

Grafen Takviyeli PS Kompozitlerinin Yapısal, Isıl ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi

Kadir Gündoğan^{1*} , Damla Karaağaç² 

Özet: Günümüzde nanopartikül takviyeli kompozitlerin endüstriyel kullanımı giderek artmaktadır. Kullanılan nanopartikül takviyeleri ile kompozitin birçok özelliğinde iyileşme sağlanabilmektedir ve bu durum onları birçok alanda tercih sebebi yapmaktadır. Nanopartiküllerle üretilen kompozit malzemeler diğer yöntemlerle üretilen malzemelere göre daha fonksiyonel ve üstün özelliklere sahiptir. Kompozitlerin kullanıldığı alanlardan biri de yalıtım malzemeleridir. Eklenen farklı takviyelerle bu malzemelerin özellikleri geliştirilmektedir. Bu çalışmada polistiren matris içerisine farklı ağırlık oranlarında 30 µm parçacık boyutlu grafen takviyesi ile kompozit üretilmiştir. Saf polistirene ağırlıkça %0,1, 0,2 ve 0,3 oranlarında nano takviyeler eklenmiş ve plastik enjeksiyon yöntemiyle malzemeler üretilmiştir. Malzemelerin üretim aşamasında kristal polistirenler eritilip nano takviyelerle birleştirilip kalıplara dökülerek üretilmiştir. Birleştirme esnasında malzemelerin homojen dağılımı için 80 Rpm hızında 10 dakika boyunca karıştırılmıştır. Üretilen kompozit malzemelere mikroyapı karakterizasyonu için SEM analizi, mekanik ve ısıl özelliklerin belirlenmesi için sertlik, çekme ve TGA analizi yapılmıştır. Malzemelerin molekül yapıları incelendiğinde ise takviye malzemesinin saf polistirenin mikroyapısında anlamlı ölçüde değişikliğe sebep olmadığı görülmüştür. Çekme testlerinde grafen takviyeli kompozitler malzemenin yüzde uzamasını ortalama %1,3 arttırmıştır. Polistiren matris içerisine takviye edilen grafen partikülleri tane sınırları boyunca gerilme yığılmasına neden olduğundan, saf polistirene göre maksimum kopma dayanımı değerinde yaklaşık %30 oranında azalmaya neden olmuştur. Yapılan çalışmalarda grafen yapıda değişime neden olmamakla birlikte birçok özelliğe anlamlı oranda iyileşme sağlamıştır.

Anahtar kelimeler: Nanokompozit, grafen, plastik enjeksiyon, mekanik özellikler.

Investigation of Structural, Thermal and Mechanical Properties related to Graphene Reinforced PS Composites

Abstract: Nowadays, the industrial use of nanoparticle reinforced composites is increasing. With the nanoparticle reinforcements used, many properties of the composites may be improved and this makes them preferred in many areas. Composite materials produced with nanoparticles have more functional and superior properties than the materials produced by other methods. One of the areas where composites are used is insulation materials. The properties of these materials are improved by the addition of different reinforcements. In this study, 30 µm particle size graphene reinforcement was produced in polystyrene matrix with different weight ratios. Nano reinforcements of 0.1, 0.2 and 0.3% were added to pure polystyrene and materials were produced by plastic injection method. In the production stage of the materials, crystal polystyrene was melted and combined with nanoparticles and poured into molds. For homogeneous distribution of materials during jointing. Stirred at 80 rpm for 10 minutes. The materials produced are plate-shaped. SEM analysis for microstructure characterization of composite materials, tensile strength, hardness and TGA analysis were performed to determine mechanical and thermal properties. When the molecular structure of the materials were examined, it was seen that the reinforcing material did not cause any change in the microstructure of pure polystyrene. In tensile tests, graphene doped composites increased the average percent elongation of the material by 1.3%. Since the graphene particles reinforced into the polystyrene matrix cause stress build-up along the grain boundaries, the maximum breaking strength value was reduced by about

30% compared to pure polystyrene. Although graphene did not cause changes in the studies, it has improved significantly in many features.

Keywords: Nanocomposites, graphene, plastic injection, mechanical properties.

¹**Address:** Uşak Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, 64000, Uşak, Türkiye

²**Address:** Uşak Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 64000, Uşak, Türkiye

***Corresponding author:** kadir.gundogan@usak.edu.tr

Citation: Gündoğan, K., Karağaç, A. (2020). Grafen Takviyeli PS Kompozitlerinin Yapısal, Isıl ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi. Bilge International Journal of Science and Technology Research, 4 (1): 21-26.

1. GİRİŞ

Uygarlık tarihi boyunca malzemenin ne kadar önemli olduğunu anlamak için tarih çağları olarak ifade edilen taş devri, tunç devri, demir devri gibi dönemleri gözlemleyerek anlayabiliriz. Bu malzemeler günümüz koşulunda geçmişe göre yaşamımızda ve bununla birlikte ekonomide daha fazla önem kazanmıştır (Ateş, 2011).

Kompozit malzemeler, eski çağlardan beri mevcuttur. Mısırdaki M.Ö. 3000 yıllarında arkeologlar lamine edilmiş tahta tabakalar bulmuşlardır. Yine Ortadoğu'da daha fazla eğilme dayanımı elde etmek amacıyla ok yayları üst üste konulan malzemelerle farklı lif yönleri oluşturularak kompozit yapılmıştır. Bina yapımı için çamur içine karıştırılan saman çöpleri ile yapılan kerpiç te bir kompozit malzemedir Çinliler ve Japonlar, daha çok darbe sönümleme direncini arttırmak için metal ve işlem görmüş derinin bir araya getirilmesi ile ok yayı gövdesi yapmışlardır. Modern kompozit malzemeler ise II. Dünya Savaşı döneminde başlamış ve özellikle askeri kullanım amaçları için geliştirilmiştir (Karademir, 2013).

Kompozit malzemeler uzun zamandır teknolojik problemleri çözmek için kullanıldı. Ancak 1970' li yıllarda polimerik takviyeli kompozitlerin keşfedilmesiyle endüstri sektörünün dikkatini çekmeye başlamıştır. Bundan sonra kompozit malzemeler çok sık tercih edilen mühendislik uygulamalarından biri haline gelmiştir ve otomotiv, uçak, spor, petrol sanayinde sıklıkla kullanılmaya başlanmıştır. Evrensel pazarda hafif malzeme tercih edilmesi kompozitin pazar payını arttırmıştır. Kompozit malzemeler çelik, alüminyum gibi malzemelerin yerine geçmeye ve daha iyi performans göstermeye başlamıştır (Ersoy, 2005).

Polistiren yaygın olarak kullanılan bir plastik türüdür. Kolay işlenmesi ve uçuculuğu sayesinde kâğıt, tahta ve metallerin yerini almıştır.

Kristalize polistiren sağlam ve şeffaf bir malzemedir. Polimerin yoğunluğu 1,06 gr/cm³ gerilme dayanımı 8000 psi, yumuşama noktası 1060 C, darbe dayanımı 0,2-0,5 ft.lb/inç, uzaması % 3, esneklik modülü 450000 psi'dir. Bu özellikler molekül ağırlığına ve kullanılan katkılara bağlı olarak değişir. Ancak genel maksatlı polistirenin UV ışığına, bazı kimyasal maddelere ve yiyeceklere karşı dayanıklılığı azdır. 1060C gibi bir düşük yumuşama sıcaklığı da yaygın olarak kullanımını engeller (Dreijers ve Medne, 2006).

Genel amaçlı ve darbeye dayanıklı türler enjeksiyon kalıplama veya ekstrüzyon metodları ile işlenirler. Enjeksiyon sıcaklığı 380-400 F arasında değişir. Erime akışları çok farklı aralıklarda olan ve farklı sahalarda kullanılabilen PS'ler mevcuttur. Bu ürünün sertliği ve işleme kolaylığı yüksek veya alçak basınç prosesi ile köpük üretiminde kullanımını kolaylaştırmaktadır. Genel amaçlı ve darbeye dayanıklı türlerden levha, profil ve boru imal edilebilmektedir. Kristal polistiren darbeye dayanıklı türle birlikte ekstrüzyonuyla, parlaklığı iyi olan levhalar elde edilir. Ayrıca polistirenin diğer maddelerle de karıştırılarak işlenmesi mümkündür (Medne vd., 2010).

Grafen, keşfinden bu zamana kadar fiziksel ve kimyasal özellikleri sebebiyle oldukça dikkat çekmiştir. Grafen çelikten 40 kat daha güçlüdür ve grafitin bir tek katmanından oluşmaktadır. Grafenin sadece 0,42 nm kalınlığında olduğunu düşünürsek bunun oldukça etkileyici olduğunu görebiliriz. Grafenin elektron taşıma özellikleri inanılmazdır. Bu özelliklerinden biri, bir elektrik akımının ışık hızına yaklaşan hızda akmasına izin veren yüksek bir taşıyıcı konsantrasyonu olmasıdır. Yani elektrik akımını ileten taşıyıcı elektronların ışık hızına yakın hızlarda malzeme içinde hareket etmesiyle elektrik akımı da diğer bilindik malzeme malzemelerden daha hızlı bir biçimde iletilmektedir. Bunun sonucunda da daha hızlı bilgisayarlar, performansı yüksek elektronik aygıtlar üretilebilecektir (Chen vd., 2003). Oda sıcaklığında, grafende herhangi bir saçılma olmadan elektronlar uzun mesafelerde hareket edebilir. Bu nedenle grafen, çoğu malzemeye göre daha iyi elektriksel özellik gösterir. Bu üstün özelliklere sahip olan grafen kompozit materyaller için takviye olarak kullanılmaktadır. Polimer matrisli kompozitler de takviye olarak kullanılan grafen birçok önemli uygulamada büyük bir atılım göstermiştir (Dikin vd., 2007).

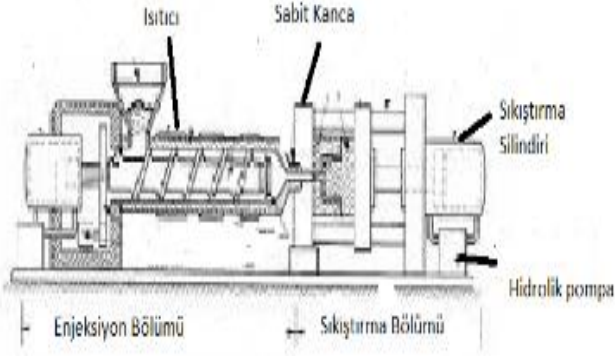
Grafen 2004 yılında Nobel ödüllü Andre Geim ve Kostya Novoselov tarafından keşfedilmiştir. Grafen sp² bağlı karbonun mono tabakasıdır. Bir bal peteğine benzer kafes içerisinde atom dizisidir. Grafen, mekaniksel, elektriksel ve termal özellikleri sayesinde polimerlerde dikkat çeken takviye partikülü olmuştur. Grafenin polimerlerde dolgu maddesi olarak kullanılması matrisin mekanik ve elektrik iletkenliği arttırması yanında elektrokimyasal performansını da arttırmıştır (Nieto ve Boesl, 2015; Qiu vd., 2017; Wei ve Qu, 2012; Liem ve Choy, 2013; Balandin vd., 2008; Bustillos vd., 2017, Khan vd., 2015). özellikle enerji uygulamalarında grafen takviyeli kompozitlerde yapılan

çalışmalar çok iyi sonuçlar göstermiştir (Novoselov vd., 2004). Bununla birlikte grafen tabakalarının toplanması ve dağılımındaki eşitsizlikler grafenin tam potansiyel verimliliğini etkilemiştir. Bunun yanı sıra yüksek temas direnci muazzam sayıda ana tabakaya bağlanmasını sağlar (Shi vd., 2014). Tüm dezavantajlarına rağmen grafen takviyeli kompozitler birçok uygulamada çok başarılı sonuçlar göstermiştir.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

Bu çalışmada saf kristalize polistiren kullanılmıştır. Takviye malzemesi olarak 30 µm parçacık boyutunda grafen kullanılmıştır. Deneysel çalışmalarda polistirene %0,1, 0,2, 0,3 oranlarında grafen nanopartikülleri takviye edilerek, plastik enjeksiyon cihazında 50x75 mm ebatında 5 mm kalınlığında kompozit plakalar üretilmiştir.

İlk olarak kristalize haldeki polistiren silindir hazne içerisinde 230 °C sıcaklıkta eritilmiştir. Daha sonra grafen ağırlıkça %0,1, %0,2 ve %0,3 oranlarında eklenerek eriyik homojen hale getirilmek için 80 rpm hızda 10 dakika boyunca silindir içerisinde sürekli karıştırılmıştır ve plastik enjeksiyon yöntemiyle kalıba döküm işlemi gerçekleştirilmiştir. Kalıp içerisinde oda sıcaklığında doğal soğuma ile test numuneleri elde edilmiştir. Üretilen plaka şeklindeki kompozit malzemelere TGA, SEM, sertlik ve çekme analizleri uygulanmıştır.

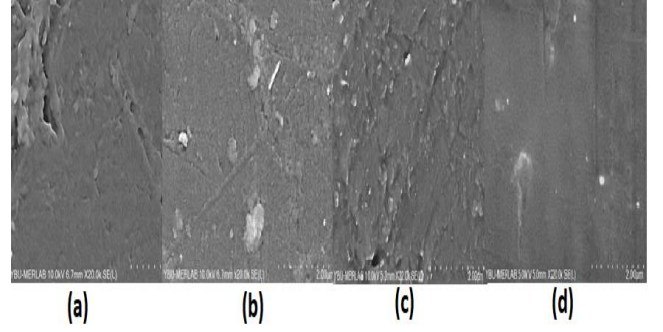


Şekil 1. Plastik enjeksiyon cihazının şematik gösterimi (Khan vd., 2015).

3. TARTIŞMA VE SONUÇLAR

Yapılan deneyler sonucunda elde edilen veriler yorumlanmış ve grafikler üzerinden gösterilmiştir.

Saf polistiren in SEM görüntüleri incelendiğinde literatüre uyumlu bir görüntü olduğu ve homojen bir dağılım görülmüştür.



Şekil 2. (a) saf polistiren, (b) % 0,1 Grafen, (c) % 0,2 Grafen, (d) % 0,3 Grafen SEM analiz sonucu.

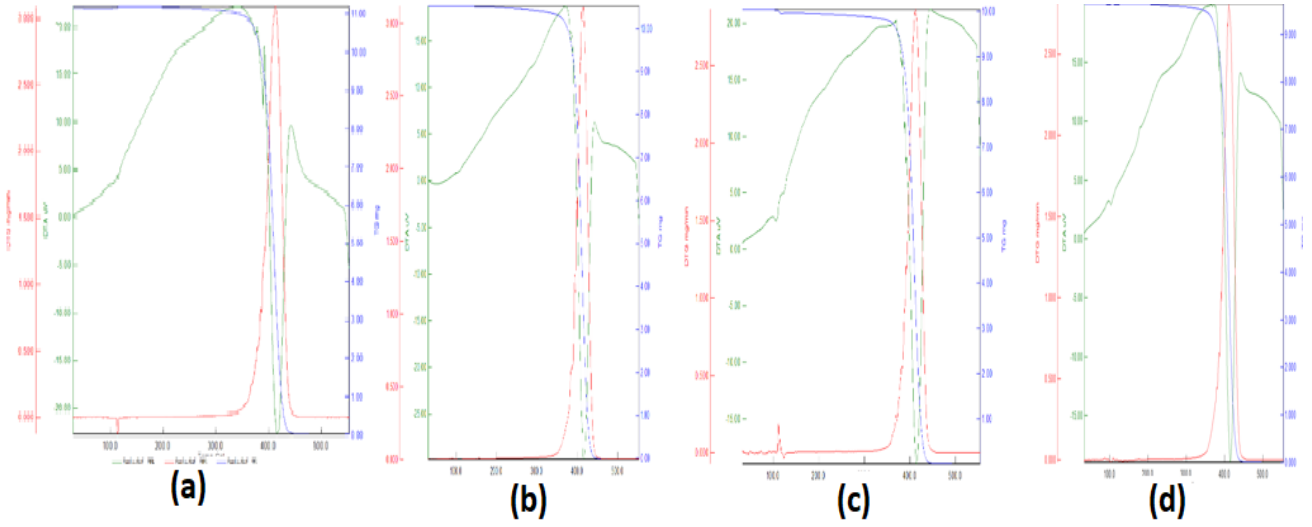
% 0,1 grafen takviyeli kompozitlerin SEM görüntüsü incelendiğinde numune yüzeyinde bir toplanma görülmemiştir. Tüm yüzey alanına dağılmış çok sayıda küçük beyaz noktaların olduğu gözlemlenmiştir.

%0,2 grafen takviyeli numunelerin yüzeyi incelendiğinde ise yüzey alanına dağılmış olan beyaz noktacıkların daha küçük ve daha fazla yayılmış oldukları görülmektedir. Buradaki yapı % 0,1 grafen takviyeli kompozite göre daha katmanlı bir görüntü vermektedir.

% 0,3 grafen takviyeli kompozitlerin SEM görüntüsü incelendiğinde diğer iki görüntüye göre takviye malzemesinin oldukça homojen bir dağılım yaptığı açıkça görülmektedir. Ayrıca safsızlık yüzdesi en düşük bu ağırlık oranındaki kompozit malzemededir.

Termogravimetrik analiz (TGA), Bir örneğin kütleinde artan sıcaklık sonucu meydana gelen ağırlık değişimlerini kantitatif olarak veren bir tekniktir. Bir maddenin dehidrasyonu veya bozunması sırasındaki ağırlık değişimlerini zamana veya sıcaklığa bağlı olarak gözlemek mümkündür. Ağırlık değişimi yüksek sıcaklıklarda fiziksel veya kimyasal bağların kopması sonucunda meydana gelmektedir. Kütlelenin veya kütle yüzdesinin zamana karşı grafiği termogram veya termal bozunma eğrisi olarak adlandırılır (Soria-Verdugo vd., 2015).

Grafikte TGA eğrisine bakıldığı zaman saf polistirenin bozunma sıcaklığı 380 °C olarak okunmuştur. Bu değer literatür sonuçları ile örtüşmektedir.



Şekil 3. (a) saf polistiren,(b) %0,1 Grafen, (c) %0,2 Grafen, (d) %0,3 Grafen takviyeli TGA sonuçları.

Şekil 3'te sunulan TGA eğrisinde ise %0,1 grafen takviyeli kompozitlerin bozunma sıcaklığının 382°C ye çıktığı görülmüştür. Düşük ağırlık oranlarında grafen eklenmesi bile malzemenin bozunma sıcaklığına olumlu katkı yapmıştır.

Grafiğe bakıldığında %0,2 grafen takviyeli kompozitlerin bozunma sıcaklığı 384°C olarak okunmuştur. Grafen takviyeli kompozitlerde ağırlık oranları arttıkça kompozit malzemenin bozunma sıcaklığı da doğru orantılı olarak yükselmektedir.

0,3 % grafen takviyeli kompozitlerde ise beklenildiği gibi malzemenin bozunma sıcaklığı artmıştır. Genel anlamda değerlendirildiğinde grafen katkısı kompozitlerin bozunma sıcaklığını olumlu etkilemiştir.

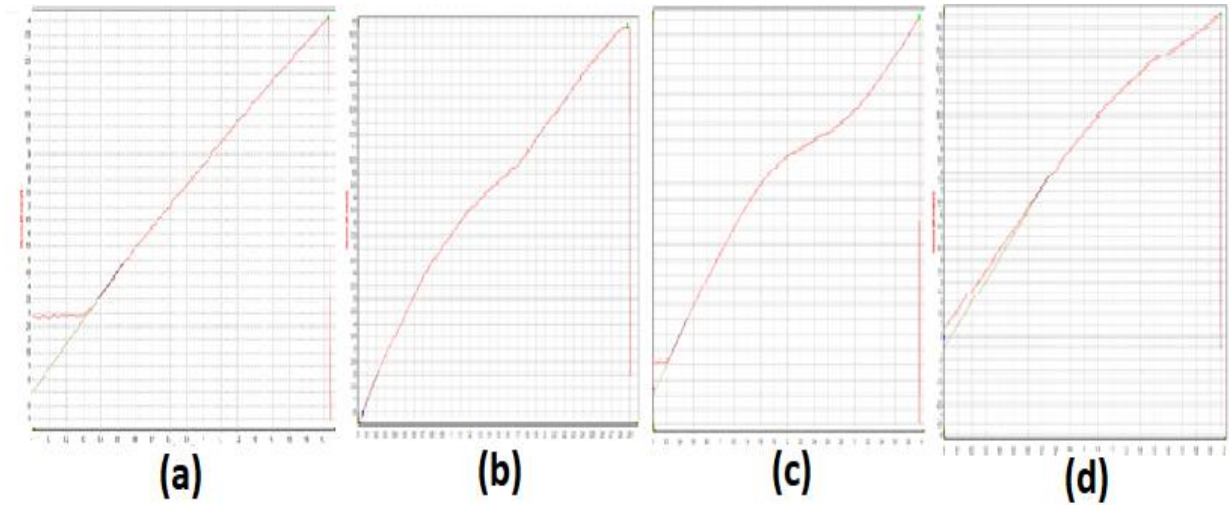
Yapılan TGA analizlerinde saf PS ve % 0,1, 0,2, 0,3 takviyeli grafen kompozit numunelerin bozunma sıcaklıkları incelenmiştir. Grafiklere bakıldığında grafen takviye malzemesinde PS polimerinin bozunma sıcaklığına

olumlu etki yapmıştır. Özellikle %0,3 grafen takviyeli kompozitler PS polimerinin bozunma sıcaklığına anlamlı katkı sağlamıştır.

Tablo 1. Numunelerin bozunma sıcaklıkları.

NUMUNE	BOZUNMA SICAKLIĞI
Saf Polistiren	380°C
% 0,1 Grafen	382°C
%0,2 Grafen	384°C
% 0,3 Grafen	386°C

Grafen takviyeli kompozitlerde sıcaklık değişimi olmasının nedeni bu iki malzemenin yüksek ısı kararlılığına sahip olmasıdır. Grafen sahip olduğu ısı kararlılığı sayesinde malzemenin de kararlılığını artırarak bozunma sıcaklığını yükseltmiştir. Yüzde ağırlık oranları arttıkça ısı kararlılık artmakta ve bozunma sıcaklığında iyileşme görülmektedir.



Şekil 4. (a) saf polistiren,(b) %0,1 Grafen, (c) %0,2 Grafen, (d) %0,3 Grafen katkılı kompozitlerin çekme testi sonuçları.

Yukarıdaki grafiğe göre %0,1 grafen takviyeli kompozitlerde maksimum yüzde uzaması %2,9 iken maksimum kopa dayanımı 15,75 N/mm² dir.

Yukardaki grafiğe göre %0,2 grafen takviyeli kompozitlerde maksimum yüzde uzaması %3,96 ya yükselmiştir. Maksimum kopma dayanımı ise uzama ile doğru orantılı olarak 25,180 N/mm² ye yükselmiştir. %0,3 grafen takviyeli kompozitlerde ise, diğer katkı oranlarına göre değerlerde düşüş meydana gelmiştir.

Yapılan çekme testi sonuçlarına göre; saf polistirene eklenen takviye grafen partiküllerinden en olumlu katkıyı %0,2 kütle oranında takviye edilen grafen yapmıştır. Grafen katkılı kompozitlerde maksimum uzama ve maksimum kopma değerleri saf polistirene oranla belirgin bir şekilde iyileşmiştir.

Numunelerimize yapılan sertlik testi sonuçları Tablo 2 de gösterilmiştir.

Tablo 2. Saf polistiren ve grafen katkılı numunelerin sertlik deneyi sonuçları.

%0,1 GRAFEN	98,1
%0,2 GRAFEN	97
%0,3 GRAFEN	95
SAF POLİSTİREN	97,1

Yapılan sertlik deneylerine göre grafen nanopartikül takviyesinde malzemenin sertlik değeri önce artmış daha sonra azalmaya başlamıştır. Nanotakviyelerin ağırlık oranları arttıkça malzemenin sertlik değerinde azalma gözlenmiştir. En yüksek sertlik değeri %0,1 grafen katkılı kompozit örneğinde elde edilmiştir.

Yapılan bu çalışmada saf polistiren polimerine grafen nanopartikül takviyeleri sırasıyla % 0,1, %0,2 ve %0,3 ağırlık oranlarında eklenerek plastik enjeksiyon yöntemiyle plaka şeklinde numuneler üretilmiştir. Elde edilen kompozit numunelerine TGA, SEM, AFM, çekme testi ve sertlik analizi yapılmıştır. Malzemelerin ısıl özellikleri incelendiğinde eklenen takviyelerin polistirenin özelliklerine belirgin bir etki yapmadığı görülmüştür. Yapılan mekanik testlerde ise nanotakviyelerin kompozitlerin mekanik özelliklerine olumlu etki yaptığı görülmüştür. Mekanik testler sonuçlarında görülen bu olumlu etkilerin sebebi tanecikle matris arasındaki ara yüzey etkileşimidir.

KAYNAKLAR

Ateş, S. (2011). SiC takviyeli etial 21 esaslı kompozit malzemelerin basınçlı infiltrasyon yöntemi ile üretimi ve özelliklerinin incelenmesi. Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine A.B.D., Kırıkkale, 1, 43-51.

Balandin, A., Suchismita, G., Wenzhong, B., Irene, C., Desalegne, T., Feng, M., (2008). Superior thermal conductivity of single-layer graphene. Nano Lett, 8, 902-907.

Bustillos, J., Montero, D., Nautiyal, P., Loganathan, A., Boesl, B. (2017). Integration of Graphene in Poly (

Lactic) Acid by 3D Printing to Develop Creep and Wearresistant Hierarchical Nanocomposites, 3877-3888.

Chen, G., Wu, C., Weng, W., Wu, D., Yan, W., (2003). Preparation of polystyrene/graphite nanosheet composite. Polymer, 44, 1781.

Choi, B.G., Yang, M., Hong, W.H., Choi, J.W., Huh, Y.S. (2012). 3D macroporous graphene frameworks for supercapacitors with high energy and power densities. ACS Nano, 6, 4020-4028.

Dikin, D.A., Stankovich, S., Zimney, E.J. (2007). Preparation and characterization of graphene oxide paper. Nature, 448, 7152, 457-460.

Dreijers, I., Medne O. (2006.). Analysis of the Expanded Polystyrene Manufacturing Technology. Riga Technical University 47th International Scientific Conference. Riga, Latvia. October 12 - 14.

Ersoy, M.S. (2005). Lif takviyeli polimerik kompozit malzeme. Yüksek Lisans Tezi, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği A.B.D., Kahramanmaraş.

Karademir, İ. (2013). SiO₂ takviyeli etial 21 esaslı kompozit malzemelerin basınçlı infiltrasyon yöntemi ile üretimi ve özelliklerin incelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Bartın Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği A.B.D., Bartın.

Khan, Z.U., Kausar, A., Ullah, H., Badshah, A., Khan, W.U. (2015). A review of graphene oxide, graphene buckypaper, and polymer/graphene composites: Properties and fabrication techniques. Journal of Plastic Film & Sheeting, 32(4), 336-379.

Liem, H., Choy, H.S. (2013). Superior thermal conductivity of polymer nanocomposites by using graphene and boron nitride as fillers. Solid State Commun, 163, 41-45.

Medne, O., Dreijer, I., Berzina, L. (2010). Cimdina. Influence of preexpansion conditions of inner structure of expanded polystyrene granules. Riga Technical University 51st International Scientific Conference. Riga, Latvia. October 11-15.

Nieto, A., Boesl, A. B. (2015). Agarwal, Multi-scale intrinsic deformation mechanisms of 3D graphene foam. Carbon, 85 299-308.

Novoselov, K.S., Geim, A.K., Morozov, S.V., Jiang, D., Zhang, Y., Dubonos, S.V. (2004). Electric field effect in atomically thin carbon films. Science, 306, 666-669.

Qiu, L., He, Z., Li, D. (2017). Multifunctional cellular materials based on 2D nanomaterials: prospects and challenges. Advance Materials, 30, 1-15.

Wei, W., Qu, X. (2012). Extraordinary physical properties of functionalized graphene. Small, 8, 2138-2151.

Shi, L., Yang, J., Yang, T., Hanxun, Q., Zheng, Q. (2014). RSC Advances Molecular level controlled fabrication of highly transparent conductive reduced

graphene oxide/silver nanowire hybrid films. RSC Advances, 4, 3270-3277.

Soria-Verdugo, A., Goos, E., García-Hernando, N. (2015). Effect of the number of TGA curves employed on the biomass pyrolysis kinetics results obtained using the distributed activation energy model. Fuel Processing Technology, 134, 360-371.

Wang, Y., Zhiqiang, S., Yi, H., Yanfeng, M., Chengyang, W., Mingming, C., et al., (2009). Supercapacitor devices based on graphene materials. Journal of Physical Chemistry, 113, 103-107.