GU J Sci, Part C, 10(4): 987-1005 (2022)

Gazi University



Journal of Science

PART C: DESIGN AND TECHNOLOGY



http://dergipark.gov.tr/gujsc

Investigating Mechanical Strength of Epoxy/SiO₂ Superhydrophobic Coatings Prepared by Spray Coating Method

Ali Haydar GÜNEŞ^{1,*} D Sinan FİDAN²

¹Istanbul Bilgi University, School of Advanced Vocational Studies, Department of Motor Vehicles and Transportation Technologies, 34387, Sisli/Istanbul

²Kocaeli University, Faculty of Aeronautics and Astronautics, Department of Airframe and Powerplant Maintenance, 41380, Kartepe/KOCAELI

Graphical/Tabular Abstract

Purpose: In this study, it was aimed to determine the effect of the production parameters on the mechanical abrasion resistance of epoxy/siloxane/SiO₂ superhydrophobic coatings prepared by the spray coating method.

Theory and Methods: In this study; epoxy was used as the binder, two different siloxanes were used in varying amounts to chemically modify the epoxy, and different amounts of SiO_2 nanoparticles were used to provide surface roughness. Coatings were produced with two different spraying times, 3 and 5 seconds. The effect of production parameters on the mechanical strength of the coating was investigated by sand impact abrasion test and linear abrasion test.





Results: In both siloxane types used in this study, it was determined that the wear resistance of coatings containing 75% by weight of nanoparticles compared to epoxy was higher than other nanoparticle concentrations. It has been observed that the coatings containing 30% by weight PS in EP-PS coatings compared to epoxy, and 30% and 40% PDMS in EP-PDMS coatings have high abrasion resistance. Another important result obtained in this study is the relationship between the spraying time of EP-PDMS coatings and wear resistance. It was concluded that the impact resistance of EP-PDMS coatings produced with a spraying time of 3 seconds were significantly better.

Conclusion: Superhydrophobic coatings, in addition to their many advantages, have the potential to be used in aircraft due to weak adhesion between the ice and the surface, delaying icing and reducing icing. The biggest obstacle to the use of superhydrophobic coatings in aircraft is that these coatings do not show the mechanical strength feature that can maintain their water repellency in outdoor conditions for a long time. In this study, coatings that can maintain their water-repellent properties in outdoor conditions were produced by differentiating the type and amount of siloxane, the amount of nanoparticles and the spraying time. Producing long-lasting water-repellent coatings with much higher mechanical strength properties will pave the way for the use of these passive structures in aircraft, in addition to the active anti-icing system.

Article Info:

Research article Received: 22.02.2022 Revision: 4.09.2022 Accepted: 10.10.2022

Highlights

- Mechanical durability
- Spray coating
- $\bullet \ Superhydrophobic$

Keywords

Epoxy Mechanical durability Silica Spray coating Superhydrophobic GU J Sci, Part C, 10(4): 987-1005 (2022)

Gazi Üniversitesi

Fen Bilimleri Dergisi

PART C: TASARIM VE TEKNOLOJİ



http://dergipark.gov.tr/gujsc

Investigating Mechanical Strength of Epoxy/SiO₂ Superhydrophobic Coatings Prepared by Spray Coating Method

Ali Haydar GÜNEŞ^{1,*} D Sinan FİDAN²

¹İstanbul Bilgi Üniversitesi, Meslek Yüksekokulu, Motorlu Araçlar ve Ulaştırma Teknolojileri Bölümü, 34387, Şişli/İSTANBUL

²Kocaeli Üniversitesi, Havacılık ve Uzay Bilimleri Fakültesi, Uçak Gövde ve Motor Bakımı, 41380, Kartepe/KOCAELİ

Abstract

Makale Bilgisi

Araştırma makalesi Başvuru: 22.02.2022 Düzeltme: 4.09.2022 Kabul: 10.10.2022

Keywords

Epoxy Mechanical durability Silica Spray coating Superhydrophobic

Anahtar Kelimeler

Epoksi Mekanik dayanım Silika Sprey kaplama Süperhidrofobik Superhydrophobic coatings, in addition to their many advantages, have the potential to be used in aircraft due to weak adhesion force formation between the ice and the surface, delaying and reducing icing. Today, although superhydrophobic surfaces can be produced using many methods, these surfaces cannot maintain their water-repellent properties for a long time under outdoor conditions. In this study, the relationship between the production parameters and mechanical abrasion resistance of superhydrophobic coatings prepared by the spray coating method was investigated. Two different mechanical strength tests were used to examine the usability of the coatings in outdoor conditions. The impact resistance of the surfaces was examined by the sand impact durability test and the abrasive wear resistance by the linear abrasion stability test. The mechanical strength of the surfaces showed significant differences depending on the production parameters. Epoxy/Polydimethylsiloxane/SiO2 surfaces containing certain amounts of polydimethylsiloxane and SiO₂ nanoparticles exhibited superior water repellent and mechanical durability properties. Spraying time was a significant effect on the mechanical wear behavior of surfaces. Coatings with a short spraying time exhibited high abrasive wear resistance, while coatings produced with a long spraying time maintain their water-repellent properties for a long time under dynamic impacts.

Sprey Kaplama Yöntemi ile Üretilen Epoksi/SiO2 Süperhidrofobik Kaplamaların Mekanik Dayanımlarının İncelenmesi

Öz

Süperhidrofobik kaplamalar sahip oldukları birçok avantajın yanı sıra buz ile yüzey arasında zayıf adezyon kuvveti oluşumu, buzlanmayı geciktirme ve buzlanmayı azaltma özellikleri nedeniyle hava araçlarında kullanım potansiyeli taşımaktadırlar. Günümüzde süperhidrofobik yüzeylerin çok sayıda yöntem kullanılarak üretilebiliyor olmasına karşın bu yüzeyler dış ortam koşullarında su iticilik özelliğini uzun süre koruyamamaktadır. Bu çalışmada, sprey kaplama yöntemi ile hazırlanan süperhidrofobik kaplamaların üretim parametreleri ile mekanik aşınma dayanımları arasındaki ilişki incelenmiştir. Kaplamaların dış ortam koşullarında kullanılabilirliğini incelemek amacıyla iki farklı mekanik dayanım testi kullanılmıştır. Yüzeylerin darbe dayanımı düşen kum aşınma testi, teğetsel aşınma dayanımı ise doğrusal abrazif aşınma testi ile incelenmiştir. Yüzeylerin mekanik dayanımının üretim parametrelerine bağlı olarak önemli farklılıklar belirli miktarlarda polidimetilsiloksan ve SiO2 nanoparçacık gösterdiği, içeren Epoksi/Polidimetilsiloksan/SiO2 yüzeylerin üstün ıslanabilirlik ve mekanik dayanım özellikleri sergilediği görülmüştür. Püskürtme süresinin yüzeylerin mekanik aşınma davranışı üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu, püskürtme süresi kısa kaplamaların yüksek abrazif aşınma dayanımı özelliği gösterdiği, uzun püskürtme süresi ile üretilen kaplamaların ise dinamik darbeler altında uzun süre su iticilik özelliklerini koruduğu tespit edilmiştir.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Doğada süperhidrofobik özellik gösteren birçok canlı türü bulunmaktadır ve bu türler süperhidrofobik yüzeylerin geliştirilmesinde esin kaynağı olmuşlardır. Bu canlı türlerinin sahip olduğu mikro ve nano

yapıya sahip düşük enerjili biyolojik yüzeylerden esinlenilerek çok sayıda farklı yöntem ile süperhidrofobik yüzeylerin üretilebilmesine karşın insan yapımı bu yüzeylerin dış ortam koşullarında su iticilik özelliğini uzun süre koruyamadığı görülmektedir.

Süperhidrofobik kaplamaların sprey kaplama yöntemi ile üretilmesi; farklı kimyasal yapıdaki, büyük ve düz olmayan yüzeylere uygulanabilme, düşük üretim ve uygulama maliyeti, sprey kaplama yönteminin halihazırda kaplama endüstrisinde kullanıyor olması, basit uygulanabilirlik, özel ve yüksek maliyetli ekipman gerektirmemesi, kısa süre içerisinde hazırlanabilme ve uygulanabilme kolaylığı, özel eğitimli personel gerektirmemesi, yarı saydam kaplamaların üretilmesine olanak vermesi ve son kullanıcı açısından kullanıcı dostu olması vb. avantajları nedeniyle çok sayıda araştırmanın konusu haline gelmiştir [1].

Süperhidrofobik yüzeyler sahip oldukları kendi kendini temizleme, korozyon önleme, buzlanmayı önleme, su-yağ ayırma, sürükleme azaltma vb. özellikler nedeniyle geniş bir potansiyel kullanım alanına sahiptir. Süperhidrofobik kaplamalar; düşük aşınma dayanımı, buz giderme ve/veya buzlanma önleme çevrimlerinde yüzey mikro ve nano yapısının kademeli olarak hasar görmesinin sonucunda buzlanmayı önleme performansının azalması, nemli atmosfer ortamında suyun pürüzlü yapının içinde yoğunlaşması sonucunda buz ile yüzey arasındaki adezyon kuvvetinin çok büyük değerler alması (mekanik kilitlenme) vb. kısıtlılıklara sahip olmasının yanı sıra sağladıkları avantajlar nedeniyle hava araçlarında buzlanmanın azaltılması ve geciktirilmesi amacıyla kullanım potansiyeli taşımaktadırlar [2][3]. Süperhidrofobik yüzeyler sınırlı mekanik aşınma dayanımına sahiptirler ve uzun süreli dayanım özelliği göstermezler. Bu önemli dezavantaj ticari ve endüstriyel olarak kullanımlarını kısıtlamaktadır.

Düşen kum aşınma testi, süperhidrofobik yüzey veya kaplamaların dinamik darbe dayanımını incelemek için yaygın olarak kullanılan tekniklerden bir tanesidir. Kaplamanın, dış ortam koşullarında kullanılmaya uygun olup olmadığı ile ilgili bilgi sağlamaktadır. Genelde 45° açıyla yerleştirilen yüzeye belirli bir yükseklikten bırakılan mikrometre boyutlu parçacıkların yüzeye çarpması sonucunda yüzeyde meydana gelen değişimler incelenmektedir. Yüzeyin içine yerleşen parçacıklar yüzeyde kalarak yüzey kimyasının bozulmasına neden olmakta ya da darbelerin etkisi sonucunda yüzey dokusu kısmi olarak yok olmaktadır [4].

İki katı yüzey arasındaki sürtünme, süperhidrofobik kaplamaların günlük kullanımında ortaya çıkabilecek yaygın bir durumdur. Dolayısıyla bu aşınma biçimi kaplamanın mekanik dayanımın karakterize etmek için önemlidir. Aşınma dayanımı genellikle test edilen yüzeye teğetsel olarak hareket eden katı bir aşındırıcı ile doğrusal kayma abrazyonu kullanılarak ölçülmektedir. Bu formdaki aşınma; malzeme yüzeyine dik bir kuvvet vektörü ile yüzeye paralel hareket eden temas noktasından kaynaklanmaktadır. Teğetsel abrazif aşınma, mekanik aşınmaya ve ardından malzeme kaybına neden olarak yüzey karakteristiğini değiştirmekte ve yüzeyin su iticiliğini yitirmesine yol açmaktadır [4].

Bu çalışmada; sprey kaplama yöntemi ile üretilen epoksi/siloksan/silika nanoparçacık süperhidrofobik kaplamaların mekanik dayanımları düşen kum aşınma testi ve doğrusal abrazif aşınma testi kullanılarak incelenmiş ve kaplamaların üretim parametreleri ile mekanik dayanımları arasındaki ilişki tartışılmıştır.

2. MALZEME VE YÖNTEM (MATERIAL AND METHOD)

Epoksi reçine; Kukdo Chemical'dan tedarik edilen, 184-190 g/eq epoksi eşdeğer ağırlığına ve 11500-13500 cps (25°C) viskoziteye sahip bisfenol a diglisidil eterdir. Epoksi reçinenin mofidiye edilmesi amacıyla amino fonksiyonlu polisiloksan (PS) (TEGO Phobe 1505, Evonik Industries) ve vinil ile sonlandırılmış polidimetilsiloksan (PDMS) (Sylgard 184 Silikon Elastomer, DOW) olmak üzere iki farklı hidrofobik ajan kullanılmıştır. Epoksi kaplamalar izoforondiamin (IPA) (%99,8) (Baxxodur EC 201, BASF) sertleştirici kullanılarak kürlenmiştir. Kaplamalarda kullanılan nanoparçacık, 230-290 m2/g spesifik yüzey alanına ve 7-40 nm ortalama parçacık boyutuna sahip, yüzeyi hekzametildisilan (HMDS) ile işlenmiş hidrofobik fumed silikadır (Aerosil R 812, Evonik Industries). Kaplamaların üretiminde Paasche Airbrush VL serisi boya tabancası, Einhell TC-AC 190/6/8 OF yağsız kompresör ile basınçlandırılmıştır. Epoksi/SiO2 kaplamaların üretiminde kullanılan aseton (%99,5) Tekkim'den, etil asetat (%99,5) Emboy'dan tedarik edilmiştir.

2.1. Kaplamaların Hazırlanması (Preparation of Coatings)

15 ml çözücüye 2 g epoksi eklenmiş ve manyetik karıştırıcı ile 30 dakika karıştırılarak epoksinin aseton içerisinde çözünmesi sağlanmıştır. Çözücü-epoksi karışımına farklı miktarlarda (0,4 g, 0,6 g ve 0,8 g) PS ya da PDMS eklenmiş ve karışım 60 °C'de 75 dakika süre ile manyetik karıştırıcıda düşük devirde karıştırılarak epoksi reçine muamele edilmiştir. İşlem esnasında çözücünün buharlaşması nedeniyle, PS ya da PDMS ile muamele edilmiş epoksi reçineye 25 ml çözücü ilave edilmiştir. Karışıma farklı miktarlarda (1 g, 1,5 g ve 2 g) SiO₂ nanoparçacık eklenerek ultrasonik homojenizatör ile 20 kHz 50 Watt gücünde 60 dakika süre ile homojenize edilmiştir. Elde edilen homojen solüsyona 0,5 g IPA eklenmiş ve ultrasonik homojenizatör ile 15 dakika homojenleştirilmiştir. PDMS kullanılarak hazırlanan solüsyonlarda IPA ile eş zamanlı olarak, kullanılan PDMS miktarının %10'u oranında PDMS kürleme ajanı eklenmiştir. Epoksinin PS ile muamele edildiği kaplamaların hazırlanmasında çözücü olarak aseton kullanılmıştır. PDMS'nin aseton içerisinde çözünmemesi nedeniyle epoksi reçinenin PDMS ile muamele edildiği kaplamaları hazırlanmasında çözücü olarak aseton kullanılmıştır. PDMS'nin aseton içerisinde çözünmemesi nedeniyle epoksi reçinenin PDMS ile muamele edildiği kaplamaları etil asetat kullanılarak üretilmiştir.

Ultrasonik homojenleştirme işlemi sonucunda solüsyonda oluşan hava kabarcıklarının yok olması için kısa bir süre bekletilen solüsyonlar, aseton ile silinerek temizlenmiş ve 70°C sıcaklıkta kurutulmuş 2,5x7,5 cm boyutundaki cam yüzeylere boya tabancası ile uygulanmıştır. Sprey kaplama işlemi 0,7 mm çaplı nozul kullanılarak 25 cm mesafeden, 90° açı ve 4 bar basınç ile yapılmıştır. 3 saniye ve 5 saniye olmak üzere iki farklı uygulama süresi belirlenmiştir. Mesafenin ve açının değişiklik göstermemesi amacıyla cam yüzeylerin ve boya tabancasının sabitlenebileceği ahşap bir stant hazırlanmış ve kullanılmıştır. Kaplanmış cam yüzeyler 70 °C'de 12 saat kürlenmiştir.

Sonuç olarak, epoksinin PS ve PDMS ile muamele edildiği iki farklı set kaplama hazırlanmıştır. Her bir sette; siloksan miktarı, nanoparçacık miktarı ve uygulama süresi farklılaştırılarak toplamda 36 farklı kaplama üretilmiştir. Siloksan miktarının epoksiye göre ağırlıkça oranı %20, %40 ve %60; nanoparçacık miktarının epoksiye göre ağırlıkça oranı ise %50, %75 ve %100'dür.

Üretilen kaplamaların kodlanmasında kullanılan sistem aşağıda verilmiştir:

$EP_2/PS_{0,4}/NP_{1,5}/3$ ya da $EP_2/PDMS_{0,6}/NP_{1,5}/5$

Kaplamadaki epoksi (EP), polisiloksan (PS), polidimetilsiloksan (PDMS) ve nanoparçacık (NP) miktarı alt simgelerle gösterilmiştir. Kodlamanın sonundaki rakam ise uygulama süresini ifade etmektedir.

2.2. Temas Açısı ve Kayma Açısı Ölçümleri (Contact Angle and Sliding Angle Measurements)

Kaplamaların temas açısı ölçümleri ev yapımı temas açısı ölçüm cihazı kullanılarak yapılmıştır. 10 µl mikrolitre şırınga kullanılarak numune yüzeyine 10 µl saf su bırakılmış ve her numunenin üç farklı noktasından görüntü alınmıştır. Görüntüler, ImageJ ve "DropSnake and LB_ADSA" eklentisinin LB_ADSA modülü ile işlenmiş ve statik temas açısı değerleri elde edilmiştir [5].

Numunelerin kayma açılarının ölçülebilmesi amacıyla ev yapımı basit bir sistem kullanılmıştır. Numuneler, bir kenarı yatay bir düzleme sabitlenmiş, sabitlenmiş bu kenarı etrafından döndürülebilen bir yüzey üzerine yerleştirilmiş ve numunelerin yüzeyine 10 µl saf su bırakılmıştır. Levhanın sabitlenmemiş olan kenarı, numune üzerindeki su damlasının kaymaya başladığı eğime kadar düşük hızla yukarı doğru çekilerek levhanın eğimi kademeli olarak artırılmıştır. Yüzey eğimi, döndürülen yüzeye yatay pozisyonda yerleştirilen bir akıllı telefon ve yüzey eğimini 0,1° hassasiyetle ölçmeye olanak sağlayan Clinometer isimli yazılım kullanılarak ölçülmüştür.

2.3. Yüzey Karakterizasyonu (Surface Characterization)

Kaplamalar Nanovea PS50 temassız üç boyutlu profilometre ile karakterize edilmiştir. Her bir numunenin yüzeyinde 1 x 1 mm2 büyüklüğündeki bir alan 5µm hassasiyette taranmış ve elde edilen veriler Digitalsurf Mountains Software 6 yazılımı ile yüzey topoğrafi üretilmiştir. Mekanik kararlılık testlerinin, numunelerin yüzey yapısında yarattığı değişimin incelenmesi amacıyla mekanik kararlılık testlerinin ardından numune yüzeyleri profilometre ile tekrar taranmıştır.

2.4. Düşen Kum Aşınma Testi (Sand Impact Abrasion Test)

Düşen kum aşınma testi, 60 meş parçacık boyutuna sahip alümina parçacık kullanılarak süperhidrofobik özellik gösteren kaplamalara uygulanmıştır. 50 gram alümina parçacık 40 cm yükseklikten, 45° açı ile yerleştirilmiş olan numunelerin yüzeyine bırakılmış ve parçacıkların neden olduğu aşınma sonucunda kaplamaların hidrofobik özelliklerindeki değişimin incelenmesi amacıyla statik temas açısı ve kayma açısı ölçümleri yapılmıştır. Her ölçüm işleminden önce numunelerin yüzeyi basınçlı hava ile temizlenmiştir. Su temas açısı 150°'nin altına düşene kadar test ve ölçüm işlemleri tekrarlanmıştır.

2.5. Doğrusal Abrazif Aşınma Testi (Linear Abrasion Test)

Doğrusal abrazif aşınma testi, 1000 gritlik SiC zımpara ve 200 gram kurşun ağırlık kullanılarak statik temas açısı 150°'den büyük ve kayma açısı 10°'den küçük olan kaplamalara uygulanmıştır. Öncelikle zımpara aşındırıcı yüzeyi üstte olacak şekilde düz bir zemin üzerine yerleştirilmiştir. Numunelerin kaplanmış yüzeyleri zımpara ile temas edecek şekilde zımparanın üzerine konumlandırılmış, ardından 200 gramlık ağırlık numunenin üzerine yerleştirilmiştir. Numuneler, bu ağırlık altında 10 cm ileri ve 10 cm geri kaydırılarak kaplamaların aşınması sağlanmış ve işlem 3 kez tekrarlandıktan sonra numune yüzeyleri basınçlı hava ile temizlenerek statik temas açısı ve kayma açısı ölçümleri yapılmıştır. Bu işlem, su temas açısı 150°'nin altına düşene kadar tekrarlanmıştır. Zımpara yüzeyindeki kalıntıların temizlenmesi, her aşındırma işleminden sonra basınçlı hava ile sağlanmıştır.

3. DENEYSEL BULGULAR (EXPERIMENTAL FINDINGS)

Epoksi yapısı gereği hidrofilik özellik göstermektedir. Epoksi reçinenin iki farklı siloksan ile muamele edilmesi ve SiO₂ nanoparçacık ile yüzey pürüzlülüğünün sağlanması sonucunda kaplamaların tamamında 150°'nin üzerinde statik su temas açıları elde edilmiştir. Kayma açısı 10°'nin üzerinde olan iki kaplama dışındaki bütün kaplamalar süperhidrofobik özellik göstermektedir. Bu bölümde verilen temas açısı değerleri, aynı kompozisyona sahip iki farklı numunenin üç farklı noktasında yapılan toplam altı ölçümün aritmetik ortalaması olarak verilmiştir. Kayma açısı ise yine aynı kompozisyona sahip iki numuneden elde edilmiştir. Mekanik dayanım testleri sırasında aşındırılan bölgenin yüzey alanının küçüklüğü nedeniyle numune üzerinde işaretlenen ve aşınmanın en yoğun olarak gözlemlendiği yalnızca bir noktada temas açısı ve kayma açısı ölçümleri yapılmıştır.

Bu çalışma kapsamında üretilen kaplamaların ortalama temas açısı, ortalama kayma açısı ve standart sapma değerleri Tablo 1'de verilmiştir. Su temas açısı, nanoparçacık yoğunluğundaki artışa bağlı olarak önce önemli oranda artış göstermekte, ardından ise siloksan türüne ve miktarına göre ya artış oranı azalmakta ya da temas açısı küçülmektedir. EP2/PS0,8/NP1/3 ve EP2/PS0,8/NP1/5 kodlu kaplamalar, kayma açılarının 10°'nin üzerinde olması nedeniyle süperhidrofobik özellik göstermemiştir. Bu kaplamalar dışındaki bütün kaplamalarda 10°'nin altında kayma açıları kayıt altına alınırken bütün kaplamalarda en küçük kayma açısı değerleri 1,5 gram SiO₂ içeren kaplamalarda elde edilmiştir.

Yüksek miktarda nanoparçacık ve siloksan içeren kaplamalarda gözle görülebilen büyüklükte mikro çatlakların ortaya çıktığı ve kaplamanın cam yüzeye yapışmadığı gözlemlenmiştir. Bu mikro çatlaklar epoksinin gevrek bir yapıya sahip olmasından ve çözücünün buharlaşması esnasında kaplamanın maruz kaldığı stresten kaynaklanmaktadır [6]. Ek olarak, kaplamada gözlemlenen çatlakların nanoparçacık yoğunluğuna bağlı olduğunu bildiren çalışmalar bulunmaktadır [7]. Çatlaklar, pürüzlülük rolü oynayarak yüzey pürüzlülüğünün artmasına neden olurken, su damlasının bu çatlakların içine girmesi kaplamaların su iticilik performansını olumsuz etkilemektedir.

Yüksek miktarda nanoparçacık ve siloksan içeren kaplamalarda uygulama süresindeki artışla birlikte kaplama yüzeyindeki çatlaklar derinleşmiş ve kaplamaların yüzeye yapışmama sorunu artmıştır. Uygulama süresindeki artış kaplamaların yüzey morfolojilerinde değişime neden olmuştur. Yüzey pürüzlülüğü sağlayan mikro yapıların yerini milimetre mertebelerinde boyutlara ulaşan yapılar ve bu yapıları birbirinden ayıran derin çatlaklar almıştır. Kaplamanın mekanik dayanım performansını da olumsuz etkileyen bu morfolojik değişim yüksek miktarda nanoparçacık ve siloksan içeren kaplamalarda daha belirgin olarak gözlemlenmiştir.

Tablo 1. Kaplamaların SiO₂ yoğunluğu, ortalama temas açısı, ortalama kayma açısı ve standart sapma değerleri (Ort. TA: Ortalama temas açısı, SS_{TA}: Temas açısı standart sapma değeri, Ort. KA: Ortalama kayma açısı, SS_{KA}: Kayma açısı standart sapma değeri, *: Su damlasının yüzeyde sabit durmaması nedeniyle kayma açı değerinin ölçülemediği ve "<1°" şeklinde gösterildiği numunelerde standart sapma değerleri hesaplanmamıştır.)

Numune	SiO2 Yoğunluğu	3 saniye uygulama süresi				5 saniye uygulama süresi			
		Ort. TA	SSTA	Ort. KA	SS _{KA}	Ort. KA	SS _{TA}	Ort. KA	SS _{KA}
EP ₂ /PS _{0,4} /NP ₁	%41,6	154,1°	2,03	6,4°	0,57	154,5°	2,46	5,5°	0,99
EP ₂ /PS _{0,4} /NP _{1,5}	%62,5	159,9°	2,10	0,9°	0,21	161,6°	3,54	2,3°	0,35
EP ₂ /PS _{0,4} /NP ₂	%83,3	162,1°	3,23	3,0°	1,13	160,2°	3,24	7,5°	0,71
EP ₂ /PS _{0,6} /NP ₁	%38,5	155,9°	2,19	5,9°	0,14	154,8°	2,08	5,9°	0,49
EP ₂ /PS _{0,6} /NP _{1,5}	%57,6	163,8°	2,78	2,5°	0,07	161,4°	3,41	2,0°	0,42
EP ₂ /PS _{0,6} /NP ₂	%76,9	162,0°	2,54	3,2°	0,21	161,5°	3,62	5,6°	0,85
EP ₂ /PS _{0,8} /NP ₁	%35,7	153,8°	2,86	23,4°	0,85	156,0°	1,51	13,4°	0,85
EP ₂ /PS _{0,8} /NP _{1,5}	%53,6	165,6°	3,63	2,3°	0,21	164,1°	3,06	2,7°	0,21
EP ₂ /PS _{0,8} /NP ₂	%71,4	162,0°	2,01	3,8°	0,28	161,8°	3,57	6,5°	0,00
EP ₂ /PDMS _{0,4} /NP ₁	%41,6	163,1°	3,94	2,6°	0,21	158,4°	3,98	2,4°	0,85
EP ₂ /PDMS _{0,4} /NP _{1,5}	%62,5	170,1°	3,84	<1°	*	163,8°	3,50	<1°	*
EP ₂ /PDMS _{0,4} /NP ₂	%83,3	166,6°	3,56	<1°	*	163,5°	3,50	2,7°	0,42
EP ₂ /PDMS _{0,6} /NP ₁	%38,5	165,2°	3,52	4,8°	1,70	157,2°	3,57	4,9°	1,20
EP ₂ /PDMS _{0,6} /NP _{1,5}	%57,6	166,7°	3,06	<1°	*	163,6°	2,85	<1°	*
EP ₂ /PDMS _{0,6} /NP ₂	%76,9	165,8°	2,66	2,7°	0,28	164,6°	2,24	1,8°	0,49
EP ₂ /PDMS _{0,8} /NP ₁	%35,7	164,7°	2,01	1,8°	1,06	161,4°	1,76	2,3°	0,35
EP ₂ /PDMS _{0,8} /NP _{1,5}	%53,6	162,3°	1,75	<1°	*	161,7°	1,75	<1°	*
EP ₂ /PDMS _{0,8} /NP ₂	%71,4	161,6°	2,00	1,9°	0,35	161,5°	2,32	2,7°	0,49

Sprey kaplama yöntemi ile üretilen süperhidrofobik kaplamalarda, uzun uygulama sürelerinin kaplamanın performansını önemli ölçüde düşürdüğü, temas açısının belirli bir uygulama süresinden sonra azalma yönünde eğilim gösterdiği, uygulama süresinin temas açısı üzerindeki bu etkisinin nanoparçacık yoğunluğundan etkilendiği ve yüksek uygulama sürelerinde kaplamanın yüzeye yapışmadığı yönünde benzer sonuçlar içeren çalışmalar bulunmaktadır [8]. Uygulama süresine bağlı olarak yüzey morfolojisindeki değişim Şekil 1'de gösterilmiştir. Yüksek miktarda PS ya da PDMS ve nanoparçacık içeren ve 5 saniye uygulama süresi ile hazırlanmış EP-PS ve EP-PDMS kaplamaların yüzey morfolojilerindeki benzerlik dikkat çekmektedir.



Şekil 1. Uygulama süresindeki artışın yüzey morfolojisinde neden olduğu değişim a) EP₂/PS_{0,8}/NP₂/3 b) EP₂/PS_{0,8}/NP₂/5 c) EP₂/PDMS_{0,8}/NP₂/3 d) EP₂/PDMS_{0,8}/NP₂/5

3.1. Dinamik Darbe Dayanımı (Dynamic Impact Resistance)

Bu çalışma kapsamında üretilen kaplamaların dinamik darbe dayanımları düşen kum aşınma testi ile incelenmiştir. Kaplamalar 50 gram aşındırıcı kullanılarak aşındırıldıktan sonra temas ve kayma açıları ölçülmüş ve 150°'nin altında temas açısı ölçülene kadar bu işlem tekrarlanmıştır. Tekrar eden her bir işlem bir "çevrim" olarak adlandırılmıştır. Teknik kısıtlılıklar nedeniyle 40°'nin üzerindeki kayma açıları ölçülememiş olup 40°-90° arasındaki kayma açıları grafiklerde 40° olarak gösterilmiştir. Kayma açısı grafiğinin sonlandığı değer ise su damlasının kaplama yüzeyine yapıştığını ve yüzeyde kaymadığını göstermektedir.

3.1.1. Epoksi/PS/SiO₂ Kaplamalar (Epoxy/PS/SiO₂ Coatings)

Şekil 2'de 0,6 gram polisiloksan içeren ve 3 saniye uygulama süresi ile üretilmiş olan EP-PS kaplamaların aşındırıcı kütlesine bağlı olarak temas ve kayma açılarındaki değişim verilmiştir. İlk çevrimin sonunda EP₂/PS_{0,4}/NP₁/3 ve EP₂/PS_{0,4}/NP₂/3 kodlu kaplamaların temas açılarında belirgin bir düşüş ortaya çıkarken her üç kaplamanın da kayma açısı 10°'nin üzerine çıkmıştır. EP₂/PS_{0,4}/NP_{1,5}/3 kodlu kaplama, Şekil 2'de gösterilen kaplamalar arasında en yüksek dayanıma sahip kaplamadır. 3. çevrimin sonunda kayma açısının 40°'nin üzerine çıkmasına karşın 150°'nin üzerinde su temas açısına sahip tek kaplamanın bu kaplama olduğu görülmektedir.



Şekil 2. 0,6 gram PS içeren EP-PS kaplamaların aşındırıcı kütlesine bağlı olarak temas ve kayma açılarındaki değişim

Yüksek miktarda polisiloksan içeren EP₂/PS_{0,8}/NP_{1,5}/3 kodlu kaplamanın temas açısındaki ani düşüş ve su damlasının yüzeye yapışması nedeniyle kayma açısının ölçülememiş olması dikkat çekmektedir. Bu kaplamada, ilk çevrimin sonunda kaplama kalınlığı ve kaplama yüzeyindeki mikro yapıların yoğunluğu önemli oranda azalmış ve yüzeyde geniş pürüzsüz alanlar ortaya çıkmıştır. Aşınma sonucunda yüzey morfolojisinden meydana gelen değişim Şekil 4'te verilmiştir.



Şekil 3. 1,5 gram SiO₂ nanoparçacık içeren EP-PS kaplamaların aşındırıcı kütlesine bağlı olarak temas ve kayma açılarındaki değişim

EP₂/PS_{0,4}/NP_{1,5}/3 ve EP₂/PS_{0,6}/NP_{1,5}/3 kodlu kaplamalarda ise 3. çevrimin sonunda temas açıları 150°'nin altına düşmüş ve kayma açıları 40°'nin üzerine çıkmıştır. 3 saniye uygulama süresi ile üretilen EP-PS kaplamalar içerisinde dinamik darbe dayanımı en iyi olan kaplamanın EP₂/PS_{0,4}/NP_{1,5}/3 kodlu kaplama olduğu görülmektedir.



Şekil 4. EP₂/PS_{0,8}/NP_{1,5}/3 kodlu numenin aşınma öncesi ve sonrası üç boyutlu yüzey topoğrafi a) Aşınma öncesi b) Aşınma sonrası

EP-PS kaplamaların önemli bir kısmı dinamik darbelere direnç gösterememiş olup 50 gram veya 100 gram aşındırıcı parçacığa maruz kaldığında yüzeyden tamamen soyulmuştur. Yüksek miktarda nanoparçacık içeren kaplamaların dinamik darbe dayanımları oldukça düşük olduğu görülmektedir. En iyi sonuç; 1,5 gram nanoparçacık ile 0,4 ve 0,6 gram polisiloksan içeren kaplamalarda elde edilmiştir. Bu kaplamalarda, 150 gram aşındırıcı parçacığa maruz kaldıktan sonra 150°'nin altında temas açıları ölçülmüştür. Uygulama süresi EP-PS kaplamaların dinamik darbe dayanımı üzerinde önemli bir rol oynamamıştır.

3.1.2. Epoksi/PDMS/SiO₂ Kaplamalar (Epoxy/PDMS/SiO₂ Coatings)



Şekil 5. 0,6 gram PDMS içeren EP-PDMS kaplamaların aşındırıcı kütlesine bağlı olarak temas ve kayma açılarındaki değişim

Şekil 5'te 3 saniye uygulama süresi ile üretilmiş 0,6 gram PDMS içeren, Şekil 6'da ise yine 3 saniye uygulama süresi ile üretilmiş 2 gram nanoparçacık içeren EP-PDMS kaplamaların dinamik darbelere direnç gösteremediği ve ilk çevrimlerden itibaren su iticilik özelliklerini yitirdiği görülmektedir. Bu kaplamalarda ilk aşındırma çevrimlerinin sonunda su temas açıları 150°'nin altına düşmüştür ve dinamik darbe dayanımları arasında önemli farklılıklar tespit edilmemiştir.



Şekil 6. 2 gram nanoparçacık içeren EP-PDMS kaplamaların aşındırıcı kütlesine bağlı olarak temas ve kayma açılarındaki değişim

EP-PDMS kaplamalarda uygulama süresi kaplamanın dinamik darbe dayanımı üzerinde önemli bir role sahiptir. En iyi sonuçların elde edildiği 1,5 gram nanoparçacık içeren EP-PDMS kaplamaların temas ve kayma açılarındaki değişim aşındırıcı miktarına bağlı olarak Şekil 7'de verilmiştir. 5 saniye uygulama süresi ile üretilen kaplamaların dinamik darbe dayanımının oldukça yüksek olduğu görülmektedir. Dikkat çeken önemli bir nokta ise 3 saniye uygulama süresi ile üretilen kaplamaların daha büyük temas açısına sahip olmalarına rağmen dinamik darbe testinde temas açısında gözlemlenen ani düşüştür. Bu sonuç, ıslanabilirlik parametreleri ile dinamik darbe dayanımı arasında doğrudan bir ilişki olmadığına işaret etmektedir. En yüksek darbe dayanımı EP₂/PDMS_{0,8}/NP_{1,5}/5 kodlu kaplamada elde edilmiştir. Bu kaplamada, 450 gram aşındırıcı parçacığın neden olduğu aşınma sonrasında 153,5° teması açısı ve ~ 30° kayma açısı ölçülmüştür. Aşınma sonucunda bu kaplamada meydana gelen morfolojik değişim ise Şekil 8'de verilmiştir.



Şekil 8. EP₂/PDMS_{0,8}/NP_{1,5}/5 kodlu kaplamanın aşınma sonucunda yüzeyinde meydana gelen morfolojik değişim a) aşınma öncesi b) aşınma sonrası



Şekil 7. EP-PDMS kaplamaların dinamik darbe dayanımının uygulama süresine bağlı olarak değişimi a) EP₂/PDMS_{0,4}/NP_{1,5} b) EP₂/PDMS_{0,6}/NP_{1,5} c) EP₂/PDMS_{0,8}/NP_{1,5}

EP-PS kaplamaların dinamik darbe dayanımının oldukça düşük olduğu ve üretim parametrelerinin kaplamanın dayanımı üzerinde belirleyici bir rol oynamadığı görülmüştür. EP-PS kaplamaların aksine EP-PDMS kaplamalarda üretim parametrelerinin dinamik darbe dayanımı üzerinde önemli bir etki göstermiştir. Kaplamaların önemli bir kısmında uygulama süresindeki artış kaplamanın dayanımında belirgin bir artışa neden olmuştur. 1,5 gram nanoparçacık içeren kaplamaların dayanımı belirgin bir biçimde daha yüksektir. En yüksek dinamik darbe dayanımının elde edildiği, 5 saniye uygulama süresi ile üretilen ve 1,5 gram nanoparçacık içeren EP-PDMS kaplamalarda dinamik darbe dayanımının PDMS miktarındaki artışla birlikte arttığı tespit edilmiştir.

Bu çalışmada üretilen tüm kaplamalar arasında en yüksek darbe dayanımı EP₂/PDMS_{0,8}/NP_{1,5}/5 kodlu kaplamada elde edilmiştir. Bu kaplama, Tablo 2'de verilen, epoksi reçine kullanılarak sprey kaplama yöntemi ile üretilen ve mekanik dayanımları düşen kum testi ile ölçülen çalışmaların büyük bölümünden daha iyi dinamik darbe dayanım özelliği sergilemiştir.

Matris ve nanoparçacık	Yüzey	Aşındırıcı parçacık boyutu ve türü	Yüzey eğimi ve yükseklik	Aşındırıcı kütlesi ya da aşındırma süresi	Sonuç: Temas açısı (TA) ve kayma açısındaki (KA) değişim	Ref.
Epoksi Reçine Haloysit nanotüp	Paslanmaz çelik meş	180–280 μm çaplı parçacık	45° 18 cm	25 g 30 g	25 g için TA>150° 30 g için TA=147° ve su-yağ ayırma verimliliği %98,4	[9]
Florosilikon reçine/epoksi reçine karışımı SiO ₂	Cam İzolatör	80-200 μm çaplı kum tanesi	45° 30 cm	10 g	TA=153,2° ± 2°	[10]
Epoksi reçine Al ₂ O ₃	Alüminyum	355-710 μm çaplı SiO ₂ parçacık	45° 30 cm	1100 g (20 gram, 55 çevrim)	1100 g (20 g, 55 çevrim) sonunda hala su itici özelliğini korumuştur.	[11]
Epoksi SiO ₂ NP/ Polistiren (çekirdek/kabuk)	Cam	300-1000 mm çaplı kum tanesi	45° 40 cm	500 gram (50 g, 10 çevrim)	TA>160° TAH<10°	[12]
Epoksi reçine SiO ₂	Çelik	0,5-1,0 mm	45° 100 cm	80 g 60 s	TA=151° ve KA=5°	[13]

Tablo 2. Epoksi reçine kullanılarak sprey kaplama yöntemi ile üretilen ve mekanik dayanımı düşen kum testi ile ölçülen süperhidrofobik kaplamalar ve test parametreleri

3.2. Doğrusal Abrazif Aşınma Dayanımı (Linear Abrasive Wear Resistance)

Doğrusal abrazif aşınma testinde, kaplamalar 200 gram ağırlık altında 1000 gritlik SiC zımpara ile aşındırılmıştır. Numuneler, zımpara üzerinden 10 cm ileri ve 10 cm geri kaydırılarak yüzeyin aşınması sağlanmış ve bu işlem 3 kez tekrarlandıktan sonra temas ve kayma açıları ölçülmüştür. Bu aşındırma işlemi "çevrim" olarak adlandırılmış ve 150°'nin altında temas açısı ölçülene değin tekrarlanmıştır. Düşen kum testinde olduğu gibi; 40°'nin üzerindeki kayma açıları ölçülememiş olup 40-90° arasındaki kayma açıları grafiklerde 40° olarak gösterilmiştir. Kayma açısı grafiğinin sonlandığı değer ise su damlasının kaplama yüzeyine yapıştığını ve yüzeyde kaymadığını göstermektedir.

3.2.1. Epoksi/PS/SiO₂ Kaplamalar (Epoxy/PS/SiO₂ Coatings)

Şekil 9'de 3 saniye uygulama süresi ile üretilen ve 0,6 gram PS içeren EP-PS kaplamaların temas ve kayma açılarındaki değişim aşınma çevrimlerine bağlı olarak verilmiştir. EP₂/PS_{0,6}/NP₂/3 kodlu kaplamanın aşınma dayanımının oldukça zayıf olduğu görülmektedir. 6. çevrimin sonunda temas açısı yaklaşık 125°'ye düşmüş ve suyun yüzeye yapışması sonucunca kayma açısı ölçülememiştir. 2 gram nanoparçacık içeren kaplamalarda PS miktarındaki artışla birlikte kaplama yüzeyinde mikro çatlakların oluştuğu ve kaplamanın yüzeye yapışmadığı gözlemlenmiştir. Bu durum, kaplamanın abrazif aşınma dayanımını olumsuz etkilemiştir.



Şekil 9. 0,6 gram PS içeren EP-PS kaplamaların aşınma çevrimlerine bağlı olarak temas ve kayma açılarındaki değişim

EP₂/PS_{0,6}/NP₁/3 kodlu kaplamada ise 6. çevrimin sonunda kayma açısı 40°'nin üzerine çıkmış ve 12. çevrimin sonuna kadar 40-90° arasında kayma açısı ölçülmüştür. Bu kaplamada 12. çevrimin sonunda temas açısının 150°'nin altına düştüğü ve yaklaşık 143° temas açısı ölçüldüğü görülmektedir. EP₂/PS_{0,6}/NP_{1,5}/3 kodlu kaplama, 3 saniye uygulama süresi ile üretilen ve 0,6 g PS içeren kaplamalar arasında en yüksek aşınma dayanımına sahiptir. 9. çevrimin sonunda kayma açısının 40°'nin üzerine çıkmasına karşın temas açısı 15 aşınma çevrimi boyunca 150°'nin üzerinde kalmıştır. Bu çevrimin ardından kaplama yüzeyden tamamen soyulduğu için temas açısı ölçülmemiştir. 1,5 gram nanoparçacık içeren EP-PS kaplamalar, aynı zamanda EP-PS kaplamalar içerisinde su iticilik performansı en yüksek olan kaplamalardır.

Şekil 10'da 1,5 gram nanoparçacık içeren EP-PS kaplamaların aşınma çevrimlerine bağlı olarak temas ve kayma açılarındaki değişim verilmiştir. Farklı miktarlarda nanoparçacık içeren bu kaplamalar içerisinde de en yüksek abrazif aşınma dayanımına sahip olan kaplamanın $EP_2/PS_{0,6}/NP_{1,5}/3$ kodlu kaplama olduğu görülmektedir. Uygulama süresi ise EP-PS kaplamaların abrazif aşınma dayanımı önemli bir rol oynamamıştır.

EP-PS kaplamaların önemli bir bölümü teğetsel yüklere karşı dayanım gösterememiş ve ilk 3 aşınma çevrimi sonunda yüzeyden tamamen veya büyük oranda soyulmuştur. Bu kaplamalar içerisinde en yüksek aşınma dayanımı 0,6 gram PS ve 1,5 gram SiO₂ nanoparçacık içeren EP₂/PS_{0,6}/NP_{1,5}/3 kodlu kaplamada elde edilmiştir. Bu kaplamada 15. aşınma çevrimi (200 cm) sonunda ölçülen temas açısı 157,6°'dir.



Şekil 10. 1,5 gram SiO₂ nanoparçacık içeren EP-PS kaplamaların aşınma çevrimlerine bağlı olarak temas ve kayma açılarındaki değişim

3.2.2. Epoksi/PDMS/SiO₂ Kaplamalar (Epoxy/PDMS/SiO₂ Coatings)

Şekil 11'de 3 saniye uygulama süresi ile üretilen ve 0,6 gram PDMS içeren EP-PDMS kaplamaların temas ve kayma açılarındaki değişim aşınma çevrimlerine bağlı olarak verilmiştir. Nanoparçacık miktarı, EP-PDMS kaplamaların aşınma dayanımı üzerinde belirleyici bir etkiye sahiptir. 1 ve 2 gram nanoparçacık içeren kaplamalarda ilk çevrimlerin sonunda temas açısı 150°'nin altına düşerken, EP₂/PDMS_{0,6}/NP_{1,5}/3 kodlu kaplamanın temas ve kayma açıları incelendiğinde; kayma açısının 21. çevrime kadar 40°'nin altında bir değer aldığı, temas açısının ise 48. çevrimin sonunda 150°'nin altında düşerek 144,1° olduğu görülmektedir.



Şekil 11. 3 saniye uygulama süresi ile üretilen ve 0,6 gram PDMS içeren EP-PDMS kaplamaların aşınma çevrimlerine bağlı olarak temas ve kayma açılarındaki değişim

Her iki siloksan türü ile üretilen kaplamalarda da 0,6 gram siloksan ve 1,5 gram nanoparçacık içeren kaplamaların en iyi abrazif aşınma dayanımına sahip olduğu görülmüştür. EP-PS kaplamalar arasında en yüksek aşınma dayanımına sahip olan EP₂/PS_{0,6}/NP_{1,5}/3 kodlu kaplamanın 15. çevrimin sonundan yüzeyden tamamen soyulduğu belirtilmişti. Buna karşın EP₂/PDMS_{0,6}/NP_{1,5}/3 kodlu kaplamada 45. çevrimin sonunda dahi 150°'nin üzerinde temas açısı ölçülmüştür ve kaplama cam yüzeydeki varlığını korumuştur. Dolayısıyla nanoparçacık ve siloksan miktarının yanı sıra siloksan türünün de kaplamaların abrazif aşınma davranışı üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu görülmektedir. EP₂/PDMS_{0,6}/NP_{1,5}/3 kodlu kaplamanın, aşınma sonucunda yüzey morfolojisinden meydana gelen değişim Şekil 12'de görülmektedir. Aşınma sonucunda kaplama kalınlığı ve yüzey pürüzlülüğü önemli oranda azalmıştır. Yüzeye homojen olarak dağılmış mikro yapılar, aşınmaya bağlı olarak yerini yüksekliği daha küçük ve daha büyük boyutlu mikro yapılara bırakmıştır.



Şekil 12. EP₂/PDMS_{0,6}/NP_{1,5}/3 kodlu kaplamanın yüzeyinde aşınma sonucunda meydana gelen morfolojik değişim a) aşınma öncesi b) aşınma sonrası

3 saniye uygulama süresi ile üretilen ve 1,5 gram SiO₂ nanoparçacık içeren EP-PDMS kaplamaların aşınma çevrimlerine bağlı olarak temas ve kayma açılarındaki değişim Şekil 13'te verilmiştir. EP₂/PDMS_{0,4}/NP_{1,5}/3 kodlu kaplamanın 12. aşınma çevrimi sonunda yüzeyden büyük oranda soyulmuş olması nedeniyle temas açısı ölçülememiştir. 0,4 gram PDMS içeren bu kaplamanın aşınma dayanımı, 0,6 ve 0,8 gram PDMS içeren kaplamalara göre oldukça düşüktür. PDMS miktarındaki artışla birlikte kaplamaların aşınma dayanımı önemli oranda artış göstermiştir. EP₂/PDMS_{0,6}/NP_{1,5}/3 kodlu kaplamada 48. çevrimin sonunda, EP₂/PDMS_{0,8}/NP_{1,5}/3 kodlu kaplamada ise 42. çevrimin sonunda temas açısı 150°'nin altında inmiştir. Temas açısındaki değişim yönüyle bu iki kaplama arasında önemli bir farklılık bulunmamasına karşın kayma açısındaki farklılıklar dikkat çekmektedir. EP₂/PDMS_{0,6}/NP_{1,5}/3 kodlu kaplamada kayma açısı 21. çevrimin sonunda 40°'nin üzerine çıkmıştır. 24. çevrimin sonunda ise su damlasının yüzeye yapışması ve kaymaması sonucunda kayma açısı ölçülememiştir. EP₂/PDMS_{0,8}/NP_{1,5}/3 kodlu kaplamada ise kayma açısı 24. çevrimin sonunda 40°'nin üzerine çıkmıştır. 24. çevrimin sonunda ise su damlasının yüzeye yapışması ve kaymaması sonucunda kayma açısı ölçülememiştir. EP₂/PDMS_{0,8}/NP_{1,5}/3 kodlu kaplamada ise kayma açısı 24. çevrimin sonunda 40°'nin üzerine çıkmıştır. 24. çevrimin sonuna değin su damlasının hala yüzeyde kayması nedeniyle 40-90° arasında kayma açıları ölçülmüştür.



Şekil 13. 1,5 gram SiO₂ nanoparçacık içeren EP-PDMS kaplamaların aşınma çevrimlerine bağlı olarak temas ve kayma açılarındaki değişim



Şekil 14. EP-PDMS kaplamaların doğrusal abrazif aşınma dayanımının uygulama süresine bağlı olarak değişimi a) EP₂/PDMS_{0,4}/NP_{1,5} b) EP₂/PDMS_{0,6}/NP_{1,5} c) EP₂/PDMS_{0,8}/NP_{1,5}

Şekil 14'te, 1,5 gram SiO₂ nanoparçacık içeren EP-PDMS kaplamaların doğrusal abrazif aşınma dayanımının uygulama süresine bağlı olarak değişimi görülmektedir. 0,4 gram PDMS içeren kaplamalarda uygulama süresinin doğrusal aşınma dayanımı üzerinde önemli bir etkiye sahip olmadığı görülmektedir. Buna karşın 0,6 ve 0,8 gram PDMS içeren kaplamalarda uygulama süresindeki artış doğrusal aşınma dayanımın olumsuz etkilemektedir. En yüksek abrazif aşınma dayanımının elde edildiği EP₂/PDMS_{0,6}/NP_{1,5}/3 kodlu kaplama; Tablo 3'te verilen, literatürde yer alan ve epoksi reçine kullanılarak üretilen süperhidrofobik kaplamaların büyük bölümünden daha iyi aşınma dayanımı özelliği sergilemiştir.

Matris	Nanopar- çacık Ortalama Parçacık Çapı	Yüzey	Aşındırıcı	Ağırlık Basınç	Sonuç: Temas açısı (TA) ve kayma açısındaki (KA) değişim	Ref.
Benzoksazin/Epoksi reçine	Mezo gözenekli SiO2 -	Cam	120 gritlik SiC zımpara	100 g 1,6 kPa	290 cm sonunda TA>150°	[14]
Epoksi reçine/ Polidimetiksiloksan (PDMS)	SiO ₂ 20–30 nm	Magnezyum alaşımı levha	1000 gritlik zımpara	100 g	900 cm sonunda süperhidrofobik özelliğini korumuştur.	[15]
Epoksi reçine	SiO2 15 nm	Ahşap	1000 meş boyutlu SiC zımpara	5 kPa	1000 cm sonunda TA≈150° ve KA<10°.	[16]
Epoksi reçine	SiO2 5-50 nm	Alüminyum	320 gritlik SiC zımpara	200 g ~1 kPa	900 cm sonunda süperhidrofobik özelliğini korumuştur. 1200 cm sonunda TA>150° ve KA=11°.	[17]
Epoksi reçine/ Polibenzoksazin	SiO ₂ 20 nm	Orta karbonlu çelik	400 gritlik zımpara	200 g	200 cm sonunda süperhidrofobik özelliğini korumuştur.	[18]
Epoksi reçine	Al ₂ O ₃ 30 nm	Alüminyum	80 gritlik zımpara	500 g ~5 kPa	2000 cm sonunda süperhidrofobik özelliğini korumuştur.	[11]

Tablo 3. Epoksi reçine kullanılarak sprey kaplama yöntemi ile üretilen ve mekanik dayanımları doğrusal abrazif aşınma testi ile ölçülen süperhidrofobik kaplamalar ve test parametreleri

EP-PDMS kaplamaların doğrusal aşınma dayanımının nanoparçacık ve siloksan miktarının yanı sıra uygulama süresine de bağlı olarak önemli değişiklikler gösterdiği tespit edilmiştir. En yüksek doğrusal aşınma dayanımı 1,5 gram SiO₂ nanoparçacık ve 0,6 ile 0,8 gram PDMS içeren kaplamalarda elde edilmiştir. Uygulama süresindeki artış kaplamanın doğrusal aşınma dayanımının azalmasına neden olmuştur. Bir diğer önemli sonuç ise 5 saniye uygulama süresi ile üretilen EP-PDMS kaplamaların abrazif aşınma dayanımlarının düşük olmasına rağmen, bu kaplamaların yüksek dinamik darbe dayanım özelliği sergilemiş olmasıdır.

4. SONUÇ (CONCLUSION)

Bu çalışmada, sprey kaplama yöntemi ile hazırlanan süperhidrofobik kaplamaların üretim parametreleri ile mekanik aşınma davranışları arasındaki ilişki tartışılmıştır. Her iki siloksan türünde de epoksiye göre ağırlıkça %75 oranında nanoparçacık içeren kaplamalarda aşınma dayanımının diğer nanoparçacık yoğunluklarına göre daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. EP-PS kaplamalarda epoksiye göre ağırlıkça %30 oranında PS, EP-PDMS kaplamalarda ise %30 ve %40 oranında PDMS içeren kaplamaların yüksek aşınma dayanımına sahip olduğu görülmüştür. Nanoparçacık ve siloksan miktarının yanı sıra siloksan türü de aşınma direnci üzerinde belirleyici bir rol oynamıştır. EP-PDMS kaplamalar uzun aşınma çevrimlerinden sonra dahi su iticiliklerini korumuştur. Bu çalışmada elde edilen önemli sonuçlardan bir diğeri ise EP-PDMS kaplamaların uygulama süresi ile aşınma direnci arasındaki ilişkidir. 5 saniye uygulama süresi ile üretilen EP-PDMS kaplamaların darbe dayanımı, 3 saniye uygulama süresi ile üretilen EP-PDMS kaplamaların ise doğrusal aşınma dayanımının belirgin olarak iyi olduğu sonucuna varılmıştır. Kaplamaların maruz kalacağı dış ortam koşulları dikkate alınarak uygulama süresi belirlenebilir ve kaplamaların farklı özelliklerdeki ortamlarda daha uzun süre su iticilik özelliğini koruması mümkün kılınabilir.

Süperhidrofobik kaplamalar sahip oldukları birçok avantajın yanı sıra buz ile yüzey arasında zayıf adezyon kuvveti oluşumu, buzlanmayı geciktirme ve buzlanmayı azaltma özellikleri nedeniyle hava araçlarında kullanım potansiyeli taşımaktadır. Süperhidrofobik kaplamaların hava araçlarında kullanımının önündeki en büyük engel, bu kaplamaların dış ortam koşullarında su iticiliklerini uzun süre koruyabilecek mekanik dayanım özelliği göstermemesidir. Bu çalışmada polimer türü, siloksan türü ve miktarı, nanoparçacık miktarı ve uygulama süresi farklılaştırılarak dış ortam koşullarında su iticilik özelliğini koruyabilecek kaplamalar üretilmiştir. Mekanik dayanım özellikleri çok daha yüksek ve uzun ömürlü su itici kaplamaların üretilebilmesi, hava araçlarında bulunan aktif buz önleme sistemine ek olarak bu pasif yapıların da hava araçlarında kullanımının önünü açacaktır.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGMENTS)

Malzeme desteği nedeniyle Evonik Türkiye'ye, altyapı desteği nedeniyle Hamata ve Biyopol'e teşekkürlerimizi sunarız.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Hwang H.S., Kim N.H., Lee S.G., Lee D.Y., Cho K., Park I., Facile Fabrication of Transparent Superhydrophobic Surfaces by Spray Deposition, ACS Applied Materials & Interfaces, 2011, 3 (7), 2179–2183, https://doi.org/10.1021/am2004575.
- [2] Kulinich S.A., Farhadi S., Nose K., Du X.W., Superhydrophobic Surfaces: Are They Really Ice-Repellent?, Langmuir, 2011, 27 (1), 25–29, https://doi.org/10.1021/la104277q.
- [3] Lazauskas A., Guobienė A., Prosyčevas I., Baltrušaitis V., Grigaliūnas V., Narmontas P., et al., Water Droplet Behavior on Superhydrophobic SiO2 Nanocomposite Films during Icing/Deicing Cycles, Materials Characterization, 2013, 82, 9–16, https://doi.org/10.1016/j.matchar.2013.04.017.
- [4] Milionis A., Loth E., Bayer I.S., Recent Advances in the Mechanical Durability of Superhydrophobic Materials, Advances in Colloid and Interface Science, 2016, 229, 57–79, https://doi.org/10.1016/j.cis.2015.12.007.
- [5] ImageJ Image Processing and Analysis in Java, https://imagej.nih.gov/ij/
- [6] Li K., Zeng X., Li H., Lai X., Ye C., Xie H., Study on the Wetting Behavior and Theoretical Models of Polydimethylsiloxane/Silica Coating, Applied Surface Science, 2013, 279, 458–463, https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.04.137.

- [7] Zhu B., Liu J., Chen Y., Liu Y., Yang Z., Zhang Z., Superhydrophobic Coating with Multiscale Structure Based on Crosslinked Silanized Polyacrylate and Nanoparticles, Surface and Coatings Technology, 2017, 331 40–47, https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2017.10.040.
- [8] Zhang C., Kalulu M., Sun S., Jiang P., Zhou X., Wei Y., et al., Environmentally Safe, Durable and Transparent Superhydrophobic Coating Prepared by One-Step Spraying, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 2019, 570, 147–155, https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2019.03.015.
- [9] Guo D., Chen J., Hou K., Xu S., Cheng J., Wen X., et al., A Facile Preparation of Superhydrophobic Halloysite-Based Meshes for Efficient Oil–Water Separation, Applied Clay Science, 2018, 156, 195– 201, https://doi.org/10.1016/j.clay.2018.01.034.
- [10] Liao R., Zuo Z., Guo C., Zhuang A., Yuan Y., Zhao X., et al., Ice Accretion on Superhydrophobic Insulators under Freezing Condition, Cold Regions Science and Technology, 2015, 112, 87–94, https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2015.01.006.
- [11] Wu B., Lyu J., Peng C., Jiang D., Yang J., Yang J., et al., Inverse Infusion Processed Hierarchical Structure towards Superhydrophobic Coatings with Ultrahigh Mechanical Robustness, Chemical Engineering Journal, 2020, 387, 124066, https://doi.org/10.1016/j.cej.2020.124066.
- [12] Xue C.H., Zhang Z.D., Zhang J., Jia S.T., Lasting and Self-Healing Superhydrophobic Surfaces by Coating of Polystyrene/SiO2 Nanoparticles and Polydimethylsiloxane, Journal of Materials Chemistry A, 2014, 2 (36), 15001–15007, https://doi.org/10.1039/C4TA02396J.
- [13] Ren T., Tang G., Yuan B., Yan Z., Ma L., Huang X., One-Step Fabrication of Robust Superhydrophobic Coatings with Corrosion Resistance by a Self-Curing Epoxy-Resin-Based Adhesive, Surface and Coatings Technology, 2019, 380, 125086, https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.125086.
- [14] Li X., Zhao S., Hu W., Zhang X., Pei L., Wang Z., Robust Superhydrophobic Surface with Excellent Adhesive Properties Based on Benzoxazine/Epoxy/Mesoporous SiO2, Applied Surface Science, 2019, 481, 374–378, https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2019.03.114.
- [15] Li D.-W., Wang H.-Y., Liu Y., Wei D.-S., Zhao Z.-X., Large-Scale Fabrication of Durable and Robust Super-Hydrophobic Spray Coatings with Excellent Repairable and Anti-Corrosion Performance, Chemical Engineering Journal, 2019, 367, 169–179, https://doi.org/10.1016/j.cej.2019.02.093.
- [16] Wu Y., Jia S., Wang S., Qing Y., Yan N., Wang Q., et al., A Facile and Novel Emulsion for Efficient and Convenient Fabrication of Durable Superhydrophobic Materials, Chemical Engineering Journal, 2017, 328, 186–196, https://doi.org/10.1016/j.cej.2017.07.023.
- [17] Elzaabalawy A., Meguid S.A., Development of Novel Superhydrophobic Coatings Using Siloxane-Modified Epoxy Nanocomposites, Chemical Engineering Journal, 2020, 398, 125403, https://doi.org/10.1016/j.cej.2020.125403.
- [18] Lou C., Zhang R., Lu X., Zhou C., Xin Z., Facile Fabrication of Epoxy/Polybenzoxazine Based Superhydrophobic Coating with Enhanced Corrosion Resistance and High Thermal Stability, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 2019, 562, 8–15, https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2018.10.066.