

TiO₂ ve ZnO Nanopartiküllerinin Üretimi ve Kompozitlerde Takviye Malzemesi Olarak Kullanımının Mekanik Özelliklere Etkisi

Emiray YILDIZ, Efe TATAR, Kaan TAŞKIRAN

Proje Yürütücüsü: Doç. Dr. Metin YURDDAŞKAL

Proje Danışmanları: Doç. Dr. Işıl BİRLİK

Prof. Dr. Mustafa EROL

PROJENİN AMACI, KONUSU ve KAPSAMI

Bu projenin amacı, TiO₂ ve ZnO nanopartiküllerinin sol-jel yöntemiyle sentezlenmesi, elde edilen nanopartiküllerin homojen karıştırılarak vakum torbalama yöntemi ile üretilen cam elyaf/epoksi kompozit malzemenin mekanik özelliklerine etkisinin incelenmesidir. Projenin konusu, nanopartikül takviyesi ile cam elyaf/epoksi kompozit malzemenin mekanik özelliklerinin geliştirilmesidir. Proje, TiO₂, ZnO ve kompozit malzemenin üretilmesini, mekanik testlerini ve karakterizasyonunu kapsamaktadır.

ÖZET

Bu çalışmada, otomotiv ve endüstriyel uygulamalara yönelik yüksek mekanik dayanımlı nanokompozitler geliştirilmiştir. Sol-jel yöntemiyle sentezlenen TiO₂ ve ZnO nanoparçacıklarına X-Işını Kırınımı (XRD) ve Parçacık Boyutu ve Zeta Potansiyel Analizi (Zetasizer) uygulanmıştır. Bu nanoparçacıklar, cam elyaf takviyeli epoksi matrisine %1 oranında ilave edilmiştir. Üretilen katkılı kompozit malzemelere Termogravimetrik - Diferansiyel Termal Analiz (TG-DTA), X-Işını Kırınımı (XRD), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopisi (EDS) karakterizasyonları yapılmıştır. Çekme testleri sonucunda maksimum çekme gerilmesinde %10 artış, Shore D yüzey sertliğinde ise %6'nın üzerinde artış gözlemlenmiştir. Nanoparçacık katkısı, süneklik ve elastisite üzerinde sınırlı değişim yaratırken mekanik performansı genel olarak iyileştirmiştir.

DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu çalışmada, TiO₂ ve ZnO nanoparçacıkları sol-jel yöntemiyle sentezlenmiştir. TiO₂ üretiminde başlangıç malzemesi olarak titanyum tetra izopropoksit (TTIP) kullanılmıştır. Çözücü olarak etanol, pH ayarlayıcı olarak ise asetik asit (CH₃COOH) tercih edilmiştir. TTIP, etanol ile birlikte yavaşça karışıma eklenerek kontrollü hidroliz sağlanmıştır. Oluşan sol yapısı kurutulmuş ve ardından 500 °C'de 2 saat 2 derece/dakika kalsinasyon işlemi uygulanarak anataz fazında TiO₂ nanoparçacıkları elde edilmiştir. ZnO üretiminde ise başlangıç malzemesi olarak çinko asetat dihidrat (Zn(CH₃COO)₂·2H₂O) kullanılmıştır. Çözücü ortamı olarak metanol tercih edilmiş, pH ayarlamak amacıyla asetik asit (CH₃COOH) eklenmiştir. Çinko asetat dihidrat metanol içinde çözündürülmüş, ardından asetik asit damla damla ilave edilerek karışım belirli sıcaklıkta karıştırılmıştır. Elde edilen sol, oda sıcaklığında bekletilerek jelleştirilmiş, kurutulup 500 °C'de 2 saat 2 derece/dakika kalsinasyon işlemi uygulanarak ZnO nanoparçacıkları elde edilmiştir.

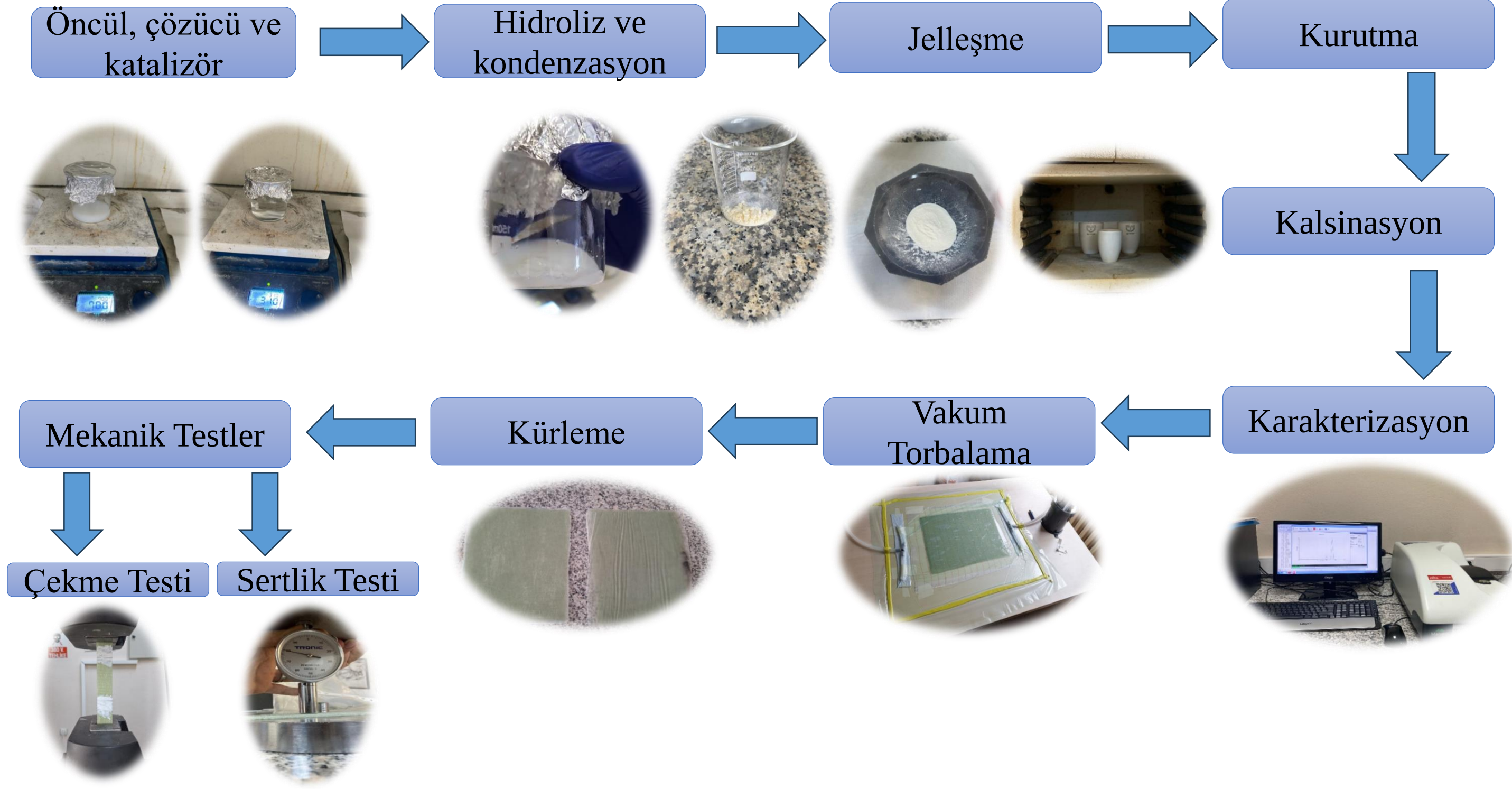
Tablo 1. TiO₂ Üretim Parametreleri

MADDE	Miktar	Yoğunluk (g/ml)	Mol Kütlesi (g/mol)	Kütle (g)	Mol (mol)
TTIP	7,4 mL	0,96	284,22	7,10	0,025
Asetik Asit	6,3 mL	1,05	60,05	6,62	0,110
Etanol	39 mL	0,789	46,07	30,77	0,668

Tablo 2. ZnO Üretim Parametreleri

MADDE	Miktar	Yoğunluk (g/mL)	Mol Kütlesi (g/mol)	Kütle (g)	Mol (mol)
Çinko Asetat Dihidrat	3,15 g	-	219,5	3,15	0,014
Asetik Asit	1,5 mL	1,05	60,05	1,575	0,026
Metanol	100 mL	0,791	32,04	79,1	2,469

Bu çalışmada, TiO₂ ve ZnO nanopartikülleri ile takviye edilmiş cam elyaf takviyeli epoksi kompozit plaka, vakum torbalama yöntemiyle üretilmiştir. Kompozit yapı üç kat cam elyaf içermekte olup, toplam cam elyaf miktarı 428,7 gramdır. Reçine sistemi 550 gram epoksi ve 187 gram sertleştirici kullanılarak hazırlanmış, karışıma %1 oranında nanopartikül ilavesi yapılmıştır. Bu oran %0,75 TiO₂ (4,125 gram) ve %0,25 ZnO (1,375 gram) şeklinde uygulanmıştır. Nanopartiküllerin homojen dağılması amacıyla karışım manyetik karıştırıcı ile uygun süre ve hızda karıştırılmıştır. Hazırlanan nanoparçacık takviyeli reçine karışımı, yerleştirilen cam elyaf katmanlarına uygulanmış ve liflerin doygunluğu sağlanmıştır. Lif yönlerinin düzgün yerleşmesine ve reçinenin lifler arasında tam nüfuz etmesine dikkat edilmiştir. Vakum torbası, kompozit alanı çevresine uygun şekilde yerleştirilmiş, soyulabilir kumaş ve diğer yardımcı malzemeler de düzenli biçimde yerleştirilmiştir. Sistem, yaklaşık 680 mmHg vakum basıncı altında çalıştırılmış ve iç boşlukların giderilmesi sağlanmıştır. Vakumlama sonrası sistem, 100 °C sıcaklıkta 2 saat boyunca etüvde kürlenmiştir. Kürlenme tamamlandıktan sonra torbalama sistemi sökülmüş ve kompozit plaka kalıptan dikkatlice ayrılmıştır. Elde edilen plaka, mekanik testler için referans numune ile aynı boyutlarda olacak şekilde kesilmiştir. Karşılaştırma amacıyla aynı yöntem ve koşullarla, ancak nanopartikül katkısı olmadan yalnızca cam elyaf ve epoksi kullanılarak katkısız referans numune de üretilmiştir.



GERÇEKÇİ KISITLAR

TiO₂ ve ZnO nanopartiküllerinin sol-jel yöntemiyle laboratuvar ortamında sentezlenmesi, kontrollü sıcaklık ve kimyasal ortam gerektirdiğinden dikkatli yürütülmelidir. Süreç sırasında açığa çıkabilecek alkol türevli buharlar ve asidik atıklar, çevre ve laboratuvar güvenliği açısından risk oluşturabileceği için uygun havalandırma ve kişisel koruyucu ekipman kullanılmalıdır. Nanopartikül üretimi sırasında yüksek saflık hedeflenmesine rağmen, üretim verimi ve tanecik boyutu kontrolü sınırlı olabilir; bu da tekrar üretilebilirliği etkileyebilir. Ayrıca vakum torbalama yöntemi düşük maliyetli ve erişilebilir olsa da, elyaf-matris yerleşimindeki operatör bağımlılığı son ürünün homojenliğini sınırlayabilir. Yerli üretim nanopartikül kaynaklarının sınırlı olması nedeniyle hammadde temini zaman zaman dışa bağımlı hâle gelebilmektedir. Bu durum maliyet ve süre açısından projeye etki edebilmektedir. Buna karşın, geliştirilen kompozitlerin mekanik performans ve ısıl kararlılık açısından gösterdiği olumlu sonuçlar, sürdürülebilir yerli malzeme teknolojilerinin geliştirilmesine katkı sağlama potansiyelini ortaya koymaktadır.

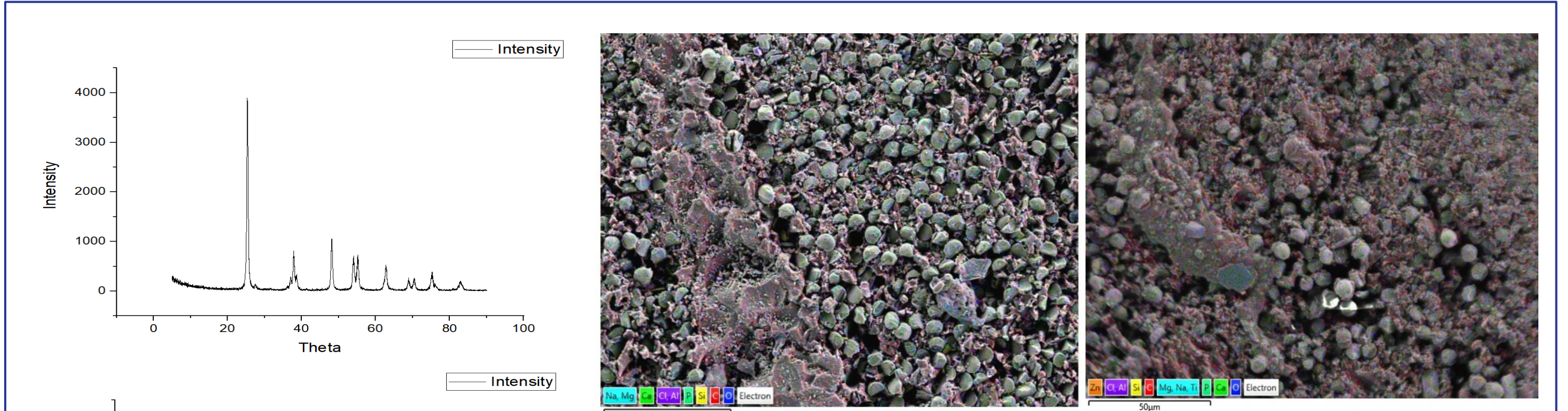
TEŞEKKÜR veya DESTEK VERENLER

Bu çalışmanın yürütülmesi sırasında bizden desteğini, ilgisini ve zamanını esirgemeyen, her koşulda bilgi birikimiyle bizlere yardımcı ve yol gösterici olan proje koordinatörümüz değerli hocamız Doç. Dr. Metin YURDDAŞKAL'a; gerçekleştirmiş olduğumuz sunumlarda motivasyon desteğini hep hissettiğimiz, proje sürecinde yapıcı eleştirileri ve hoşgörülü tutumlarıyla değerli bilgilerini paylaşan Doç. Dr. Işıl BİRLİK'e; deneysel çalışmalarımız boyunca tüm yardımları için Doç. Dr. Hilmiye Deniz ERTUĞRUL'a, Dr. Öğr. Üyesi Melis YURDDAŞKAL'a, Öğr. Gör. Dr. Alper AKALIN'a, aynı zamanda lisansüstü öğrencileri Melisa ATAY'a, Yağmur ÇATKIN'a, Oğuzcan KÖKSAL'a; projemizi "2209-A Üniversite Öğrencileri Araştırma Projeleri Destekleme Programı" 2024 yılı 2. dönem 1919B012416603 numaralı başvuru kapsamında bizleri destekleyen TÜBİTAK'a sonsuz teşekkür ederiz.

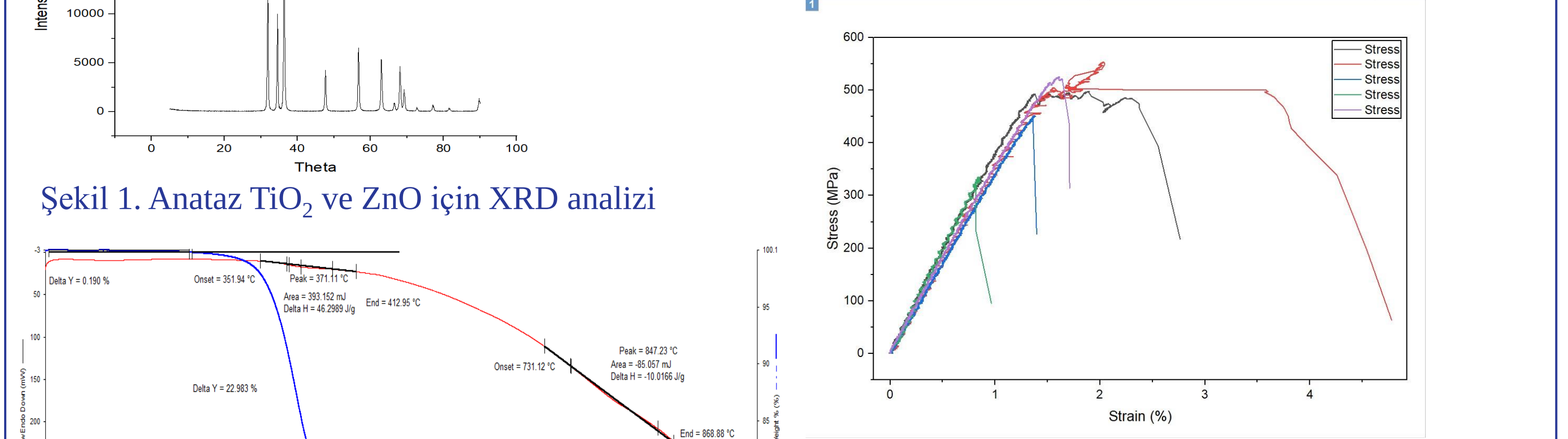
GİRİŞ

Bu projede, otomotiv ve endüstriyel uygulamalara uygun mekanik özelliklere sahip kompozit malzemeler geliştirmek hedeflenmiştir. Takviye fazı olarak kullanılan TiO₂ ve ZnO nanopartikülleri, sol-jel yöntemiyle laboratuvar ölçeğinde sentezlenmiştir. Bu yöntem; düşük sıcaklıkta üretim, yüksek saflık ve homojen yapı elde etme gibi avantajlarıyla tercih edilmiştir. Sentezlenen nanopartiküller, epoksi matris içerisine toplamda %1 oranında (ağırlıkça) olacak şekilde dağıtılmış ve üretim vakum torbalama yöntemiyle gerçekleştirilmiştir. Vakum torbalama; düşük gözeneklilik, homojen takviye dağılımı ve ekipman açısından uygunluğu nedeniyle tercih edilmiştir. TiO₂ ve ZnO nanopartiküllerinin ,fonksiyonel seramikler olmasının getirmiş olduğu yüksek sertlik ve mekanik dayanımları sayesinde, kompozit malzemenin çekme dayanımı ve yüzey sertliğinde belirgin iyileşmeler elde edilmiştir.

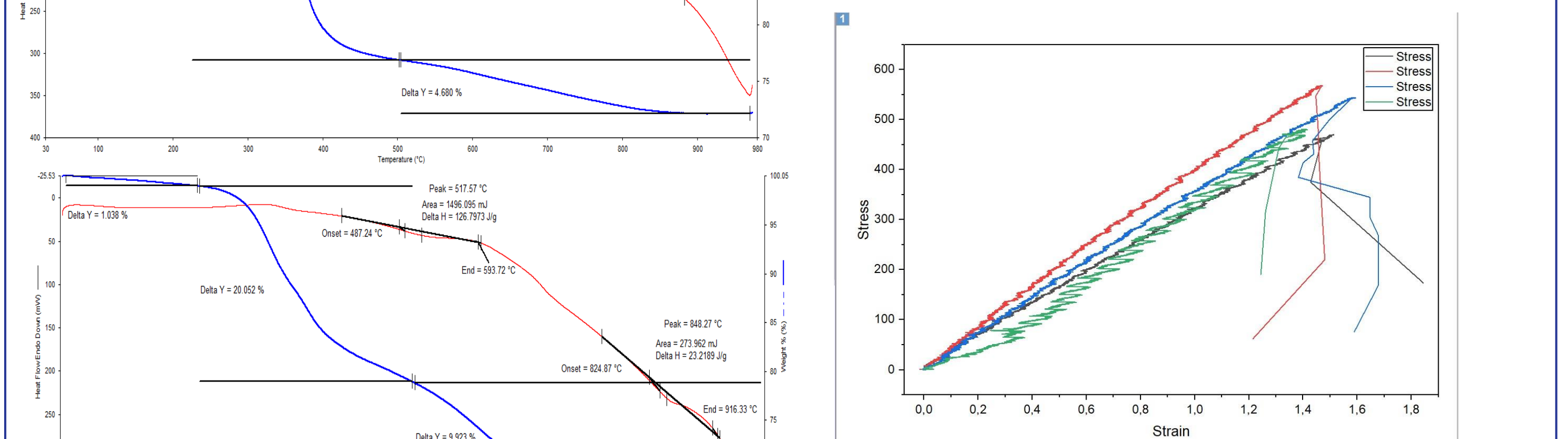
SONUÇLAR ve TARTIŞMA



Şekil 2. NP katkısız ve katkılı kompozit için SEM-EDS analizi



Şekil 1. Anataz TiO₂ ve ZnO için XRD analizi



Şekil 3. NP katkısız ve katkılı kompozit için Gerilme – Birim şekil değişimi diyagramı

Şekil 4. NP katkısız ve katkılı kompozit için TG-DTA analiz sonuçları

Tablo 3. NP katkısız kompozit için çekme testi sonuçları Tablo 4. NP katkılı kompozit için çekme testi sonuçları

	Maksimum Gerilme (MPa)	Kopma Gerilmesi (MPa)	Akma Gerilmesi (MPa)	Elastik Modül (GPa)	Kopma Uzunluğu (%)
Ortalama	469,80	444,89	487,40 (2 veri)	36,85	1,9253

	Maksimum Gerilme (MPa)	Kopma Gerilmesi (MPa)	Akma Gerilmesi (MPa)	Elastik Modül (GPa)	Kopma Uzunluğu (%)
Ortalama	515,47	505,49	—	35,33	1,49

GENEL SONUÇLAR ve ÖNERİLER

- Nanopartikül katkılı kompozitlerde, katkısız numunelere göre maksimum çekme gerilmesinde yaklaşık %9,7, kopma gerilmesinde yaklaşık %13,6 artış elde edilirken, kopma uzunluğu değeri %1,93'ten %1,49'a düşerek nanopartikül katkısının sünek davranışı bir miktar sınırladığını göstermektedir.
- Nanopartikül Katkısız kompozitlerde ortalama Shore D sertlik değeri 80 olarak ölçülürken, Nanopartikül Katkısız kompozitlerde bu değer 85'e yükselmiştir.
- Nanopartikül katkısız kompozit numunede ana bozunma başlangıcı (onset) 351,94 °C'de gerçekleşirken, nanopartikül katkılı numunede bu sıcaklık 487,24 °C'ye yükselmiş ve 848,27 °C'de ikinci bir endotermik pik gözlemlenmiş, bu da TiO₂/ZnO nanopartiküllerinin termal kararlılığı artırıcı etkisini, yüksek sıcaklıkta malzeme bozunmasının geciktirdiğini ve enerjiyi absorblama kapasitesinin arttığını göstermektedir.
- Yapılan çalışmalar ışığında, TiO₂ ve ZnO nanopartiküllerinin kompozit içindeki oranı ve matris fazına homojen dağılımı optimize edilerek, hem mekanik dayanım hem de ısıl kararlılık daha yüksek seviyelere taşınabilir.

KAYNAKLAR

- Alam, M. N. E., Moniruzzaman, M., Rahman, M. M., Haque, M. A., & Akter, S. (2023). Selectivity of sol-gel and hydrothermal TiO₂ nanoparticles towards photocatalytic degradation of cationic and anionic dyes.
- Baghdadi, Y., Youssef, L., Bouhadir, K., Harb, M., Mustapha, S., Patra, D., & Tehrani-Bagha, A. (2020). The effects of modified zinc oxide nanoparticles on the mechanical/thermal properties of epoxy resin.
- Singh, M., Vadher, D., Dixit, V., & Jariwala, C. (2022). Synthesis, optimization and characterization of zinc oxide nanoparticles prepared by sol-gel technique.
- Somoghi, R., Semenescu, A., Paşare, V., Chivu, O. R., Nițoi, D. F., Marcu, D. F., & Florea, B. (2024). The impact of ZnO nanofillers on the mechanical and anti-corrosion performances of epoxy composites.