov, A. Y. E., Ivanov, V. K. (2018). Methyl trifluoropyruvate–a new solvent for the production of fluorinated organic resorcinol–formaldehyde aerogels, *Mendeleev Communications*, *28*(1), 102-104.

Liu, J., Xuan, D., Chai, J., Guo, D., Huang, Y., Liu, S., Zheng, Z. (2020). Synthesis and thermal properties of resorcinol–furfural thermosetting resin, *ACS omega*, *5*(17), 10011-10020.

Liu, H., Wang, P., Zhang, B., Li, H., Li, J., Li, Y., Chen, Z. (2021). Morphology controlled carbon aerogel with enhanced thermal insulation and mechanical properties: a simple route for the regulated synthesis, *Journal of Non-Crystalline Solids*, *564*, 120828.

Ma, J., Li, J., Guo, P., Pang, S., Hu, C., Zhao, R., Cheng, H. M. (2022). Tailoring microstructures of carbon fiber reinforced carbon aerogel-like matrix composites by carbonization to modulate their mechanical properties and thermal conductivities, *Carbon*, *196*, 807-818.

Machado, G., Leon, S., Santos, F., Lourega, R., Dullius, J., Mollmann, M. E., Eichler, P. (2016). Literature review on furfural production from lignocellulosic biomass, *Natural Resources*, *7*(03), 115.

Mazumdar, S. K. (2001). *Composites Manufacturing: Materials, Product, and Process Engineering*. Boca Raton: CRC press (Taylor & Francis Group).

Mirzapour, M. A., Haghighat, H. R., Eslami, Z. (2013). Effect of zirconia on ablation mechanism of asbestos fiber/phenolic composites in oxyacetylene torch environment, *Ceramics International*, *39*(8), 9263-9272.

Natali, M., Monti, M., Kenny, J. M., Torre, L. (2011). A nanostructured ablative bulk molding compound: development and characterization, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *42*(9), 1197-1204.

Natali, M., Kenny, J. M., Torre, L. (2016). Science and technology of polymeric ablative materials for thermal protection systems and propulsion devices: A review, *Progress in Materials Science*, *84*, 192–275.

Ngo, T. D. (2020). *Introduction to Composite Materials*. IntechOpen.

Noparvar-Qarebagh, A., Roghani-Mamaqani, H., Salami-Kalajahi, M. (2016). Novolac phenolic resin and graphene aerogel organic-inorganic nanohybrids: high carbon yields by resin modification and its incorporation into aerogel network, *Polymer Degradation and Stability*, *124*, 1-14.

Noparvar-Qarebagh, A., Roghani-Mamaqani, H., Salami-Kalajahi, M. (2016). Organic–inorganic nanohybrids of novolac phenolic resin and carbon nanotube: high carbon yields by using carbon nanotube aerogel and resin incorporation into aerogel network, *Microporous and Mesoporous Materials*, *224*, 58-67.

Pastuszak, P. D., Muc, A. (2013). Application of composite materials in modern constructions, *Key Engineering Materials*, *542*, 119-129.

Pilato, L. (2010). *Phenolic Resins: A Century of Progress*. New York: Springer.

Rajak, D. K., Pagar, D. D., Kumar, R., Pruncu, C. I. (2019). Recent progress of reinforcement materials: a comprehensive overview of composite materials, *Journal of Materials Research and Technology*, *8*(6), 6354-6374.

Rajak, D. K., Pagar, D. D., Menezes, P. L., Linul, E. (2019). Fiber-reinforced polymer composites: Manufacturing, properties, and applications, *Polymers*, *11*(10), 1667.

Rao, G. R., Srikanth, I., Reddy, K. L. (2020). Effect of organo-modified montmorillonite nanoclay on mechanical, thermal and ablation behavior of carbon fiber/phenolic resin composites, *Defence Technology*, *17*(3), 812-820.

Rejitha, K. S., Abraham, P. A., Panicker, N. P., Jacob, K. S., Pramanik, N. C. (2013). Role of catalyst on the formation of resorcinol-furfural based carbon aerogels and its physical properties, *Advances in Nanoparticles*, *2*(2), 99-103.

Uyanna, O., Najafi, H. (2020). Thermal protection systems for space vehicles: A review on technology development, current challenges and future prospects, *Acta Astronautica*, *176*, 341–356.

Wang, S., Jing, X., Wang, Y., Si, J. (2013). Synthesis and characterization of novel phenolic resins containing aryl-boron backbone and their utilization in polymeric composites with improved thermal and mechanical properties, *Polymers for Advanced Technologies*, *25*(2), 152–159.

Wang, S., Wang, L., Song, W., Li, C., Fan, W., Bian, C., Jing, X. (2023). The aryl-boron phenolic resins with super ablation properties for resin-transfer molding process of three-dimensional fabric, *Polymer Degradation and Stability*, *208*, 110252.

Wang, S., Jing, X., Wang, Y., Si, J. (2014). High char yield of aryl boroncontaining phenolic resins: The effect of phenylboronic acid on the thermal stability and carbonization of phenolic resins, *Polymer Degradation and Stability*, *99*, 1–11.

Wang, S., Wang, Y., Bian, C., Zhong, Y., Jing, X. (2015). The thermal stability and pyrolysis mechanism of boron-containing phenolic resins: The effect of phenyl borates on the char formation, *Applied Surface Science*, *331*, 519–529.

Wang, C., Jin, X., Cheng, H., Hong, C., Zhang, X. (2017). Organic aerogel-impregnated low-density carbon/carbon composites: preparation, properties and response under simulated atmospheric re-entry conditions, *Materials & Design*, *131*, 177-185.

Wang, F., Huang, Z., Guo, Z. (2018). Bionic boron/silicon-modified phenolic resin system with multifunctional groups: synthesis, thermal properties and ablation mechanism, *Biosurface and Biotribology*, *4*(3), 85-93.

Waqar, M., Memon, A. M., Sabih, M., Alhems, L. M. (2024). Composite pipelines: Analyzing defects and advancements in non-destructive testing techniques, *Engineering Failure Analysis*, *157*, 107914.

Wu, D., Fu, R., Zhang, S., Dresselhaus, M. S., Dresselhaus, G. (2004). The preparation of carbon aerogels based upon the gelation of resorcinol–furfural in isopropanol with organic base catalyst, *Journal of non-crystalline solids*, *336*(1), 26-31.

Xing, X., Zhang, P., Zhao, Y., Ma, F., Zhang, X., Xue, F., Wang, S., Jing, X. (2021). Pyrolysis mechanism of phenylboronic acid modified phenolic resin, *Polymer Degradation and Stability*, *191*, 109672.

Xing, X., Zhao, Y., Zhang, X., Wang, J., Hong, T., Li, Y., Wang, S., Zhang, C., Jing, X. (2022). Healable ablative composites from synergistically crosslinked phenolic resin, *Chemical Engineering Journal*, *447*, 137571.

Yin, R., Cheng, H., Hong, C., Zhang, X. (2017). Synthesis and characterization of novel phenolic resin/silicone hybrid aerogel composites with enhanced thermal, mechanical and ablative properties, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *101*, 500–510.

Zhang, H., Feng, J., Li, L., Jiang, Y., Feng, J. (2019). Controlling the microstructure of resorcinol–furfural aerogels and derived carbon aerogels via the salt templating approach, *RSC advances*, *9*(11), 5967-5977.

Zhang, C., Wu, P., Liu, G., Zhu, Z., Zeng, G. (2019). Co-electrospun VTiOx hollow nanofibers for selective oxidation of methanol to high value chemicals, *ACS Applied Nano Materials*, *2*(8), 5224-5232.

Zuo, H., Ruan, F., Wang, H., Wang, H., Wang, X., Huang, Y., Li, D. (2023). Advances in ablation or oxidation mechanisms and behaviors of carbon fiber-reinforced Si-based composites, *Molecules*, *28*(16), 6022.

ÖZGEÇMİŞ

Ad-SOYAD **:** Gözdenur GÜVENÇ

ÖĞRENİM DURUMU:

- **Lisans** **:** 2024, Bursa Teknik Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Biyomühendislik Bölümü
  2022, Bursa Teknik Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Kimya Mühendisliği Bölümü

- **Yüksek Lisans** **:** 2025, Bursa Teknik Üniversitesi, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Kimya Mühendisliği Tezli Yüksek Lisans Programı

DİĞER ESERLER, SUNUMLAR VE PATENTLER:

- **Sığın, Z., Güvenç, G., Çakmakçı, N., Ünlü, D.** (2022). Deniz Suyunun Pervaporasyon ile Desalinasyonu için ZIF-8 Yüklü PVA Hibrit Membranların Geliştirilmesi, *Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, *25*(4), 733-745.