T.C.
YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ERİYİK YIĞMA MODELLEMEDE KULLANILAN KARBON NANOTÜP TAKVİYELİ POLİMERLERİN ÜRETİMİ, MEKANİK VE AŞINMA DAVRANIŞLARININ KARAKTERİZASYONU VE MODELLENMESİ

Kamil FERATOĞLU

DOKTORA TEZİ
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı
Konstrüksiyon Programı

Danışman
Dr. Öğr. Üyesi İlyas İSTİF

Şubat, 2023

T.C.
YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ERİYİK YIĞMA MODELLEMEDE KULLANILAN KARBON NANOTÜP TAKVİYELİ POLİMERLERİN ÜRETİMİ, MEKANİK VE AŞINMA DAVRANIŞLARININ KARAKTERİZASYONU VE MODELLENMESİ

Kamil FERATOĞLU tarafından hazırlanan tez çalışması 15.02.2023 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı Konstrüksiyon Programı **DOKTORA TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Dr. Öğr. Üyesi İlyas İSTİF
Yıldız Teknik Üniversitesi
Danışman

Jüri Üyeleri

Dr. Öğr. Üyesi İlyas İSTİF, Danışman
Yıldız Teknik Üniversitesi _____

Prof. Dr. Ferhat DİKMEN, Üye
Yıldız Teknik Üniversitesi _____

Prof. Dr. Deniz UZUNSOY, Üye
Bursa Teknik Üniversitesi _____

Prof. Dr. Mehmet BOZCA, Üye
Yıldız Teknik Üniversitesi _____

Doç. Dr. Erkin DİNÇMEN, Üye
Işık Üniversitesi _____

Danışmanım Dr. Öğr. Üyesi İlyas İSTİF sorumluluğunda tarafımca hazırlanan ERİYİK YIĞMA MODELLEMEDE KULLANILAN KARBON NANOTÜP TAKVİYELİ POLİMERLERİN ÜRETİMİ, MEKANİK VE AŞINMA DAVRANIŞLARININ KARAKTERİZASYONU VE MODELLENMESİ başlıklı çalışmada veri toplama ve veri kullanımında gerekli yasal izinleri aldığımı, diğer kaynaklardan aldığım bilgileri ana metin ve referanslarda eksiksiz gösterdiğimi, araştırma verilerine ve sonuçlarına ilişkin çarpıtma ve/veya sahtecilik yapmadığımı, çalışmam süresince bilimsel araştırma ve etik ilkelerine uygun davrandığımı beyan ederim. Beyanımın aksinin ispatı halinde her türlü yasal sonucu kabul ederim.

Kamil FERATOĞLU

İmza

Mila'ma…

TEŞEKKÜR

Doktora eğitimim boyunca bilgisinden ve tecrübesinden faydalandığım değerli danışman hocam Dr. Öğr. Üyesi İlyas İSTİF' e, tezim ile ilgili malzeme üretimi konusunda verdiği destek ile ilerlememde büyük katkıları olan Dr. Öğr. Üyesi Ömer Yunus GÜMÜŞ' e, tezimle ilgili her konuda yardımlarından ve tavsiyelerinden faydalandığım Doç. Dr. Sencer Süreyya KARABEYOĞLU' na ve Prof. Dr. Erol TÜRKEŞ' e, hayatım boyunca maddi ve manevi her türlü desteği sağlayan ve bugünlere gelmemde çok büyük emekleri olan annem Saliha FERATOĞLU' na ve babam Necmettin FERATOĞLU' na, son olarak bana en büyük manevi desteği veren, ona ayırmam gereken büyük zaman diliminden fedakarlık eden, umutsuzluğa kapıldığım anlarda beni hep yükselten sevgili eşim Sevim MERAL FERATOĞLU' na teşekkür ederim.

Kamil FERATOĞLU

İÇİNDEKİLER

SİMGE LİSTESİ vii

KISALTMA LİSTESİ ix

ŞEKİL LİSTESİ x

TABLO LİSTESİ xiv

ÖZET xv

ABSTRACT xvii

1 GİRİŞ 1

1.1 Literatür araştırması 1

1.2 Amaç 7

1.3 Hipotez 7

2 EKLEMELİ İMALAT 8

2.1 Eriyik Yığma Modelleme(EYM) 9

2.1.1 Yazdırma Parametreleri 9

2.2 Eriyik yığma modellemede kullanılan termoplastikler 10

2.2.1 EYM termoplastiklerinin mekanik davranışları 11

3 NANOKOMPOZİT FİLAMENT ÜRETİMİ 16

3.1 Üretilen Filamentlerin Termal Analizleri 19

3.1.1 Termogravimetrik Analiz(TGA) 19

3.1.2 Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) 22

4 ISIL İŞLEMİN EYM İLE ÜRETİLEN PARÇALARIN MEKANİK ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ 24

4.1 Piyasadan tedarik edilen saf PLA ile numune üretimi 24

4.2 Isıl işlem 25

4.3 SEM görüntüleri aracılığı ile gözenek alan yoğunluğunun belirlenmesi 26

4.4 Tek eksenli çekme testleri 31

5 EYM İLE ÜRETİLEN NANOKOMPOZİTLERİN MEKANİK, VİSKOELASTİK VE VİSKOPLASTİK ÖZELLİKLERİNİN KARAKTERİZASYONU 34
5.1 EYM ile nanokompozit numune üretimi 34
5.2 EYM ile üretilmiş nanokompozit polimerlerin SEM görüntülerinin analizi ve gözenek alan yoğunluklarının belirlenmesi 37
5.3 Tek Eksenli Çekme testleri 41
5.4 Yarı statik yükleme-boşaltma testleri 48
5.5 Sürünme testleri 55

6 EYM İLE ÜRETİLEN NANOKOMPOZİTLERİN AŞINMA ÖZELLİKLERİNİN KARAKTERİZASYONU 59
6.1 EYM tekniği ile nanokompozit aşınma numunelerinin üretimi 59
6.2 Pin on disk aşınma testleri 61
6.3 Ball on disk aşınma testleri 68
6.4 Aşınma izlerinin SEM analizi 71

7 SİSTEM TANILAMA PROSEDÜRÜ VE MODELLEME 78
7.1 Veri hazırlama ve normalizasyon 80
7.2 Model yapıları 81
7.3 Simülasyonlar 84

8 SONUÇLAR VE TARTIŞMA 104

KAYNAKÇA 110

TEZDEN ÜRETİLMİŞ YAYINLAR 118

SİMGE LİSTESİ

Al	Alüminyum
Al_2O_3	Alüminyum Oksit
Cu	Bakır
T_g	Camsı geçiş sıcaklığı
-COOH	Karboksil
σ	Gerilme
ϵ	Gerinim
J(t)	Zamana bağlı sürünme kompliyansı
$\epsilon(t)$	Zamana bağlı gerinim
$J_{top}(t)$	İzotermal sürünme kompliyansı
J_{el}	Elastik kompliyans (anlık)
$J_{ve}(t)$	Viskoelastik kompliyans
HV	Vickers sertliği
K	Aşınma oranı
Δm	Kütle kaybı
ρ	Özkütle
F_N	Normal kuvvet
L	Kayma mesafesi
ΔV	Hacim kaybı
R	Aşınma izi yarıçapı
d	Al_2O_3 küre çapı
r	Aşınma izi genişliğinin yarısı
t_k	Zaman

$uj_{t_k}{}^{i}$	i. deney ve j. girdi için girdi değişkenleri
$x^1, ..., x^N$	Veri setleri
L	Lineer fonksiyon
S	Aktivasyon fonksiyonu
N	Gizli katmandaki nöron sayısı
I_j	Girdi değişkenleri için girdi sinyalleri
I_j	Girdi değişkenleri için girdi sinyalleri
O_m	Çıktı değişkenleri için girdi sinyalleri

KISALTMA LİSTESİ

EYM	Eriyik Yığma Modelleme
PLA	Poliaktik Asit
ABS	Akrilonitril Bütadin Stiren
TGA	Termogravimetrik Analiz
DSC	Diferansiyel Taramalı Kalorimetri
CNT	Karbon Nanotüp
MWCNT	Çok Duvarlı Karbon Nanotüp
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
MISO	Çok giriş tek çıkış
STL	Stereolitografi
PC	Polikarbonat
3B	Üç boyutlu
DMA	Dinamik Mekanik Analiz
ANN	Yapay Sinir Ağları
PEEK	Polieter Eter Keton
SLS	Seçkili Lazer Sinterleme
CAD	Bilgisayar Destekli Tasarım
ARMAX	Otoregresif Değişken Ortalama
ARX	Lineer otoregresif ekzojen
NARX	Lineer olmayan otoregresif ekzojen

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 2.1 Hava boşluğu tipleri 10
Şekil 2.2 Izgara açısı 10
Şekil 2.3 (a) ABS yük-uzama eğrisi, (b) Farklı gerinim hızlarında kırılmalar . 11
Şekil 2.4 Uzunlamasına ızgara oryantasyonu ve -25.4 µm hava boşluğu ile üretilmiş ABS numunelerinin farklı gerinim hızlarında gerilim-gerinim eğrileri [80] 12
Şekil 2.5 EYM parçalarında filamentler arası bağlar [81] 13
Şekil 2.6 Üretim oryantasyonları [84] 14
Şekil 2.7 Farklı ızgara oryantasyonlarında EYM-ABS parçalarının ve tek filamentin gerilim-gerinim eğrileri [79] 15
Şekil 2.8 Farklı sıcaklıklarda üretien numunelerin görüntüleri; (a) 210 °C, (b) 230 °C, (c) 240 °C [86] 15
Şekil 3.1 Filament üretim aşamaları 17
Şekil 3.2 Çift Vidalı Ekstrüder 18
Şekil 3.3 Tek Vidalı Ekstrüder 19
Şekil 3.4 ABS-CNT nanokompozitlerinin TGA termogramları 20
Şekil 3.5 PLA-CNT nanokompozitlerinin TGA termogramları 21
Şekil 3.6 Camsı geçiş sıcaklığının belirlenmesi 22
Şekil 4.1 Dolgu tipleri (a) Grid (b) Üçgensel (c) Wiggle (d) Bal peteği 24
Şekil 4.2 Çekme numunesi boyutları(ISO 527-2 201-Plastics - Determination of tensile properties - Part 2: Test conditions for molding and extrusion plastics) 25
Şekil 4.3 Etüv fırınında Sodyum Klorür tozu ile kaplı numuneler 26
Şekil 4.4 EYM parçalarında farklı ölçekler[90] 27
Şekil 4.5 Hava boşluğu türleri (a) idealize sıfı hava boşluğu (b) idealize pozitif hava boşluğu (c) idealize negatif hava boşluğu, 12h treated specimen with (d) üçgensel dolgu tipi (e) bal peteği dolgu tipi (f) örgü dolgu tipi 27
Şekil 4.6 Gözenek yoğunluğunun ImageJ aracılığı ile belirlenmesi 28

Şekil 4.7 Numune kesitlerinin SEM görüntüleri; (A) ısıl işlemsiz (grid $(+45^o, -45^o)$), (B) 12 saat (grid $(+45^o, -45^o)$), (C) 24 saat (grid $(+45^o, -45^o)$), (D) ısıl işlemsiz (üçgensel), (E) 12 saat (üçgensel), (F) 24 saat (üçgensel) (G) ısıl işlemsiz (wiggle), (H) 12 saat (wiggle), (I) 24 saat (wiggle), (J) ısıl işlemsiz (bal peteği), (K) 12 saat (bal peteği), (L) 24 saat (bal peteği) 30
Şekil 4.8 Gerilme-Gerinim Eğrileri 31
Şekil 4.9 Isıl işlemin mekanik özelliklere etkisi 32
Şekil 5.1 Mekanik testler için numune boyutları 35
Şekil 5.2 Dolgu tipleri; a) Izgara ($[+45^o, -45^o]$), b) Konsantrik ($[0^o, 90^o]$) . . 35
Şekil 5.3 Üretilen numuneler (Izgara) 36
Şekil 5.4 Üretilen numuneler (Konsantrik) 36
Şekil 5.5 Image J ile dijital görüntü işleme (Gözenek yoğunluğunun belirlenmesi için alan seçimi) 37
Şekil 5.6 Image J ile dijital görüntü işleme (Görüntülerin 'binary' formata dönüştürülmesi) 38
Şekil 5.7 Image J ile dijital görüntü işleme (Gözenek kesit alanlarının belirlenmesi) 38
Şekil 5.8 EYM ile üretilmiş ABS-CNT nankompozitlerinin SEM görüntüleri, a) saf ABS, b) ABS-%2CNT, c) ABS-%4CNT, d) ABS-%6CNT 40
Şekil 5.9 EYM ile üretilmiş PLA-CNT nanokompozitlerinin SEM görüntüleri, a) saf PLA, b) PLA-%2CNT, c) PLA-%4CNT, d) PLA-%6CNT 40
Şekil 5.10 Deneylerde kullanılan üniversal test cihazı (SHIMADZU-AGS-X) . . . 42
Şekil 5.11 Çekme testi sonuçları (ABS-CNT, konsantrik, 1E-3 gerinim hızı) . . . 43
Şekil 5.12 Çekme testi sonuçları (PLA-CNT, konsantrik, 1E-3 gerinim hızı) . . . 43
Şekil 5.13 Çekme testi sonuçları (ABS-CNT, ızgara, 1E-3 gerinim hızı) 44
Şekil 5.14 Çekme testi sonuçları (PLA-CNT, ızgara, 1E-3 gerinim hızı) 44
Şekil 5.15 Çekme dayanımının gerinim hızlarına ve dolgu tiplerine göre karşılaştırılması 45
Şekil 5.16 Elastiklik modülünün gerinim hızlarına ve dolgu tiplerine göre karşılaştırılması 47
Şekil 5.17 Kopma geriniminin gerinim hızlarına ve dolgu tiplerine göre karşılaştırılması 48
Şekil 5.18 Elastik toparlanma ve Histerezisin belirlenmesi (1E-3 gerinim hızı-saf PLA) 49
Şekil 5.19 Yükleme-Boşaltma Testi (ABS-CNT, 1E-4 gerinim hızı, %5 gerinim seviyesi) 50
Şekil 5.20 Yükleme-Boşaltma Testi (ABS-CNT, 1E-4 gerinim hızı, %3 gerinim seviyesi) 50

Şekil 5.21 Yükleme-Boşaltma Testi (PLA-CNT, 1E-4 gerinim hızı, %5 gerinim seviyesi) 51
Şekil 5.22 Yükleme-Boşaltma Testi (PLA-CNT, 1E-4 gerinim hızı, %3 gerinim seviyesi) 52
Şekil 5.23 Gerinim hızına bağlı toparlanma davranışları (ABS-CNT,%5 gerinim seviyesi) 53
Şekil 5.24 Gerinim hızına bağlı toparlanma davranışları (PLA-CNT,%5 gerinim seviyesi) 53
Şekil 5.25 Matris malzemesine bağlı toparlanma davranışları (1E-4 gerinim hızı,%5 gerinim seviyesi) 54
Şekil 5.26 ABS-CNT Sürünme Kompliyansları (J_{top}: İzotermal çekme sürünmesi, J_{ve}: Viskoelastik çekme sürünmesi) 56
Şekil 5.27 PLA-CNT Sürünme Kompliyansları (J_{top}: İzotermal çekme sürünmesi, J_{ve}: Viskoelastik çekme sürünmesi) 57
Şekil 6.1 Deneylerde kullanılan ısı modüllü aşınma testi aparatı 59
Şekil 6.2 Aşınma numuneleri: a) Dolgu tipleri, b) Boyutlar 61
Şekil 6.3 3B basılan aşınma numuneleri: a) Dikdörtgensel (Saf Polimer), b) Dikdörtgensel (CNT katkılı), c) Pin (Saf Polimer), d) Pin (CNT katkılı) 61
Şekil 6.4 Abrasif karşı malzeme: a) Yüzey profili, b) AISI 1040 çelik disk . . . 62
Şekil 6.5 Farklı sıcaklık ortamlarında pin on disk aşınma oranları (ABS-CNT nanokompozitleri) 63
Şekil 6.6 Farklı sıcaklık ortamlarında pin on disk aşınma oranları (PLA-CNT nanokompozitleri) 64
Şekil 6.7 Aşınma iz genişliklerinin Image J yazılımı ile belirlenmesi 69
Şekil 6.8 Ball on disk aşınma testi sonuçları 70
Şekil 6.9 Nanokompozit polimer numunenin yüzeyi (ABS-%2 CNT)(5000x büyütme) 72
Şekil 6.10 Aşınma öncesi ve sonrası SEM görüntüleri (Saf ABS): (a) Aşınma öncesi (oda sıcaklığı), (b) Aşınma sonrası (oda sıcaklığı), (c) 5000x büyütülmüş aşınma yüzeyi, (d) Aşınma öncesi (50 °C), (e) Aşınma sonrası (50 °C), (f) 5000x büyütülmüş aşınma yüzeyi, (g) Aşınma öncesi (70 °C), (h) Aşınma sonrası (70 °C), (i) 5000x büyütülmüş aşınma yüzeyi 73
Şekil 6.11 Aşınma öncesi ve sonrası SEM görüntüleri (ABS-%2CNT): (a) Aşınma öncesi (oda sıcaklığı), (b) Aşınma sonrası (oda sıcaklığı), (c) 5000x büyütülmüş aşınma yüzeyi, (d) Aşınma öncesi (50 °C), (e) Aşınma sonrası (50 °C), (f) 5000x büyütülmüş aşınma yüzeyi, (g) Aşınma öncesi (70 °C), (h) Aşınma sonrası (70 °C), (i) 5000x büyütülmüş aşınma yüzeyi 74

Şekil 6.12 Aşınma öncesi ve sonrası SEM görüntüleri (ABS-%4CNT): (a) Aşınma öncesi (oda sıcaklığı), (b) Aşınma sonrası (oda sıcaklığı), (c) 5000x büyütülmüş aşınma yüzeyi, (d) Aşınma öncesi (50 °C), (e) Aşınma sonrası (50 °C), (f) 5000x büyütülmüş aşınma yüzeyi, (g) Aşınma öncesi (70 °C), (h) Aşınma sonrası (70 °C), (i) 5000x büyütülmüş aşınma yüzeyi 75
Şekil 6.13 Aşınma öncesi ve sonrası SEM görüntüleri (ABS-%6CNT): (a) Aşınma öncesi (oda sıcaklığı), (b) Aşınma sonrası (oda sıcaklığı), (c) 5000x büyütülmüş aşınma yüzeyi, (d) Aşınma öncesi (50 °C), (e) Aşınma sonrası (50 °C), (f) 5000x büyütülmüş aşınma yüzeyi, (g) Aşınma öncesi (70 °C), (h) Aşınma sonrası (70 °C), (i) 5000x büyütülmüş aşınma yüzeyi 76
Şekil 7.1 Sistem tanılama akış şeması 79
Şekil 7.2 NARX ağ yapısı 82
Şekil 7.3 Sigmoid Fonksiyonu 83
Şekil 7.4 Wavelet Fonksiyonu 83
Şekil 7.5 Tek eksenli çekme testi model yapısı (gerinim öngörüsü) 84
Şekil 7.6 Tek eksenli çekme testi: Modeller (1E-3 gerinim hızı) 86
Şekil 7.7 Tek eksenli çekme testi: Validasyonlar (1E-3 gerinim hızı) 87
Şekil 7.8 Sigmoid fonksiyonu ve Wavelet fonksiyonu karşılaştırma 88
Şekil 7.9 Yükleme-boşaltma testi: Modeller (1E-3 gerinim hızı) 90
Şekil 7.10 Yükleme-boşaltma testi: Validasyonlar (1E-3 gerinim hızı) 91
Şekil 7.11 Sürünme testi model yapısı (gerinim öngörüsü) 92
Şekil 7.12 Sürünme testi: Modeller 94
Şekil 7.13 Sürünme testi: Validasyonlar 95
Şekil 7.14 Pin on disk aşınma testi prosesi model yapısı (aşınma oranı öngörüsü) 96
Şekil 7.15 Pin on disk aşınma testi: Modeller (Oda sıcaklığı) 98
Şekil 7.16 Pin on disk aşınma testi: Validasyonlar (Oda sıcaklığı) 99

TABLO LİSTESİ

Tablo 2.1 Eklemeli imalat prosesleri 9
Tablo 3.1 ABS-CNT TGA termogramlarından elde edilen veriler 21
Tablo 3.2 PLA-CNT TGA termogramlarından elde edilen veriler 21
Tablo 3.3 DSC termogramlarından elde edilen ABS nanokompzoitlerinin camsı geçiş sıcaklıkları (T_g) 23
Tablo 3.4 DSC termogramlarından elde edilen PLA nanokompzoitlerinin camsı geçiş sıcaklıkları (T_g) 23
Tablo 4.1 Gözenek yoğunlukları 28
Tablo 5.1 Nano takviyeli polimerlerin gözenek alan yoğunlukları 41
Tablo 5.2 Sürünme Kompliyansları 58
Tablo 6.1 EYM üretim parametreleri 60
Tablo 6.2 Parametreler 62
Tablo 6.3 Pin on disk aşınma oranları (ABS) 65
Tablo 6.4 Pin on disk aşınma oranları (PLA) 66
Tablo 6.5 ABS-CNT pin on disk sürtünme katsayıları 66
Tablo 6.6 PLA-CNT pin on disk sürtünme katsayıları 67
Tablo 6.7 Ball on disk test parametreleri 68
Tablo 6.8 Ball on disk aşınma oranları 71
Tablo 7.1 Tek eksenli çekme testi prosesi model parametreleri 85
Tablo 7.2 Yükleme-boşaltma testi prosesi model parametreleri 89
Tablo 7.3 Sürünme testi prosesi model parametreleri 93
Tablo 7.4 Pin on disk aşınma testi prosesi model parametreleri 97
Tablo 7.5 Pin on disk aşınma testi prosesi kalan ağırlıklar (Deneysel ve NARX modeli - %0 ve %2 CNT takviyeli ABS) 100
Tablo 7.6 Pin on disk aşınma testi prosesi kalan ağırlıklar (Deneysel ve NARX modeli - %4 ve %6 CNT takviyeli ABS) 101

ÖZET

ERİYİK YIĞMA MODELLEMEDE KULLANILAN KARBON NANOTÜP TAKVİYELİ POLİMERLERİN ÜRETİMİ, MEKANİK VE AŞINMA DAVRANIŞLARININ KARAKTERİZASYONU VE MODELLENMESİ

Kamil FERATOĞLU

Makine Mühendisliği Anabilim Dalı
Doktora Tezi

Danışman: Dr. Öğr. Üyesi İlyas İSTİF

Eklemeli imalat türlerinden biri olan Eriyik Yığma Modelleme havacılık sanayiinde karmaşık geometriye sahip düşük ağırlıklı parçaların üretiminde, mimaride yapısal modellerin üretiminde ve çeşitli elektriksel uygulamalarda kullanılmaktadır. Ancak, bu yöntemde kullanılan saf polimerlerlerin fonksiyonel olarak kullanılabilmek için mekanik özellikleri yetersiz kalmaktadır. Önceleri eriyik yığma modelleme proses parametrelerinin optimizasyonu ile üretilen parçaların dayınımını arttırılmaya çalışılmıştır. Ancak, son zamanlarda bu teknikte kullanılmak üzere kompozit malzeme geliştirme yoluna gidilmiştir.

Bu tez çalışmasında, eriyik yığma modellemede en sık kullanılan malzemeler olan polilaktik asit ve akrilonitril bütadin stiren malzemeleri çok duvarlı karbon nanotüpler ile takviye edilerek mekanik ve tribolojik özellikleri karakterize edilmiş ve deney verileri kullanılarak sistem tanılama ile modeller oluşturulmuştur. Üretilen nanokompozit filamentler termogravimetrik analiz ve diferansiyel taramalı kalorimetri analizlerine tabii tutularak termal özellikleri araştırılmıştır. Nanokompozit filamentler kullanılarak eriyik yığma modelleme ile numuneler üretilmiş ve üretilen numunelere sürünme, yükleme-boşaltma ve çekme testleri uygulanarak mekanik ve viskoelastik-viskoplastik özellikleri karakterize edilmiştir. Daha sonra üç boyutlu basılmış nanokompozit numunelere farklı ortam sıcaklıklarında pin-on-disk ve ball-on-disk aşınma testleri uygulanmıştır. Gerçekleştirilen testlerde farklı proses

parametreleri ve değişen test koşullarının yanında CNT takviyesinin 3B basılmış nanokompozit numunelerin aşınma ve mekanik davranışları üzerindeki etkileri incelenmiştir. Üretilen numunelerin morfolojisi, taramalı elektron mikroskobu kullanılarak karakterize edilmiştir. Üretilen nanokompozitlerin aşınma ve mekanik davranışlarının öngörüsü için sistem tanılama uygulanarak çok giriş ve tek çıkışlı model yapıları oluşturulmuştur.

Anahtar Kelimeler: Eriyik yığma modelleme, nanokompozit polimerler, tanılama, yapay sinir ağları.

ABSTRACT

MANUFACTURING OF CARBON NANOTUBE REINFORCED POLYMERS USED IN FUSED DEPOSITION MODELLING, CHARACTERIZATION AND MODELLING OF MECHANICAL AND WEAR BEHAVIORS

Kamil FERATOĞLU

Department of Mechanical Engineering
Doctor of Philosophy Thesis

Supervisor: Assist. Prof. İlyas İSTİF

Fused Deposition Modeling which is one of the additive manufacturing techniques is used in the aviation industry for the production of low-weight parts with complex geometry, in architecture for the production of structural models, and in various electrical applications. However, the mechanical properties of the pure polymers used in this method are insufficient to be used functionally. Initially, efforts were focused on increasing the strength of parts by optimizing the process parameters. However, in recent years, the development of composite materials has been pursued to be used in this technique.

In this thesis, polylactic acid and acrylonitrile butadine styrene materials, which are the most frequently used materials in Fused Deposition Modeling were reinforced with multi-walled carbon nanotubes and their mechanical and tribological properties were characterized and models were developed using system identification. Manufactured nanocomposite filaments were subjected to thermogravimetric analysis and differential scanning calorimetry analysis to investigate their thermal properties. Nanocomposite samples were manufactured with fused deposition modeling by using produced filaments and the samples were subjected to creep, loading-unloading and tensile tests to characterize their mechanical and viscoelastic-viscoplastic properties. Then, pin-on-disc and ball-on-disc wear tests were applied to printed nano-composite samples at different ambient temperatures. In the tests carried out, the effect of carbon nanotube reinforcement on the wear and mechanical behavior of 3D printed

nano-composite samples was investigated, as well as different process parameters and changing test conditions. The morphology of the produced samples was characterized using scanning electron microscopy. Multi-input and single-output model structures were created by applying the system identification procedure to predict the wear and mechanical behavior of the produced nanocomposites.

Keywords: Fused deposition modelling, nanocomposite polymers, identification, artificial neural network.

1
GİRİŞ

1.1 Literatür araştırması

Eklemeli imalat, bir bilgisayar destekli tasarım programında oluşturulmuş üç boyutlu model verilerini kullanarak malzemeleri katman katman birleştirerek parça inşa etme yöntemidir[1]. Geleneksel imalat yöntemlerinden farklı olarak, bu yöntemle karmaşık geometrilere sahip parçalar üretilebilmektedir[2, 3]. Üç boyutlu (3B) baskı olarak da bilinen Eriyik Yığma Modelleme (EYM) tekniği, kullanılabilen malzeme çeşitliliği ve düşük maliyeti nedeniyle farklı türdeki eklemeli üretim teknolojileri arasında daha popüler hale gelmiştir[4]. Bu teknikte, camsı geçiş sıcaklığının üzerinde ısıtılan termoplastik filament, bir nozuldan geçerek yarı eriyik halde platform üzerinde katman katman biriktirilir. Üretilmek istenilen parçanın üç boyutlu katı modeli yazılıma aktarılır ve stereolitografi (STL) dosya formatında iki boyutlu katmanlara bölünür. Nozul kafasının hareketi ise üç eksenli bir sistem tarafından kontrol edilir. İlk katmanın üretiminden sonra platform belirlenen katman kalınlığı kadar z ekseni yönünde aşağı doğru veya nozul kafası yukarı yönde hareket eder ve yeni katman bir önceki katman ile bağ oluşturur. Üretim tamamlandığında parça platformdan manuel olarak veya destek yapısı ile beraber üretilmişse bir kimyasal yardımı ile ayrılır[5].

3B baskı teknolojisi, havacılık sanayiinde karmaşık geometriye sahip düşük ağırlıklı parçaların üretiminde, mimaride yapısal modellerin üretiminde[6], medikal sektöründe doku ve organ üretiminde[7] kullanılmaktadır. Metaller, polimerler ve seramikler gibi birçok mühendislik malzemesi 3B baskı teknolojisinde kullanılabilir[8–12]. Bu malzemeler arasından polimerler düşük yoğunlukları, düşük maliyetleri ve üretim kolaylıkları sebebiyle otomotiv, havacılık ve uzay gibi birçok sektörde tercih edilmektedirler. Bunların yanında kaymalı yataklar, sızdırmazlık elemanları, dişliler, elektrik uygulamaları gibi birçok mühendislik uygulamasında polimerler tercih edilmektedir. EYM teknolojisinde genellikle yüksek performans mühendislik polimerlerinden olan polilaktik asit (PLA) ve polikarbonat (PC), akrilonitril bütadin stiren (ABS), naylon 12 gibi malzemeler tercih edilmektedir[13–15].

Ancak, saf polimerlerden üretilen parçaların fonksiyonel olarak kullanılmak için mekanik özellikleri yetersiz kalmaktadır. Bahsedilen kısıtlar bu teknolojinin yaygın olarak kullanılabilmesine engel teşkil etmektedir[16, 17]. Dolayısıyla EYM tekniği ile üretilen parçaların mekanik özelliklerini iyileştirmek bu kısıtlamaları ortadan kaldıracaktır. Birçok araştırma sürecin iyileştirilmesi ve saf polimer üretimi üzerine odaklanmıştır. Ahn ve diğ.[18], EYM tekniği ile üretilen parçaların mekanik özellikleri üzerinde ızgara açısı, renk, nozul çapı ve hava boşluğunun etkilerini araştırmıştır. Tymrak ve diğ.[4], açık kaynaklı yazıcılarda süreç parametrelerinin mekanik özellikler üzerindeki etkilerini incelemiş ve düşük maliyetli bir 3B yazıcının endüstride kullanılanlar kadar fonksiyonel ürünler üretebileceğini ortaya koymuştur. Es-Said ve diğ.[19] farklı ızgara açılarının 3B baskılı ABS parçaların mekanik özellikleri üzerindeki etkilerini çekme, darbe ve üç nokta eğme testleri ile araştırmıştır. Lee ve diğ.[15], EYM tekniği ile üretilen parçaların elastik özelliklerini ve ızgara açısı, katman kalınlığı ve hava boşluğu parametrelerinin bu özelliklere etkilerini araştırmıştır. Crocolo ve diğ.[20], EYM proses parametrelerini ve bu parametrelerin ABS-M30 parçalarının çekme dayanımı ve sertliği üzerindeki etkilerini incelemiştir. Panda ve diğ.[21], proses parametrelerinin EYM ile üretilen parçaların eğilme, çekme ve darbe dayanımları üzerindeki etkilerini araştırmıştır. Daha büyük çapa sahip liflerin komşu yüzeylerde daha iyi bir ısı iletimi sağladığı ve bunun da katmanlar ve lifler arasında daha güçlü bağ oluşumuna neden olabileceği sonucuna varmışlardır. Malenka ve diğ.[22], 3B basılmış PLA parçalarının elastiklik modülü ve çekme dayanımını incelemiş ve dikey oryantasyonlu numunelerin daha iyi performans gösterdiklerini ortaya koymuşlardır. Torres ve diğ.[23] katman kalınlığı ve doluluk oranı parametreleri üzerinde çalışmışlardır. Bunun yanında numunelere ısıl işlem uygulamışlardır. Sonuç olarak ısıl işlem görmüş ve katman kalınlığı azaltılmış olan numunelerin kesme dayanımları daha yüksek çıkmıştır. Baich ve diğ.[24], dolgu tiplerinin 3B baskılı parçaların çekme,basma ve eğilme dayanımları üzerindeki etkilerini araştırmışlardır. Dawoud ve diğ.[25], hava boşluğu ve ızgara açısı parametrelerini inceleyerek mekanik performans üzerinde çalışmalar yapmıştır. Sonuç olarak negatif hava boşluğuna sahip parçaların enjeksiyon kalıplama ile üretilen parçalara çok yakın olan bir yoğunluğa sahip olduğu ortaya çıkmıştır.

Bunların yanında, EYM tekniği ile üretilmiş parçaların mekanik özelliklerini geliştirmek için kompozit filament üretimi son yıllarda daha popüler hale gelmiştir. Polimer matrisine eklenilen az miktardaki dolgular ile özelliklerin geliştirilmesi mümkündür. Takviyeler üç ana başlık altında incelenebilir; partiküllerle güçlendirilmiş polimer kompozitler, fiberlerle güçlendirilmiş polimer kompozitler, nanokompozitler. Seramik, metal, karbon fiber ve fiberglas gibi malzemeleri, partikül, fiber veya nanoboyutlarda takviye malzemeleri kullanılarak oluşturulan

polimer kompozitler, tribolojik, mekanik ve termal olarak saf polimerlere göre daha iyi performans göstermektedirler[2, 13, 16, 17, 26–35]. Takviye elemanı olarak kullanılan nano partiküller 3B parçaların özelliklerini geliştirme potansiyellerinden dolayı eklemeli imalatın spesifik türleri için nanokompozit malzemelerin geliştirilmesi son zamanlarda dikkate değer bir ivme kazanmıştır[2, 16, 31, 32, 36–40]. Literatürde EYM ile üretilen parçaların özelliklerinin geliştirilmesi ve fonksiyonelliklerinin arttırılması amacıyla grafen[9, 31, 37, 41], grafen oksit (GO)[42], karbon siyahı[43] ve karbon nanotüp (CNT)[44–46] gibi birçok karbon tabanlı takviyeler kullanılmıştır. Karbon nanotüplerin güçlü van der Waals bağlarından dolayı polimer matrisi içerisinde homojen dağılımları nispeten zordur[39, 47–50]. Buna rağmen homojen dağılım ve CNT'nin polimer matrisi ile uyumu yeterli seviyede sağlanabilirse üretilen nanokompozitin özellikleri önemli ölçüde iyileşmektedir[51]. Polimer matrisine takviye edilen CNT'lerin yapısal kusurlarından dolayı oluşan çekirdeklenme bölgeleri etkileşimi arttırmakta ve daha güçlü bağ oluşumunu tetiklemektedir[51–54]. Belirtilen üstün özellikler CNT'yi 3B basım için cazip hale getirmektedir.

EYM tekniğinde kullanılmak üzere nanokompozit filament üretimi literatürde sınırlı sayıda çalışmaya konu olmuştur. Gnanasekaran ve diğ.[32], 3B basılmış polibütilen tereftalatın mekanik özelliklerini ve iletkenliğini iyileştirmek için takviye olarak CNT ve grafen kullanmıştır. Wei ve diğ.[55], grafen takviyeli ABS filamentleri üretmişler ancak herhangi bir mekanik özellik araştırmamışlardır. Zhang ve diğ.[41] 3B baskılı PLA-Grafen nanokompozit filamentlerin elektriksel dirençlerini ve mekanik özelliklerini araştırmışlardır. Wu ve diğ.[56] polihidroksialkanoatı karbon nanotüplerle güçlendirmiştir. Dul ve diğ.[31], grafen nanoplateletleri ABS matrisi içerisinde herhangi bri çözücü içermeyen bir proses ile homojen dağıtmışlardır.

Birçok endüstriyel uygulamada uzun süreli dayanıklılık, güvenilirlilik uygulanan yük altında dayanabilme temel kalite güvencelerinden biridir. Sürünme deformasayonu boyutsal stabilite problemleri yanısıra servis süresini ve EYM ile üretilen parçaların güvenilirliliğini etkilemektedir. Bu da otomotiv ve havacılık gibi birçok endüstride EYM tekniği kullanıldığı için büyük bir problemdir. EYM tekniği ile üretilmiş parçanın sürünme direncinin yetersiz olması, parçanın işlevsel olmadığını ve uzun süreli yükleme durumları için elverişsiz olduğunun göstergesidir. Uygulanacak sürünme testleri ile EYM parçalarının formunu koruyabilmesi ve stabil bir yapıya sahip olabilmesi için gerekli elastisiteye sahip olup olmadığının öngörüsü mümkündür. Bu nedenlerle yüksek performans ve maksimum ömür için EYM üretimi komponentlerin yeterli sürünme direncine sahip olmaları gereklidir[57]. EYM ile üretilmiş komponentlerin sürünme davranışları araştırmacılar tarafından kapsamlı olarak çalışılmıştır. Zhang ve diğ.[58], 3B basılmış ABS numunelerinin çekme, sürünme ve yorulma davranışlarını incelemişlerdir. Imer ve diğ.[59] fiber takviyeli EYM

ile üretilmiş polimer kompozitlerin yorulma davranışını incelemişlerdir. Niaza ve diğ.[60], yapı iskelesi olarak kullanılan 3B baskılı PLA parçalarının sürünme ve darbe özelliklerini incelemişlerdir. Artan sıcaklıkla beraber polimer zincirlerinin artan makromoleküler hareketliliği nedeniyle sürünme direncinin azaldığı gözlemlenmiştir. Fiber takviyesi ise sürünme gerinimini azaltmaktadır ancak, fiberler arasındaki adezyonun yetersizliğinden dolayı takviye özellikleri kaybolmakta ve potansiyel hatalara dönüşmektedirler. Bu da sürünmeyi hızlandırmaktadır. Hakim olan sürünme hasarı mekanizması, tipik olarak fiber-matris arayüzünde başlayan gerilim yönüne dik bir şekilde çatlama ile meydana gelmektedir. [61]. Dul ve diğ.[38] ABS-CNT nanokompozit filamentlerini eriyik harmanlama ve ekstrüzyon prosesleri ile üretmişlerdir. Çekme testi, sürünme testi ve dinamik mekanik termal analiz testleri uygulayarak mekanik özellikleri araştırmışlardır. Çekme testlerinde belirli bir katkının üzerinden mekanik özelliklerde düşüş gözlemlenmiştir. Optimum katkı oranı %6 olarak belirlenmiştir. 30 °C sıcaklıkta sürünme testleri gerçekleştirilmiştir. Katkı arttıkça sürünme kompliyansında artış gözlemlenlenmiştir.

Tüm bunlara ek olarak, polimerler hıza ve sıcaklığa bağlı farklı mekanik özellikler göstermektedir. Bu nedenle çekme, basma, eğme, sürünme gibi testler yanında viskoelastik-viskoplastik davranışlarının incelenmesi gereklidir. EYM ile üretilen nanokompozit parçaların mekanik özellikleri yanında parçaların hıza bağımlılığı, yükleme-boşaltma davranışları, kalıcı deformasyonları hakkında bilgi verecek olan viskoelastik-viskoplastik özelliklerini inceleyen çalışma sayısı ise oldukça kısıtlı kalmıştır. Prashantha ve diğ.[16], PLA matrisine iletken takviye malzemeleri ile nanokompozitler üretmişlerdir ve dinamik mekanik analiz (DMA) testleri ile viskoelastik özellikleri araştırmışlardır. Yin ve diğ.[62] 3B basılmış PC, ABS ve PC/ABS numunelerinin viskoelastik deformasyonunu araştırmak için DMA testleri gerçekleştirmişlerdir. Mohamed ve diğ.[63] farklı frekanslarda DMA testleri uygulayarak EYM tekniği ile üretilen PC-ABS numunelerinin zamana bağlı mekanik özelliklerini araştırmışlardır. Dakshinamurthy ve diğ.[64], farklı proses parametreleri ile üretilen ABS numunelerinin viskoelastik özelliklerini araştırmak için DMA testleri uygulamışlardır. Mohamed ve diğ.[65], 3B basılmış numunelerin sıcaklığa bağlı dinamik mekanik özelliklerini araştırmışlardır.

3B basılmış parçalarda arızaların önüne geçmek ve dayanıklılığı arttırmak için kalite güvencesinin sağlanması gereklidir ve temel kriterlerden biri de aşınma performansıdır. Aşınma direnci sadece malzeme özelliği olmamakla birlikte aynı zamanda bir sistem cevabıdır. Proses parametreleri ve malzeme özellikleri birlikte aşınma davranışını belirler. Literatürde 3B basılmış parçaların tribolojik davranışlarını inceleyen çalışma sayısı kısıtlıdır. Birçok çalışma EYM proses parametrelerinin optimize edilerek aşınma performansının geliştirilmesi üzerine odaklanmıştır. Sood

ve diğ.[29] EYM proses parametrelerinin 3B basılmış ABS parçalarının aşınma davranışlarına etkisini araştırmış ve aşınma oranının proses parametrelerinden büyük ölçüde etkilendiklerini ortaya koymuşlardır. Gurrala ve diğ. [33] kayma hızı, normal yük gibi pin on disk aşınma testi cihazı proses parametrelerinin 3B basılmış ABS parçalarının aşınma dirençlerine etkilerini araştırmışlardır. Bu çalışmaların yanında 3B basımda kullanılmak üzere nanokompozit filament üretimine odaklanan çalışmalarda bulunmaktadır. Bustillos ve diğ.[37] çalışmalarında satın aldıkları Grafen ile takviye edilmiş Polilaktik Asit (PLA) filamentlerini kullanmışlar ve takviyesiz PLA parçalar ile PLA-Grafen nanokompozit parçaların tribolojik özelliklerini incelemişler ve grafen takviyesinin aşınma direncini arttırdığını gözlemlemişlerdir. Przekop ve diğ.[27] PLA malzemesine ağırlıkça %1, %2,5, %5 ve %7,5 oranlarında grafit takviye etmişlerdir. Pin on disk tribometresi ile gerçekleştirilen deneylerde karşı malzeme olarak C45 çeliği kullanılmıştır ve ağırlık olarak %1 oranında grafit katkısı bile aşınma oranında %26'lık bir düşüş sağlamıştır. %10 grafit katkısı ise aşınma oranının %65 kadar düşürmüştür. Boparai ve diğ.[26] alüminyum (Al) ve alüminyum Oksit (Al_2O_3) ile takviye edilmiş Naylon 6 ve saf ABS filamentlerini kullanarak EYM tekniği ile üretilen numunelerin tribolojik davranışlarını pin on disk test cihazında incelemişler ve aşınma direncinde iyileşme sağlamışlardır. Keshavamurthy ve diğ.[66], EYM ile üretilen ABS parçalarının aşınma dirençlerini arttırmak amacıyla farklı oranlarda Bakır (Cu) eklemişlerdir. 5 N ile 20 N arasında değişen normal yüklerde ve sabit hızda yapılan testlerde numunelerin birim kayma mesafesinde yükseklik değişimleri ölçülmüştür ve takviyelerle beraber aşınma oranları düşmüştür.

Katman katman üretim tekniğinin doğası gereği EYM ile üretilmiş parçaların içerisinde hava boşlukları mevcuttur ve bu da lineer olmayan mekanik davranışlara sebebiyet vermektedir. Bu nedenle sayısal modelleme teknikleri 3B basılmış parçaların davranışlarını öngörmekte yetersiz kalmaktadır. Son yıllarda, yapay sinir ağları (ANN), özellikle proses parametreleri ile mekanik özellikler arasında lineer olmayan ilişkiye sahip eklemeli imalat proseslerinde bir öngörü aracı olarak kullanılmaya başlanılmıştır. ANN ve bulanık mantık tabanlı öngörü metodları deneysel verileri kullanarak karmaşık mekanizmaların lineer olmayan ilişkilerini modellemede iyi performans göstermektedirler[67]. Deney yapmadan önce mekanizmayı analiz etmek araştırma alanını daralttığı gibi deney sayısından kaynaklı maliyeti de azaltmaktadır[68]. Literatürdeki az sayıda çalışmalarda EYM proses parametreleri yapay sinir ağı ile optimize edilmiştir. Peng ve diğ.[69], tepki yüzeyi metodolojisini (RSM) ve ANN tekniğini kullanarak EYM tekniği ile üretilen parçaların boyutsal doğruluğu için proses parametrelerini optimize etmişlerdir. Sood ve diğ.[70], ANN tekniğini kullanarak proses değişkenlerinin basma dayanımı üzerindeki etkisini araştırmışlardır. Sonuç olarak, daha az katman sayısına ve ızgara uzunluğuna

sahip parçaların basma dayanımlarının daha iyi olduğu gözlemlenmiştir. Başka bir çalışmada, Sood ve diğ.[71], EYM parçalarının mekanik özelliklerini iyileştirmek için proses parametrelerini ANN ile optimize etmişlerdir.

Bu çalışmada mühendislik termoplastiğini kullanabilen tek eklemeli imalat çeşidi olmasından dolayı son yıllarda otomotiv, havacılık gibi çeşitli endüstrilerde tribolojik ve mekanik uygulamalarda kullanılmaya başlanılan EYM prosesinde kullanılmak üzere kompozit filament üretilmesi ve bu filamentler ile üretilen numunelerin çeşitli mekanik özelliklerinin araştırılması amaçlanmaktadır. Ana matris malzemesi olarak 3B basım teknolojisinde en sık kullanılan malzemeler olan PLA ve ABS seçilmiştir. Dolgu malzemesi olarak da karbon nanotüp kullanılmıştır. Karbon nanotüplerin güçlü van der Waals bağlarından dolayı polimer matrisi içerisinde homojen dağılımları nispeten zordur[39, 47–50]. Buna rağmen homojen dağılım ve CNT'nin polimer matrisi ile uyumu yeterli seviyede sağlanabilirse üretilen nanokompozitin özellikleri önemli ölçüde iyileşmektedir[51]. Polimer matrisine takviye edilen CNT'lerin yapısal kusurlarından dolayı oluşan çekirdeklenme bölgeleri etkileşimi arttırmakta ve daha güçlü bağ oluşumuna sebebiyet vermektedir[51–54]. Belirtilen üstün özellikler CNT'yi 3B basım için cazip hale getirmektedir. Polimerler, oda sıcaklığında dahi elastik davranıştan saparak hıza bağımlı viskoelastik-viskoplastik davranış sergilemektedirler. Bu davranışlar özellikle EYM prosesi ile üretilen parçalarda araştırılmaya değer bir konudur. Ayrıca eklenecek katkının, mekanik özellikleri hıza bağımlılık, sıcaklıkla değişim gibi çeşitli yönlerden nasıl etkileyeceği de deneysel olarak belirlenmeye ve kavramsal olarak açıklanmaya muhtaç konulardır. Bununla beraber EYM prosesi ile üretilen polimer parçaların tribolojik özelliklerini geliştirmek özellikle kaymalı temas halindeki makine yedek parçalarının üretiminde önemlidir. Makine parçasında meydana gelebilecek hasar durumunda, üç boyutlu baskı ile üretimi aksatmadan hasarlı parça yerine seri bir şekilde yedek parça tedarik edilebilir.

Çalışmada saf PLA ve saf ABS filamentleri ile PLA-CNT ve ABS-CNT nanokompozit filamentleri kullanılmıştır. Literatürdeki çalışmaların birçoğunda takviye malzemesinin polimer matrisi içerisinde homojen dağılabilmesi için granül halindeki polimer ile eriyik harmanlama işlemine tabi tutulmaktadır[38, 72, 73]. Bu çalışmada, polimer ile takviye malzemesinin harmanlanmasından önce granül halindeki polimerler daha homojen bir dağılım sağlaması amacıyla pülverize cihazı ile toz haline getirilmiştir. Daha sonra çift vidalı ekstrüder yardımı ile eriyik harmanlama işlemi uygulanmıştır. Çift vidalı ekstrüderden çıkan yarı mamül halindeki numuneler granülizasyon cihazı ile pellet haline getirilmiştir. Son aşamada ise pelletler tek vidalı ekstrüderden geçirilerek istenilen çapta filamentler elde edilmiştir. Üretilen filamentler diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ve termogravimetrik analizllerine (TGA) tabi tutulmuşlardır.

EYM tekniğinin doğası gereği üretilen parçalarda oluşan gözenekli yapılar mekanik özellikleri büyük ölçüde etkilemektedir. Bu nedenle numuneler 3B yazıcıda üretildikten sonra ısıl işleme tabi tutulmuşlardır ve yapılan ön çalışmalarda mekanik özelliklerde iyileşmeler gözlemlenmiştir. Üretilen numuneler aşınma, sürünme, çekme ve yükleme-boşaltam testlerine tabi tutularak mekanik ve tribolojik özellikleri yanısıra viskoelastik-viskoplastik özellikleri araştırılmıştır. Numunelerin mekanik özelliklerini büyük ölçüde etkileyen gözeneklilikler taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile analiz edilmiştir. Yapılan aşınma ve mekanik testler çok girişli-tek çıkışlı dinamik sistem olarak kabul edilerek lineer olmayan otoregresif ekzojen (NARX), transfer fonksiyonu ve proses modelleri ortaya konulmuştur. Aşınma testi prosesinde ortam sıcaklıkları, CNT katkı oranları ve sürtünme katsayısı proses girdileri, aşınma oranı ise proses çıktısı olarak alınmıştır. Çekme ve yükleme-boşaltma testlerinde, SEM görüntülerinin analiziyle elde edilen gözenek yoğunlukları, gerinim hızları ve uygulanan gerilme miktarı proses girdisi, gerinim ise proses çıktısı olarak alınmıştır. Sürünme testlerinde ise gözenek yoğunlukları, CNT katkı oranları ve zaman proses girdisi, gerinim proses çıktısı olarak alınmıştır.

1.2 Amaç

Bu çalışmada uygulamalarda özellikle prototip üretimi için tercih edilen Eriyik Yığma Modelleme (EYM) prosesinde kullanılabilecek kompozit filamentler üretmek ve bu filamentler ile mekanik özellikleri iyileştirilmiş fonksiyonel parça üretimi amaçlanmaktadır. Üretilen numunelerin aşınma, mekanik, viskoelastik ve viskoplastik özelliklerinin belirlenilmesi ve elde edilen deney verilerinin sistem tanılamada kullanılarak modeller oluşturulması amaçlanmaktadır.

1.3 Hipotez

Bu tez çalışmasında EYM tekniğinde sık kullanılan Akrilonitril Bütadin Stiren (ABS) ve Polilaktik Asit (PLA) malzemeleri karbon nanotüp (CNT) ile takviye edilerek nanokompozit filamentler üretilecektir. Bu filamentler kullanılarak üretilen numunelerin mekanik, viskoelastik-viskoplastik veaşınma davranışları belirlenip karakterize edilecek ve sistem tanılama ile öngörü yeteneği yüksek model yapıları oluşturulacaktır.

2
EKLEMELİ İMALAT

Eklemeli imalat, üç boyutlu model verisinden parçalar üretmek amacıyla malzemelerin katman katman birleştirilmesi prosesidir [74]. Üç boyutlu baskı ifadesi ise malzemenin bir yazıcı kafası ve lüle yardımı ile platformda biriktirilmesini tanımlar. 3 boyutlu baskıda kullanılan cihazlar kapasitesi çok yüksek olmayan maliyet yönünden ucuz makinelerdir. İlk 3 boyutlu baskı teknolojisi stereolitografi (SL) 'dir ve Charles Hull tarafından 1986 'da geliştirilmiştir [75]. Bu gelişmeyi lazer sinterleme, eriyik yığma modelleme (EYM) ve püskürtmeli yazdırma [76] gibi teknolojiler izlemiştir. Eklemeli imalat teknolojileri, karmaşık geometriye sahip parçaların üretilebilmesi, tasarımda esneklik ve tasarımın kişiselleştirilebilmesi, zaman ve maliyetten tasarruf gibi avantajlara sahiptir. Başlangıçta prototip üretimi için kullanılan bu teknolojiler günümüzde havacılık, biyomekanik ve yapı inşası gibi endüstrilerde kullanılmaktadır. Ek olarak, bu teknolojiye uygun yeni malzemeler ve metodolojiler geliştirilmeye devam etmektedir [76]. 3 boyutlu baskı teknolojisinde metal, polimer, kompozit, seramik gibi malzemelerin yanında beton bile kullanılabilmektedir. Geliştirilmiş metaller ve alaşımların 3 boyutlu baskı teknolojisinde kullanımı ile bu teknoloji havacılık ve otomotiv endüstrilerinde yer bulmaktadır. Polilaktik asit (PLA) ve akrilonitril bütadin stiren (ABS), 3 boyutlu baskıda kullanılan ana malzemeler olmakla birlikte Polieter eter keton (PEEK) gibi yüksek performans polimerleri de bu amaçla kullanılabilmektedir.

Eklemeli imalat teknolojileri yedi grup altında kategorize edilebilir: bağlayıcı püskürtmeli (binder jetting), yönlendirmeli enerji yığma (directed energy deposition), malzeme püskürtme (material jetting), toz yataklı füzyon (powder bed fusion), plaka laminasyon (sheet lamination) ve fotopolimerizasyon (ASTM F2792-12a, 2012). Farklı 3 boyutlu baskı teknolojileri arasında, özellikle polimer parça üretimi açısından en sık kullanılan teknolojiler EYM, seçkili lazer sinterleme (SLS) ve stereolitografi'dir [1].

Tablo 2.1 Eklemeli imalat prosesleri

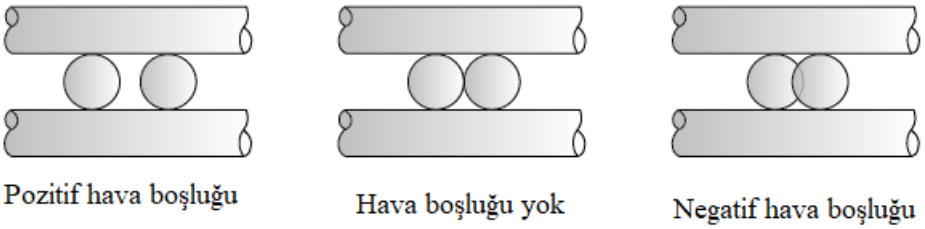
Eklemeli imalat prosesleri	**Malzemenin durumu**	**Çalışma prensibi**
Bağlayıcı püskürtmeli	Toz	Sıvı ile bağlama
Yönlendirmeli enerji yığma	Tel veya toz	Termal enerji
Malzeme ekstrüzyonu	Filament	Nozul ile ekstrüzyon
Mazleme jeti	Damlacık	UV ışınları
Toz yataklı füzyon	Toz	Termal enerji
Levha laminasyonu	Levha formundaki malzeme	UV ışınları

2.1 Eriyik Yığma Modelleme(EYM)

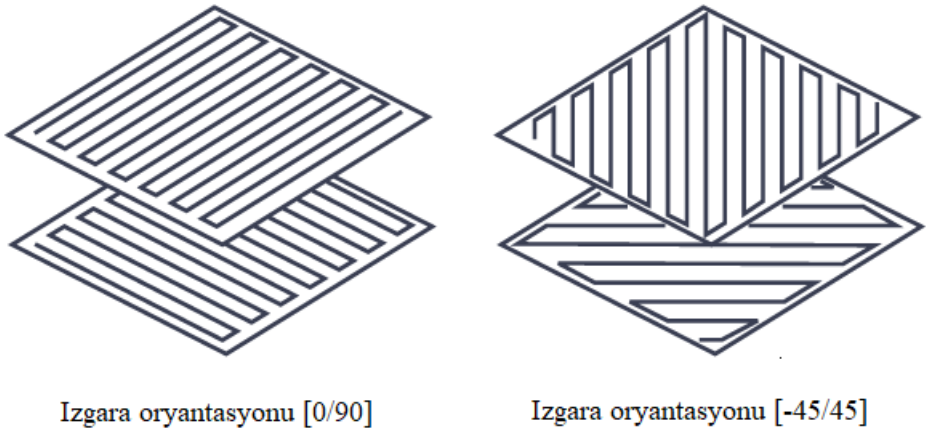
3 boyutlu baskı teknolojilerinden biri olan EYM genellikle polimer esaslı malzemelerin kullanıldığı bir teknolojidir. Başlangıçta filament halinde olan malzeme ısıtılmış bir lüleden geçtikten sonra platforma iplik halinde eriyik olarak bırakılır. Katman tamamlandığında, diğer katman eski katmanın üzerinde aynı şekilde oluşturulur ve parça bitene kadar bu süreç devam eder. Bu teknoloji genellikle düşük ergime sıcaklığına sahip termoplastik malzemeler ile kullanılmaktadır. Ancak, son yıllarda daha yüksek mertebede ektrüzyon sıcaklığına çıkabilen 3 boyutlu yazıcılar geliştirildiği için daha yüksek ergime sıcaklığına sahip termolastikler ve metaller kullanılabilmektedir.

2.1.1 Yazdırma Parametreleri

3 boyutlu basılmış parçaların üretim süreci geometrik özelliklerin, daha sonra stereolitografi (STL) dosyasına dönüştürelecek olan bir bilgisayar destekli tasarım (CAD) modelde tanımlanması ile başlar. Daha sonra bir dilimleme yazılımı ile 3 boyutlu model 2 boyutlu katmanlardan oluşan inşa modeline dönüştürülür. Dilimleme yazılımı G kodları olarak adlandırılan çıktı dosyasını oluşturabilmesi için yazdırma parametrelerine ihtiyaç duyar. G kodları lülenin hareketini, hızını ve ekstrüde edilmesi gereken filament miktarını belirleyen komutlar bütünüdür. Kullanıcı tarafından tanımlanabilen parametreler arasında, oluşturulan parçanın mekanik özelliklerine etkisi en çok olan parametreler; katman kalınlığı, platforma bırakılan filament genişliği, hava boşluğu ve ızgara açısıdır.



Şekil 2.1 Hava boşluğu tipleri

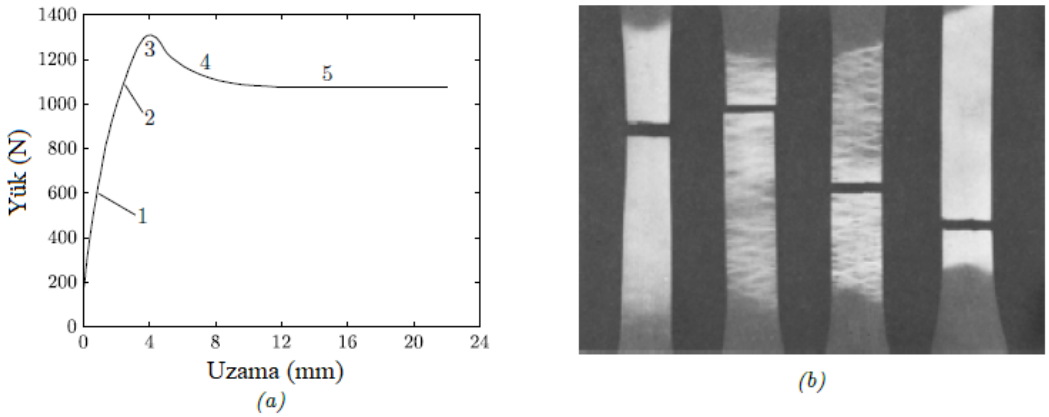


Şekil 2.2 Izgara açısı

2.2 Eriyik yığma modellemede kullanılan termoplastikler

ABS ve PLA EYM teknolojisinde en çok kullanılan termoplastiklerdendir. Bu nedenle bu malzemelerin geleneksel imalat yöntemleri ile üretildiklerindeki mekanik davranışlarını da anlamak önemlidir. Truss ve Chadwick [77] enjeksiyonla üretilmiş ABS numunelerinin farklı sıcaklık ve farklı gerinim hızları altında çekme davranışlarını incelemiştir. Yük-uzama eğrisi Şekil 2.3 'te gösterilmiştir. Eğride 5 farklı bölge görülebilir. Başlangıçta, elastik ve lineer bölge (1) varken bunu elastik ve lineer olmayan bölge izler (2). 3. Bölgede akma noktası maksimum gerilim ile kesişmektedir. Akma noktasına gelindikten sonra gerinim gevşeme bölgesi bulunmaktadır (4). Son olarak plastik akış sabit gerilim altında devam etmektedir (5). 1E-4 ile 1E-1 gerinim hızları arasında değişen testler oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Akma gerilmesine yakın bir noktaya erişmeden önce, gerinim hızına bağlı olarak iki farklı davranış gözlemlenmiştir. Düşük gerinim hızlarında numunelerin kenarlarında kayma bölgeleri tespit edilmiş, bu bölgeler dolaylı olarak iç kısımlara doğru yayılmaya başlamış ve yüzeyde boyun verme gözlemlenmiştir. Yüksek gerinim hızlarında ise belirli kayma bölgeleri gözlemlenmemesine rağmen, akma noktasında numune ölçüm uzunluğu

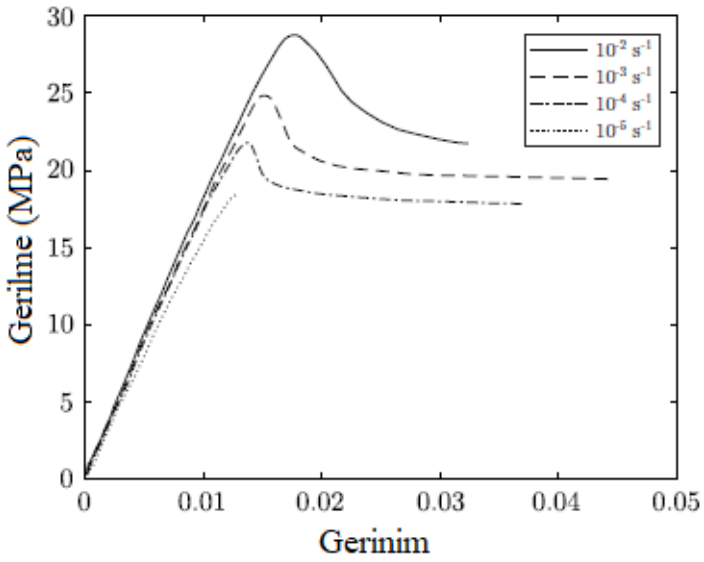
boyunca genel bir bulanıklık gözlemlenmiştir. Akma noktasından sonra, gevşeme esnasında kesme şeritleri tüm ölçü uzunluğu boyunca görülmüş ve yavaşça iç kısımlara doğru yayılmaya başlamıştır. Son olarak, sabit veya hafifçe azalan yük altında, sürekli bir gerilim beyazlaması gözlemlenmiştir. Tüm test durumlarında, kırılma uygulanan gerilime dik şekilde ve gerilim beyazlaması görülen bölgelerde gerçekleşmiştir.



Şekil 2.3 (a) ABS yük-uzama eğrisi, (b) Farklı gerinim hızlarında kırılmalar

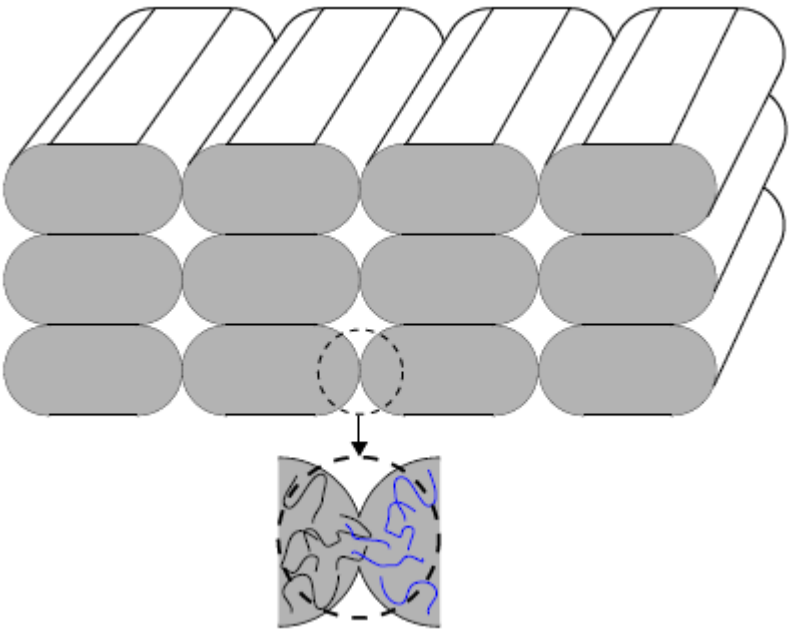
2.2.1 EYM termoplastiklerinin mekanik davranışları

Geleneksel yöntemlerle üretilmiş termoplastikler gibi, 3 boyutlu baskı ile üretilmiş termoplastiklerde gerinim hızına bağlı mekanik davranış gösterirler. Bu bağlılığın EYM ile üretilmiş parçalarda gözlemlendiği çalışmalar mevcuttur [78–80] Rodriguez ve diğ. [79] 1E-5 ile 1E-2 arası değişen gerinim hızlarında uzunlamasına ızgara oryantasyonu ile üretilen ABS numuneleri üzerinde testler gerçekleştirmiştir. Gerinim hızı arttıkça akma gerilmesinde de gözle görülür bir artış olmuştur. Düşük gerinim hızlarında ise tokluk derecesinde ciddi bir düşüş olmuştur. Vairis ve diğ. [80] 45° ızgara açısı ile üretilmiş ABS numunelerini aynı aralıkta gerinim hızlarında test etmiştir. Gerinim hızı arttıkça elastiklik modülünde ve akma gerilmesinde artış gözlemlenmiştir. Bu durum, Song ve diğ. [78]'nin EYM ile üretilmiş PLA numunelerinde de gözlemlenmiştir.



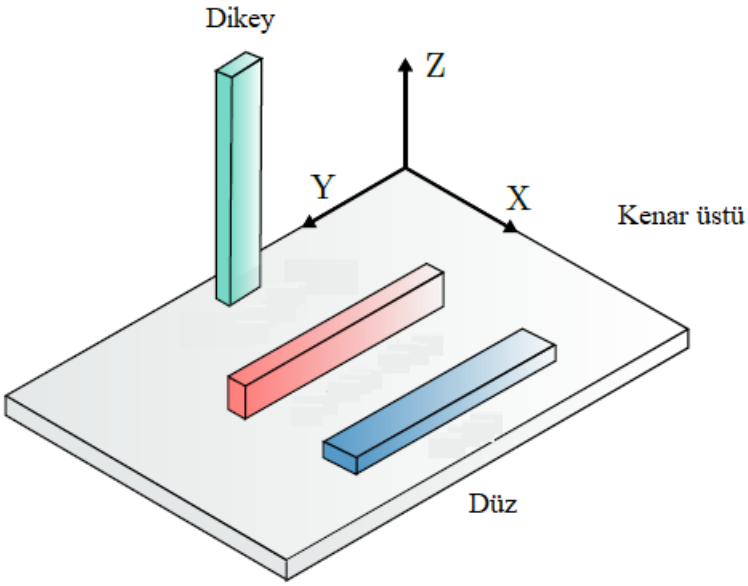
Şekil 2.4 Uzunlamasına ızgara oryantasyonu ve -25.4 µm hava boşluğu ile üretilmiş ABS numunelerinin farklı gerinim hızlarında gerilim-gerinim eğrileri [80]

Eklemeli imalatta katman katman üretimin doğası gereği yüksek oranda gözeneklilik mevcuttur. Bu gözeneklilikle beraber katmanlar arasındaki arayüzey bağları parçaların mekanik özelliklerini belirlemektedir. EYM tekniğinde ise her katman belirli sayıda ızgaradan oluştuğu için boşluklar diğer teknolojilere göre daha sık görülür ve bu teknoloji için temel sorunlardan bir tanesidir [1]. 3 boyutlu modelin platform üzerinde nasıl pozisyonlandığının göstergesi olan üretim oryantasyonu ve ızgara oryantasyonu gözenekliliğin parça içerisindeki dağılımını belirleyen ana etkenlerdendir. Gözeneklilik üretilen parçanın anizotropik davranış göstermesine sebebiyet verirken mekanik özellikleri en çok etkileyen parametre ızgara oryantasyonu olarak ortaya çıkmaktadır. Bunların yanında, platforma bırakılan filamentler arasında oluşan bağların dayanımı da dikkate alınması gereken diğer bir faktördür(Şekil 2.5 [81]).



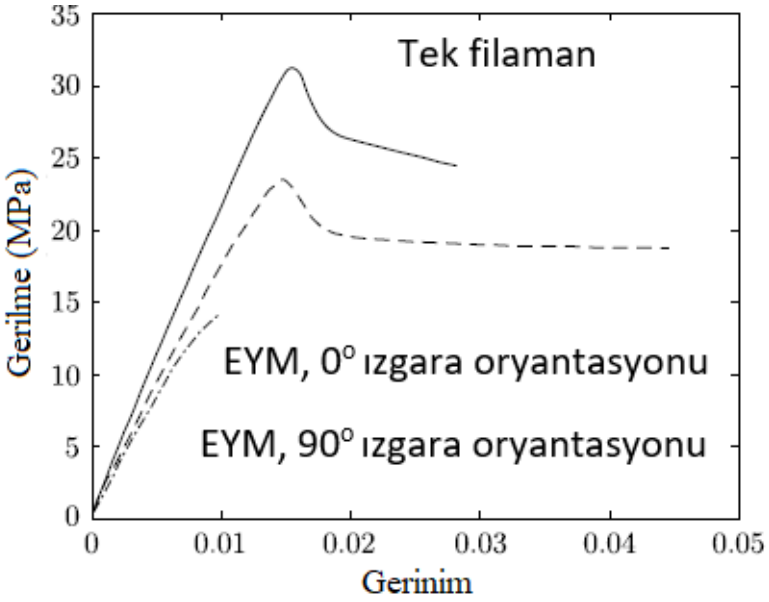
Şekil 2.5 EYM parçalarında filamentler arası bağlar [81]

Hem gözenek yoğunluğu hem de filamentler arası bağların dayanımı, yazdırma ve proses parametrelerine bağlıdır. Bu parametrelerin mekanik davranışlara olan etkilerini inceleyen pek çok çalışma mevcuttur. Üretim oryantasyonu ile ilgili çalışma sayısı az iken [82], ızgara oryantasyonu bir çok araştırmacı tarafından çalışılmıştır [18, 79, 82, 83]. Chacon ve diğ. [84], Şekil 2.6 'da gösterilen 3 farklı üretim oryantasyonu ile ürettikleri PLA numunelerinin mekanik özelliklerini incelemişlerdir. En az dayanımın ve rijitliğin dikey oryantasyonda elde edildiği gözlemlenmiştir. Torrado ve Roberson [82] ABS numuneleri üzerinde yaptıkları çalışmalarda benzer sonucu elde etmişlerdir. Diğer yandan kenar üzeri oryantasyon ile üretilen parçalar en sünek davranışı ve en iyi eğilme performansını sergilemişlerdir.



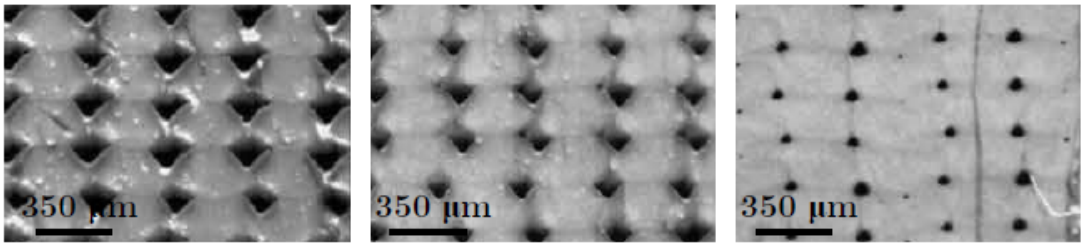
Şekil 2.6 Üretim oryantasyonları [84]

Diğer önemli bir üretim parametresi olan ızgara oryantasyonu ile ilgili yapılan çalışmalarda 0° ızgara oryantasyonu ile üretilen yani filamentlerin gerilme eksenine paralel olduğu parçalar en yüksek çekme dayanımını sergilemiştir. Bu durum moleküllerin gerilme ekseni doğrultusunda hizalanma eğiliminde olduklarıyla açıklanabilir. Diğer yandan 90° ızgara oryantasyonu ile üretilen parçaların çekme dayanımı performansları en düşüktür. Bu öngörülebilir bir sonuçtur keza çekme testinde yük filamentler tarafından değil filamentler arası adezyon ile oluşan bağlar tarafından taşınmaktadır. Ancak, her iki durumda da tek filament ile yapılan testler parçalara göre daha kötü performans sergilemişlerdir. Bu durum EYM numunelerinin içeriğinde gözeneklerden ve moleküler oryantasyon derecesi farklılıklarından kaynaklanmaktadır[79].



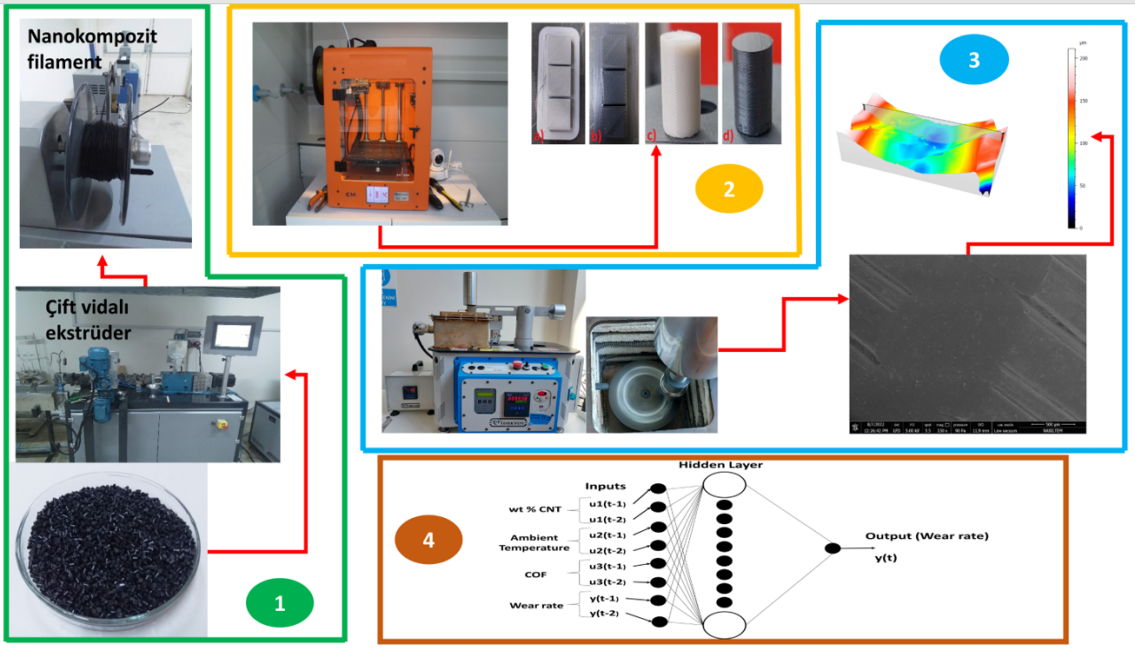
Şekil 2.7 Farklı ızgara oryantasyonlarında EYM-ABS parçalarının ve tek filamentin gerilim-gerinim eğrileri [79]

Rankouhi ve diğ. [85] çalışmalarında katman kalınlığının [23] ve hava boşluğunun parçaların gözeneklilik oranı üzerinde büyük etkisi olduğunu ortaya koymuşlardır. Katman kalınlığı azaldıkça gözeneklilik oranı düşmekte buna bağlı olarak da elastiklik modülü ve akma dayanımı iyileşmektedir. Ek olarak, Ahn ve diğ. [18] çalışmalarında negatif hava boşluğunun dayanımı ve rijitliği arttırdığını gözlemlemişlerdir. Son olarak, proses parametresi olan ekstrüzyon sıcaklığı da analiz edilmiştir. Aliheidari ve diğ. [86] EYM ile üretilmiş ABS numunelerini kırılma tokluğunu ve katmanlar arası adezyonunu 210, 230 ve 240 °C 'de incelemişlerdir. Kırılma tokluğu ve adezyon ekstrüzyon sıcaklığının artmasıyla iyileşmiştir. Şekil 2.8 'de gözenek yoğunluğunun ektrüzyon sıcaklığına bağlı olarak değişimini gösteren kırılma yüzeyleri görülebilir.

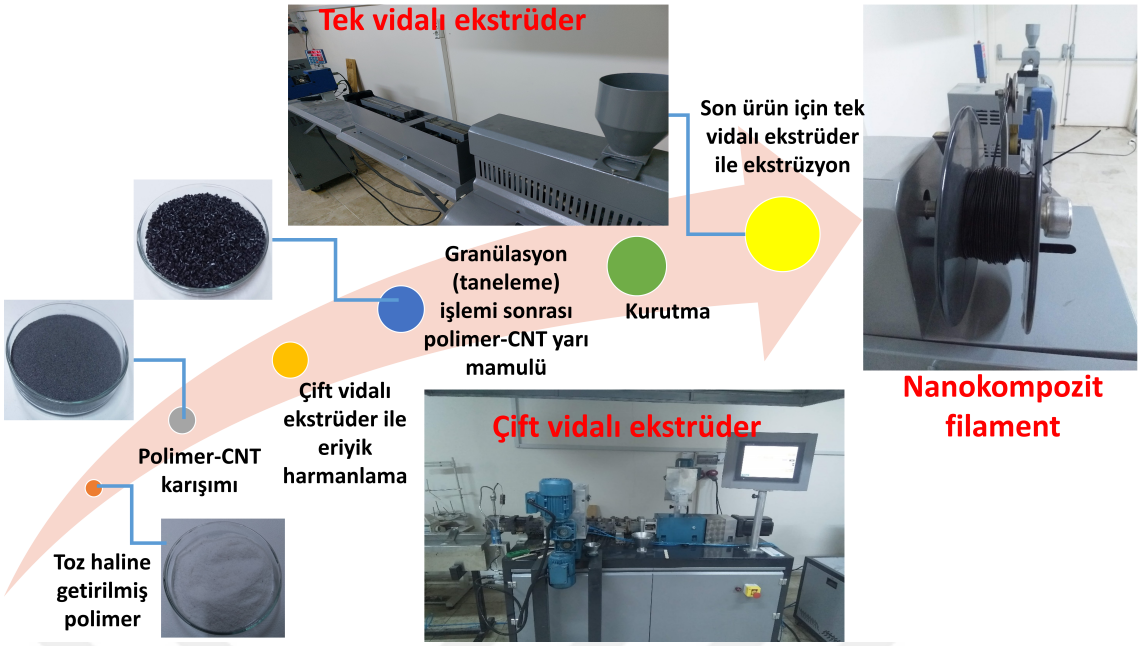


Şekil 2.8 Farklı sıcaklıklarda üretien numunelerin görüntüleri; (a) 210 °C, (b) 230 °C, (c) 240 °C [86]

3
NANOKOMPOZİT FİLAMENT ÜRETİMİ



Polimer matris malzemeleri akrilonitril bütadin stiren (ABS) ve polilaktik asit (PLA) Koluman Plastik A.Ş.'den granül halinde satın alınmıştır. Üreticiden sağlanan teknik verilere göre granül ABS 'nin yoğunluğu 1.04 g/cm^3 ve hacimsel erime hızı 14 cm^3/10 dak (@220 °C/10 kg) 'dır. PLA 'nın yoğunluğu 1.24 g/cm^3 ve erime akış indeksi 22 g/10 dk 'dır. Filament üretiminden önce ABS ve PLA granülleri etüv fırınında 70 °C 'de 2 saat kurutularak nemden arındırılmışlardır. İşlevselleştirilmiş (-COOH) çok duvarlı karbon nanotüpler (MWCNT) Nanografi Nano Teknoloji A.Ş.'den temin edilmiştir. Malzeme teknik verilerine göre, MWCNT'ler 5-10 µm uzunluğa, 10-20 nm çapa ve %96 saflık oranına sahiptir. CNT nano dolgusunun homojen dağılımı ve polimer matrisi ile yeterli seviyede arayüzey adezyonları oluşturması üretilen nanokompozit numunelerin mekanik özelliklerini önemli ölçüde iyileştirmektedir. Kimyasal olarak işlevselleştirilmiş (-COOH) çok duvarlı nanotüp kullanımı arayüzey bağlarını güçlendirdiği gibi dolgunun matris içerisinde dağılımını kolaylaştırmaktadır[72].



Şekil 3.1 Filament üretim aşamaları

Karbon nanotüp ile polimer matrisi arasında daha iyi bir adezyon sağlamak amacıyla granül formdaki ABS ve PLA malzemeleri pülverizasyon cihazında (disk çapı: 500mm, 55kW motor, 5250 rpm) toz haline getirilmiştir. Toz halindeki polimerler ağırlıkça %2, %4 ve %6 oranlarında CNT ile harmanlandıktan sonra Şekil3.2 'de gösterilen çift vidalı bir ekstrüder (D=18mm; L/D:40, Polmak) aracılığıyla eriyik harmanlama işlemi gerçekleştirilmiştir. Literatür çalışmaları, CNT katkısının miktarı arttıkça üretilen nanokompozit numunelerin gevrekleştiğini ortaya koymaktadır. Bu nedenle, ağırlıkça %6 CNT katkısının üzerine çıkılmamıştır. Eriyik harmanlama prosesi nano takviyenin miktarına göre ABS-CNT karışımı için 220 °C ile 240 °C arasında değişen sıcaklıklarda 10 d/dk ile 20 d/dk arasında değişen devir sayılarında, PLA-CNT karışımı için 155 °C ile 180 °C arasında değişen sıcaklıklarda ve 20 d/dk ile 30 d/dk arasında değişen devir sayılarında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.2 Çift Vidalı Ekstrüder

Eriyik harmanlama işlemi sonrası iplik formundaki yarı mamül kompozit, granülizasyon cihazı ile pelet haline getirilmiştir. Pelet halindeki malzemeler 70 °C 'de 4 saat etüv fırınında tutularak nemden arındırıldıktan sonra 1.75mm çapta son ürünün elde edileceği filament üretim hattına besleme yapılmıştır. Üretim hattı üç adet ısıtma bölgesi bulunan ve Şekil3.3 'te gösterilen tek vidalı bir esktrüderdir. Soğutma işlemi için bir su tankı, istenilen çapı elde etmek için çekiş ünitesi ve filamenti biriktirmek için bir sarım ünitesi bulunmaktadır. Besleme bölgesinden filamentin çıktığı nozula kadar sıcaklık profili nano katkının miktarına göre ABS-CNT kompozitleri için T_1= 200 °C - 210 °C, T_2= 200 °C - 210 °C,T_3= 180 °C - 190 °C, PLA-CNT kompozitleri için T_1= 170 °C - 180 °C, T_2= 170 °C - 180 °C,T_3= 160 °C - 170 °C olarak belirlenmiştir. Vida dönüş hızı ise ABS-CNT kompozitleri için 5 d/dk, PLA-CNT kompozitleri için 20 d/dk olarak alınmıştır.



Şekil 3.3 Tek Vidalı Ekstrüder

Şekil 3.1 'de nanokompozit filament üretiminin tüm aşamaları görülebilir. Daha önce de bahsedildiği gibi nano partiküllerin ana polimer matrisi içerisinde homojen olarak dağılması EYM ile üretilen parçaların mekanik özellikleri açısından önemlidir. Homojen dağılım için de çift vidalı ekstrüder(D=18mm; L/D:40, Polmak) ile eriyik harmanlama işlemi yanısıra literatürdeki diğer yöntemlerden farklı olarak polimer ile nano takviye arasındaki adezyonun daha iyi sağlanabileceği düşünülerek polimer granülleri pülverizasyon makinesinde (disk çapı: 500mm, 55kW motor, 5250 rpm) toz haline getirilmiştir. Ancak, belirtilmelidir ki sağlanmaya çalışılan nominal filament çapı olan 1.75 mm, birçok deneme sonrası belirlenen optimum parametrelere rağmen ± 200 μm toleransla elde edilebilmiştir.

3.1 Üretilen Filamentlerin Termal Analizleri

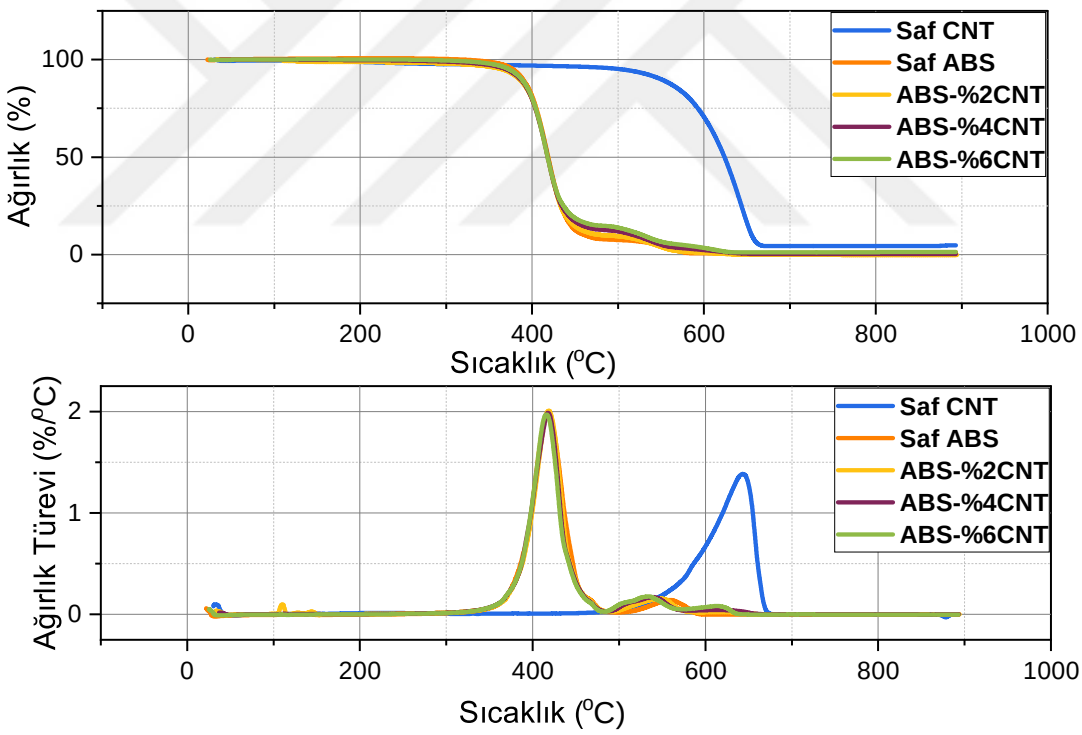
3.1.1 Termogravimetrik Analiz(TGA)

Termal bozunma davranışını araştırmak ve takviyelerin istenilen oranlarda sağlanıp sağlanmadığını belirlemek için üretilen filamentlerden alınan 10 mg'lık örnekler TA/SDT650 gravimetrik analiz cihazı kullanılarak termogravimetrik analize tabii tutulmuşlardır. Analiz 30 °C ile 900 °C sıcaklık aralığında, 10 °C/dk ısıtma

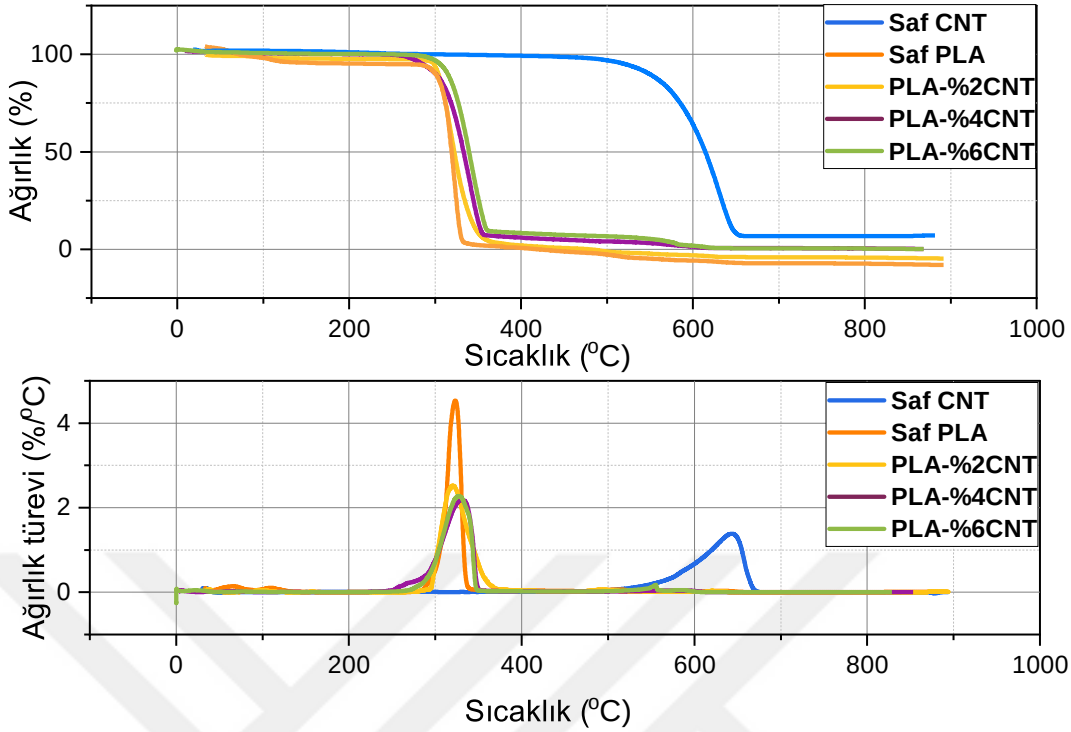
hızında gerçekleştirilmiştir. Termal bozunma sonrası kalan ağırlıkça CNT oranlarının belirlenmesinde ABS-CNT nanokompozitleri için 500 °C ve altındaki sıcaklıklar, PLA-CNT nanokompozitleri için 400 °C ve altındaki sıcaklıklar seçilmiştir. Sıcaklıklar seçilirken numunelerin tamamen bozunduğu sıcaklıkların altındaki sıcaklık değerleri tercih edilmiştir.

$$\%CNT = \%Bozunma \text{ sonrası } kalan\ kompozit - \%ana\ polimer \tag{3.1}$$

ABS-CNT nankompozitleri için Şekil 3.4 'te gösterilen TGA termogramlarında 450 °C, 475 °C, ve 500 °C sıcaklıklar, PLA-CNT nanokompozitleri için Şekil 3.5'te gösterilen TGA termogramlarında ise 375 °C, 390 °C, ve 400 °C sıcaklıklar seçilerek, numunelerden geriye kalan CNT oranlarının hesabı için kullanılmıştır. Ağırlıkça %2, %4 ve %6 oranlarında CNT miktarının yeterli seviyede sağlandığı Tablo 3.1 ve Tablo 3.2 'de görülebilir.



Şekil 3.4 ABS-CNT nanokompozitlerinin TGA termogramları



Şekil 3.5 PLA-CNT nanokompozitlerinin TGA termogramları

Tablo 3.1 ABS-CNT TGA termogramlarından elde edilen veriler

	Kalan ağırlıklar (%)		
	450^oC	**475**^oC	**500**^oC
Saf ABS	12.59	8.2	7.487
ABS-%2CNT	14.48	10.3	9.426
ABS-%4CNT	16.96	12.95	11.96
ABS-%6CNT	18.76	15	13.83
Nominal CNT oranı (%)	**Elde edilen CNT oranı (%)**		
2	14.48-12.59=1.89	10.3-8.2=2.1	9.426-7.487=1.939
4	16.96-12.59=4.37	12.95-8.2=4.75	11.96-7.487=4.473
6	18.76-12.59=6.17	15-8.2=6.8	13.83-7.487=6.343

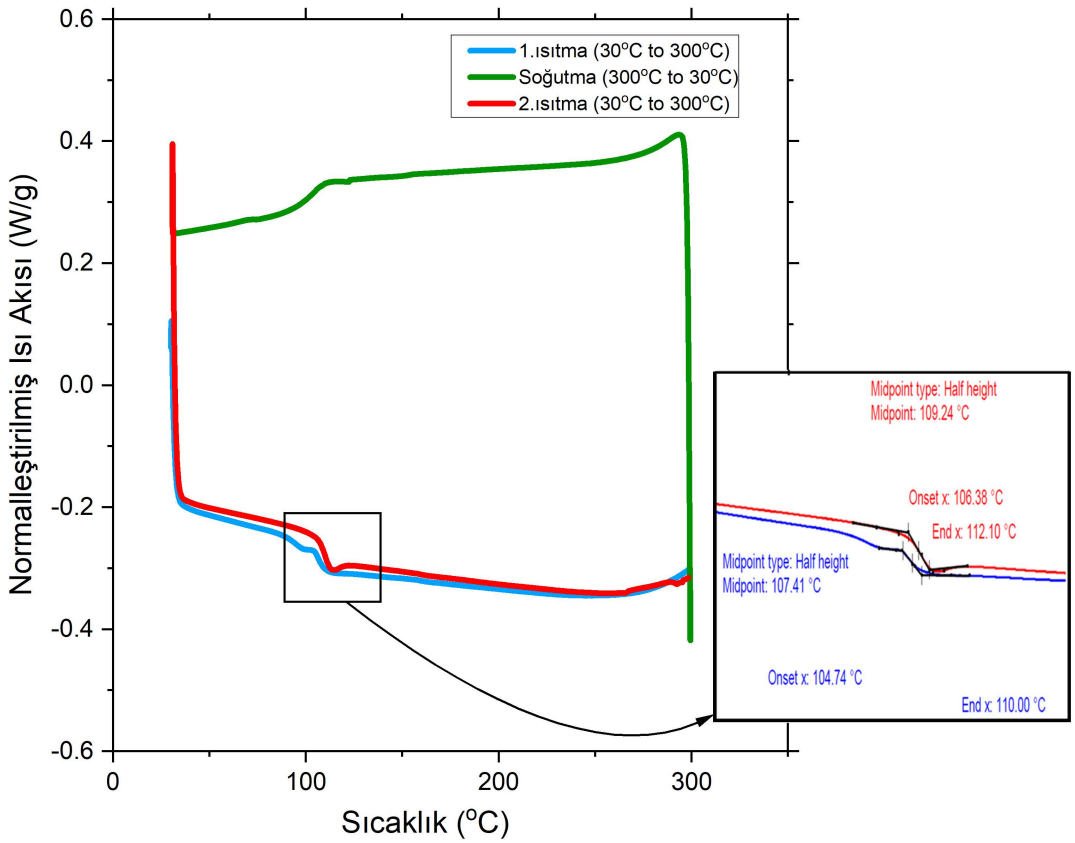
Tablo 3.2 PLA-CNT TGA termogramlarından elde edilen veriler

	Kalan ağırlıklar (%)		
	375^oC	**390**^oC	**400**^oC
Saf PLA	6.19	3.29	2.98
PLA-%2CNT	8.31	5.04	4.61
PLA-%4CNT	10.44	8.02	7.41
PLA-%6CNT	12.06	9.64	8.88
Nominal CNT oranı (%)	**Elde edilen CNT oranı (%)**		
2	8.31-6.19=2.12	5.04-3.29=1.75	4.61-2.98=1.63
4	10.44-6.19=4.25	8.02-3.29=4.73	7.41-2.98=4.43
6	12.06-6.19=5.87	9.64-3.29=6.35	8.91-2.98=5.93

3.1.2 Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC)

İmal edilen parça ile 3B yazıcının platformu arasında yeterli adezyonun sağlanabilmesi için yatak sıcaklığının doğru seçimi önemlidir. Literatürde, yatak sıcaklığının kullanılan malzemenin camsı geçiş sıcaklığına (T_g) yakın seçilmesinin en iyi sonuçları verdiği ortaya konulmuştur. Filament malzemesinin camsı geçiş sıcaklıklarını belirlemek için DSC analizi uygulanmıştır. TA Discovery DSC 250 cihazı ile gerçekleştirilen analizler nitrojen ortamında 10 °C/dk ısıtma hızında gerçekleştirilmiştir. Analizde nanokompozit filamentlerden alınan 10 mg'lık numuneler kullanılmıştır. Numunelere 30 °C ile 300 °C arasında ısıtma ve soğutma çevrimleri uygulanmıştır.

DSC termogramları ve üretilen filamentlerin camsı geçiş sıcaklıklarının belirlenme yöntemi Şekil 3.6 'da gösterilmiştir. Belirlenen camsı geçiş sıcaklık değerleri ABS-CNT nanokompozitleri için Tablo 3.3 'te PLA-CNT nanokompozitleri için Tablo 3.4 'te gösterilmiştir. Nanokompozit ABS numunlerin camsı geçiş sıcaklıkları birinci ve ikinci ısıtma çevrimlerinde yaklaşık olarak 109 °C , PLA matrisli nanokomozitlerin ise yaklaşık 59 °C olarak belirlenmiştir ve CNT katkısının camsı geçiş sıcaklıkları üzerinde bir etkisinin olmadığı görülmüştür. Bu durum literatür verileriyle uyuşmaktadır [38, 72].



Şekil 3.6 Camsı geçiş sıcaklığının belirlenmesi

Tablo 3.3 DSC termogramlarından elde edilen ABS nanokompzoitlerinin camsı geçiş sıcaklıkları (T_g)

Filamentler	İlk ısıtma (30^oC'den 300^oC'ye)			İkinci ısıtma (30^oC'den 300^oC'ye)		
	Başlangıç (^oC)	Orta (^oC)	Son (^oC)	Başlangıç (^oC)	Orta (^oC)	Son (^oC)
Saf ABS	104.73	107.60	110.20	106.57	109.12	111.74
ABS-%2CNT	104.74	107.41	110	106.38	109.24	112.10
ABS-%4CNT	104.49	107.21	109.79	106.33	109.04	111.76
ABS-%6CNT	101.88	105.64	109.46	106.73	109.44	112.15

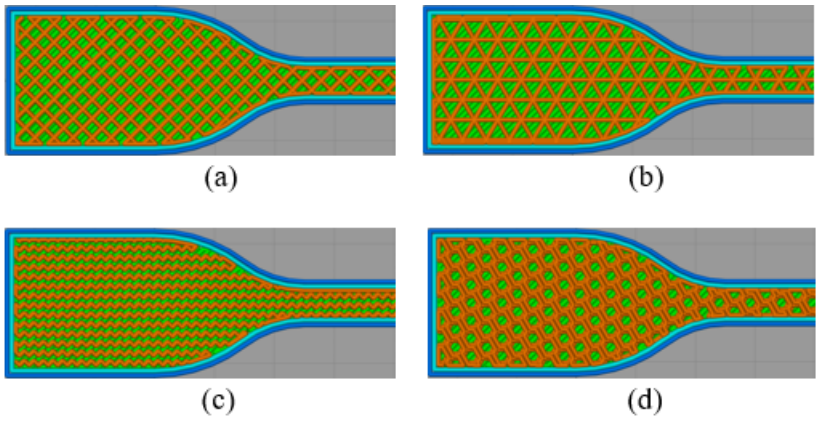
Tablo 3.4 DSC termogramlarından elde edilen PLA nanokompzoitlerinin camsı geçiş sıcaklıkları (T_g)

Filamentler	İlk ısıtma (30^oC'den 300^oC'ye)			İkinci ısıtma (30^oC'den 300^oC'ye)		
	Başlangıç (^oC)	Orta (^oC)	Son (^oC)	Başlangıç (^oC)	Orta (^oC)	Son (^oC)
Saf PLA	53.62	57.48	59.62	57.02	59.61	61.51
PLA-%2CNT	53.32	57.32	59.51	56.98	59.54	60.98
PLA-%4CNT	53.75	57.18	59.48	56.93	59.31	61.55
PLA-%6CNT	52.98	57.25	59.55	56.85	59.32	61.32

4
ISIL İŞLEMİN EYM İLE ÜRETİLEN PARÇALARIN MEKANİK ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ

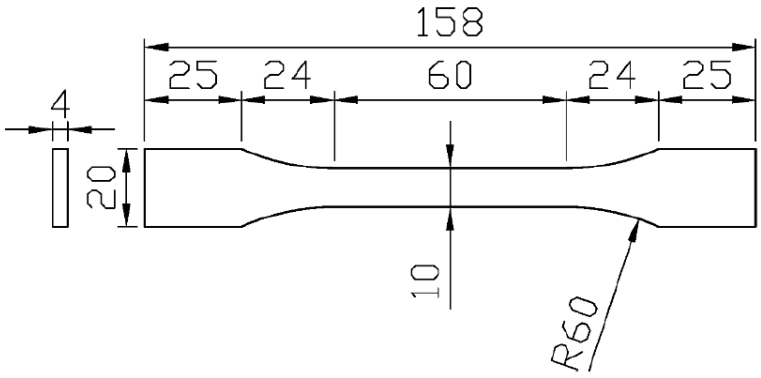
4.1 Piyasadan tedarik edilen saf PLA ile numune üretimi

Nanokompozit numune üretiminden önce piyasadan tedarik edilen 3bfab marka PLA filamentleri ile çekme numuneleri farklı dolgu tiplerinde üretilmiş ve ısıl işlem uygulanarak mekanik özelliklere etkisi araştırılmıştır. Numunelerin katı modeli üç boyutlu tasarım porgramı Solidworks ile oluşturulup stereolitografi (STL) formatında dilimleme yazılımına aktarılmıştır. Üretim 0.4 mm 'lik nozul ile 0.2 mm katman kalınlığında, filament üreticisinin tavsiyesine uyularak 230 °C sıcaklığında ve %100 doluluk oranında gerçekleştirilmiştir. Isıl işlemin 3B basılan parçaların gözenek yoğunluklarına etkisini daha iyi inceleyebilmek amacıyla Şekil4.1' de gösterilen farklı dolgu tipleri kullanılmıştır.



Şekil 4.1 Dolgu tipleri (a) Grid (b) Üçgensel (c) Wiggle (d) Bal peteği

Her numunenin inşa platformunun aynı bölgesinde üretilmesi sağlanarak ısıl etkiler önlenmeye çalışılmıştır[87]. Çekme numuneleri ISO 527-2 201, Plastics - Determination of Tensile Properties - Part 2: Test Conditions for Molding and Extrusion Plastics standartlarına uygun olarak hazırlanmıştır. Numunenin boyutları Şekil4.2 'de gösterilmiştir.



Şekil 4.2 Çekme numunesi boyutları(ISO 527-2 201-Plastics - Determination of tensile properties - Part 2: Test conditions for molding and extrusion plastics)

4.2 Isıl işlem

Polimerik veya metalik parçaların iç gerilimlerini azaltmak amacıyla ısıl işlem uygulanması birçok uygulamada görülmektedir. EYM prosesinde malzeme inşa platfromuna bırakılırken hızlı bir soğumaya maruz kalmakta ve parçada iç gerilmeler meydana gerlmektedir. Bu iç gerilmeleri ısıl işlem yolu ile önlemek üretilen parçaların mekanik özelliklerini iyileştirebilir. Ayrıca, 3B baskı sırasında parçanın belirli bir kısmı yalnızca kısmi kristallik derecesine ulaşır ve üretim sonrası camsı geçiş sıcaklığının üzerinde ve ergime sıcaklığının altında bir sıcaklıkta gerçekleştirilen ısıl işlemin kristalleşme derecesini arttırdığı dolayısıyla mekanik özelliklerde iyileşme sağladığı yönünde araştırmalar mevcuttur[88, 89]. Üretilen çekme numuneleri PLA malzemesinin T_g sıcaklığının biraz üstündeki bir değer olan 70 °C sıcaklıkta 12 saat ve 24 saat olmak üzere iki farklı sürede etüv fırınında ısıl işleme tabii tutulmuşlardır. Tüm ısıl işlem prosesleri POL-EKO marka 55 lt kapasiteye sahip ve 300 °C sıcaklığa kadar çıkabilen etüv fırınında gerçekleştirilmiştir. Isının üniform bir şekilde dağılabilmesi amacıyla numuneler ısıl işlem sırasında sodyum klorür tozu içerisine yerleştirilmiştir.



Şekil 4.3 Etüv fırınında Sodyum Klorür tozu ile kaplı numuneler

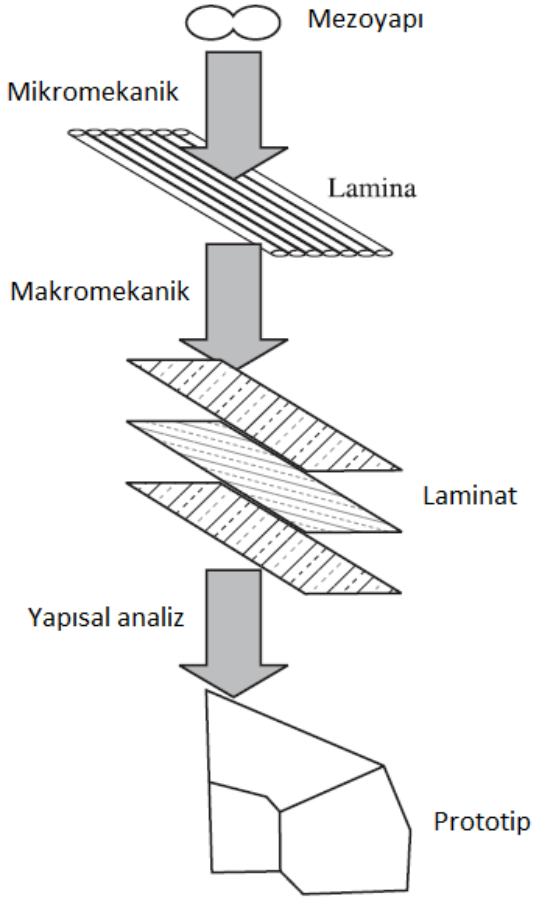
4.3 SEM görüntüleri aracılığı ile gözenek alan yoğunluğunun belirlenmesi

EYM tekniği ile üretilen parçalar, adezyon ile bağlanmış iplikçikler ve gözenekler içeren laminatlardan oluşan ortotropik kompozitler olarak kabul edilebilir. Bu malzemelerin mekanik davranışları analizin ölçeğine bağlı olarak değişkenlik göstermektedir. Farklı analiz ölçekleri ile ilgili bir diyagram Şekil 4.4 'te gösterilmiştir. Literatürde, ortotropik laminatlardan oluşan kompozit malzemeler için gözenek yoğunluğu filamentlerin doğrultusuna dik olan düzlem göz önüne alınarak hesaplanmıştır ve gözenek alan yoğunluğu olarak isimlendirilmiştir. İplikçikler arası hava boşlukları üç ana başlık altında incelenilmiştir; sıfır hava boşluğu, negatif hava boşluğu ve pozitif hava boşluğu[90]. Üretilen çekme numunelerinde gözlemlenen hava boşluğu tipleri Şekil4.5 'te gösterilmiştir.

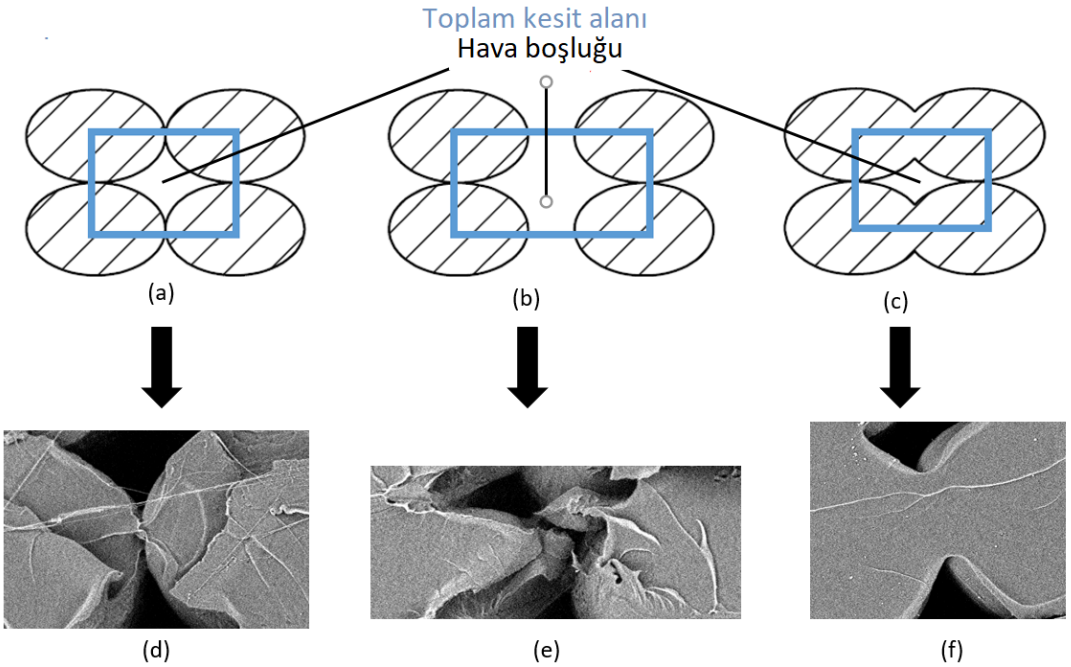
Gözenek alan yoğunluğu, parçanın kesitinde görülen boşluğun iplikçik uzunluğu ile eşit olduğu kabul edilerek gözeneklerin kesit içerisinde kapladığı alanın toplam kesit alanına oranı olarak tanımlanmıştır.

$$\rho_{\text{gözenek}} = \frac{\text{Gözeneklerin kapladığı alan}}{\text{Toplam kesit alanı}} \tag{4.1}$$

Gözenek alan yoğunluğunun belirlenebilmesi için ImageJ yazılımı kullanılmıştır. Yazılım sayesinde alanlar ve uzunluklar hesaplanabilmektedir. Analiz öncesi

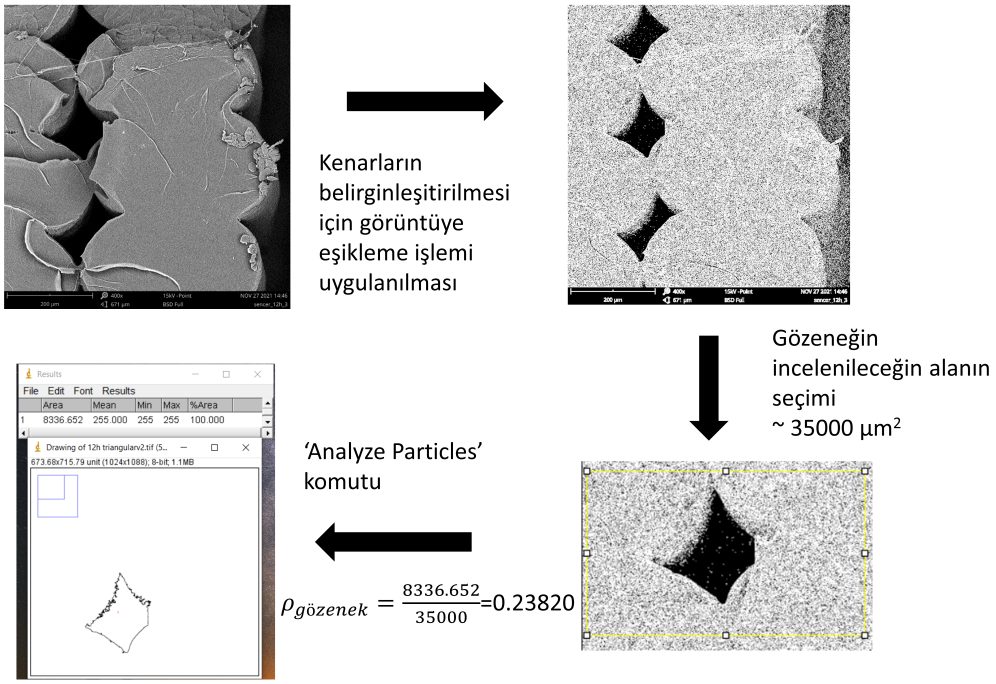


Şekil 4.4 EYM parçalarında farklı ölçekler[90]



Şekil 4.5 Hava boşluğu türleri (a) idealize sıfı hava boşluğu (b) idealize pozitif hava boşluğu (c) idealize negatif hava boşluğu, 12h treated specimen with (d) üçgensel dolgu tipi (e) bal peteği dolgu tipi (f) örgü dolgu tipi

taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntülerinde bulunan kenarların ve köşelerin "threshold" komutuyla belirginleştirilmesi gerekmektedir. Daha sonra seçilen alanlar "analyze partciles" komutuyla hesaplanmaktadır. Literatürdeki çalışmalar alt kısımlarda bulunan katmanlarda adezyonun daha iyi olduğu yönündedir[87]. Bu nedenle bu bölgeler göz önüne alınıp hesaplamalar gerçekleştirilmiştir. Image J ile gözenek yoğunluğu belirleme aşamaları nanokompozit numunlerin gözenek younluklarının belirlenildiği bölümde daha ayrıntılı anlatılmıştır.

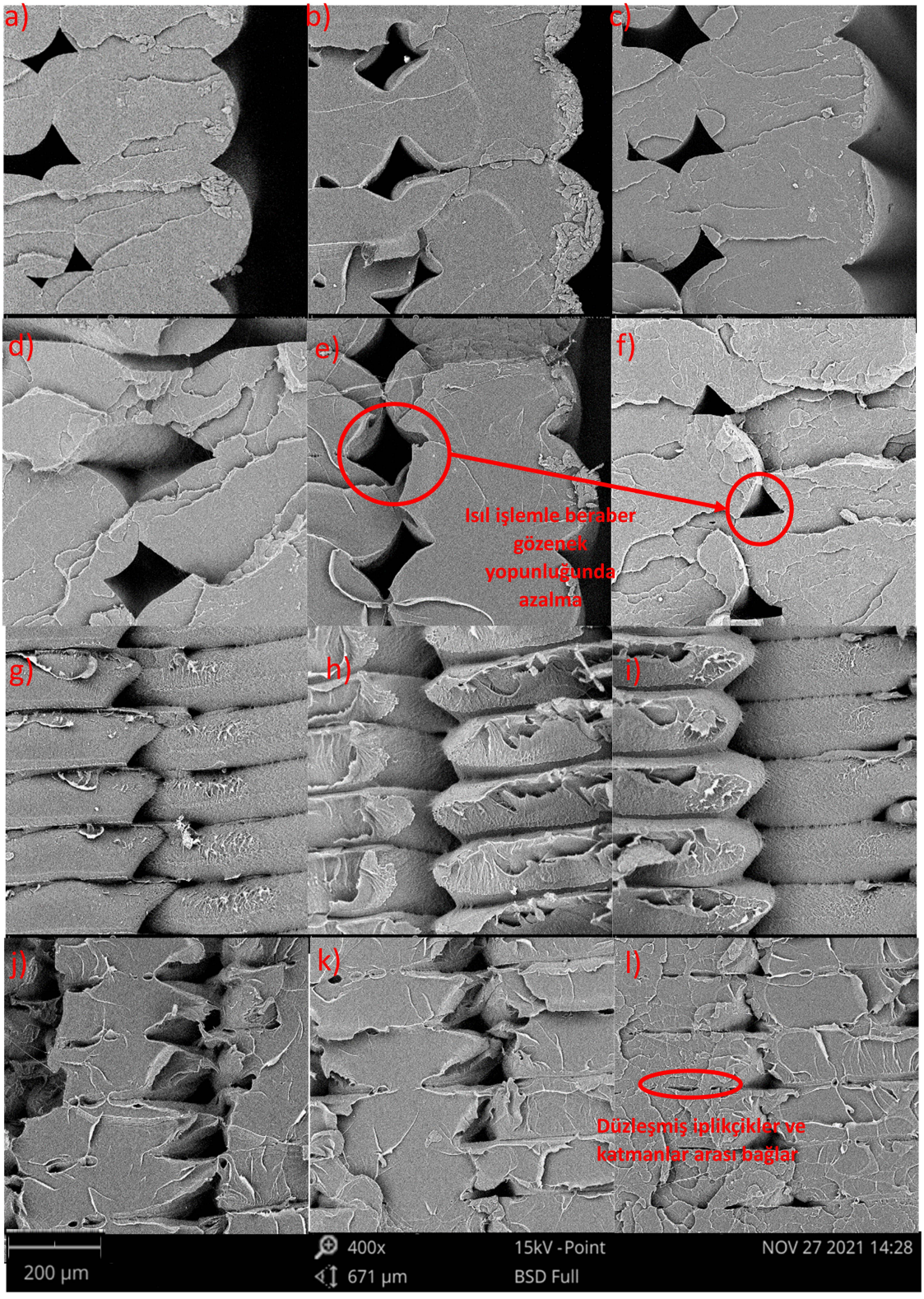


Şekil 4.6 Gözenek yoğunluğunun ImageJ aracılığı ile belirlenmesi

Tablo 4.1 Gözenek yoğunlukları

Dolgu tipi	Isıl işlem Süresi (saat)	Isıl işlem Sıcaklığı (^{0}C)	Gözenek Yoğunluğu
grid $(+45^o, -45^o)$	0	70	0.22428
grid $(+45^o, -45^o)$	12	70	0.20644
grid $(+45^o, -45^o)$	24	70	0.18764
Üçgensel	0	70	0.26578
Üçgensel	12	70	0.23820
Üçgensel	24	70	0.15434
Tam Bal Peteği	0	70	0.18463
Tam Bal Peteği	12	70	0.16835
Tam Bal Peteği	24	70	0.12946

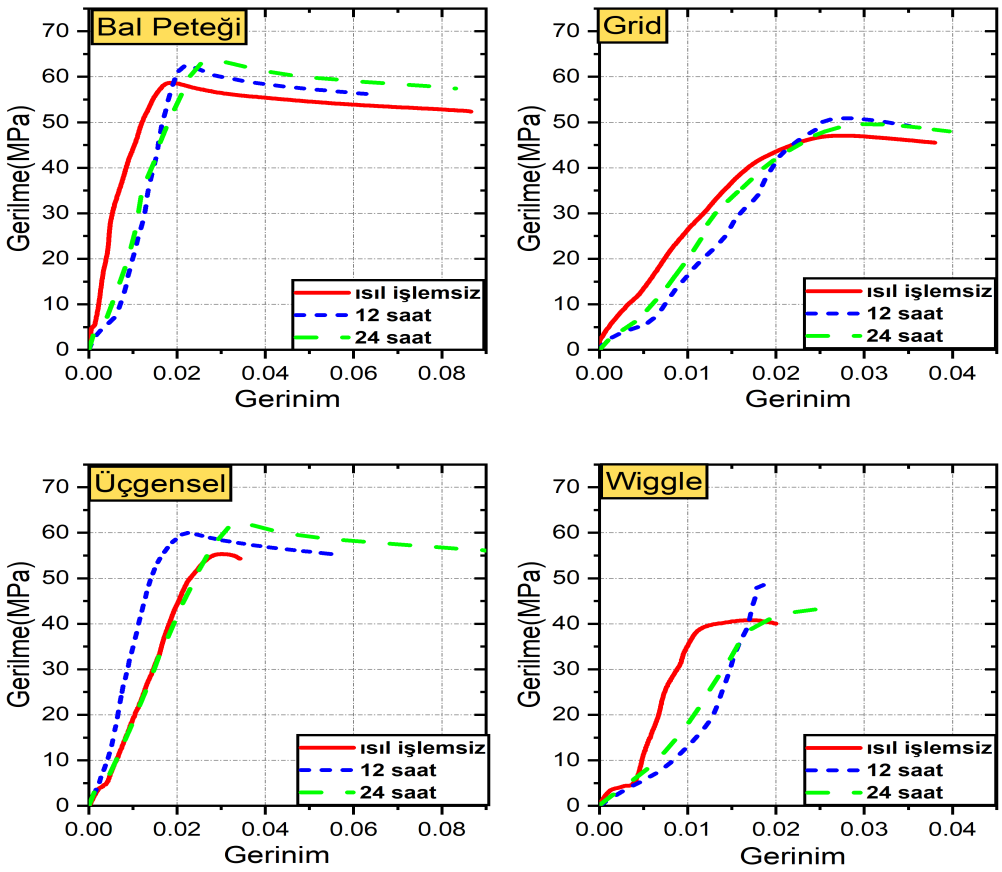
Şekil4.7 ’de görüldüğü üzere ısıl işlem gözenek alan yoğunluklarını azaltmaktadır. 70 °C sıcaklıkta 12 saat ısıl işlem sonucunda gözenek yoğunlukları ızgara (+45°,-45°), üçgensel ve bal peteği dolgu tipine sahip numunelerde sırasıyla %7.95, %10.91 and %8.82 oranlarında azalmıştır. 24 saat ısıl işlem sonrasında ise gözenek alan yoğunlukları ızgara (+45°,-45°), üçgensel ve bal peteği dolgu tipleri için %16.34, %41.93 and %29.88 oranlarında azalmıştır. Daha önce komşu iplikçikler arasındaki adezyona bağlı olarak sıfır hava boşluğu, negatif hava boşluğu ve pozitif hava boşluğu olmak üzere üç farklı hava boşluğu tipinden bahsedilmişti. Bal peteği dolgu tipine sahip numunelerin pozitif hava boşluğuna sahip oldukları Şekil 4.5 ’te görülebilir ve bu yapılarından dolayı diğer dolgu tiplerinde sahip numunelere göre gözeneklerin kapladığı alanın daha fazla olduğu söylenebilir. Ancak, bal peteği dolgu tipine sahip numunelerin gözenek yoğunlukları Tablo 4.1 ’de görüldüğü üzere daha azdır. Aynı durum taramalı elektron mikroskobu görüntülerinde de gözlemlenebilir (Şekil 4.7). Bu durum bal peteği dolgu tipinde üst üste gelen iplikçiklerin diğer dolgu tiplerine göre daha basık olmalarına bağlanmaktadır (Şekil 4.7L). Üçgensel ve ızgara (+45°,-45°) dolgu tiplerinde üretim platformuna bırakılan katmanların arayüzeylerindeki basıklık seviyesi bal peteği dolgu tipine oranla oldukça azdır. Gözenek yoğunluklarının ısıl işlemle beraber azalma eğilimi SEM görüntülerinde rahatça gözlemlenebilmektedir. Üçgensel dolgu tipine sahip numunelerde gözenek yoğunluklarındaki azalma miktarı diğer dolgu tiplerine göre daha fazla olmuştur (Şekil 4.7F). Düzleşmiş filament iplikçikleri katmanlar arasında gözlemlenebilir. Katmanlar arası arayüzey bağ uzunluklarının bal peteği dolgu tipine sahip numunelerde diğer dolgu tiplerine göre daha fazla olduğu gözlemlenebilir (Şekil 4.7L). Bu durum bal peteği dolgu tipine sahip numunelerin mekanik özelliklerinin diğerlerine göre daha iyi olmasını açıklamaktadır.



Şekil 4.7 Numune kesitlerinin SEM görüntüleri; (A) ısıl işlemsiz (grid ($+45^o, -45^o$)), (B) 12 saat (grid ($+45^o, -45^o$)), (C) 24 saat (grid ($+45^o, -45^o$)), (D) ısıl işlemsiz (üçgensel), (E) 12 saat (üçgensel), (F) 24 saat (üçgensel) (G) ısıl işlemsiz (wiggle), (H) 12 saat (wiggle), (I) 24 saat (wiggle), (J) ısıl işlemsiz (bal peteği), (K) 12 saat (bal peteği), (L) 24 saat (bal peteği)

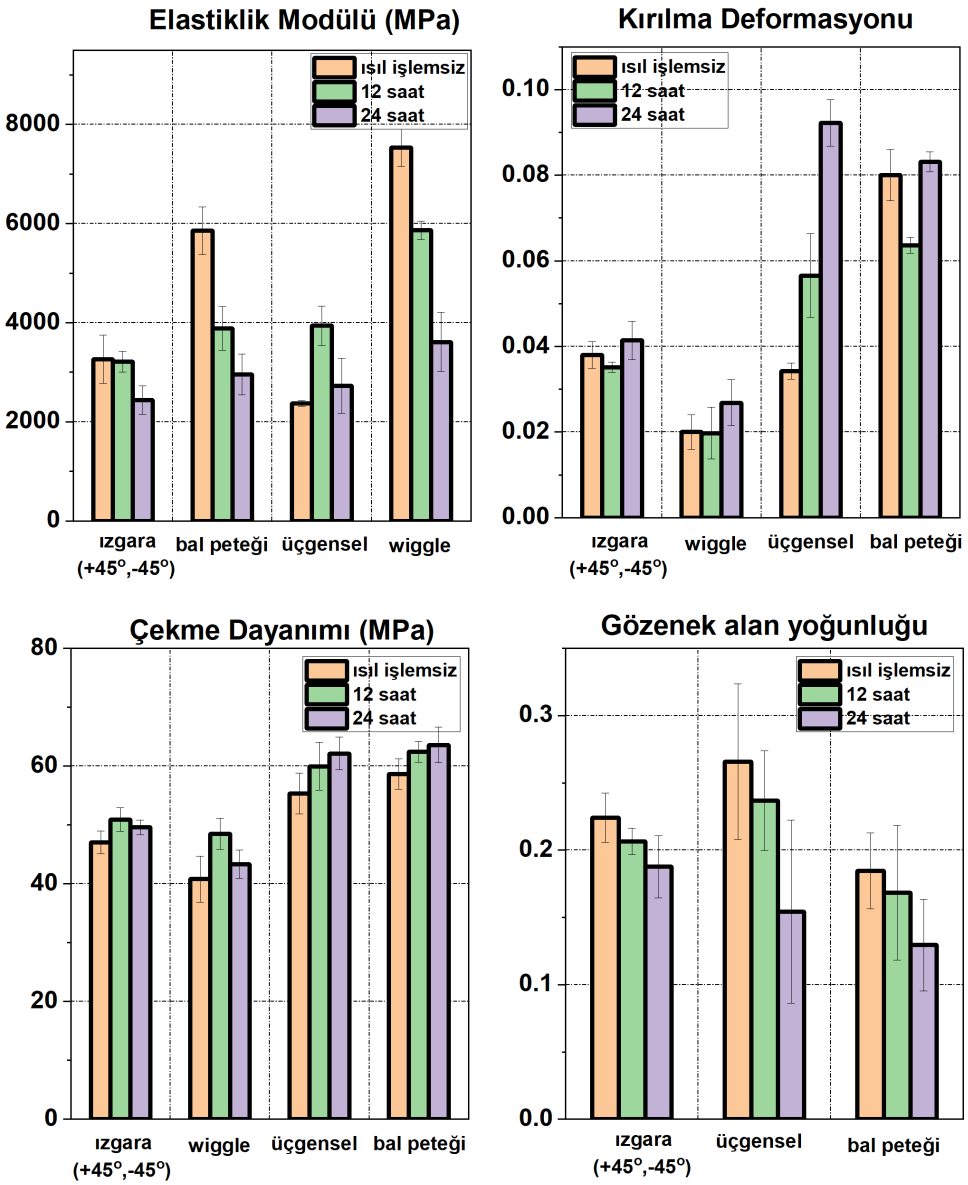
4.4 Tek eksenli çekme testleri

Şekil 4.8 'de görüleceği üzere bal peteği dolgu tipine sahip numunelerin çekme dayanımları tüm ısıl işlem şartlarında diğer numunelere göre daha iyidir. Wiggle dolgu tipine sahip numuneler ise en kötü performansı göstermiştir. Isıl işlem uygulanmış numunelerin çekme dayanımlarındaki artış Şekil 4.8 'de görülebilir. Bal peteği dolgu tipinde ısıl işlem görmemiş numunelerde ortalama çekme dayanımı 58.675 MPa 'dır. 12 saat ve 24 saat ısıl işlem görmüş numunelerde ise çekme dayanımı sırasıyla %6.4 ve %8.4 oranlarında artarak 62.4 MPa ve 63.6 MPa 'a yükselmiştir. Benzer sonuçlar üçgensel dolgu tipine sahip numunelerde de gözlemlenebilir. Isıl işlemsiz numuneler ortalama 55.325 MPa çekme dayanımına sahip iken 12 saat ve 24 saat ısıl işlem görmüş numunelerde çekme dayanımları sırasıyla %8.4 ve %12.3 oranlarında artarak 59.6 MPa ve 62.14 MPa 'a yükselmiştir.



Şekil 4.8 Gerilme-Gerinim Eğrileri

Şekil 4.9 'da görüleceği üzere ısıl işlem uygulanmış numunelerin elastik modülleri azalmıştır. Isıl işlem görmemiş numuneler gevrek davranış gösterdiklerinden dolayı elastik modülleri yüksektir. Buna karşılık çekme dayanımları ve kopma uzamaları daha düşüktür. 3B basım esnasında, katmanlar ve iplikçikler arasında farklı soğuma hızlarından kaynaklanan artık gerilmeler ortaya çıkmaktadır. Bu nedenle ısıl işlem



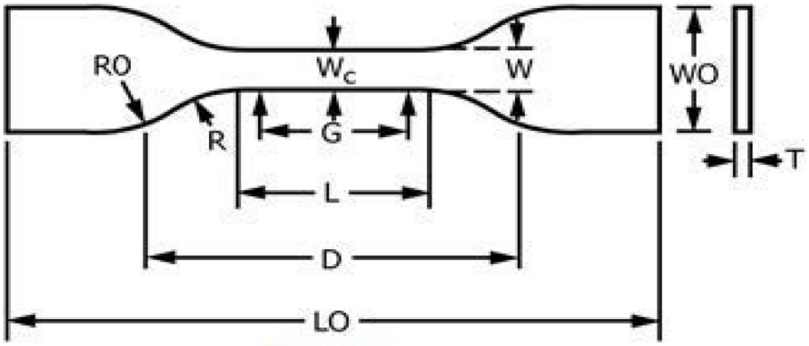
Şekil 4.9 Isıl işlemin mekanik özelliklere etkisi

görmemiş numuneler daha gevrek davranış göstermektedirler. Bal peteği dolgu tiğinde elastiklik modülü 12 saatlik ve 24 saatlik ısıl işlemlerde sırasıyla %33.7 and %49.55 oranlarında düşmüştür. Bu düşüş oranları ızgara $(+45^o, -45^o)$ ve wiggle dolgu tipli numunelerde sırasıyla %1.41, %25.15 ve %22.07, %52.04'dür. Wiggle dolgu tipine sahip numuneler en yüksek elastiklik modülüne sahip numunelerdir (Şekil 4.9). Isıl işlem görmemiş, 12 saat ısıl işlem görmüş ve 24 saat ısıl işlem görmüş wiggle dolgu tipine sahip numunelerin elastiklik modülleri sırasıyla 7530 MPa, 5868 MPa ve 3611 MPa'dır. Bu değerler üçgensel dolgu tipine sahip numunelerden sırasıyla %22, %34 ve %18 oranlarında fazlayken, bal peteği dolgu tipine sahip numunelerden %57, %45 and %32 oranlarında fazladır. Wiggle dolgu tipine sahip numunelerin elastiklik modüllerinin diğer numunelere göre daha fazla olması 3B basım esnasında üretim platformuna bırakılan filament iplikçiklerinin dizilimine bağlanmaktadır. Wiggle dolgu tipinde iplikçikler çekme testinin uygulandığı doğrultu ile aynı doğrultuda dizilime sahiptir (Şekil 4.1). Ancak, çekme testi esnasında akma gerçekleştikten sonra iplikçikler arasında herhangi bir bağ olmadığından dolayı kopma çabuk gerçekleşmektedir. Dolayısıyla çekme dayanımı ve kopma uzaması değerleri diğer dolgu tiplerine göre daha düşük olmaktadır (Şekil 4.9).

5
EYM İLE ÜRETİLEN NANOKOMPOZİTLERİN MEKANİK, VİSKOELASTİK VE VİSKOPLASTİK ÖZELLİKLERİNİN KARAKTERİZASYONU

5.1 EYM ile nanokompozit numune üretimi

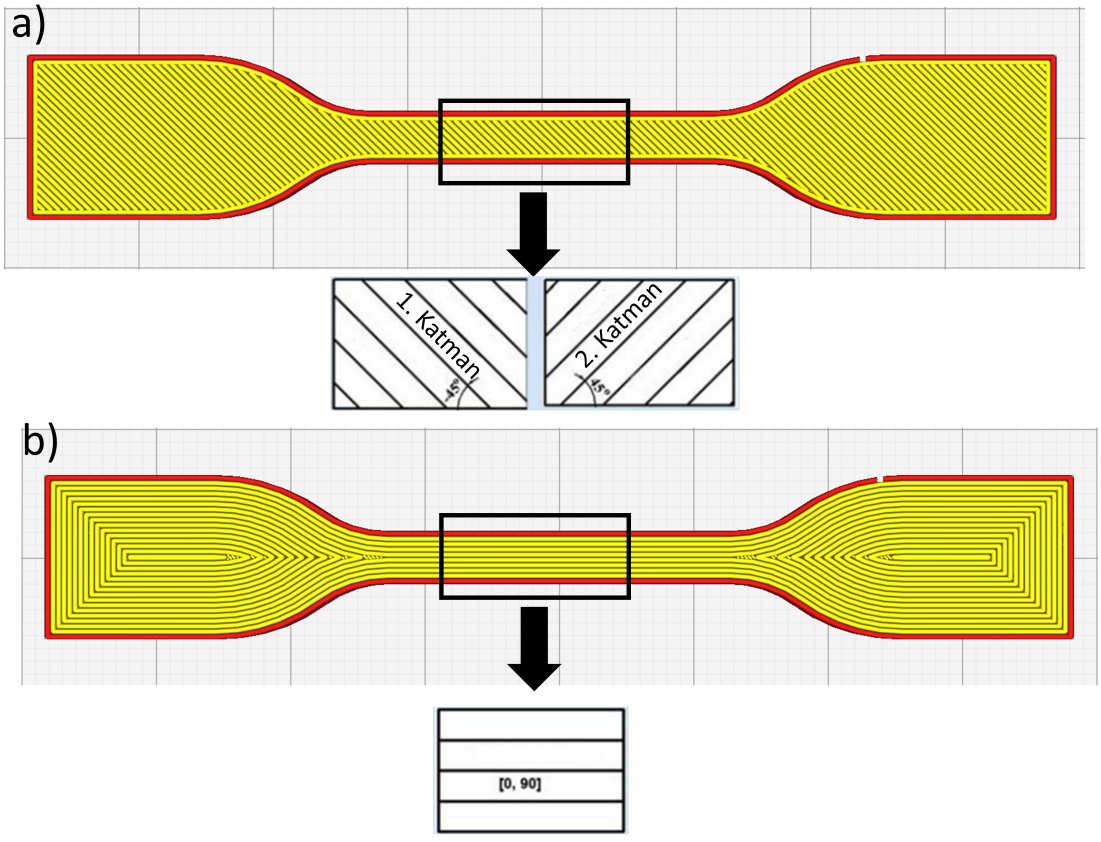
EYM ile nanokompozit numune üretimi esnasında en çok karşılaşılan problem nozul tıkanması olmuştur. Bu sorun boyutsal toleransı daha yüksek olan filamentler ile giderilebilir. Ancak, problem nano dolgu olarak kullanılan karbon nanotüplerin bölgesel topaklanmasından da kaynaklanıyor olabilir. Bir diğer problem ise takviye edilen CNT miktarı arttıkça gevrekleşmenin artmasıdır, bu üretilen parçaların dayanımlarını etkilediği gibi üretim esnasında filamentlerin kırılmalarından dolayı zorluk yaratmıştır. Öncelikle standart 0.4 mm çaplı nozul ile üretim gerçekleştirilmiştir. Saf ABS ve saf PLA parçalarının üretiminde herhangi bir problemle karşılaşılmamıştır. Ancak, yukarıda bahsedilen sebeplerden dolayı CNT katkılı numunelerin üretimi esnasında nozul tıkanmıştır. Üretimin aksamasını engellemek amacıyla numuneler 0.8 mm çaplı nozul kullanılarak üretilmiştir. Mekanik testler için numuneler ASTM D638 - 14 (Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics-Type IV) standardına uygun olarak Creality 3D Cr 6 Se marka yazıcı ile üretilmiştir (Şekil 5.1).



Tip IV

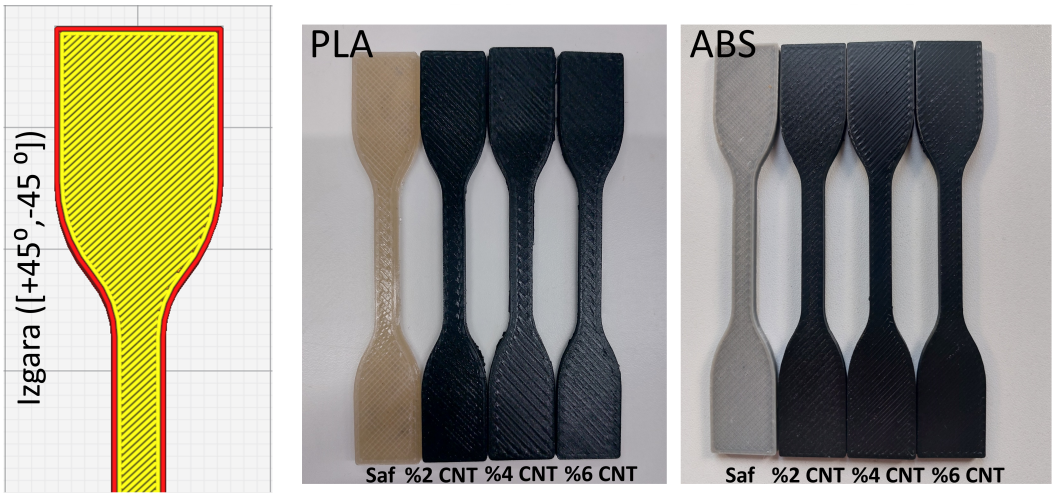
W—Dar kesitin genişliği	6 (0.25)
L— Dar kesit uzunluğu	33 (1.30)
WO—Genişlik, min[G]	19 (0.75)
WO—Genişlik min[G]	...
LO—Uzunluk, min[H]	115 (4.5)
G—Ölçüm boyu	...
G—Ölçüm boyu	25 (1.00)
D—Çeneler arası uzaklık	65 (2.5)[J]
R—Pah yarıçapı	14 (0.56)
RO—Dış yarıçap(Tip IV)	25 (1.00)

Şekil 5.1 Mekanik testler için numune boyutları

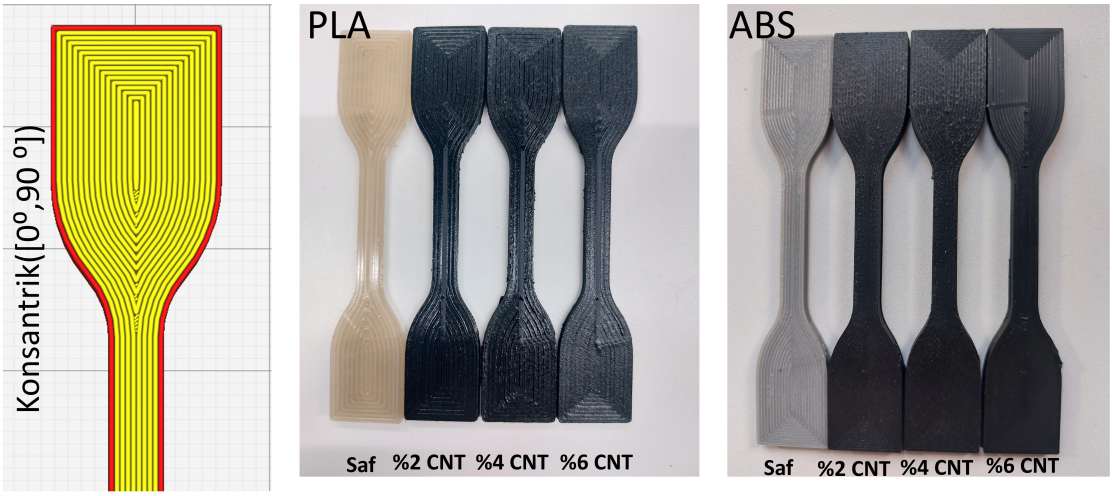


Şekil 5.2 Dolgu tipleri; a) Izgara ($[+45^o, -45^o]$), b) Konsantrik ($[0^o, 90^o]$)

Polimer matrisi olarak ABS kullanılan numunelerde nozul sıcaklıkları ağırlıkça %0, %2, %4 ve %6 CNT katkılılar için sırasıyla 240 °C, 250 °C, 250 °C ve 255 °C, polimer matrisi olarak PLA kullanılan numunelerde ise ağırlıkça %0, %2, %4 ve %6 CNT katkılılar için sırasıyla 200 °C, 205 °C, 210 °C ve 210 °C olarak alınmıştır. Literatürde üretim platformu sıcaklığının malzemenin camsı geçiş sıcaklıklarına yakın değelerde alınmasının mekanik özellikler üzerinde olumlu etkiye sahip olduğu belirtilmiştir[38]. Bu nedenle üretim platformu sıcaklığı numunelerin T_g sıcaklılarına yakın değerler olan 110 °C (ABS-CNT) ve 60 °C (PLA-CNT) olarak seçilmiştir. Numunelerin üretimi öncesinde belirtilen standartlarda Solidworks yazılımında oluşturulan çekme numunesi dosyaları Ultimaker Cura 4.10.0 yazılımında dilimlenmiştir. Dolgu tipi olarak filament iplikçikleri arasındaki adezyonun en iyi sağlandığı ve piyasada en çok kullanılan ızgara ([+45°,-45°]) ve konsantrik ([+0,90°]) kullanılmıştır.



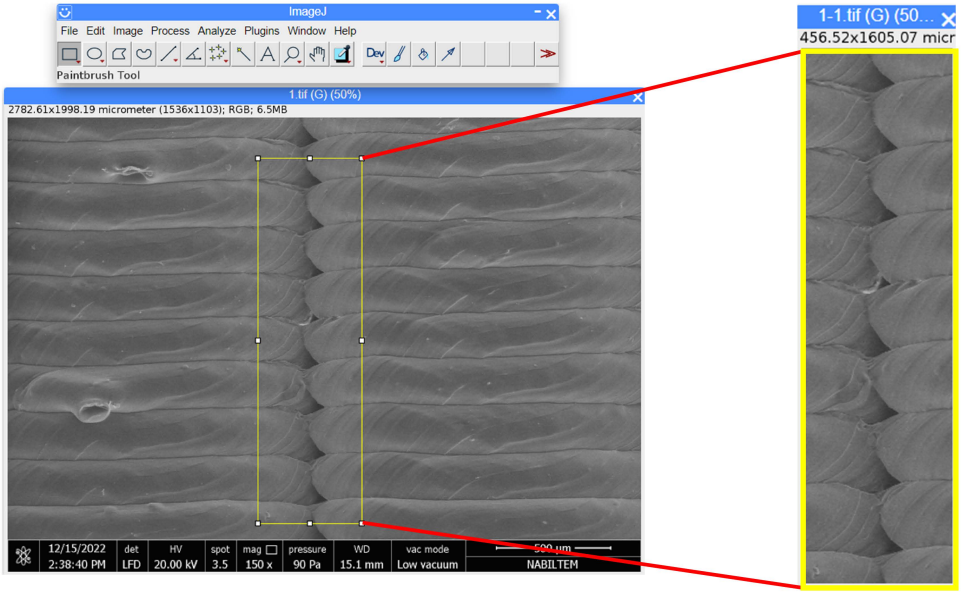
Şekil 5.3 Üretilen numuneler (Izgara)



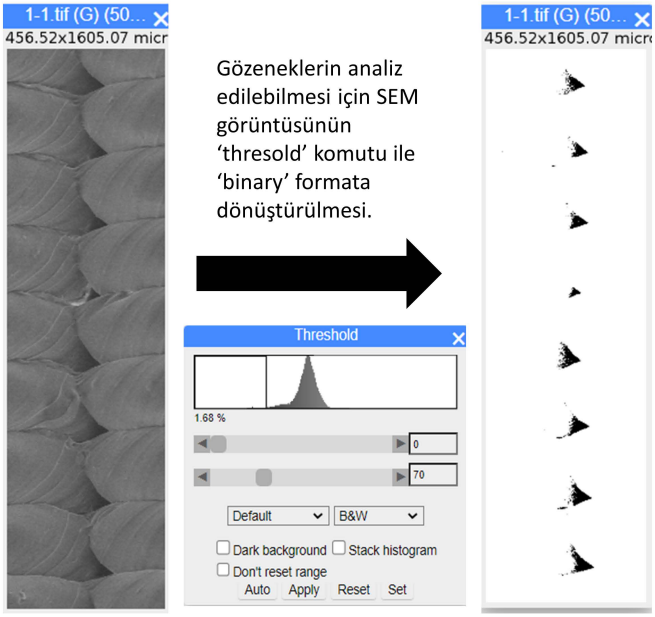
Şekil 5.4 Üretilen numuneler (Konsantrik)

5.2 EYM ile üretilmiş nanokompozit polimerlerin SEM görüntülerinin analizi ve gözenek alan yoğunluklarının belirlenmesi

Üretilen nanokompozit parçaların gözenek alan yoğunluklarının belirlenmesi için Image J yazılımı kullanılmıştır. Açık kaynaklı bir yazılım olan Image J görüntü işleme ve analiz etme uygulamaları için kullanılmaktadır. Yazılım analiz edilmek istenen görüntü üzerinde alanları ve uzunlukları kullanıcı tanımlı seçeneklerle hesaplayıp analiz edebilmektedir. Öncelikle ikili (binary) formata dönüştürülen görüntü daha sonra eşiklenerek (threshold) üzerinde hesaplama yapılabilecek duruma getirilmektedir [91]. Eşikleme işlemi, bir görüntüde bulunan her bir pikseli siyah piksel ile değiştirir. Görüntü yoğunluğu sabit bir eşik değerinden küçükse o piksel siyah piksel büyükse beyaz piksel olarak sınıflandırılır [92]. Bu nedenle görüntü işleme öncesi alt ve üst eşikleme değerlerinin kullanıcı tarafından belirlenmesi gerekmektedir.

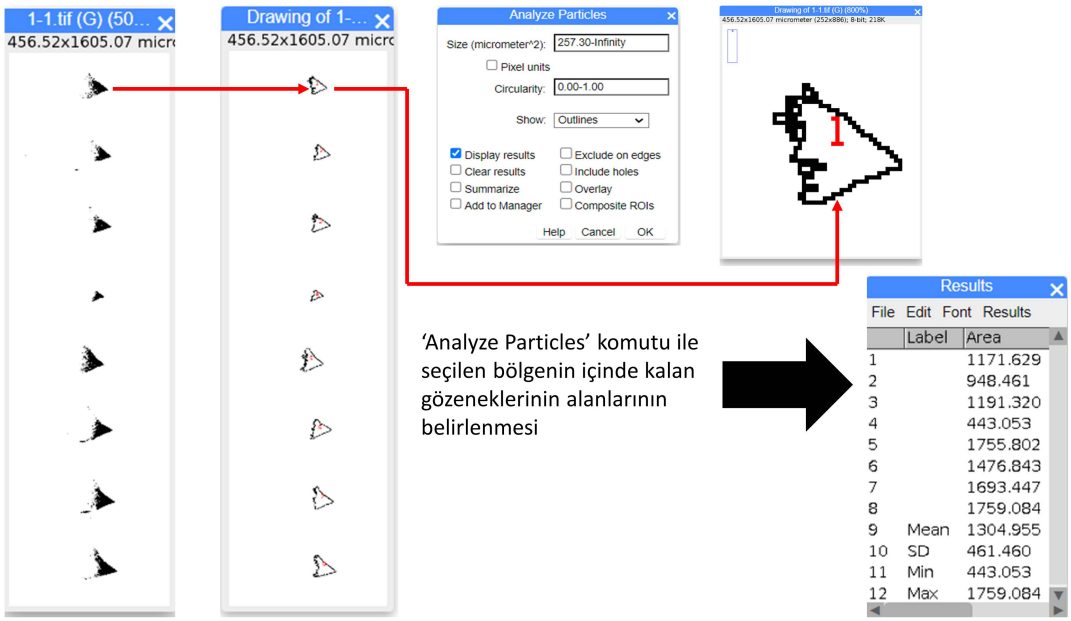


Şekil 5.5 Image J ile dijital görüntü işleme (Gözenek yoğunluğunun belirlenmesi için alan seçimi)



Şekil 5.6 Image J ile dijital görüntü işleme (Görüntülerin 'binary' formata dönüştürülmesi)

Eşikleme işlemi tamamlandıktan sonra 'Analyze particles' komutu ile görüntü üzerinde seçilen bölgelerde istenilen hesaplar yapılabilmektedir. Ancak, bu komutun kullanımından önce ölçeğin bilinmesi gerekmektedir. Bu nedenle, SEM görüntüsü üzerinde verilen 500 μm 'lik bilinen uzunluk üzerinde programın düz çizgi çizme aracı ile çizgi çizilerek ölçek belirlenmiştir. Daha sonra SEM görüntüsü üzerinde işlem yapılmak istenilen bölge seçilerek çoğaltma aracıyla kopyalanmıştır (Şekil 5.5).



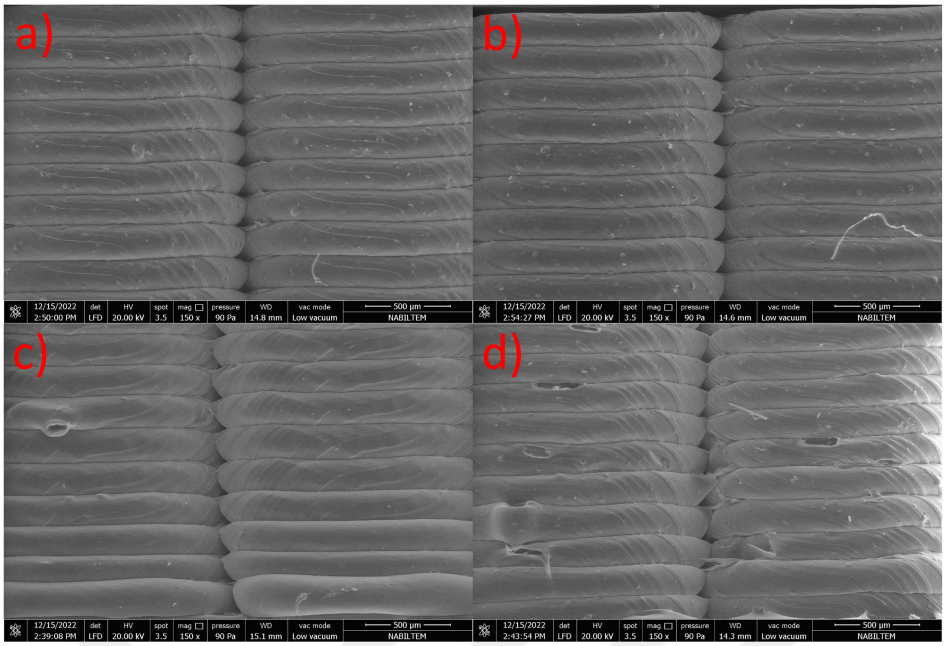
Şekil 5.7 Image J ile dijital görüntü işleme (Gözenek kesit alanlarının belirlenmesi)

Çoğaltılan alan ikili formata dönüştürüldükten sonra yukarıda bahsedildiği gibi eşiklenerek gri skaladaki görüntü gözenekler ve parça kesiti olmak üzere iki bölgeye ayrılmıştır (Şekil 5.6). Hesaplamaların doğru sonuçlar verebilmesi için eşikleme alt ve üst limitleri her numunenin SEM görüntüsü için aynı seçilmiştir. Son olarak 'Analyze particles' komutu ile eşiklenen görüntü üzerindeki gözeneklerin kapladığı alanlar ölçülmüştür (Şekil 5.7).

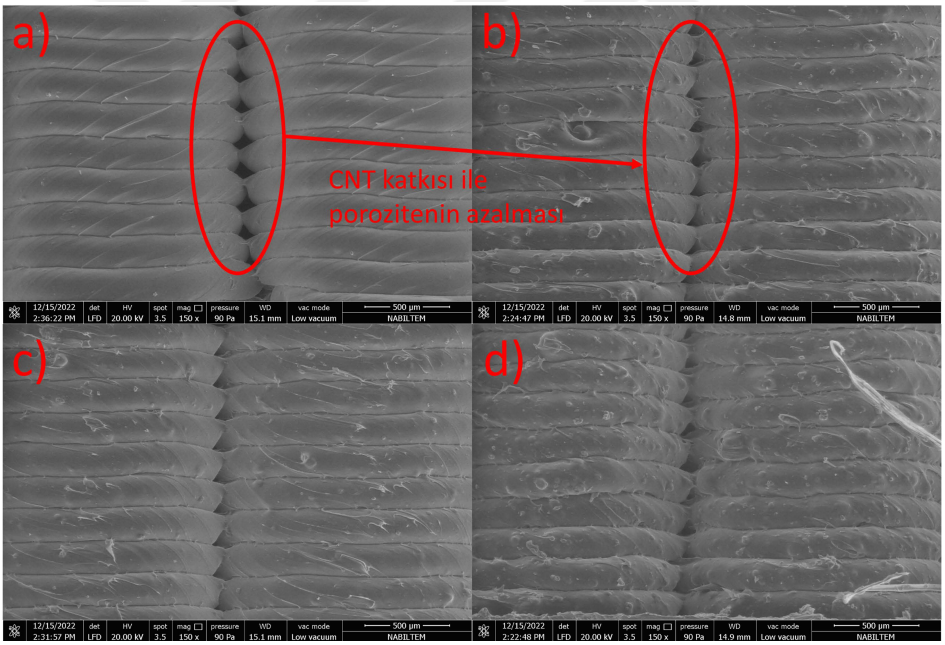
Her numune kesitinde dört farklı bölge üzerinde yapılan SEM analizlerinin görüntüleri kullanılmış ve bu görüntülerden elde edilen gözeneklerin kapladığı alanların ortalaması alınarak ortalama bir gözenek alan yoğunluğu belirlenmiştir. EYM ile 0.8 mm çapa sahip nozul kullanılarak konsantrik dolgu tipinde üretilen, kalınlığı 3.2 mm, genişliği 6 mm olan bir çekme numunesinin kesitinde teorik olarak 105 adet gözenek bulunmaktadır. Şekil 5.7 'de örnek olarak gösterilen Image J ile görüntü işleme prosesinde bir gözeneğin kapladığı alan ortalama 1304.95 μm^2 olarak belirlenmişti. Bu değer kullanılarak numune kesitinde gözeneklerin kapladığı alan Denklem 5.1 'deki gibi hesaplanabilir. Konsantrik dolgu tipine sahip numunelerde iplikçiklerin uzunlukları gözeneklerin uzunlukları ile teorik olarak aynı olduğu için gözeneklerin numune kesitinde kapladığı alan gözenek alan yoğunluğu (porozite) olarak Denklem 5.2 'te gösterildiği gibi hesaplanmıştır. Belirlenen gözenek alan yoğunluğu değerleri Tablo 5.1 'de gösterilmiştir.

$$\text{Gözeneklerin kapladığı alan} = 1304.95x105 = 137020\,\mu m^2 = 0.13702\,mm^2 \quad (5.1)$$

$$\text{Gözenek alan yoğunluğu (porozite)} = \frac{0.13702}{6x3.2} = \%0.7135 \quad (5.2)$$



Şekil 5.8 EYM ile üretilmiş ABS-CNT nankompozitlerinin SEM görüntüleri, a) saf ABS, b) ABS-%2CNT, c) ABS-%4CNT, d) ABS-%6CNT



Şekil 5.9 EYM ile üretilmiş PLA-CNT nanokompozitlerinin SEM görüntüleri, a) saf PLA, b) PLA-%2CNT, c) PLA-%4CNT, d) PLA-%6CNT

Şekil 5.8 ve 5.9 'da EYM ile üretilen CNT katkılı polimer nanokompozit numunelerin çekme doğrultusuna dik kesitlerinin SEM görüntüleri gösterilmiştir. Gözenek alan yoğunluğunu belirlemek için kullanılan SEM görüntüleri konsantrik dolgu tipine sahip numunelere aittir. Konsantrik dolgu tipli numunelerin seçilmesinin sebebi, 3B üretim esnasında filament iplikçiklerinin numune boyunca çekme ekseni doğrultusunda dizilmesidir. Bu durum gözenek alan yoğunluğunun belirlenmesini

Tablo 5.1 Nano takviyeli polimerlerin gözenek alan yoğunlukları

Numuneler	Ortalama tek gözenek kesit alanı (μm^2)	Toplam gözenek kesit alanı (mm^2)	Gözenek alan yoğunluğu (%)
saf ABS	4034.141 ± 623.862	0.4236	2.2062
ABS-%2CNT	2946.783 ± 661.874	0.3094	1.6115
ABS-%4CNT	1756.463 ± 354.994	0.1844	0.9605
ABS-%6CNT	1681.242 ± 537.634	0.1765	0.9194
saf PLA	5707.550 ± 522.912	0.5993	3.1213
PLA-%2CNT	3003.739 ± 407.679	0.3154	1.6427
PLA-%4CNT	2144.771 ± 687.159	0.2252	1.1729
PLA-%6CNT	2522.444 ± 620.656	0.2649	1.3795

kolaylaştırmaktadır. Görüntülerden de anlaşılacağı üzere katmanlar arası adezyon hem takviyesiz hem de CNT takviyeli polimerlerde yeterli düzeydedir. Ancak, iplikçikler arası adezyonun takviyesiz polimerlerde daha kötü olduğu söylenebilir. CNT takviyesi arttıkça iplikçik adezyonun iyileştiği ve gözeneklerin küçüldüğü özellikle Şekil 5.9 'da gösterilen PLA matrisli polimerlerde gözle görülebilir. EYM ile üretim esnasında filament iplikçikleri üretim platformuna bırakıldıktan sonra ani sıcaklık değişimi nedeniyle büzülmektedirler[93]. Polimer matrisine eklenen CNT takviyesi ile birlikte büzülme azalmıştır. Tablo 5.1 'de görüleceği üzere % gözenek alan yoğunluğu nano takviye ile birlikte azalmıştır. ABS matrisli nanokompozitlerde ağırlıkça %2, %4 ve %6 CNT takviyesi ile birlikte gözenek alan yoğunluğu sırasıyla %26.95, %56.46 ve %58.33 oranlarında azalmıştır. PLA matrisli nanokompozitlerde ise bu oranlar %47.37, %62.42 ve %55.80 olarak gerçekleşmiştir.

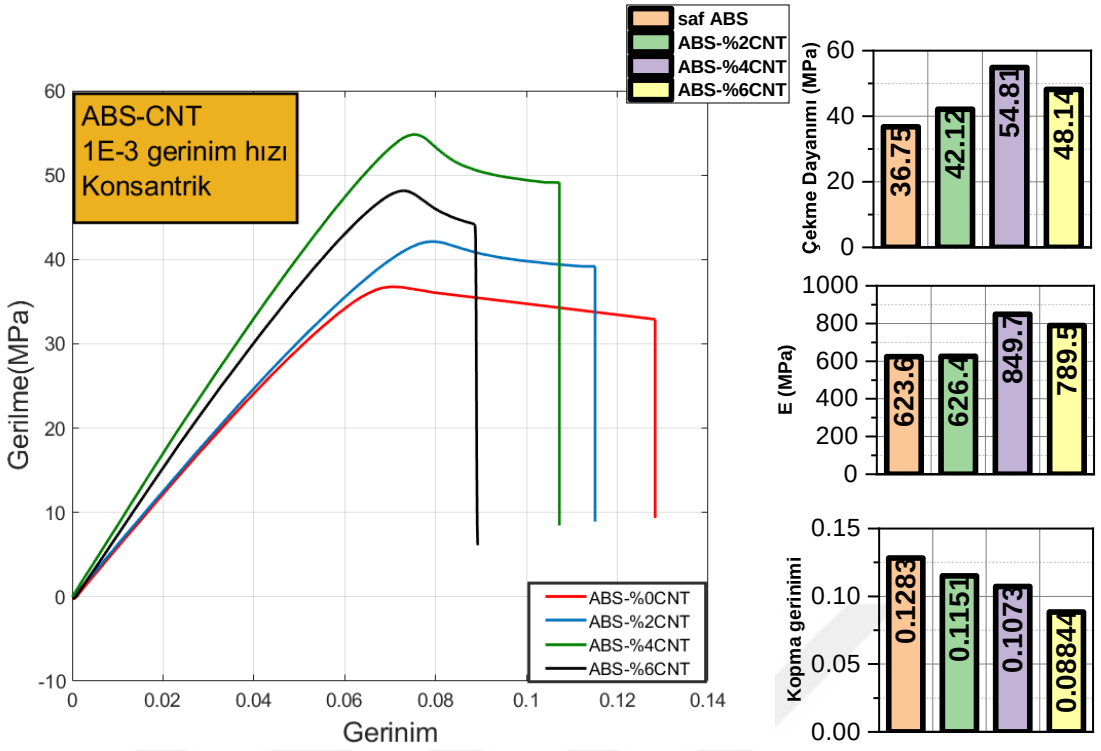
5.3 Tek Eksenli Çekme testleri

CNT takviyeli polimerlerin çekme testleri 10 kN 'luk yük hücresi kullanılarak SHIMADZU üniversal test cihazında (model AGS-X) gerçekleştirilmiştir (Şekil 5.10). Bir önceki bölümde belirtilen ASTM D638-14 standartlarına uygun olarak üretilen numunelerin ölçüm uzunlukları 25 mm olarak alınmıştır. Numunelerin hıza bağlı mekanik davranışlarını gözlemlemek amacıyla testler 1E-3 (1.5 mm/dk) ve 1E-4 (0.15 mm/dk) deformasyon hızlarında gerçekleştirilmiştir. EYM ile üretilen ABS-CNT ve PLA-CNT nanokompozitlerinin gerilme-gerinim eğrileri Şekil 5.11, 5.12, 5.13, 5.14 'te, çekme dayanımları, elastiklik modülleri ve kopma gerinim seviyeleri Şekil 5.15, Şekil 5.16 ve Şekil 5.17 'de gösterilmiştir. Mekanik özelliklerin polimere takviye edilen ağırlıkça CNT oranları yanısıra deformasyon hızına ve dolgu tipine bağlı değişimleri şekillerde görülebilir. CNT katkısının mekanik özellikleri önemli ölçüde etkilediği görülebilmektedir. Özellikle PLA-CNT nanokompozitlerinde bazı durumlarda düşük seviyedeki CNT takviyelerinde çekme dayanımının düştüğü gözlemlenmiştir. Bu muhtemelen CNT ile polimer matrisi arasındaki yetersiz arayüzey adezyonlarından kaynaklanmaktadır. Nano dolgunun miktarı arttıkça bu durum ortadan kalkmıştır. Çok duvarlı karbon nanotüplerin yüksek özgül yüzey alanı ve yüksek en-boy

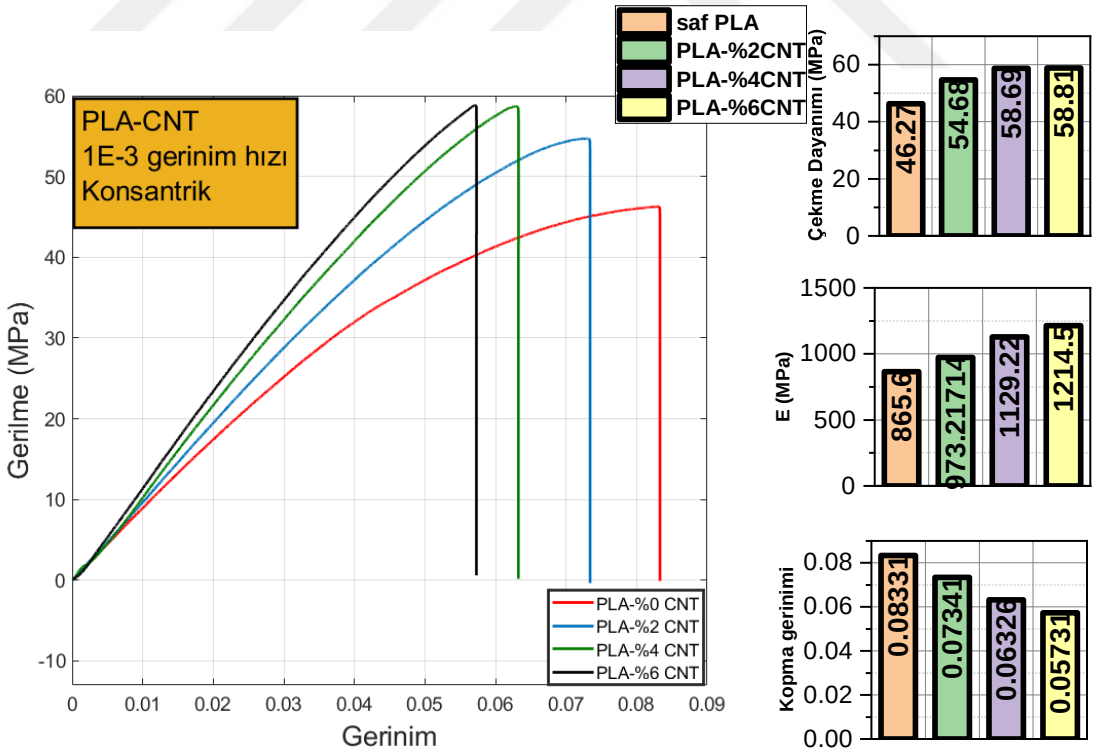
oranlarından dolayı 3B basılan parçaların rijitlikleri ve dayanımları artmıştır. PLA-CNT nanokompozitlerinin çekme dayanımları özellikle nano dolgu miktarının fazla olduğu durumlarda ABS-CNT nanokompozitlerine göre daha düşüktür.



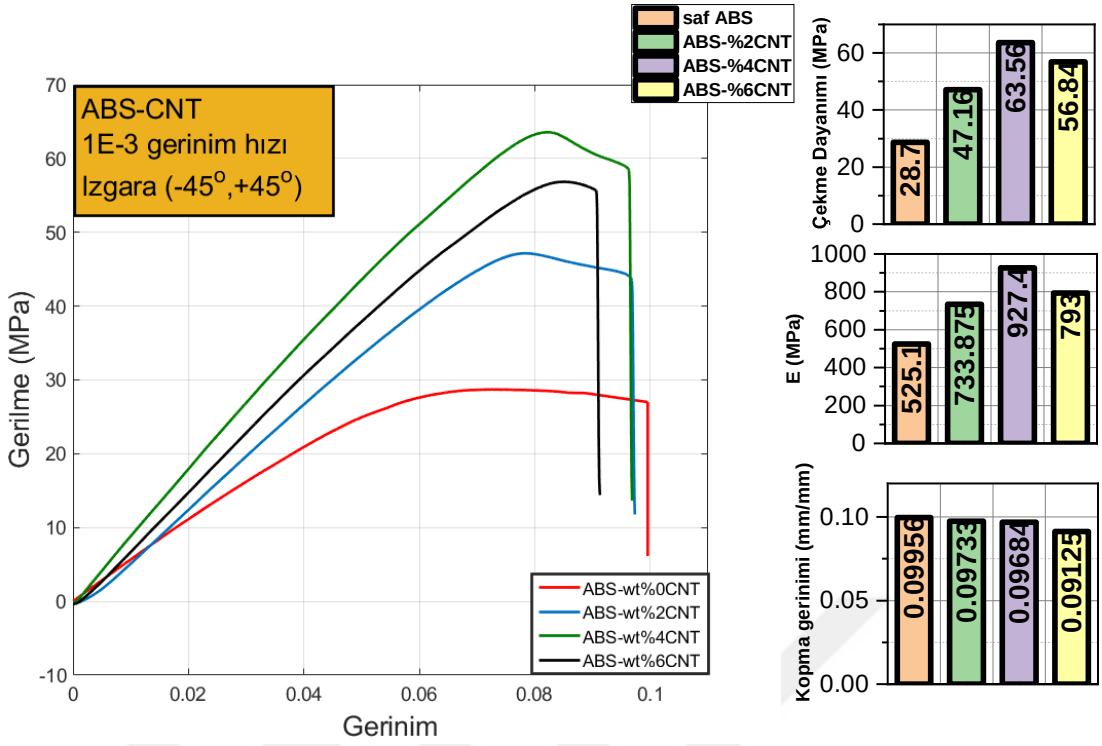
Şekil 5.10 Deneylerde kullanılan üniversal test cihazı (SHIMADZU-AGS-X)



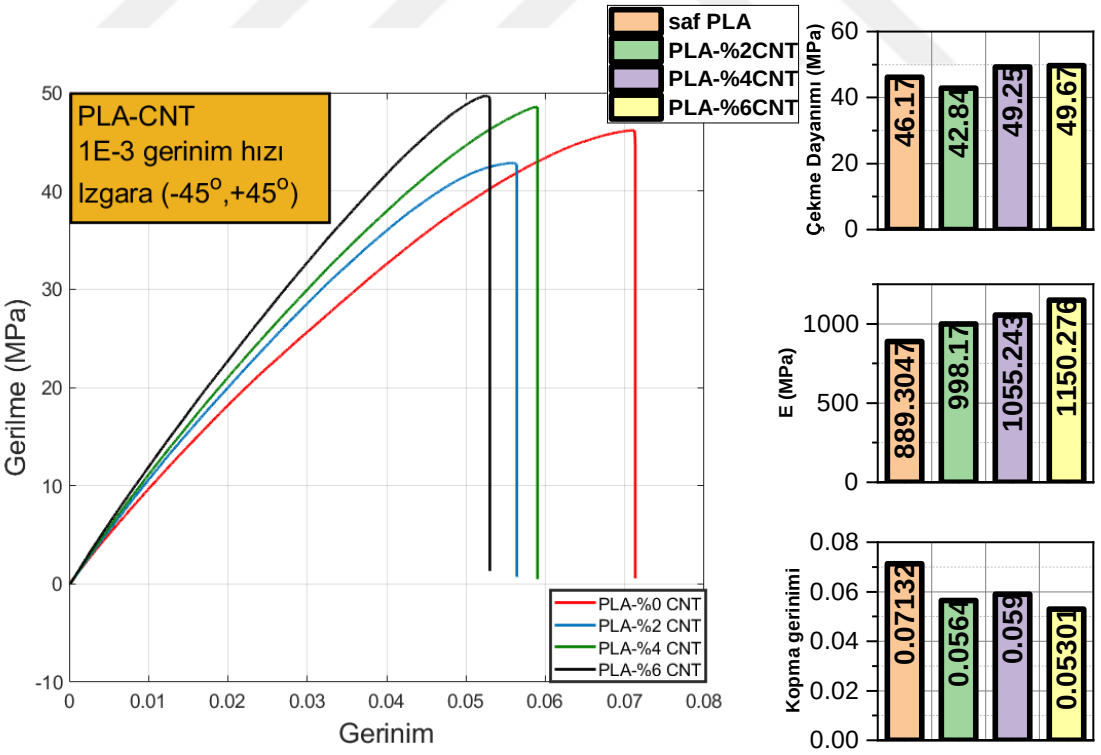
Şekil 5.11 Çekme testi sonuçları (ABS-CNT, konsantrik, 1E-3 gerinim hızı)



Şekil 5.12 Çekme testi sonuçları (PLA-CNT, konsantrik, 1E-3 gerinim hızı)



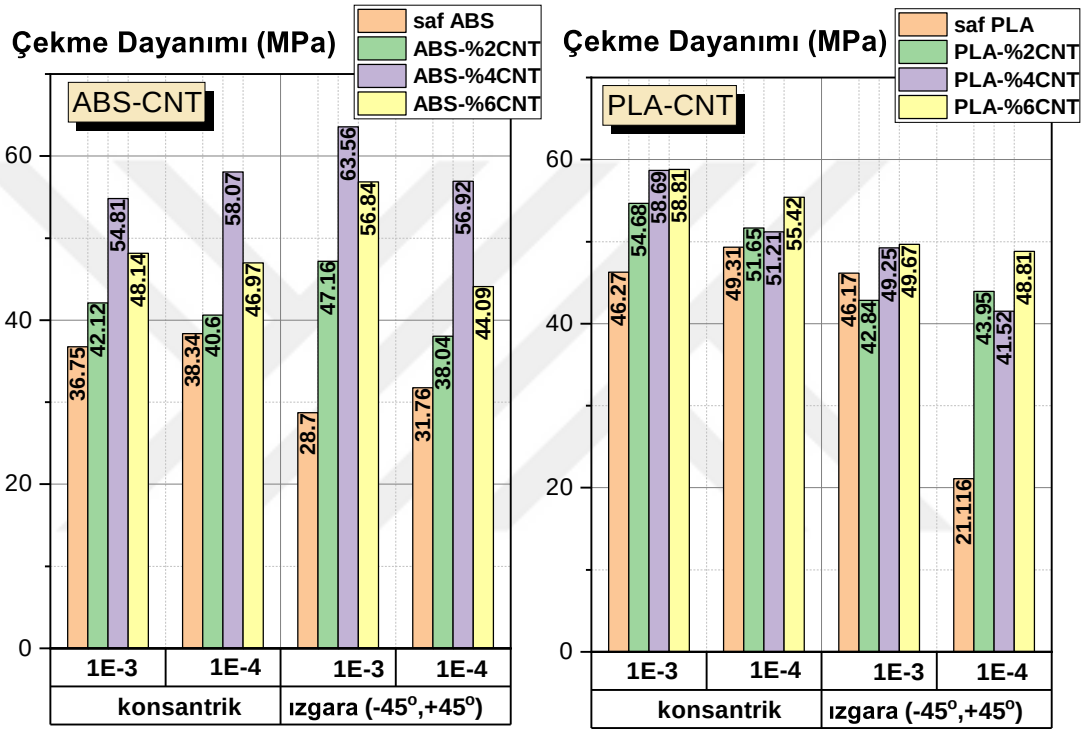
Şekil 5.13 Çekme testi sonuçları (ABS-CNT, ızgara, 1E-3 gerinim hızı)



Şekil 5.14 Çekme testi sonuçları (PLA-CNT, ızgara, 1E-3 gerinim hızı)

Daha önce de bahsedildiği gibi nano partiküllerin ana polimer matrisi içerisinde

homojen olarak dağılması EYM ile üretilen parçaların mekanik özellikleri açısından önemlidir. Homojen dağılım için de çift vidalı ekstrüder(D=18 mm; L/D: 40, Polmak) ile eriyik harmanlama işlemi yanısıra literatürdeki diğer yöntemlerden farklı olarak polimer ile nano takviye arasındaki adezyonun daha iyi sağlanabileceği düşünülerek polimer granülleri pülverizasyon makinesinde (disk çapı: 500 mm, 55 kW motor, 5250 d/dk) toz haline getirilmiştir. Polimere uygulanan işlem sayısı arttığı için mekanik özelliklerin kötüleşebileceği düşünülmüştür. Ancak, literatürdeki benzer çalışmalar incelendiğinde üretilen numunelerin çekme dayanımlarının ve kopma gerinimlerinin buna bağlı olarak da tokluklarının daha iyi olduğu gözlemlenmiştir[38, 72, 94].

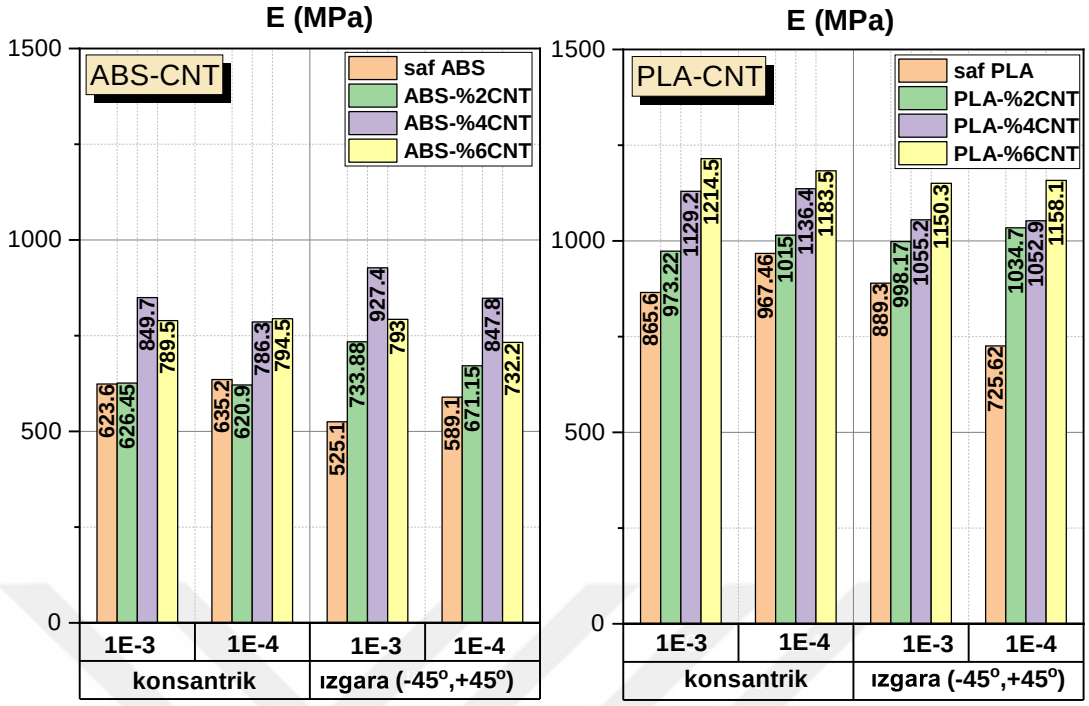


Şekil 5.15 Çekme dayanımının gerinim hızlarına ve dolgu tiplerine göre karşılaştırılması

Şekil 5.15 'te görülebileceği gibi dolgu tipinin değişimi çekme dayanımını ABS-CNT nanokompozitlerinde önemli ölçüde etkilememiştir. Ancak, PLA-CNT numunelerinde ızgara açısının [0,90°] olduğu konsantrik dolgu tipine sahip numunelerin çekme dayanımları, ızgara açısının [-45°,+45°] olduğu ızgara dolgu tipine sahip numunelere göre daha yüksektir. Bu durum ABS-CNT numune üretimi esnasında iplikçikler arasındaki adezyonun PLA-CNT numunelerine göre daha iyi sağlanmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Konsantrik dolgu tipine sahip numunelerde EYM ile üretim esnasında iplikçiklerin doğrultusu çekme yönü ile aynıdır. Bu da çekme dayanımının, iplikçik doğrultusu çekme yönü ile 45° açı yapan ızgara dolgu tipli numunelerden daha fazla olmasını makul hale getirmektedir. Çünkü, konsantrik dolgu tipine sahip numunelerde üretim platformuna bırakılan biribirine komşu yarı

eriyik haldeki iplikçiklerin adezyon ile temas ettiği yüzeylerin uzunluğu, ızgara dolgu tipli numunelere göre daha fazladır. SEM görüntülerinden de anlaşılacağı üzere, iplikçikler arası adezyon PLA-CNT nanokompozit numunelerinde, ABS-CNT numunlerine göre daha azdır. Dolayısıyla, ızgara dolgu tipinde komşu iplikçikler arası temas yüzeyini daha az olması PLA-CNT numunelerinde çekme dayanımını konsantrik dolgu tipli numunelere göre daha dezavantajlı konuma getirmektedir. Farklı deformasyon hızlarının çekme dayanımına kısmen etki ettiği söylenebilir. Şekil 5.15 'te görüldüğü üzere, özellikle PLA-CNT numunelerinde çekme dayanımı değerleri deformasyon hızı arttıkça artmıştır. Konsantrik dolgu tipli numunelerde deformasyon hızı 1E-4 değerinden 1E-3 değerine çıkarıldığında %2, %4 ve %6 CNT katkılı numunelerin çekme dayanımları sırasıyla %5.87, %14.61 ve %6.12 oranlarında artmıştır. Deformasyon hızına bağlı viskoleastik-plastik davranışlar yükleme-boşaltma testlerinde daha iyi gözlemlenip ortaya konulmuştur.

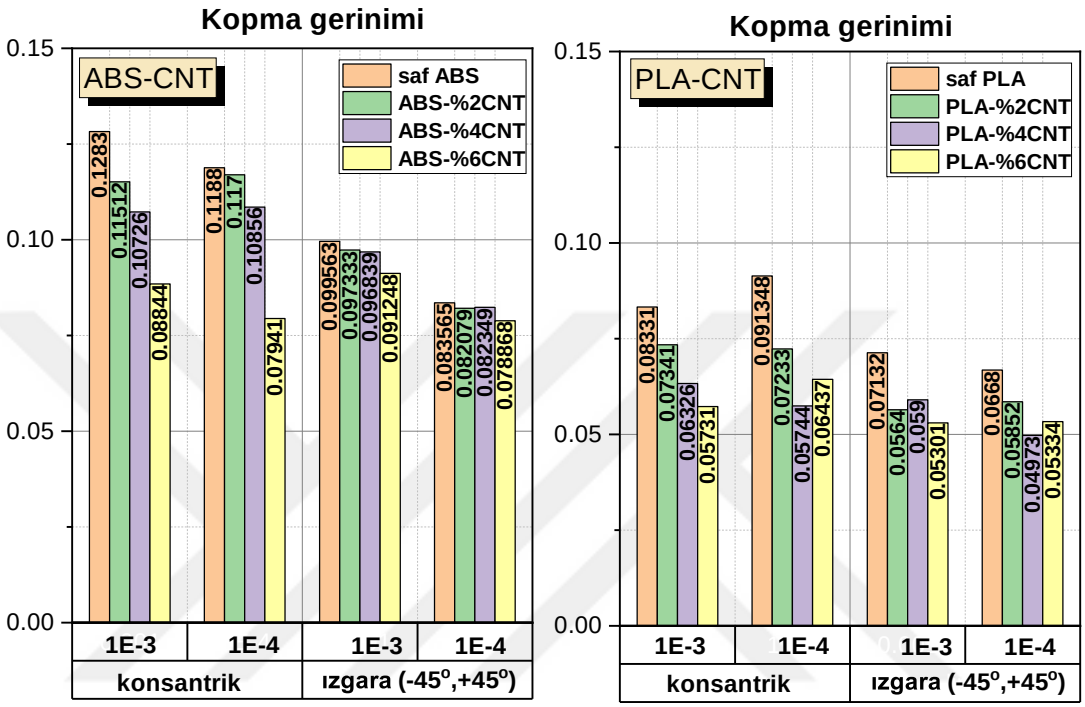
Şekil 5.15 'te görüleceği üzere karbon nanotüp takviyesi EYM ile üretilmiş ABS ve PLA numunelerinin çekme dayanımlarını önemli ölçüde iyileştirmiştir. Ancak, ağırlıkça %4 CNT katkısından sonra ABS-CNT numunelerinin çekme dayanımlarında düşüş gözlemlenirken PLA-CNT numunelerinde bu gözlemlenmemiştir ve %6 CNT katkılı numunelerin çekme dayanımları %4 CNT katkılılara göre bir miktar daha yüksek olmuştur. 3B basılmış ABS-CNT nankompozitlerinde, yüksek seviyedeki dolgu oranlarında (%6) çekme dayanımında ve elastiklik modülündeki düşmenin sebebi uygun olmayan karbon nanotüp kümelenmelerine bağlanabilir. 1E-3 deformasyon hızında gerçekleştirilen çekme testlerinde konsantrik dolgu tipine sahip ABS-CNT numunelerinin çekme dayanımları, ağırlıkça %2, %4 ve %6 CNT takviyelerinde sırasıyla %14.61, %49.14, %30.99 oranlarında artmıştır. Aynı parametrelerde üretilmiş ve çekme testleri gerçekleştirilmiş ABS-CNT nanokompozit numunelerinde ise bu artış %2, %4 ve %6 CNT takviyelerinde sırasıyla %18.17, %26.84 ve %27.10 oranlarında gerçekleşmiştir.



Şekil 5.16 Elastiklik modülünün gerinim hızlarına ve dolgu tiplerine göre karşılaştırılması

Nano takviyenin, 3B basılmış nanokompozit parçaların elastiklik modülüne etkileri Şekil 5.16 'da gösterilmiştir. Çekme dayanımı sonuçlarına benzer şekilde ağırlıkça %4 CNT katkısı ABS numuneleri için optimum katkı miktarı olmuştur. Bu değerden sonra elastiklik modülü değeri azalmaya başlamıştır. Bu da bir önceki bölümde bahsedilen yetersiz arayüzey adezyonu ve CNT topaklanmalarından kaynaklandığı düşünülmektedir. Ancak, genel olarak CNT katkısı elastiklik modülünü arttırmıştır. Bu hem karbon nanotüplerin yüksek özgül yüzey alanı ve en-boy oranlarından hem de SEM görüntülerinden görüleceği üzere katkılı malzemelerin katmanları arasındaki adezyonun daha iyi olmasından dolayı gözenek yoğunluklarının daha az olmasından kaynaklanmaktadır. Şekil 5.16 'da görüleceği üzere PLA malzemesinin gevrek ve rijit olan yapısından dolayı PLA-CNT nanokompozitlerinin elastiklik modülleri her durumda ABS-CNT nanokompozitlerinden yüksek olmasına rağmen çekme dayanımları ve kopma gerinim seviyeleri düşük kalmıştır. Deformasyon hızının elastiklik modülü üzerindeki etkisi çok belirgin değildir. Daha önce de bahsedildiği üzere hıza bağlı mekanik davranışlar yükleme-boşaltma testlerinde daha iyi sergilenmiştir. 1E-3 deformasyon hızında gerçekleştirilen çekme testlerinde ızgara $[-45^o,+45^o]$ dolgu tipli ABS-CNT nanokompozitlerinin elastiklik modülleri %2, %4 ve %6 CNT takviyeli numunelerde sırasıyla %39.76, %76.61 ve %51.02 oranlarında artmıştır. Bu artış oranları ızgara [-45° ,45°] dolgu tipli PLA-CNT nanokompozitlerinde %2, %4 ve %6 CNT takviyeli numuneler için sırasıyla %12.24,

%18.66 ve %29.35 oranlarında gerçekleşmiştir. Görüldüğü üzere, ABS-CNT nanokompozitlerinin CNT takviyesi ile beraber elastiklik modüllerindeki artış oranları PLA-CNT nanokompozitlerine göre daha fazladır. Bu durum daha önce çekme dayanımlarında da gözlemlenmişti. Genel olarak CNT takviyesinin ABS malzemesinin mekanik özelliklerini PLA malzemesine göre daha fazla iyileştirdiği söylenebilir.

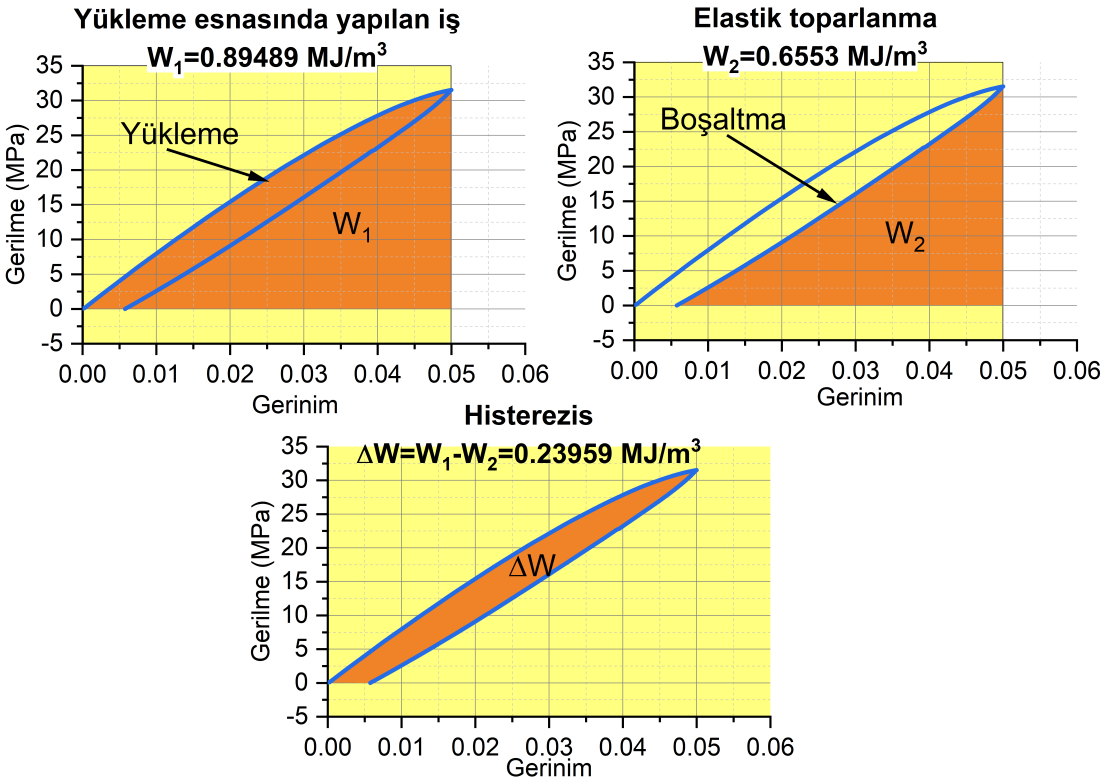


Şekil 5.17 Kopma geriniminin gerinim hızlarına ve dolgu tiplerine göre karşılaştırılması

5.4 Yarı statik yükleme-boşaltma testleri

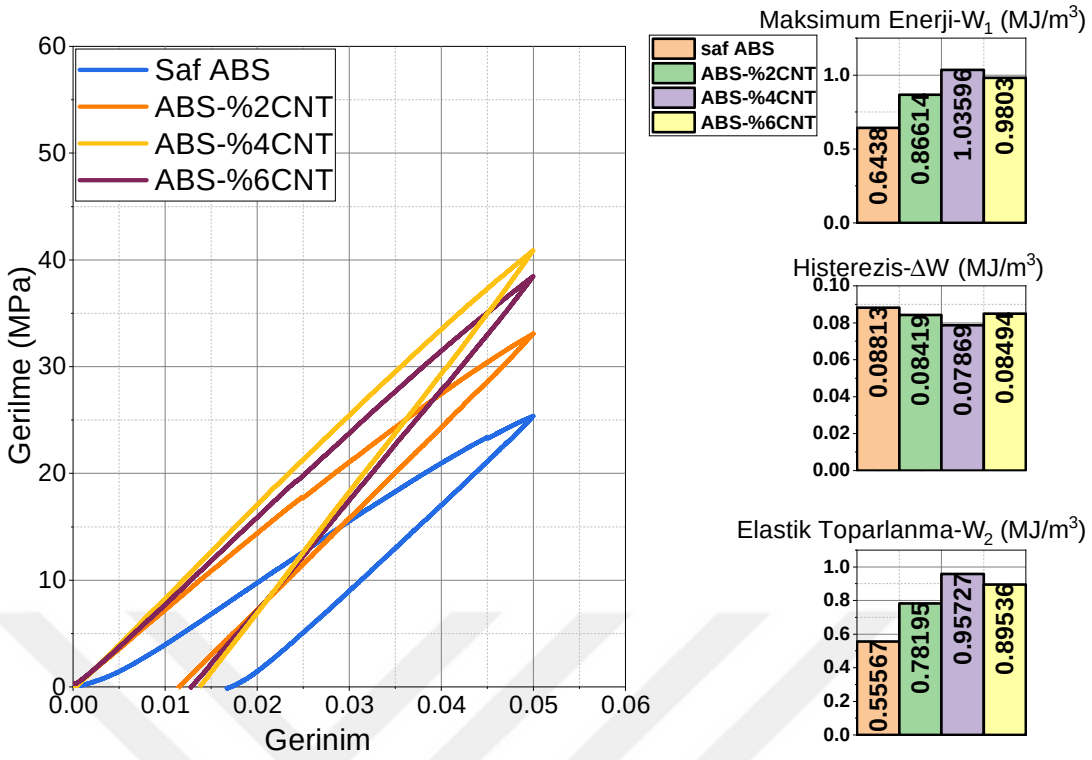
EYM tekniği ile üretilmiş CNT takviyeli nanokompozitlerin yükleme-boşlatma testleri farklı deformasyon hızlarında oda sıcaklığında 10 kN 'luk yük hücresi kullanılarak SHIMADZU üniversal test cihazında (model AGS-X) çekme modunda gerçekleştirilmiştir. Çekme testleri için ASTM D638-14 standartlarına uygun olarak üretilen numuneler kullanılmıştır. Testler numunelerin akma dayanımlarının altında kalan gerilme düzeylerinde %3 ve %5 gerinim düzeylerinde gerçekleştirilmiştir. Her durum için en az dört 3B basılmış numune kullanılmış ve ortalamaları alınmıştır. Gerinim hızının mekanik özellikler üzerindeki etkisini gözlemlemek amacıyla 1E-3 (1.5 mm/dk) ve 1E-4 (0.15 mm/dk) olmak üzere iki farklı gerinim hızında testler gerçekleştirilmiştir. Yarı statik hızlarda gerçekleştirilen yükleme-boşaltma testleri ile 3B basılmış nanokompozit numunelerin histeretetik davranışları yanısıra hıza bağımlılıkları da gözlemlenmiştir ve CNT katkısının bu davranışlara olan etkileri

araştırılmıştır. Yükleme-boşaltma testlerinden elde edilen histerezis çevrimlerinin altında kalan alanlar Origin Pro 2021 programında integrasyon yöntemi ile hesaplanarak enerji kayıpları belirlenmiştir (Şekil5.18).

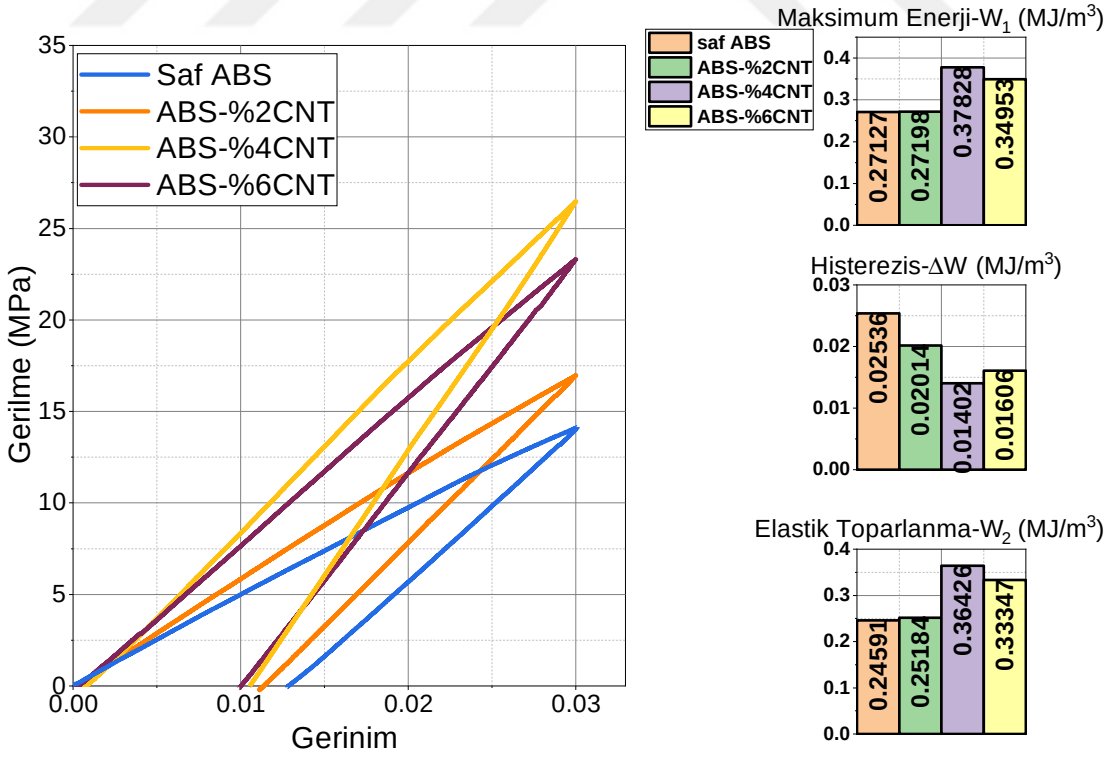


Şekil 5.18 Elastik toparlanma ve Histerezisin belirlenmesi (1E-3 gerinim hızı-saf PLA)

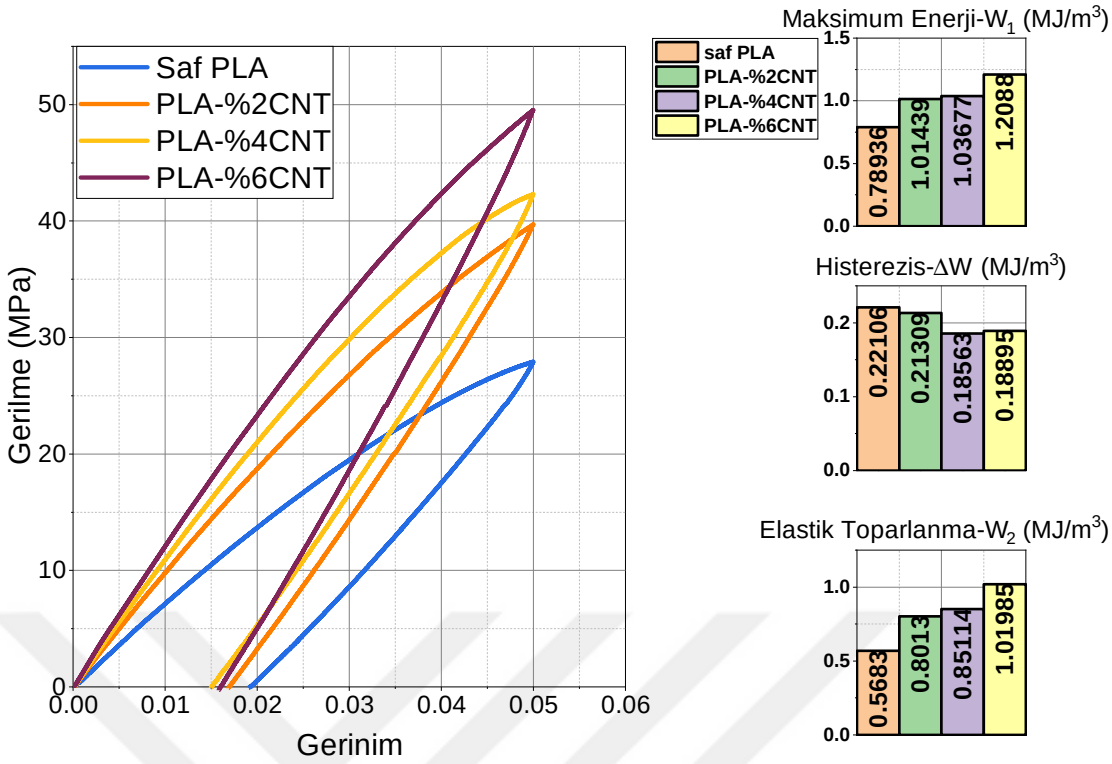
Yarı statik yükleme-boşaltma testleri akma noktasının altında elastik (viskoelastik) bölgede gerçekleştirilmiştir. Nano takviyenin ve farklı gerinim hızlarının 3B basılmış çekme numunelerinin toparlanma davranışlarına ve yükleme-boşaltma testi sırasında oluşan ve deformasyon sırasındaki kayıp enerji ile ilişkilendirilen histerezis döngüsüne etkisi araştırılmıştır.



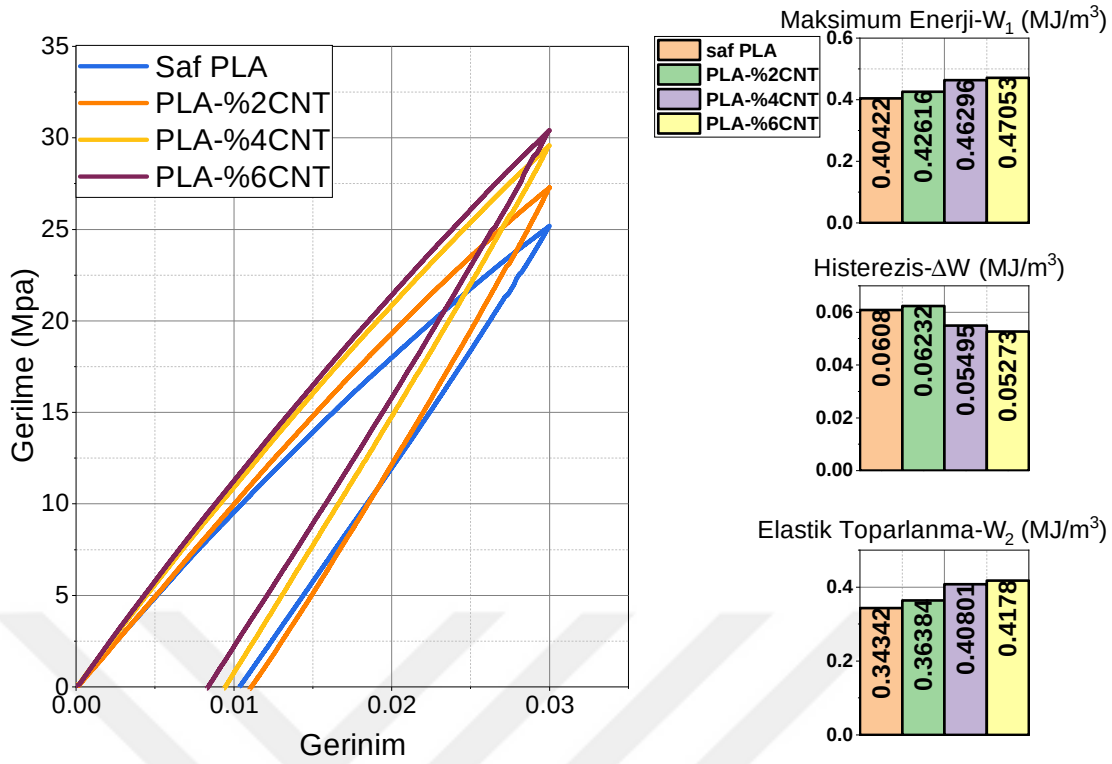
Şekil 5.19 Yükleme-Boşaltma Testi (ABS-CNT, 1E-4 gerinim hızı, %5 gerinim seviyesi)



Şekil 5.20 Yükleme-Boşaltma Testi (ABS-CNT, 1E-4 gerinim hızı, %3 gerinim seviyesi)

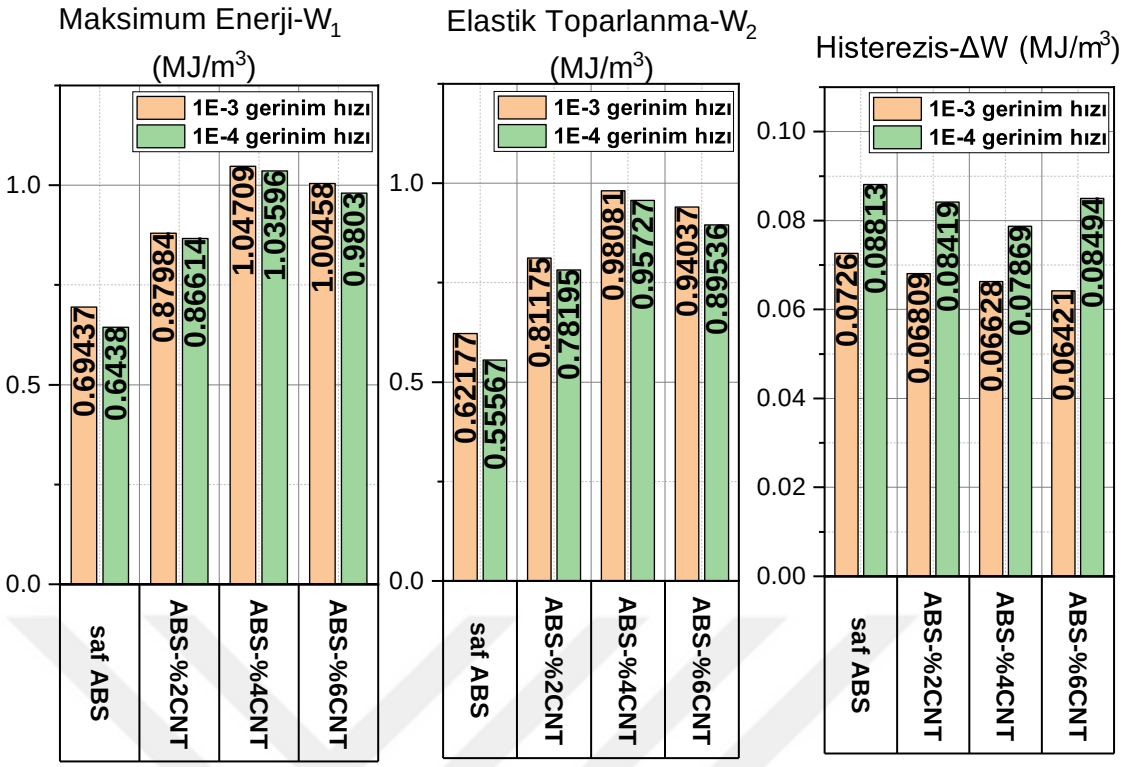


Şekil 5.21 Yükleme-Boşaltma Testi (PLA-CNT, 1E-4 gerinim hızı, %5 gerinim seviyesi)

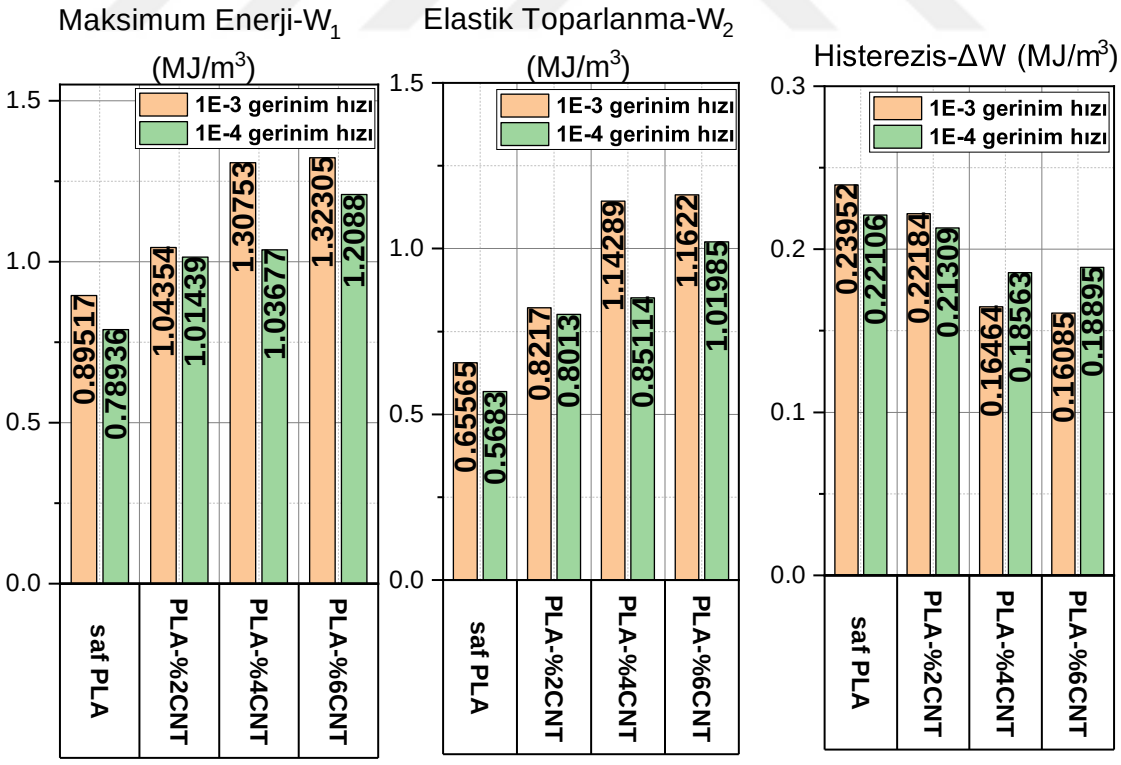


Şekil 5.22 Yükleme-Boşaltma Testi (PLA-CNT, 1E-4 gerinim hızı, %3 gerinim seviyesi)

3B basılmış CNT katkılı ABS ve PLA'nın yükleme-boşaltma testlerinde gerinim hızına bağlı davranışları Şekil 5.23 ve Şekil 5.24 'te gösterilmiştir. %3 gerinim düzeyinde gerçekleştirilen yükleme-boşaltma testlerinde hem ABS-CNT hemde PLA-CNT nanokompozit malzemeleri lineer viskoleastik davranış göstermiştir. Ancak gerinim seviyesi %5'e çıkarıldığında ABS matrisine sahip 3B basılmış nanokompozit malzemeler yine lineer viskoelastik davranış gösterirken gösterirken PLA matrisli malzemelerde lineer olmayan viskoelastik davranış gözlemlenmiştir (Şekil 5.19, Şekil 5.21). Gerinim hızı arttıkça malzemelerin dayanımlarında ve rijitliklerinde artış gözlemlenmiştir. Şekil 5.23 ve Şekil 5.24 'te görülebileceği gibi 1E-3 gerinim hızında deformasyon için harcanan enerji miktarı 1E-4 gerinim hızında gerçekleştirilen testlere göre daha fazladır. Gerinim hızı 1E-4 'ten 1E-3 'e çıkarıldığında %5 gerinim seviyesine ulaşıncaya kadar deformasyon için harcanan enerji ABS matrisli kompozitlerde %0, %2, %4 ve %6 CNT takviyeli malzemeler için sırasıyla %7.74, %1.58, %1.07 ve %2.48 oranlarında artmıştır. PLA matrisli nanokompozitlerde ise sırasıyla %13.4, %2.87, %26.12 ve %9.45 oranlarında artmıştır. Buna dayanarak EYM ile üretilmiş PLA-CNT nanokompozitlerinin mekanik davranışlarının ABS-CNT nanokompozitlerine göre daha fazla hıza bağlı olduğu söylenebilir.

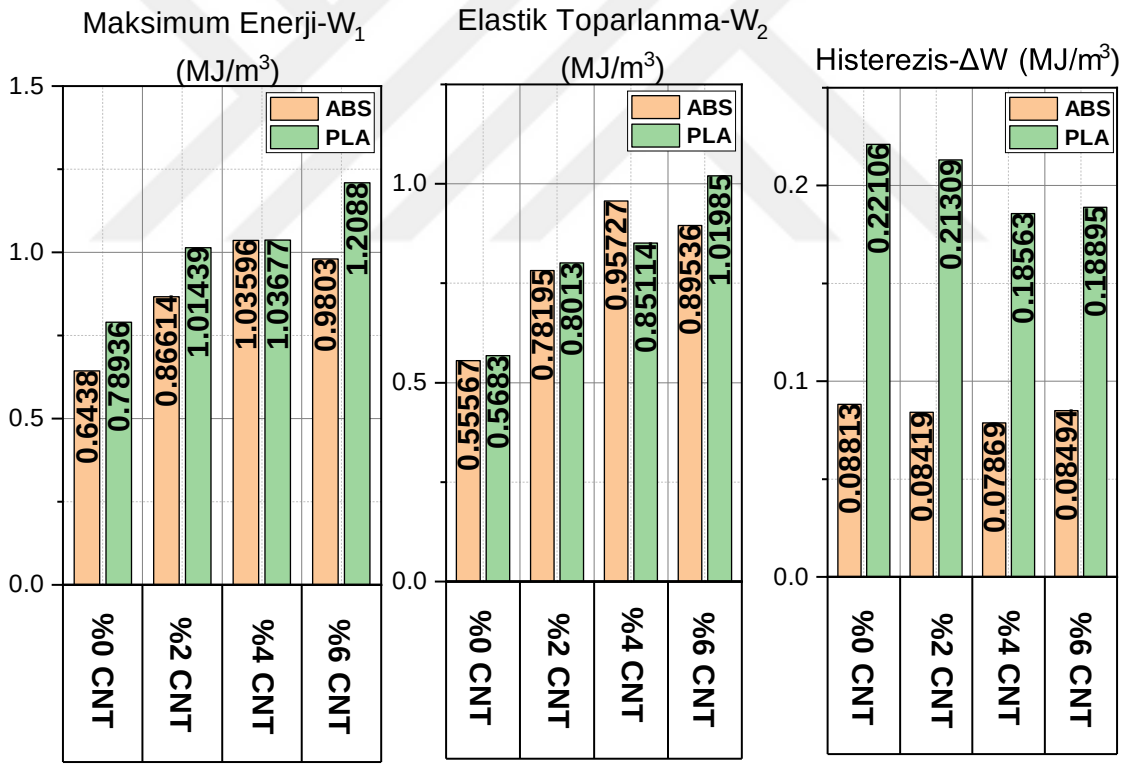


Şekil 5.23 Gerinim hızına bağlı toparlanma davranışları (ABS-CNT,%5 gerinim seviyesi)



Şekil 5.24 Gerinim hızına bağlı toparlanma davranışları (PLA-CNT,%5 gerinim seviyesi)

Yüksek deformasyon hızlarında polimer zincirlerin moleküler hareketleri kısıtlanmaktadır ve zincirlerin yeniden düzene girme süresi düşük gerinim hızlarına göre daha az olmaktadır. Bu nedenle yüksek gerinim hızlarında moleküler direnç daha fazla olacaktır ve malzeme daha rijit bir davranış gösterecektir[95, 96]. Bu nedenle 1E-4 gerinim hızında gerçekleştirilen testlerde boşaltma sonrası elastik toparlanma 1E-3 deformasyon hızında gerçekleştirilen testlere göre daha azdır (Şekil 2.34, Şekil 2.35). Deformasyon hızı azalınca ABS-CNT nanokompozitlerinde elastik toparlanma %0, %2, %4 ve %6 CNT katkılı numuneler için sırasıyla %10.63, %3.67, %2.46 ve %4.79 oranlarında azalmıştır. PLA-CNT nanokompozitlerinde ise elastik toparlanma miktarı deformasyon hızı azalınca %13.32, %2.48, %25.53 ve %12.25 oranlarında azalmıştır. Yükleme-boşaltma çevrimi sonrası oluşan histerezisinde (enerji kaybı) düşük deformasyon hızlarında daha fazla olduğu görülmektedir. Bu durum yine yüksek hızlarda hareketi kısıtlanan molekül zincirlerine bağlanabilir. Nano takviyenin elastik toparlanmayı arttırdığı Şekil 5.23, 5.24 ve 5.25 'da görülmektedir. Bu da CNT takviyesinin numunelerin rijitliğini arttırmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 5.25 Matris malzemesine bağlı toparlanma davranışları (1E-4 gerinim hızı,%5 gerinim seviyesi)

CNT katkısının hem PLA hem de ABS matrisinin kullanıldığı nanokompozitlerde rijitliği arttırdığı Şekil 5.19 ve Şekil 5.21 'de gözlemlenebilir. Sonuçlar çekme testleri ile uyum göstermektedir. ABS matrisli nanokompozitlerde elastiklik modülünün ağırlıkça CNT katkısının %6 olduğu durumlarda düştüğü gözlemlenmişti.

Yükleme-boşaltma testlerinde de ABS-%6CNT numunelerinde deformasyon için harcanılan enerjinin ABS-%4CNT numunelerine göre daha az olduğu gözlemlenebilir. 1E-4 gerinim hızında ve %5 gerinim seviyesinde gerçekleştirilen testlerde ağrılıkça %2, %4 ve %6 CNT katkılı ABS-CNT nanokompozitlerinde deformasyon için harcanan enerji saf ABS'ye göre sırasıyla %34.54, %60.91 ve %52.27 oranlarında artmıştır. PLA matrisli kompzoitlerde ise artış oranları sırasıyla %28.51, %31.34 ve %41.94 olmuştur. Karbon nanotüp takviyesinin ABS numunelerinin rijitliklerini ve dayanımlarını PLA malzemesine göre daha fazla arttırdığı söylenebilir.

5.5 Sürünme testleri

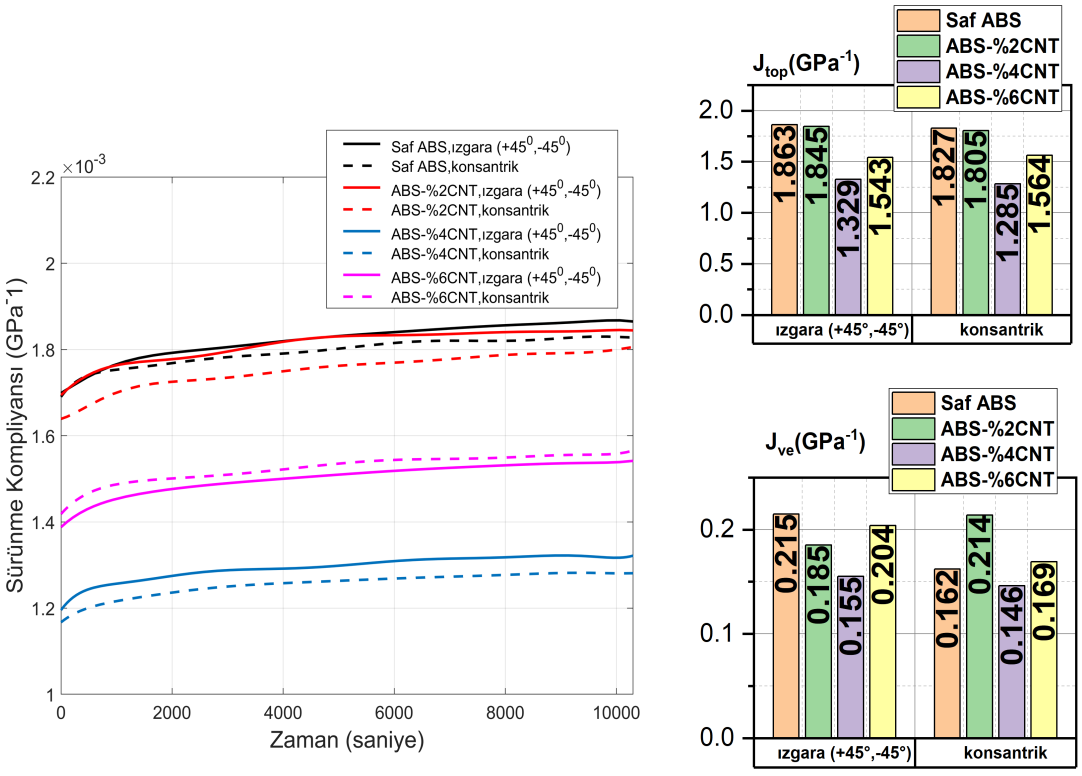
EYM tekniği ile üretilen nanokompozit numunelerin sürünme testleri 10 kN 'luk yük hücresi kullanılarak SHIMADZU üniversal test cihazında (model AGS-X) çekme modunda gerçekleştirilmiştir. Testler ASTM D2990-17 standartlarına [97] bağlı kalınarak oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Sürünme testleri için 6x3.2x25 mm^3 boyutlarında standartlara uygun numuneler kullanılmıştır. Testlere başlamadan önce, sürünme testinin lineer viskoelastik deformasyon rejiminde kalması için gerilme-gerinim diyagramlarından uygun gerilme düzeyi seçilmiş ve testler statik yük altında 16.25 MPa gerilmede 10000 saniye (2.78 saat) süreyle gerçekleştirilmiştir. Gerinim verileri zamanın fonksiyonu olarak kaydedilmiştir. Sürünme kaynaklı deformasyonun tespiti için 3B basılmış parçaların belirlenen 16.25 MPa 'lık gerilme düzeyine erişene kadar maruz kaldıkları elastik deformasyon gözardı edilmiştir. Sonuçların güvenilir olması için her test üç kez tekrar edilmiştir ve her seferinde farklı numuneler kullanılmıştır.

Şekil 5.26 ve 5.27 'de EYM ile üretilmiş nano takviyeli ABS ve PLA malzemelerinin oda sıcaklığında 16.25 MPa sabit gerilme altında yaklaşık 2.78 saat boyunca gerçekleştirilen sürünme testlerinden elde edilen zamana bağlı sürünme kompliyans eğrileri gösterilmiştir. Sürünme kompliyansı, uygulanan sabit gerilmeye test edilen parçanın verdiği gerinim cevabı olarak tanımlanabilir.

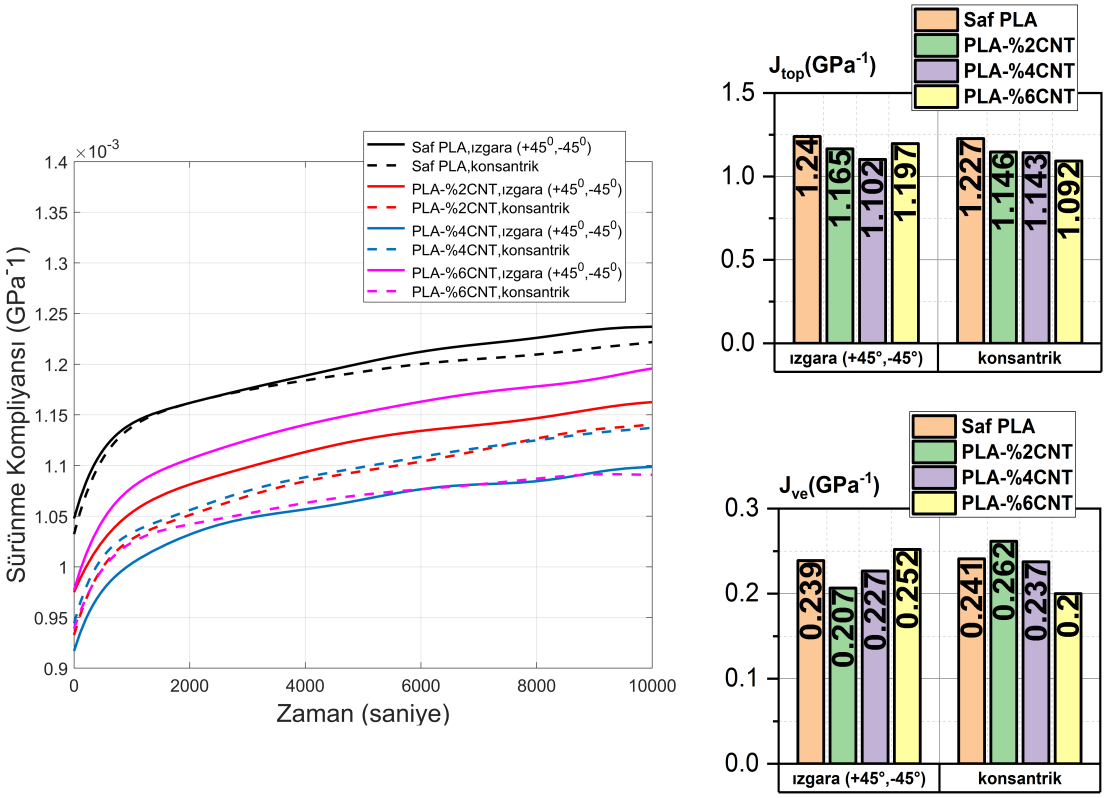
$$J(t) = \frac{\epsilon(t)}{\sigma} \tag{5.3}$$

Plastik deformasyonun meydana gelmediği durumlarda izotermal sürünme kompliyansı (J_{top}), anlık elastik kompliyans (J_{el}) ve zamana bağlı viskoelastik kompliyans (J_{ve}) olmak üzere iki parçadan oluşmaktadır[38].

$$J_{top}(t) = J_{el} + J_{ve}(t) \tag{5.4}$$



Şekil 5.26 ABS-CNT Sürünme Kompliyansları (J_{top}: İzotermal çekme sürünmesi, J_{ve}: Viskoelastik çekme sürünmesi)



Şekil 5.27 PLA-CNT Sürünme Kompliyansları (J_{top}: İzotermal çekme sürünmesi, J_{ve}: Viskoelastik çekme sürünmesi)

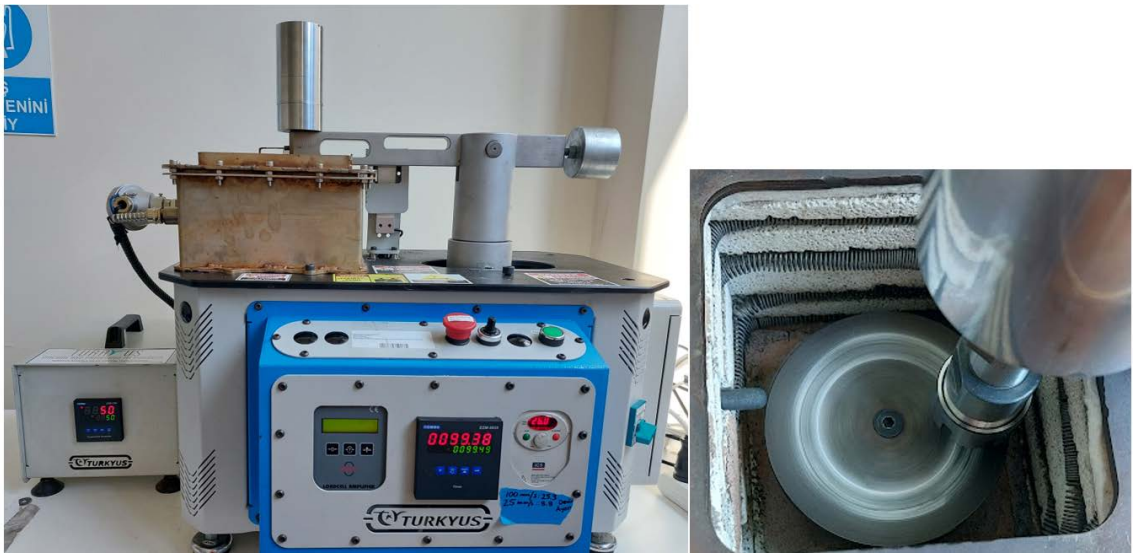
İstenilen gerilme seviyesine ulaşmak için uygulanılan anlık yük ile birlikte elastik yani anlık sürünme dolayısıyla hızlı bir deformasyon meydana gelir [98]. Şekil 5.26 ve Şekil5.27 'den de anlaşılacağı üzere nano dolgu ile takviye edilmeyen saf polimerlerde toplam sürünme deformasyonu daha fazla olmuştur. EYM ile üretilmiş ızgara dolgu tipine sahip ABS-CNT nanokompozitlerine uygulanan sürünme testleri sonucunda izotermal sürünme kompliyansları %2, %4 ve %6 nano takviyeli malzemeler için sırasıyla %0.97, %28.66 ve %17.18 oranlarında azalmıştır. Konsantrik dolgu tipine sahip numunelerde ise bu oranlar %1.2, %29.66 ve %14.39 olarak gerçekleşmiştir. Sonuçlar çekme ve yükleme-boşaltma testleri ile uyumluluk göstermiştir ve ağırlıkça %4 nano takviye oranına sahip numunelerin sürünme performansları diğer katkı oranlarına göre daha iyi olmuştur. PLA-CNT nanokomozit numunelerinde de nano takviyenin genel olarak malzemelerin sürünme performansını olumlu etkilediği söylenebilir. Zamana bağlı belirlenen viskoelastik sürünme kompliyanslarında da CNT topaklanmalarından ve yetersiz arayüzey adezyonlarından kaynaklanabilecek istisnalar olsa da nano dolgu takviyesi ile beraber bir azalma olduğu, dolayısıyla CNT takviyesinin olumlu etkisinden bahsedilebilir.

Tablo 5.2 Sürünme Kompliyansları

Numuneler	**Izgara** $[-45^o, +45^o]$			**Konsantrik** $[0, +90^o]$		
	J_{el} (GPa^{-1})	$J_{ve,2.78saat}$ (GPa^{-1})	$J_{top,2.78saat}$ (GPa^{-1})	J_{el} (GPa^{-1})	$J_{ve,2.78saat}$ (GPa^{-1})	$J_{top,2.78saat}$ (GPa^{-1})
saf ABS	1.648	0.215	1.863	1.665	0.162	1.827
ABS-%2CNT	1.66	0.185	1.845	1.591	0.214	1.805
ABS-%4CNT	1.174	0.155	1.329	1.139	0.146	1.285
ABS-%6CNT	1.339	0.204	1.543	1.395	0.169	1.564
saf PLA	1.001	0.239	1.24	0.986	0.241	1.227
PLA-%2CNT	0.958	0.207	1.165	0.884	0.262	1.146
PLA-%4CNT	0.875	0.227	1.102	0.906	0.237	1.143
PLA-%6CNT	0.945	0.252	1.197	0.992	0.2	1.092

6
EYM İLE ÜRETİLEN NANOKOMPOZİTLERİN AŞINMA ÖZELLİKLERİNİN KARAKTERİZASYONU

EYM ile üretilimiş nanokompozitlerin aşınma davranışları, sürtünme katsayısı ve aşınma oranları üzerinden incelenmiştir. Testler, ABS nanokompozitleri için oda sıcaklığı, 50 °C, 70 °C, PLA nanokompozitleri için oda sıcaklığı, 30 °C, 40 °C olarak belirlenmiş ve ısıtma modülü bulunan aşınma testi aparatı aracılığıyla gerçekleştirilmiştir. Aşınma testleri için belirlenen sıcaklıkların malzemelerin camsı geçiş sıcaklıklarının altında kalmasına dikkat edilmiştir. Test sırasında %CNT katkı oranı, dolgu tipi ve ortam sıcaklığının nanokompozit numunelerin aşınma davranışı üzerindeki etkileri incelenmiştir. Aşınma testleri ASTM G99 standardına uygun olarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 6.1 Deneylerde kullanılan ısı modüllü aşınma testi aparatı

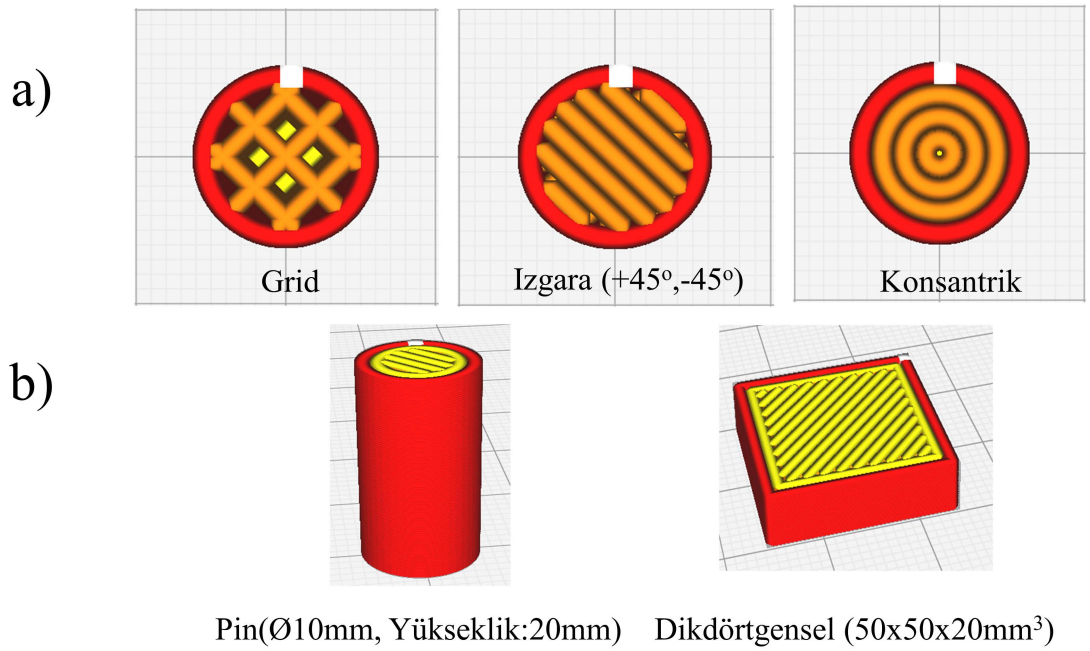
6.1 EYM tekniği ile nanokompozit aşınma numunelerinin üretimi

Pin ve dikdörtgen aşınma numuneleri Creality 3D Cr 6 Se 3D yazıcı ile üretilmiştir. 3B baskı işlemi sırasında öncelikle standart 0.4 mm çapındaki nozullar

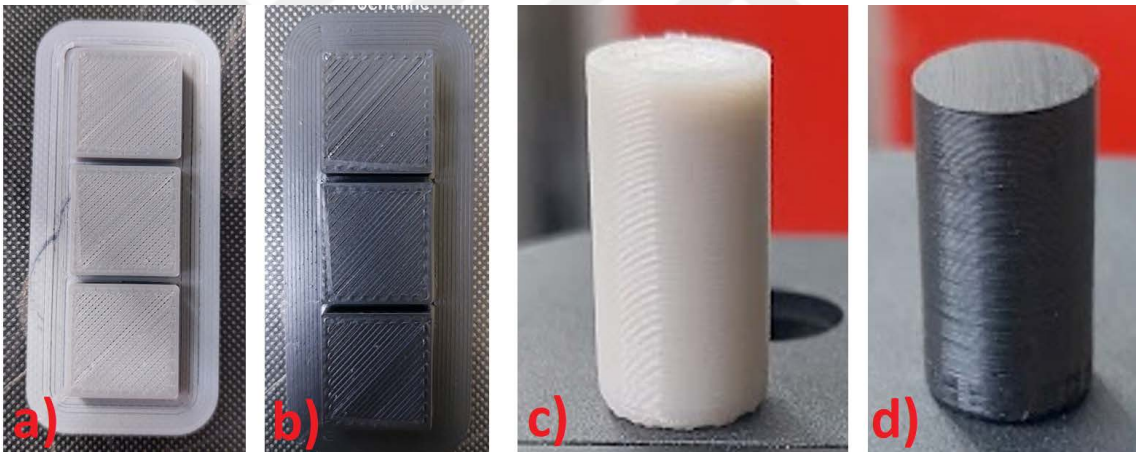
Tablo 6.1 EYM üretim parametreleri

Dolgu tipleri	Grid	Izgara	Konsantrik
Aşınma numuneleri	Pin Çap:10mm Yükseklik: 20mm	Dikdörtgensel (50x50x20mm^3)	
Ortam sıcaklıkları	Oda Sıcaklığı	$50^oC(ABS)$ $30^oC(PLA)$	$70^oC(ABS)$ $40^oC(PLA)$
Yatak sıcaklıkları	$110^oC(ABS)$ $60^oC(PLA)$		
Nozul sıcaklıkları **(ABS)**	240^oC (Saf polimer)	250^oC (%2CNT- %4CNT)	255^oC (%6CNT)
Nozul sıcaklıkları **(PLA)**	200^oC (Saf polimer)	205^oC (%2CNT)	210^oC (%4CNT- %6CNT)
Nozul çapı	0.8 mm		
Katman kalınlığı	0.2 mm		
Dolgu yoğunluğu	%100		

kullanılmıştır. PLA nanokompozitlerinin üretiminde problem çıkmasa da CNT katkılı ABS nanokompozitlerinin üretiminde nozul tıkanması meydana gelmiştir. Bu nedenle tüm üretimler 0.8 mm çaplı nozul ile yapılmıştır. Saf ABS numuneleri 240^oC nozul sıcaklığında üretilirlen, ağırlıkça %2, %4 ve %6 CNT takviyesi bulunan sahip numuneler sırasıyla 250 °C, 250 °C ve 255 °C nozul sıcaklıklarında üretilmiştir. PLA numuneleri için ise nozul sıcaklıkları sırasıyla 200 °C, 205 °C, 210 °C ve 210 °C olarak belirlenmiştir. Diğer parametreler Tablo 6.1 'de görülebilir.



Şekil 6.2 Aşınma numuneleri: a) Dolgu tipleri, b) Boyutlar

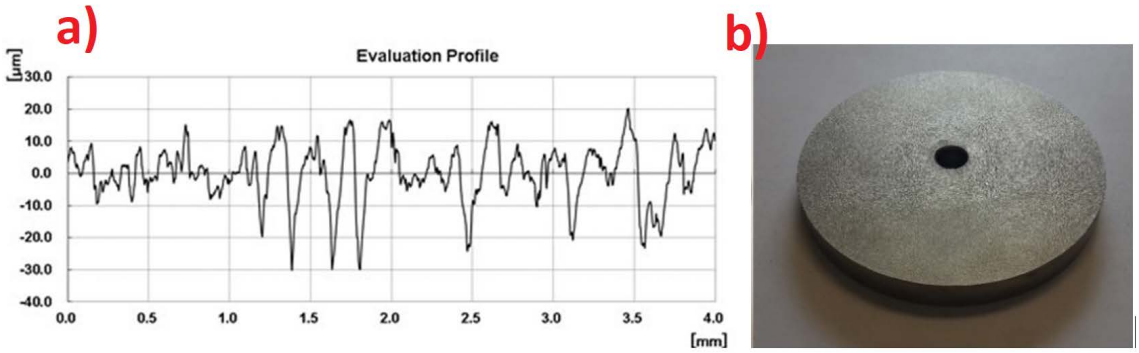


Şekil 6.3 3B basılan aşınma numuneleri: a) Dikdörtgensel (Saf Polimer), b) Dikdörtgensel (CNT katkılı), c) Pin (Saf Polimer), d) Pin (CNT katkılı)

6.2 Pin on disk aşınma testleri

Yüzey pürüzlülüğü Ra 3.2 ve sertliği 211 HV (Vickers sertliği) olan AISI 1040 çeliği dairesel disk şeklinde tedarik edilmiş ve testler sırasında aşındırıcı karşı malzeme olarak kullanılmıştır. Çelik diskin yüzey pürüzlülüğü optik profilometre aracılığıyla belirlenmiştir. Numunelerin ağırlıkları, her testten önce ve sonra 1×10^{-4} g hassasiyete sahip tartı ile ölçülmüştür. Testler sırasında teğetsel sürtünme kuvveti bir yük hücresi ile ölçüldükten sonra bilgisayara kaydedilmektedir. Aşınma testleri, toplam 3000 m kayma mesafesinde 1 m/s kayma hızında 40 N normal yük

kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Doğru sonuçlar elde etmek için karşı disk, her aşınma testinden önce asetonla temizlenmiştir. Spesifik aşınma oranları Archard denklemi ile hesaplanmıştır.



Şekil 6.4 Abrasif karşı malzeme: a) Yüzey profili, b) AISI 1040 çelik disk

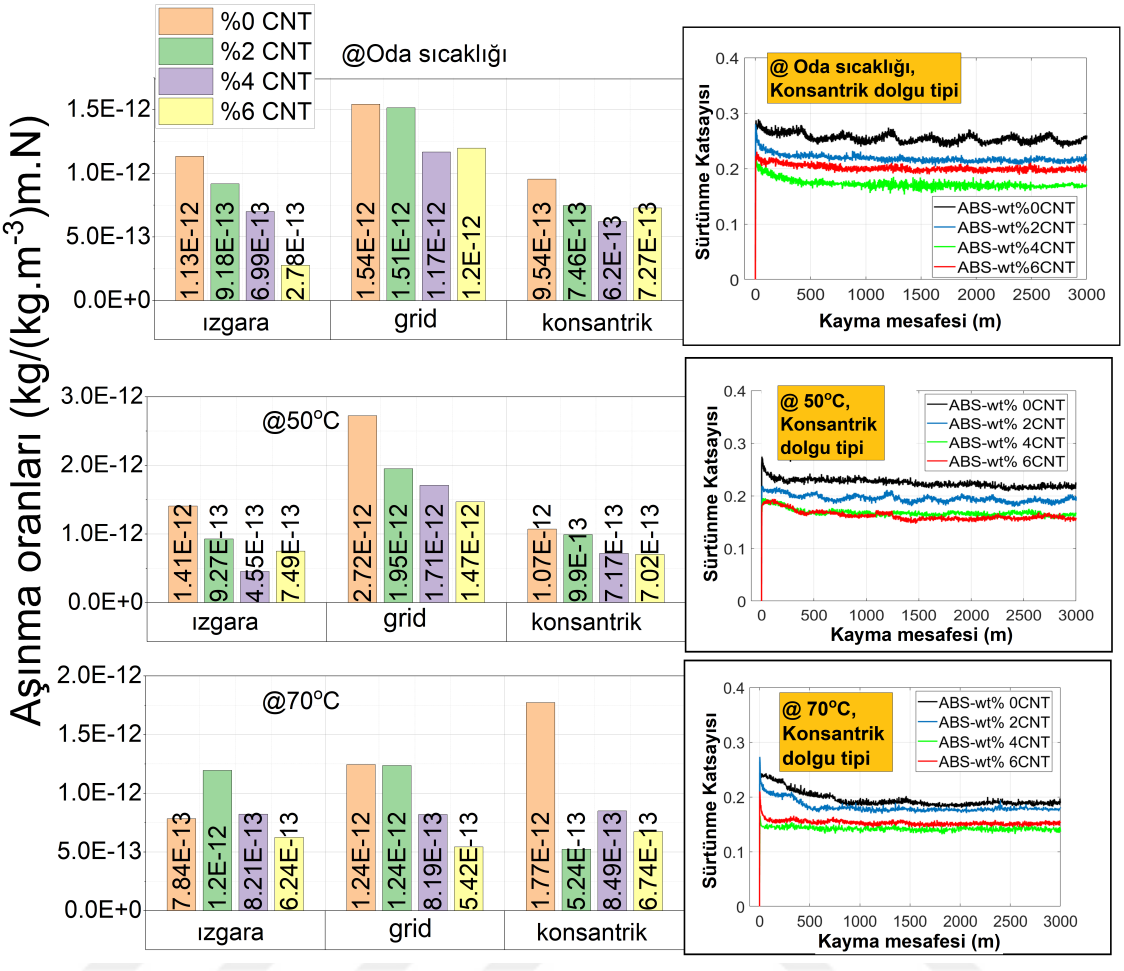
$$K = \frac{\Delta m}{\rho . L . F_N} \tag{6.1}$$

Δm ağırlık kaybını (kg), ρ numunenin özkütlesini (kg/m^3) , F_N normal kuvveti (N) ve L kayma mesafesini (m) ifade etmektedir.

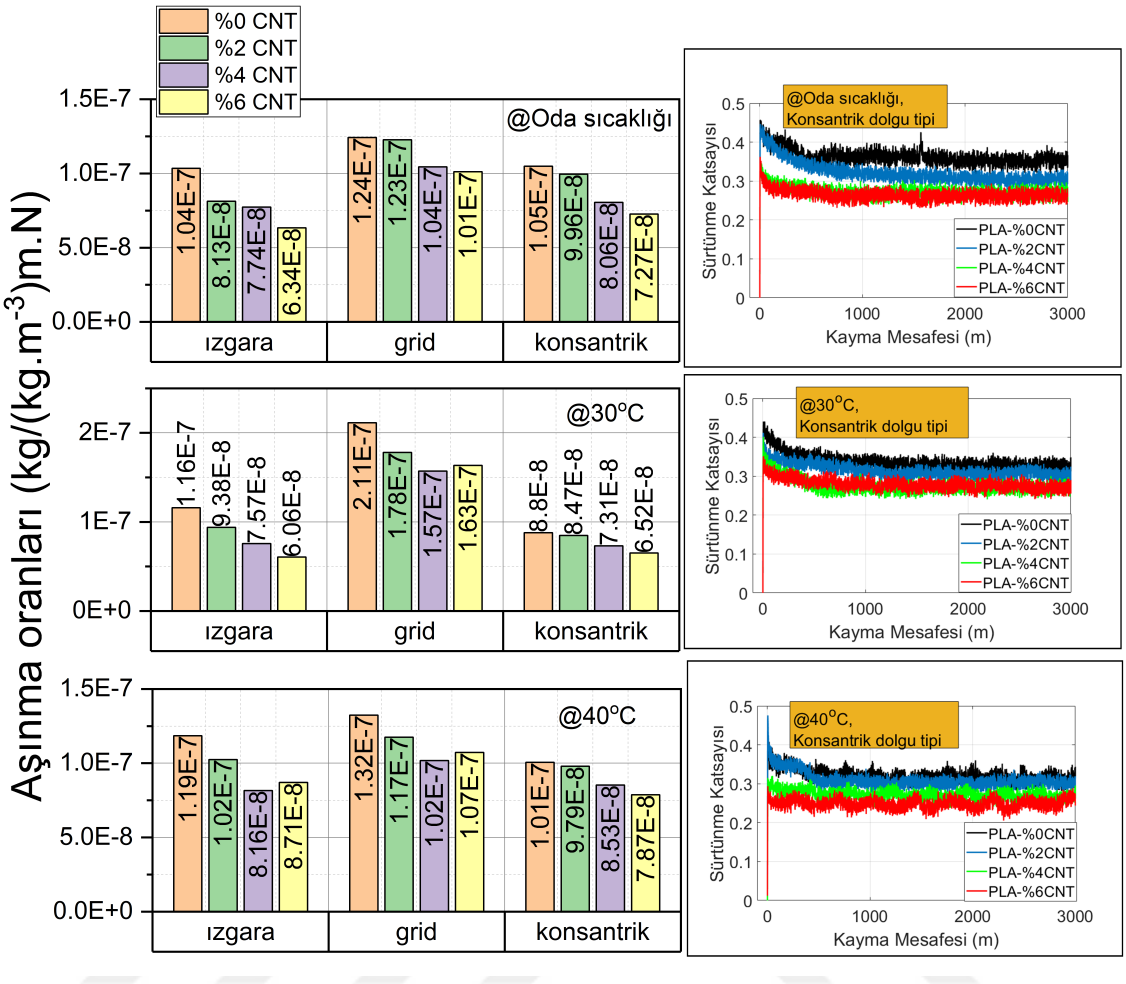
Tablo 6.2 Parametreler

Parametreler	**Değerler**
Abrasif karşı malzeme	AISI 1040
Çelik diskin sertliği (HV)	211
Çelik disk yüzey pürüzlülüğü(Ra)	3.2
Normal Kuvvet (N)	40
Kayma Mesafesi (m)	3000
Kayma Hızı (m/s)	1
Pin çapı (mm)	10
Pin yüksekliği (mm)	20
Test sıcaklıkları (^oC)	Oda sıcaklığı, 50^oC (ABS), 30^oC (PLA) 70^oC (ABS), 40^oC (PLA)

Aşınma oranlarının CNT takviyeli numunelerde gözle görülür seviyede düştüğü gözlemlenmiştir(Şekil 6.5, Şekil 6.6). Testin gerçekleştiği ortam sıcaklığı farketmeden her durum için numunelerin aşınma direncinde artış gözlemlenmiştir. CNT takviyesi ile beraber ızgara dolgu tipine sahip numunelerin aşınma dirençlerinde diğer dolgu tiplerinde göre daha fazla iyileşme sağlanmıştır.



Şekil 6.5 Farklı sıcaklık ortamlarında pin on disk aşınma oranları (ABS-CNT nanokompozitleri)



Şekil 6.6 Farklı sıcaklık ortamlarında pin on disk aşınma oranları (PLA-CNT nanokompozitleri)

Oda sıcaklığında gerçekleştirilen testlerde %2, %4 ve %6 CNT takviyesi ABS numunelerinin aşınma oranlarını sırasıyla %18.76, %38.14 and %75.39 düşürmüştür. PLA numunelerinde ise aşınma oranları sırasıyla %21.83, %25.58 ve %39.03 azalmıştır. ABS matrisine sahip numunelerde, oda sıcaklığında grid ve konsantrik dolgu tipine sahip numunelere %4 CNT katkısı aşınma direncinde önemli ölçüde iyileşme sağlamıştır, ancak %6 CNT katkı oranı %4'e göre aşınma direncinde kayda değer bir iyileşme sağlayamamıştır. Benzer bri durum PLA matrisli numuneler için de geçerlidir. Grid dolgu tipinde ABS polimer matrisine %2, %4 ve %6 CNT oranlarında takviyeler oda sıcaklığındaki aşınma direncini sırasıyla %1.94, %24.02 ve %22.07 oranlarında artırırken PLA malzemesinde bu artışlar sırasıyla %0.81, %16.12 ve %18.54 olarak gerçekleşmiştir. Oda sıcaklığında gerçekleştirilen testlerde grid ve konsantrik dolgu tipine sahip ABS numunelerinde en iyi aşınma performansı ağırlıkça %4 oranında CNT takviyesinde sağlanmıştır. Bu durum düşük sıcaklıklarda abrasif aşınmanın meydana gelmesinden kaynaklanabilir. Grid olgu tipindeki numunelerde komşu iplikçikler arasında boşluklar bulunmaktadır. Aşınma esnasında kopan CNT partikülleri bu boşluklarda yer ederek abrasif aşınmaya dolayısıyla aşınma

direncinin azalmasına sebebiyet vermektedir. Izgara dolgu tipli numunelerin EYM ile üretimi esnasında her katmanda bulunan iplikçikler birbirinin üzerine farklı açılarda bırakılmaktadır(45°, +45°). Bu da numunenin rijitliğini arttırmakta ve gözenek yoğunluğunu azaltmaktadır. Dolayısıyla numunelerin aşınma dirençleri artmaktadır. Yüksek sıcaklık ortamında aşınma karakteristiği abrasif aşınmadan adeziv aşınmaya dönüşmektedir. Aşınma sırasında kopan partiküller olmasına rağmen yüksek sıcaklıklardan dolayı katı halde kalamayıp aşınma direncinin düşmesine sebebiyet verememektedirler. Örneğin, 70 °C ortam sıcaklığında karşı malzeme olan çelik disk ile 3B basılmış numuneler arasında oluşan arayüzeyin sıcaklığı sürtünmeyle beraber yaklaşık 100 °C 'ye ulaşmaktadır. Bunun yanı sıra, yüksek sıcaklıklardan dolayı numunelerin gözenek yoğunlukları azalmaktadır. Dolayısıyla abrasif aşınmaya neden olan partiküller bu boşluklara yerleşememektedirler. CNT takviyesinin yağlayıcı etkisi ile beraber sürtünme katsayılarında da düşüş meydana gelmiştir. Oda sıcaklığında konsantrik dolgu tipine sahip ABS numunelerin ortalama sürtünme katsayıları %2, %4 ve %6 CNT takviyeleri ile beraber sırasıyla %14.32, %32.36 ve %21.10 oranlarında azalmıştır. PLA numunelerinde ise bu değerler %11.07, %24.72 ve %26.84 olarak gerçekleşmiştir.

Tablo 6.3 Pin on disk aşınma oranları (ABS)

		Aşınma oranları (kg/(kg.m^{-3}.Nm))/Değişim oranı		
Dolgu Tipi	**Numune**	**Oda sıcaklığı**	**50^{o}C**	**70^{o}C**
Izgara	**Saf ABS**	1.13E-12	1.41E-12	7.84E-13
	ABS-%2CNT	9.18E-13 / -%18.76	9.27E-13 / -%34.25	1.20E-12 / +%53.06
	ABS-%4CNT	6.99E-13 / -%38.14	7.49E-13 / -%46.87	8.21E-13 / +%4.71
	ABS-%6CNT	2.78E-13 / -%75.39	4.55E-13 / -%67.73	6.24E-13 / -%20.40
Grid	**Saf ABS**	1.54E-12	2.72E-12	1.24E-12
	ABS-%2CNT	1.51E-12 / -%1.94	1.95E-12 / -%28.31	1.23E-12 / -%0.81
	ABS-%4CNT	1.17E-12 / -%24.02	1.71E-12 / -%37.13	8.19E-13 / -%33.95
	ABS-%6CNT	1.20E-12 / -%22.07	1.47E-12 / -%45.95	5.42E-13 / -%56.29
Konsantrik	**Saf ABS**	9.54E-13	1.07E-12	1.77E-12
	ABS-%2CNT	7.46E-13 / -%21.80	9.90E-13 / -%7.47	5.24E-13 / -%70.39
	ABS-%4CNT	6.20E-13 / -%35.01	7.17E-13 / -%32.99	8.49E-13 / -%52.03
	ABS-%6CNT	7.27E-13 / -%23.79	7.02E-13 / -%34.39	6.74E-13 / -%61.92

Tablo 6.4 Pin on disk aşınma oranları (PLA)

		Aşınma oranları (kg/(kg.m^{-3}.Nm))/Değişim oranı		
Dolgu Tipi	**Numune**	**Oda sıcaklığı**	**30^{o}C**	**40^{o}C**
Izgara	**Saf PLA**	1.04E-7	1.16E-7	1.19E-7
	ABS-%2CNT	8.13E-8 / -%21.83	9.38E-8 / -%19.14	1.02E-7 / -%14.29
	ABS-%4CNT	7.74E-8 / -%25.58	7.57E-8 / -%34.74	8.16E-8 / -%31.43
	ABS-%6CNT	6.34E-8 / -%39.04	6.06E-8 / -%47.76	8.17E-8 / -%31.34
Grid	**Saf PLA**	1.24E-7	2.11E-7	1.32E-7
	ABS-%2CNT	1.23E-7 / -%0.08	1.78E-7 / -%15.64	1.17E-7 / -%11.36
	ABS-%4CNT	1.04E-7 / -%16.13	1.57E-7 / -%25.59	1.02E-7 / -%22.72
	ABS-%6CNT	1.01E-7 / -%18.55	1.63E-7 / -%22.75	1.07E-7 / -%18.94
Konsantrik	**Saf PLA**	1.05E-7	8.8E-8	1.01E-7
	ABS-%2CNT	9.96E-8 / -%5.14	8.47E-8 / -%3.75	9.79E-8 / -%3.07
	ABS-%4CNT	8.06E-8 / -%23.24	7.31E-8 / -%16.93	8.53E-8 / -%15.54
	ABS-%6CNT	7.27E-8 / -%30.76	6.52E-8 / -%25.91	7.87E-8 / -%22.08

Tablo 6.5 ABS-CNT pin on disk sürtünme katsayıları

		Ortalama Sürtünme Katsayıları		
Dolgu tipi	**Numune**	**Oda sıcaklığı**	**50^{o}C**	**70^{o}C**
Izgara	**Saf ABS**	0.2514	0.2185	0.1815
	ABS-%2CNT	0.2241	0.2013	0.1722
	ABS-%4CNT	0.1919	0.1784	0.1566
	ABS-%6CNT	0.1839	0.1809	0.1611
Grid	**Saf ABS**	0.2407	0.2144	0.1786
	ABS-%2CNT	0.2102	0.1807	0.1651
	ABS-%4CNT	0.1715	0.1658	0.1523
	ABS-%6CNT	0.1616	0.1571	0.1560
Konsantrik	**Saf ABS**	0.2549	0.2167	0.1878
	ABS-%2CNT	0.2184	0.1951	0.1742
	ABS-%4CNT	0.1724	0.1678	0.1418
	ABS-%6CNT	0.2011	0.1626	0.1528

Tablo 6.6 PLA-CNT pin on disk sürtünme katsayıları

		Ortalama Sürtünme Katsayıları		
Dolgu tipi	**Numune**	**Oda sıcaklığı**	**30^{o}C**	**40^{o}C**
Izgara	**Saf PLA**	0.3398	0.3112	0.2786
	PLA-%2CNT	0.3107	0.2846	0.2675
	PLA-%4CNT	0.2971	0.2756	0.2437
	PLA-%6CNT	0.2782	0.2632	0.2389
Grid	**Saf PLA**	0.3943	0.3705	0.3347
	PLA-%2CNT	0.3611	0.3277	0.3196
	PLA-%4CNT	0.3203	0.3086	0.2911
	PLA-%6CNT	0.3238	0.2991	0.3024
Konsantrik	**Saf PLA**	0.3621	0.3376	0.3216
	PLA-%2CNT	0.3220	0.3145	0.3097
	PLA-%4CNT	0.2726	0.2758	0.2713
	PLA-%6CNT	0.2649	0.2801	0.2485

6.3 Ball on disk aşınma testleri

EYM ile üretilmiş numunelerin aşınma öncesi ve sonrası yüzeylerini gözlemek amacıyla farklı sıcaklık ortamlarında ve kuru sürtünme şartlarında ball on disk testleri gerçekleştirilmiştir. 3B basılmış nanokompozitlerin aşınma oranları, aşınma testi sonrası aşınma izleri ve derinliklerinin Image J yazılımı vasıtasıyla belirlenmesi ile hesaplanmıştır. Spesifik aşınma oranı Archard denklemi ile belirlenmiştir.

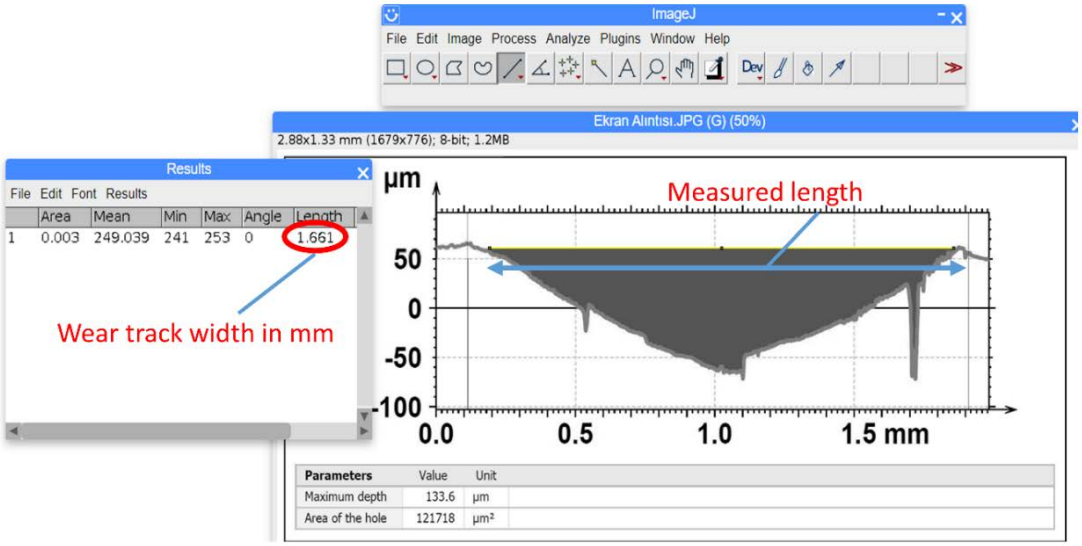
$$K = \frac{\Delta V}{\rho . L . F_N} \tag{6.2}$$

Denklemde K aşınma oranını , ΔV hacim kaybını, L kayma mesafesini ve F_N normal kuvveti ifade etmektedir. Aşınma sonrası hacim kaybı ASTM G99 standartlarına uygun olarak aşağıdaki denklem yardımıyla belirlenmiştir.

$$\Delta V = 2\pi R[r^2 sin^{-1}(\frac{d}{2r}) - (\frac{d}{4})(4r^2 - d^2)^{0.5}] \tag{6.3}$$

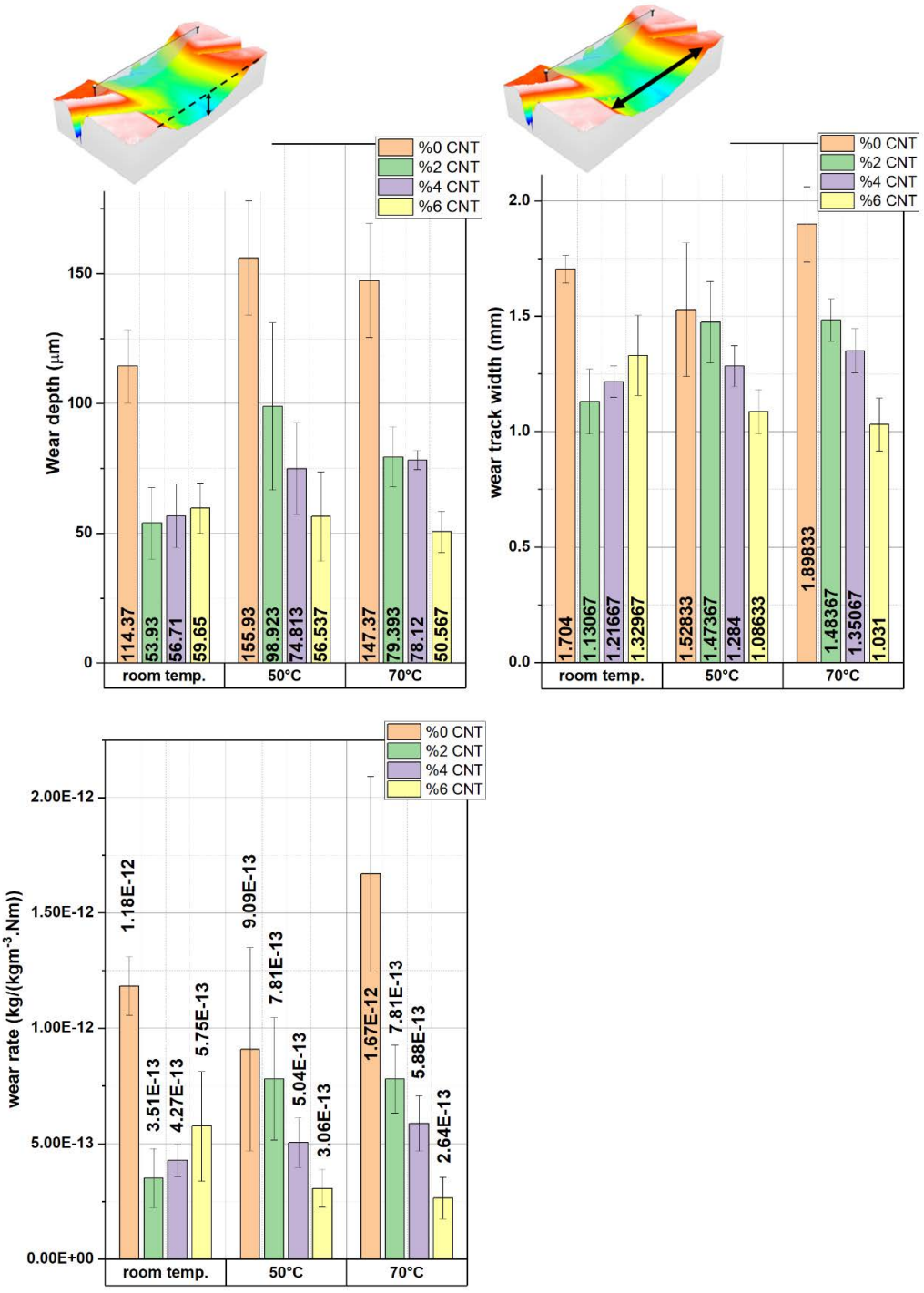
Tablo 6.7 Ball on disk test parametreleri

Test Parametreleri	**Değerler**
Aşınma izi yarıçapı (mm) - R	20
Aşınma derinliği yarıçapı (mm) - r	Her numune içi Image J ile belirlendi
Kayma hızı (mm/sn)	100
Kayma mesafesi (m) - L	300
Normal kuvvet (N) - F_N	10
Ortam sıcaklığı	Oda sıcaklığı, 50^oC, 70^oC
Al_2O_3 bilya çapı (mm) (Karşı malzeme) - d	6



Şekil 6.7 Aşınma iz genişliklerinin Image J yazılımı ile belirlenmesi

Aşınma izlerinin derinlikleri ve kesit alanları AEP Nanomap 1000WLI marka optik profilometre yardımı ile belirlenmiştir. Aşınma izi genişliği ise ASTM G99 standardına göre hacim kaybının belirlenebilmesi için gereklidir. Image J yazılımı yardımıyla aşındırılan her numunenin 3 farklı noktasında alınan optik profilometre görüntüleri kullanılarak iz genişlikleri belirlenmiş ve bu üç noktadan el edilen verilerin ortalaması kullanılmıştır. Seçilen uzunluklar thresold edilmiş görüntüler yardımı ile analiz edilerek ölçülmüştür (Şekil 6.7).



Şekil 6.8 Ball on disk aşınma testi sonuçları

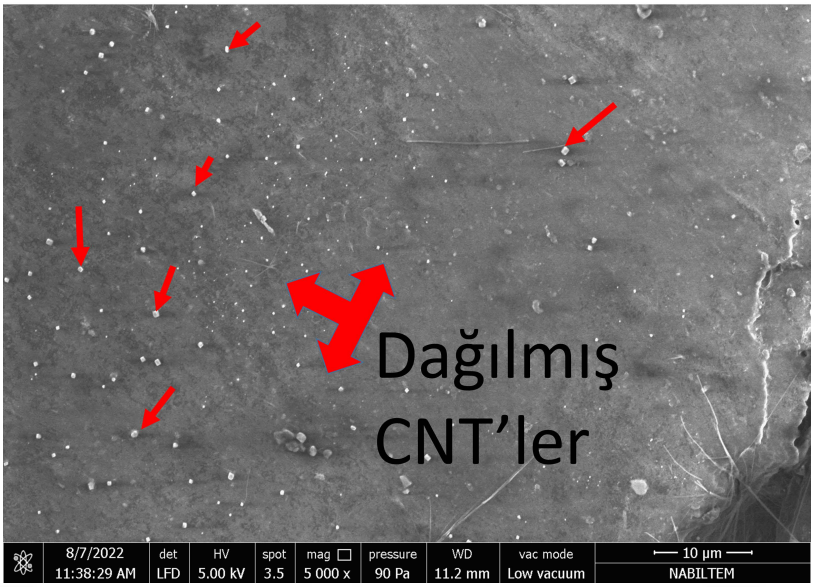
Şekil 6.8 'de görüldüğü üzere ball on disk aşınma testlerinin sonuçları pin on disk test sonuçları ile uyumludur. ABS polimer matrisine CNT takviyesi aşınma direncini pozitif yönde etkilemiştir. Oda sıcaklığında, en iyi performansı %2 CNT katkılı numuneler göstermiştir ve aşınma oranları saf ABS'ye göre %70.25 oranında düşmüştür. Ortam sıcaklığı yükseldikçe artan CNT takviyeleri ile numuneler daha iyi aşınma performansı göstermişlerdir. 50 °C 'de spesifik aşınma oranları %2, %4 ve %6 takviyeli numunelerde %14.08, % 44.55 ve %66.34 oranlarında düşerken, 70 °C'de bu oranlar %53.23, %64.79 ve %84.19 olmuştur.

Tablo 6.8 Ball on disk aşınma oranları

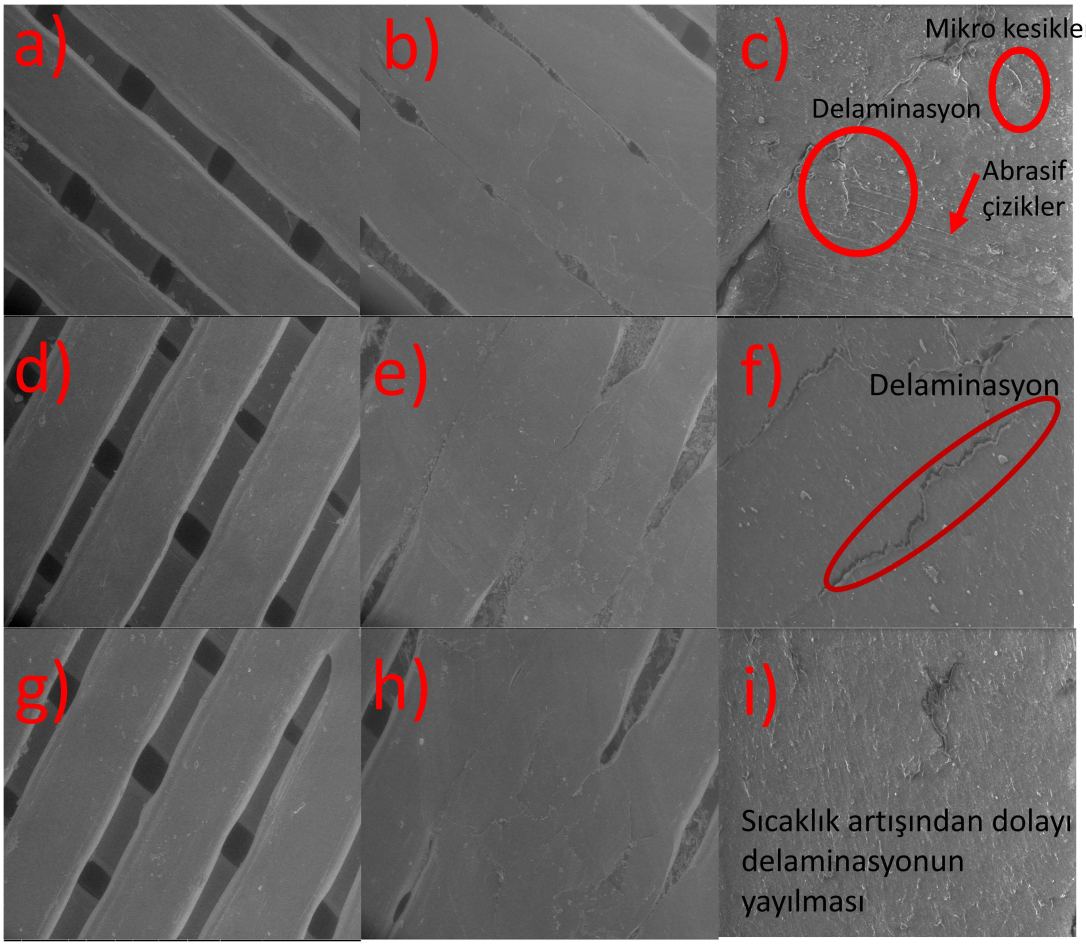
		Aşınma oranları (kg/(kg.m^{-3}.Nm))/Değişim oranı		
Dolgu Tipi	**Numune**	**Oda sıcaklığı**	**50 °C**	**70 °C**
Izgara	**Saf ABS**	11.8E-13	9.09E-13	16.7E-13
	ABS-%2 CNT	3.51E-13 / -%70.25	7.81E-13 / -%14.08	7.81E-13 / -%53.23
	ABS-%4 CNT	4.27E-13 / -%63.81	5.04E-13 / -%44.55	5.88E-13 / -%64.79
	ABS-%6 CNT	5.75E-13 / -%51.27	3.06E-13 / -%66.34	2.64E-13 / -%84.19

6.4 Aşınma izlerinin SEM analizi

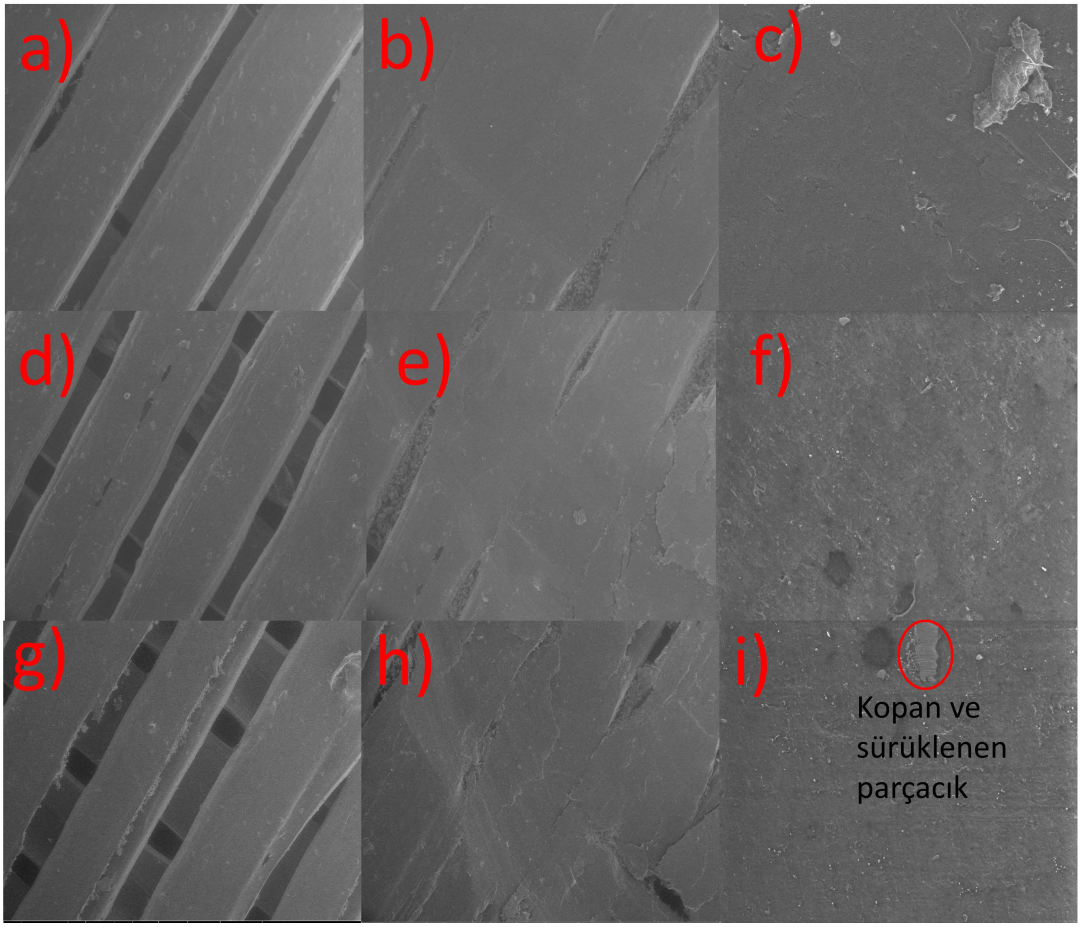
Aşınma testi öncesi ve sonrası dikdörtgensel geometriye sahip numunelerin yüzeyleri SEM ile analiz edilmiştir. Şekil 6.9 'da 5000x büyütme uygulanmış SEM görüntüsünden de görülebileceği üzere CNT malzemesinin polimer matrisi içerisinde homojen olarak dağıldığı söylenebilir.



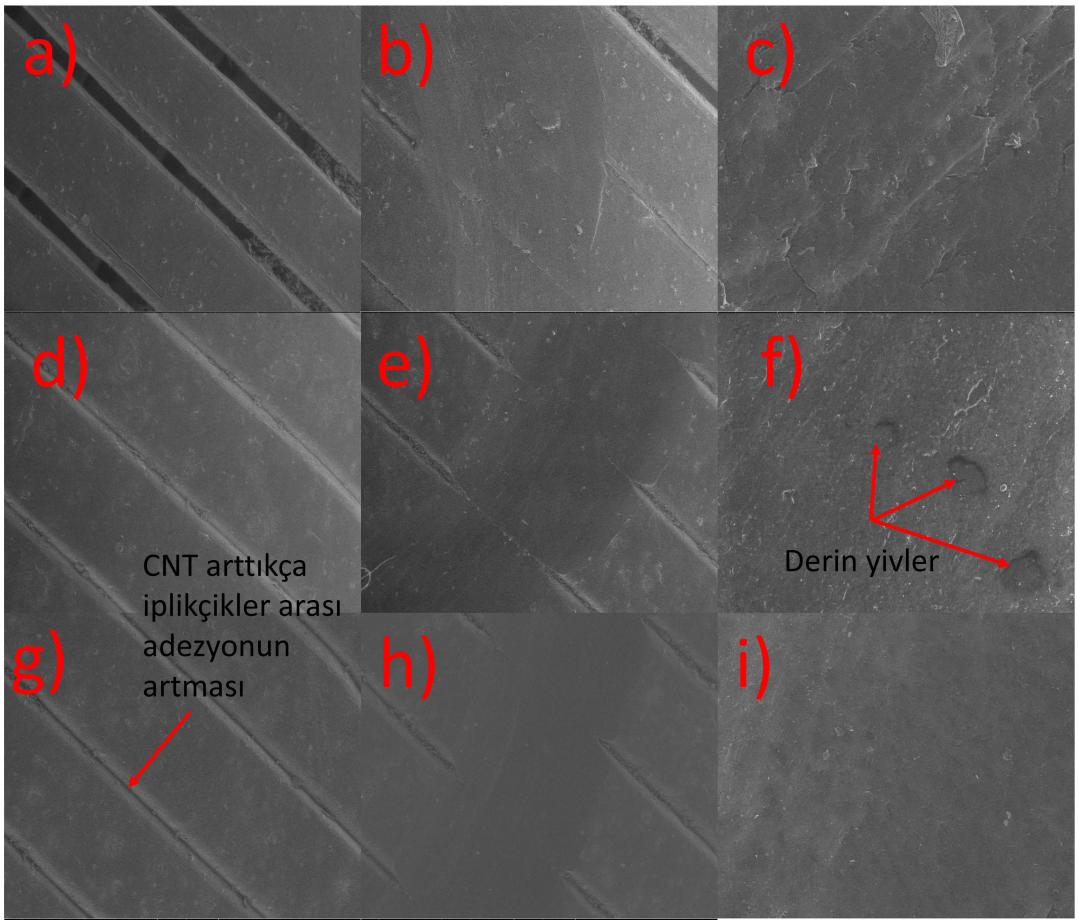
Şekil 6.9 Nanokompozit polimer numunenin yüzeyi (ABS-%2 CNT) (5000x büyütme)



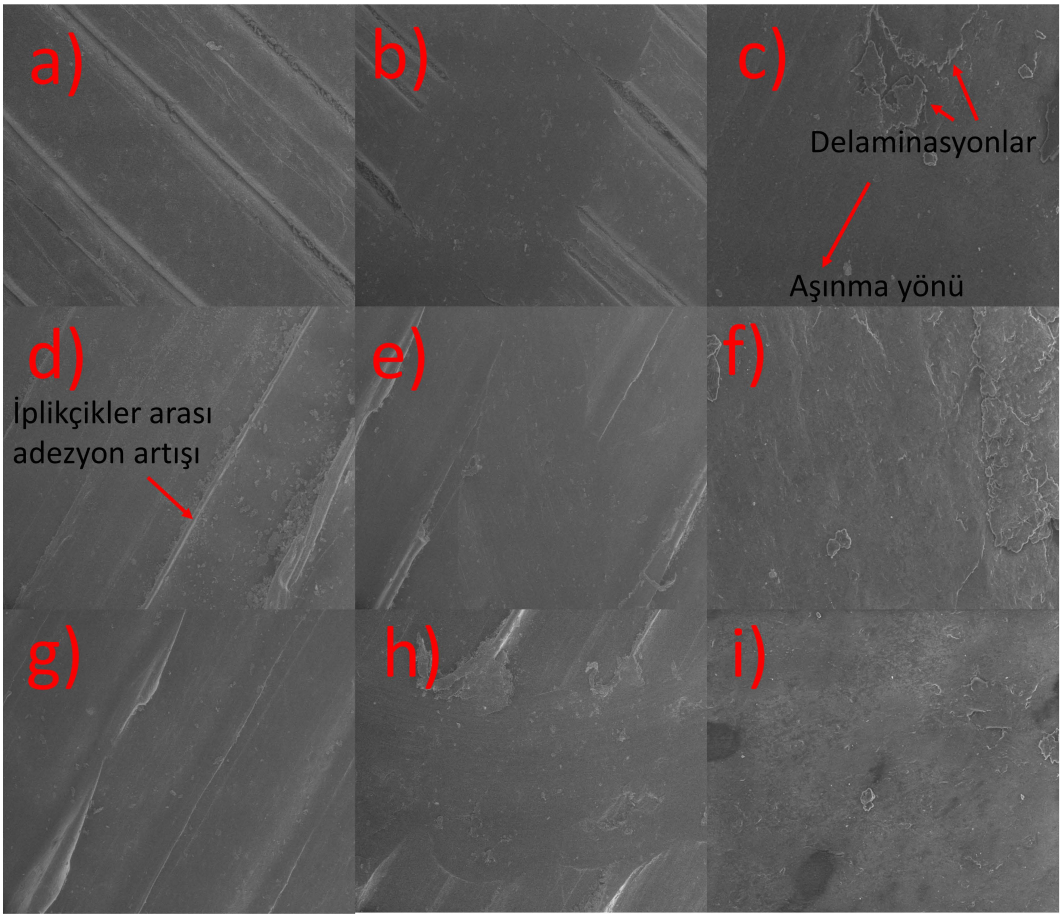
Şekil 6.10 Aşınma öncesi ve sonrası SEM görüntüleri (Saf ABS): (a) Aşınma öncesi (oda sıcaklığı), (b) Aşınma sonrası (oda sıcaklığı), (c) 5000x büyütülmüş aşınma yüzeyi, (d) Aşınma öncesi (50 °C), (e) Aşınma sonrası (50 °C), (f) 5000x büyütülmüş aşınma yüzeyi, (g) Aşınma öncesi (70 °C), (h) Aşınma sonrası (70 °C), (i) 5000x büyütülmüş aşınma yüzeyi



Şekil 6.11 Aşınma öncesi ve sonrası SEM görüntüleri (ABS-%2CNT): (a) Aşınma öncesi (oda sıcaklığı), (b) Aşınma sonrası (oda sıcaklığı), (c) 5000x büyütülmüş aşınma yüzeyi, (d) Aşınma öncesi (50 °C), (e) Aşınma sonrası (50 °C), (f) 5000x büyütülmüş aşınma yüzeyi, (g) Aşınma öncesi (70 °C), (h) Aşınma sonrası (70 °C), (i) 5000x büyütülmüş aşınma yüzeyi



Şekil 6.12 Aşınma öncesi ve sonrası SEM görüntüleri (ABS-%4CNT): (a) Aşınma öncesi (oda sıcaklığı), (b) Aşınma sonrası (oda sıcaklığı), (c) 5000x büyütülmüş aşınma yüzeyi, (d) Aşınma öncesi (50 °C), (e) Aşınma sonrası (50 °C), (f) 5000x büyütülmüş aşınma yüzeyi, (g) Aşınma öncesi (70 °C), (h) Aşınma sonrası (70 °C), (i) 5000x büyütülmüş aşınma yüzeyi



Şekil 6.13 Aşınma öncesi ve sonrası SEM görüntüleri (ABS-%6CNT): (a) Aşınma öncesi (oda sıcaklığı), (b) Aşınma sonrası (oda sıcaklığı), (c) 5000x büyütülmüş aşınma yüzeyi, (d) Aşınma öncesi (50 °C), (e) Aşınma sonrası (50 °C), (f) 5000x büyütülmüş aşınma yüzeyi, (g) Aşınma öncesi (70 °C), (h) Aşınma sonrası (70 °C), (i) 5000x büyütülmüş aşınma yüzeyi

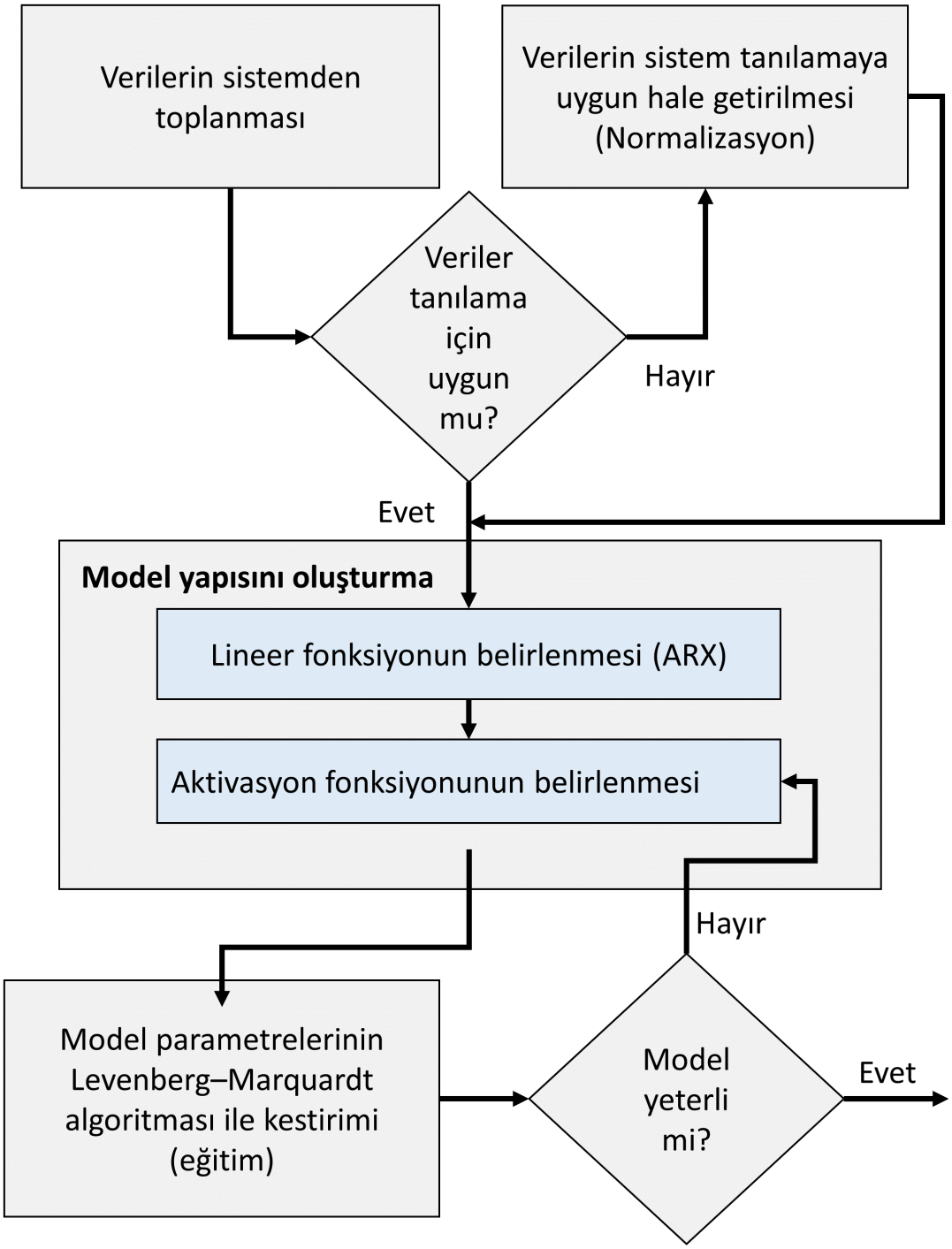
Aşınma öncesi SEM görüntüleri alınan numunelerin yüzeyleri incelenildiğinde CNT katkısı ile birlikte filamentlerde ani soğumaya dayalı çekmenin azaldığı görülebilir. Nano takviye miktarı arttıkça komşu iplikçikler arasındaki adezyon güçlenmektedir. SEM görüntülerinde de görülebileceği üzere ABS-CNT nanokompozitleri hem adeziv hem de abrasif aşınma davranışı sergilemektedirler. Şekil 6.12 'de aşınmaya ve malzeme kaybına delaminasyonlar ve mikro kesikler ile sebebiyet veren derin yivler görülmektedir. Bu derin yivler CNT katkılı numunlerde karşı yüzey ile numune arasında oluşan transfer filminden dolayı görülmemektedir. Bu da saf polimerlere göre aşınma oranının daha düşük olmasını açıklamaktadır. Ortam sıcaklığı arttıkça aşınma yüzeylerinde görülen delaminasyonlar da artmıştır. Bunun yanında yüksek sıcaklığa bağlı adeziv aşınma mekanizması görülmektedir. Yüksek sıcaklıkla beraber aşınma oranlarında da artış gözlemlenmiştir. Bu kayma esnasında ortaya çıkan

tutma-bırakma(stick-slip) fenomeni ile açıklanabilir. Şekil 6.11 'de görülen kopan ve yüzeye yapışan parçalar ile Şekil 6.12 'de görülen derin yivler tutma-bırakma fenomeninden kaynaklanmaktadır.

7
SİSTEM TANILAMA PROSEDÜRÜ VE MODELLEME

Çalışmada aşınma testi ve mekanik test proseslerinin modellenmesinde çok girişli ve tek çıkışlı model yapıları kullanılmıştır. Sistem tanılama prosedürü MATLAB yazılımının sistem tanılama modülü ile gerçekleştirilmiştir. Aşınma prosesi için girdi parametreleri ortam sıcaklığı, sürtünme katsayısı ve ağırlıkça CNT katkısı olarak alınmıştır. Çekme ve yükleme-boşaltma testlerinde, SEM görüntülerinin analiziyle elde edilen gözenek yoğunlukları, gerinim hızları ve uygulanan gerilme miktarı proses girdisi, gerinim ise proses çıktısı olarak alınmıştır. Sürünme testlerinde ise gözenek yoğunlukları, CNT katkı oranları ve zaman proses girdisi, gerinim proses çıktısı olarak alınmıştır. Mekanik özelliklerin modellenmesinde kullanılan veriler konsantrik dolgu tipine sahip numunelerden alınmıştır. Daha önceki bölümlerde de aktarıldığı üzere konsantrik dolgu tipine sahip numunelerin EYM ile üretimi esnasında filament iplikçikleri üretim platformuna çekme ekseni doğrultusunda bırakılmaktadır. Bu doğrultu numunenin uzunluğu boyunca değişmemektedir. Bu da numunelerin gözenek alan yoğunluklarının belirlenmesini kolaylaştırmaktadır.

Sistem tanılama dinamik sistemler için model yapıları inşa etmek için kullanılan bir tekniktir. Dinamik sistemlerin matematiksel modelleri sistemin girdi ve çıktı verilerini kullanarak istatistiksel metodlar yardımıyla oluşturulabilir. Öngörü modelleri, deneysel verileri kullanarak ölçülen parametrelerle sistem özellikleri arasındaki lineer olmayan ilişkileri simüle edebilmektedir. Ancak, bu lineer olmayan ilişkiler karmaşık olup analitik olarak ifade edilebilmesi çoğu zaman zordur. Akıllı hesaplama teknikleri ile bu lineer olmayan ilişkiler deneysel veriler kullanılarak modellenebilmektedir [68]. Lineer olmayan dinamik sistemlerden elde edilen gürültülü zaman serisi veriler dikkate alındığında, yapay sinir ağı (ANN) modelleri, otoregresif değişken ortalama (ARMAX) , Box-Jenkins gibi geleneksel lineer sistem tanılama metodlarına göre daha iyi performans göstermektedirler [99]. Lineer olmayan otoregresif ekzojen (NARX) ağ yapıları ile işleyen ve ardışık verileri modellemede sık kullanılmaktadır. Hızlı yakınsaması yanında uzun vadede bağımlılıkları olan sistemleri modelleyebilmesi NARX'in temel avantajlarındandır [100].



Şekil 7.1 Sistem tanılama akış şeması

7.1 Veri hazırlama ve normalizasyon

Deneylerden elde edilen veriler zaman serilerine dönüştürülerek modele eklenmiştir. Belli bir zamandaki (t_k) girdi değişkenleri, i. deney ve j. girdi için ${uj_{t_k}}^i$ vektörü ile, çıktı değişkenleri ise ${y_{t_k}}^i$ vektörü ile sembolize edilmiştir. Her deney için girdi ve çıktı vektörlerinden oluşan ve boyutu her deneye özel olan veri matrisleri oluşturulmuştur.

$$x^i = \begin{bmatrix} \mathrm{u1}^i_{t_1} & \dots & \mathrm{u1}^i_{t_k} & \dots & \mathrm{u1}^i_{t_{n_i}} \\ \mathrm{u2}^i_{t_1} & \dots & \mathrm{u2}^i_{t_k} & \dots & \mathrm{u2}^i_{t_{n_i}} \\ \mathrm{u3}^i_{t_1} & \dots & \mathrm{u3}^i_{t_k} & \dots & \mathrm{u3}^i_{t_{n_i}} \\ \mathrm{y}^i_{t_1} & \dots & \mathrm{y}^i_{t_k} & \dots & \mathrm{y}^i_{t_{n_i}} \end{bmatrix} \tag{7.1}$$

Her deneyden elde edilen veri setleri genellikle grup halinde model yapısına eklenmektedir. Ancak bu çalışmada yapılan deneylerden elde edilen verileri bu şekilde modele aktarmak oluşturulan zaman serilerinde bir süreksizliğe yol açacaktır. Bu nedenle veri setleri N deney için eş zamanlı olarak oluşturulmuştur (veri setleri: $x^1, ..., x^N$). Mekanik testlerde uygulanan deneylerin deneylerin gerinim hızları ve test edilen numunelerin uygulanan gerilme karşısında gösterdiği gerinim cevapları farklı olduğu için süreleri değişkenklik göstermektedir. Bu nedenle her deney verisinden elde edilen zaman serilerinin boyutu farklı olacaktır. Bunun önüne geçmek için her deney türü için (çekme, yükleme-boşaltma, sürünme, aşınma) en fazla veriye sahip deneyin boyutu referans alınarak, her deneyin veri boyutu bu referans sayıya eşitlenerek veri sayıları çoğaltılmıştır. Deneyden elde edilen grafiğin şeklinin bozulmaması için seçilen bir noktaya komşu noktalarda parçalı kübik interpolasyonla veriler çoğaltılmıştır. Veri çoğaltma işlemi MATLAB programında "interp1(...,'pchip')" fonksiyonu ile gerçekleştirilmiştir.

Verilerin normalizasyon işlemi ANN uygulamalarında genellikle uygulanmaktadır[101, 102]. Verilerin normalizasyonu, girdi verilerini parametre kestirimi işlemi için daha uygun hale getirmekte, ANN ağ yapısının öğrenmesini kolaylaştırmakta ve öngörünün doğruluğunu arttırmaktadır. Giriş değişkenleri farklı birimlere ve büyüklüklere sahip oldukları için aralarında üniform bir ölçek olması ANN uygulamasının performansını arttırmaktadır. Bir girdi değişkeni diğer değişkenlerden önemli ölçüde büyükse veya küçükse (gerinim hızı değerleri ve gerilme değerleri gibi) normalize edilmiş veri setleri kullanmak parametre optimizasyonunu iyileştirebilir. Daha önce de bahsedildiği üzere çekme, yükleme-boşaltma ve sürünme proseslerinde girdi değişkenleri olarak gerinim hızı, gözenek alan yoğunluğu ve gerilme, çıktı olarak gerinim seviyesi, aşınma prosesinde ise girdi değişkenleri ağırlıkça %CNT oranı, deneyin gerçekleştiği ortam sıcaklığı ve sürtünme katsayısı, çıktı olarak aşınma

oranı seçilmişti. Bahsedilen tüm girdi değişkenleri ve çıktılar [0,1] aralığında tekrar ölçeklenerek aşağıda verilen denklemler yardımıyla normalize edilmiştir.

$$\breve{u}^{i}_{t_k} = \frac{{u_{t_k}}^{i}}{\bar{u}}, \quad \bar{u} = max_{i,t_k}{u_{t_k}}^{i} \tag{7.2}$$

$$\breve{y}^{i}_{t_k} = \frac{{y_{t_k}}^{i}}{\bar{y}}, \quad \bar{y} = max_{i,t_k}{y_{t_k}}^{i} \tag{7.3}$$

7.2 Model yapıları

Lineer olmayan otoregresif ekzojen model (NARX), lineer otoregresif ekzojen modelin (ARX) bir uzantısı olarak türetilmiştir. Lineer tek giriş-tek çıkışlı ARX model yapısı aşağıdaki gibidir[67]. Değişkenlerin notasyonu bu çalışmaya göre uyarlanmış ve 2 adet gecikmeli girdi ve 2 adet gecikmeli çıktı değişkenleri eklenmiştir.

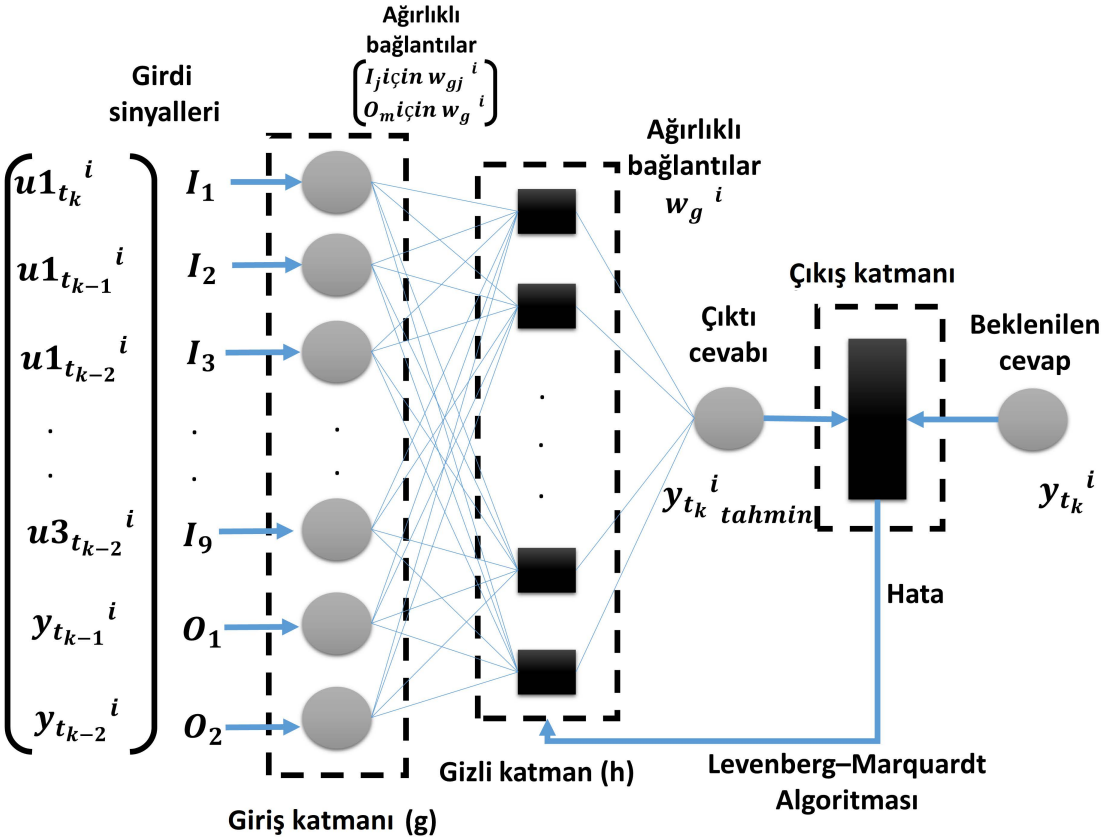
$${y_{t_k}}^{i} = \begin{bmatrix} {u1_{t_k}}^{i} \\ {u1_{t_k-1}}^{i} \\ {u1_{t_k-2}}^{i} \\ {u2_{t_k}}^{i} \\ {u2_{t_k-1}}^{i} \\ {u2_{t_k-2}}^{i} \\ {u3_{t_k}}^{i} \\ {u3_{t_k-1}}^{i} \\ {u3_{t_k-2}}^{i} \\ {y_{t_k-1}}^{i} \\ {y_{t_k-2}}^{i} \end{bmatrix}^{\top} \cdot \begin{bmatrix} b_1 \\ b_2 \\ b_3 \\ b_4 \\ b_5 \\ b_6 \\ b_7 \\ b_8 \\ b_9 \\ a_1 \\ a_2 \end{bmatrix} \tag{7.4}$$

Gecikmeli girdi ve çıktı değişkenleri ${uj_{t_k-1}}^{i}$, ${uj_{t_k-2}}^{i}$ ve ${y_{t_k-1}}^{i}$, ${y_{t_k-2}}^{i}$ ile sembolize edilmiştir. Lineer ARX modelde mevcut çıktılar regresör olarak adlandırılan gecikmeli girdi ve çıktı değerleri kullanılarak öngörülmektedir. Kısaca, ARX modelinin belirtilen regresörlerin lineer kombinasyonu olarak tanımlayabiliriz. NARX modeli ise daha esnek bir haritalama fonksiyonuna sahiptir[67]. NARX modelinin yapısında yukarıda belirtilen lineer fonksiyon ile beraber doğrusalsızlığı sağlayan bir aktivasyon fonksiyonu (lineer olmayan fonksiyon) bulunmaktadır. NARX ağ yapısı denklem 7.5 'teki gibi ifade edilebilir. Denklemde "L" çıktı katmanında lineer fonksiyonu, "S" gizli katmanda bulunan ve aktivasyon fonksiyonu olarak kullanılan aktivasyon fonksiyonunu, "N" gizli katmandaki nöron sayısını, "I_j" ve "O_m" girdi sinyallerini,

"w_g, w_{gj}, w_{gm}" çıktı katmanının ve gizli katmanın ağırlıklarını sembolize etmektedir. Daha önce bahsedilen regresörler bu fonksiyonun doğal girdi değerleridir. NARX regresörleri gecikmeli girdi ve çıktı değişkenleri olabileceği gibi gecikmeli girdi ve çıktı değerlerinin daha karmaşık lineer olmayan ifadeleri de olabilmektedir.

$$\hat{y}_{t_{k_{ngr}}} = L\left\{\sum_{i=1}^{N} w_g S\left(\sum_{j=1}^{9} w_{gj} I_j + \sum_{m=1}^{2} w_{gm} O_m\right)\right\} \tag{7.5}$$

Geri yayılımlı sinir ağı, girdilerin ve beklenen çıktıların önceden bilindiği bir öğrenme mekanizmasıdır[68]. Veri haritalama için üretilmiş bir yöntemdir. Bu çalışmada deneylerden elde edilen veriler ağ öğrenmesi (eğitimi) sırasında ağdan elde edilen çıktı beklenen çıktı ile karşılaştırılmış ve bağlantıların ağırlıkları değişitirilerek fark en aza indirilmeye çalışılmıştır. Bu öğrenme prosesi iteratif bir proses olup kabul edilebilir bir hata elde edildiğinde öğrenme duracaktır. Şekil 7.2 'de sistemin yapısı görülmektedir.

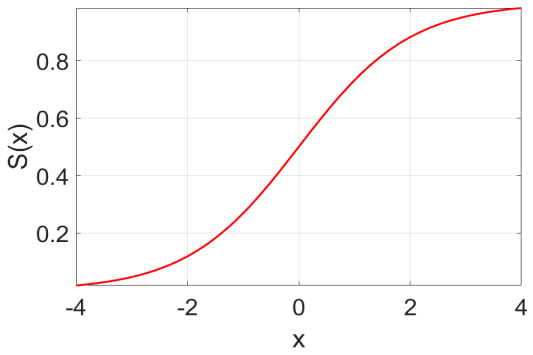


Şekil 7.2 NARX ağ yapısı

Aşınma ve mekanik test proses parametreleri girdi sinyali olarak girdi katmanına eklenmiştir. Her girdi sinyali I_j gizli katman nöronlarının bağlantı ağırlıkları w_{gj} ile çarpılmış ve aktivasyon fonksiyonunun girdileri oluşlardır. Aktivasyon fonksiyonu

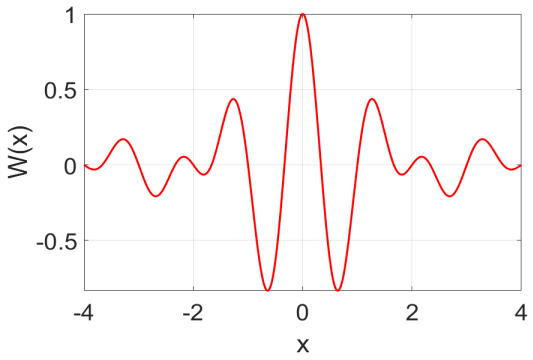
olarak sigmoid ve wavelet fonksiyonları kullanılmıştır. Aktivasyon fonksiyonu ile gizli katmanda bulunan nöronları çıktı katmanları için ölçekli bir girdi haline dönüştürmektedir. Çıktı katmanında ise lineer fonksiyon olarak transfer fonksiyonu (purelin:g(x)=x) kullanılmıştır. Sigmoid ve wavelet fonksiyonları denklem 7.6 ve denklem 7.7 'de gösterilmiştir. Aktivasyon fonksiyonlarının grafikleri Şekil 7.3 'te ve Şekil 7.4 'te görülebilir. Öğrenme yani ağ optimizasyonu (trainlm) için tepki yüzey metodolojisi (RSM) metodlarından biri olan Levenberg-Marquardt algoritması kullanılmıştır. En temel avantajlarından biri birçok fonksiyona uygulanabilmesidir. Levenberg-Marquardt metodu lineer olmayan en küçük kareler problemlerinin çözümünde hesaplama ve iterasyon etkinliği sebebiyle sıklıkla kullanılmaktadır.

$$\text{Sigmoid: } S(x) = \frac{1}{1+e^{-x}} \tag{7.6}$$



Şekil 7.3 Sigmoid Fonksiyonu

$$\text{Wavelet: } W(x) = \frac{\sin(2\pi x) - \sin(\pi x)}{\pi x} \tag{7.7}$$



Şekil 7.4 Wavelet Fonksiyonu

NARX modeli ile karşılaştırmak amacıyla çalışmada kullanılan diğer model yapıları ise lineer model yapıları olan Transfer Fonksiyonu modeli ve Proses modelidir.

Transfer fonksiyonu modeli ve proses modelleri sırasıyla aşağıdaki denklemler ile ifade edilmektedir.

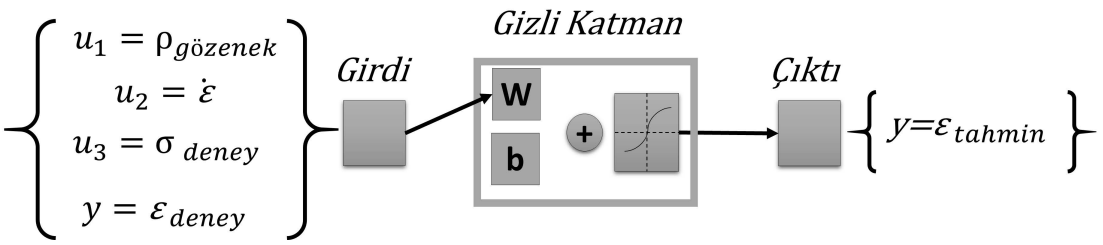
$$G(s) = \frac{K_p}{1 + T_{p1}s} \tag{7.8}$$

$$G(s) = \frac{K_p}{1 + T_{p1}s}.e^{-T_d s} \tag{7.9}$$

Her iki modelde de "G(s)" modellenen prosesin transfer fonksiyonu, "Kp" kararlı durum sabiti, "T_p1" zaman sabiti, "s" Laplace operatötrü ve "T_d" zaman gecikmesidir. Lineer model yapılarında model parametrelerini optimize etmek için Levenberg–Marquardt optimizasyon algoritması kullanılmıştır.

7.3 Simülasyonlar

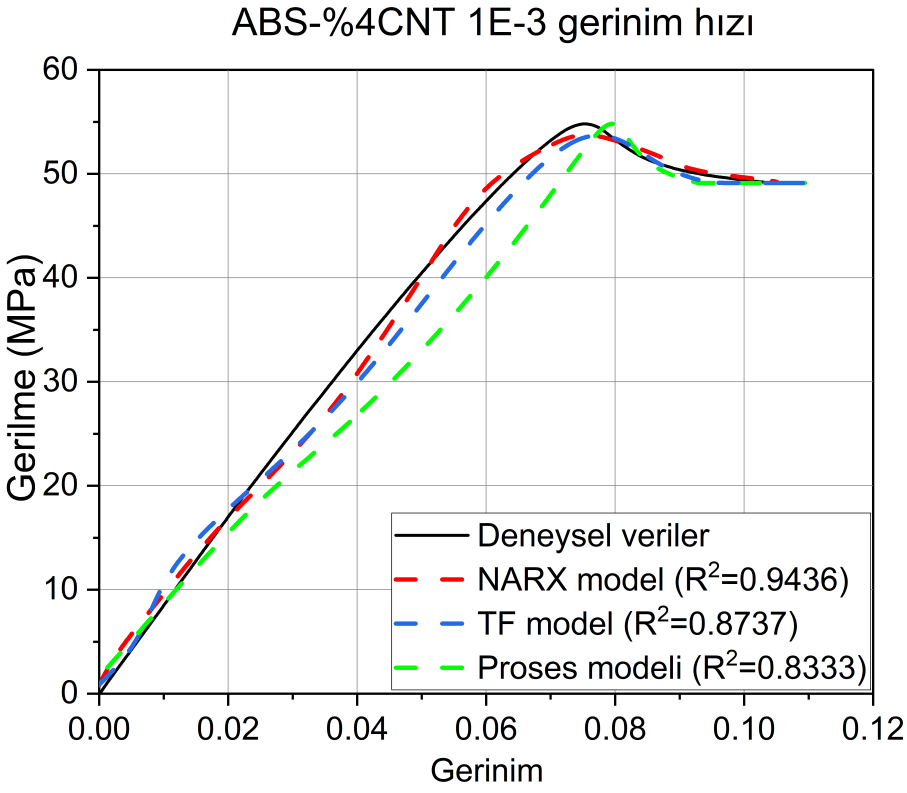
Tek eksenli çekme testi prosesi için model yapıları Şekil 7.5 'te ki gibi oluşturulmuştur. $\rho_{gözenek}$ gözenek alan yoğunluğunu, $\dot{\varepsilon}$ gerinim hızını, σ test esnasında numuneye uygulanan gerilmeyi, ε sistemin gerinim cevabını temsil etmektedir. Numunelerin gözenek alan yoğunluklarının çekme testi esnasında kesit daralmasından dolayı azaldığı söylenebilir. Tanılamanın daha doğru olması için her çekme deneyi öncesi ve sonrasında numunelerin kesit alanları ölçülmüştür. Çekme öncesi ve sonrası kesit alanları oranlanılarak yaklaşık olarak gözenek alan yoğunluklarının değişimleri belirlenmiştir ve bu değişimlerin zamanla lineer olarak azaldığı varsayılmıştır. NARX model yapısı oluşturulurken ABS-%4CNT numunelerinin 1E-3 ve 1E-4 gerinim hızlarındaki ve ABS-%6CNT numunelerinin 1E-3 ve 1E-4 gerinim hızlarındaki testlerden elde edilen veriler kullanılmıştır. Oluşturulan modelin validasyonu için de saf ABS numunelerinin 1E-3 ve 1E-4 gerinim hızlarındaki ve ABS-%2CNT numunelerinin 1E-3 ve 1E-4 gerinim hızlarındaki test verileri kullanılmıştır. Model parametreleri ve sonuçlar Tablo 7.1 'de gösterilmiştir.

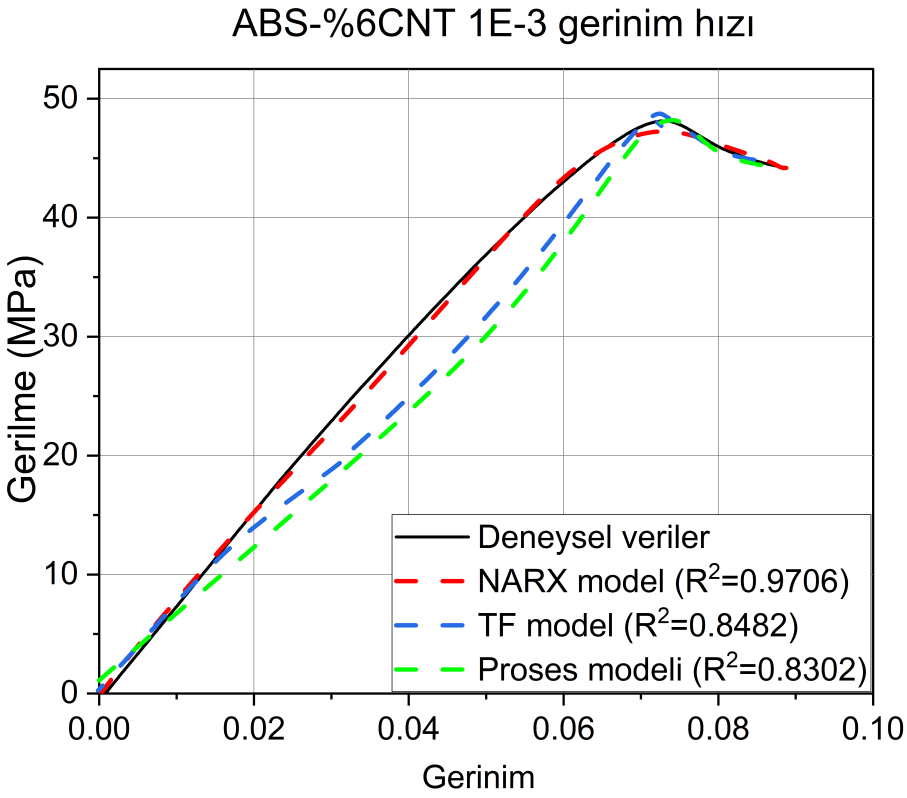


Şekil 7.5 Tek eksenli çekme testi model yapısı (gerinim öngörüsü)

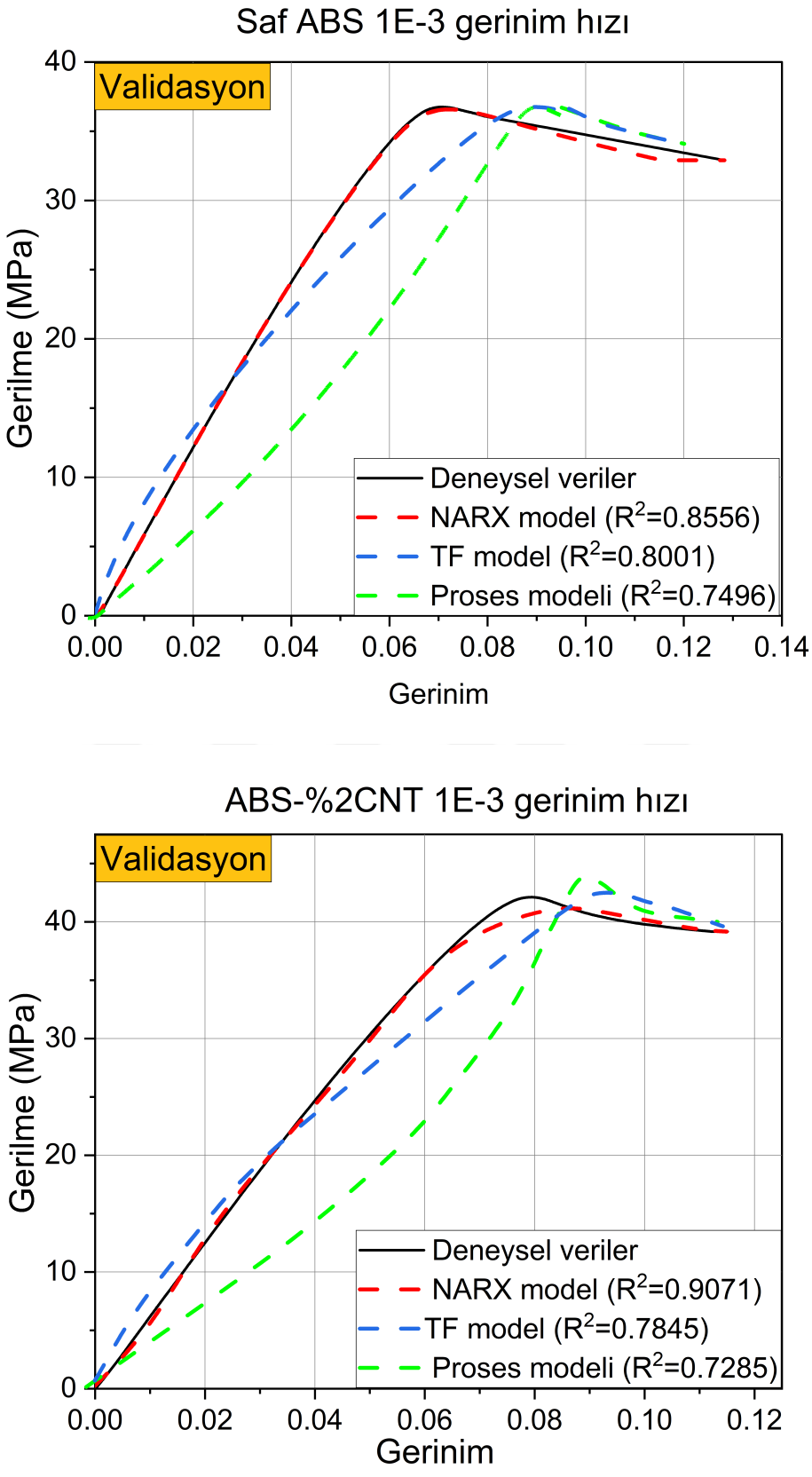
Tablo 7.1 Tek eksenli çekme testi prosesi model parametreleri

Modelleme verileri	Model	Sonuçlar	Validasyon
ABS-%4CNT @ 1E-3 ABS-%4CNT @ 1E-4 ABS-%6CNT @ 1E-3 ABS-%6CNT @ 1E-4	Transfer Fonksiyonu $u_1 \rightarrow y \quad G(s) = \frac{-4.979 \times 10^{-7}}{s + 0.0003831}$ $u_2 \rightarrow y \quad G(s) = \frac{0.04087}{s + 0.0004159}$ $u_3 \rightarrow y \quad G(s) = \frac{0.0001136}{s + 0.001472}$	ABS-%4CNT @ 1E-3 %87.37 ABS-%4CNT @ 1E-4 %88.98 ABS-%6CNT @ 1E-3 %84.82 ABS-%6CNT @ 1E-4 %88.24	Saf ABS @ 1E-3 %80.01 Saf ABS @ 1E-4 %77.97 ABS-%2CNT @ 1E-3 %78.45 ABS-%6CNT @ 1E-4 %75.43
ABS-%4CNT @ 1E-3 ABS-%4CNT @ 1E-4 ABS-%6CNT @ 1E-3 ABS-%6CNT @ 1E-4	Proses $u_1 \rightarrow y \quad G(s) = \frac{0.0011394}{1 + 281.16s} \cdot e^{30s}$ $u_2 \rightarrow y \quad G(s) = \frac{-391.04}{1 + 4561.1s} \cdot e^{0.001s}$ $u_3 \rightarrow y \quad G(s) = \frac{0.45983}{1 + 4507.5s} \cdot e^{30s}$	ABS-%4CNT @ 1E-3 %83.33 ABS-%4CNT @ 1E-4 %81.97 ABS-%6CNT @ 1E-3 %83.02 ABS-%6CNT @ 1E-4 %84.59	Saf ABS @ 1E-3 %74.96 Saf ABS @ 1E-4 %74.01 ABS-%2CNT @ 1E-3 %72.85 ABS-%6CNT @ 1E-4 %70.31
ABS-%4CNT @ 1E-3 ABS-%4CNT @ 1E-4 ABS-%6CNT @ 1E-3 ABS-%6CNT @ 1E-4	NARX Aktivasyon Fonksiyonu: Sigmoid (2 nöron) Optimizasyon yöntemi: Levenberg-Marquardt	ABS-%4CNT @ 1E-3 %94.36 ABS-%4CNT @ 1E-4 %94.01 ABS-%6CNT @ 1E-3 %97.06 ABS-%6CNT @ 1E-4 %96.7	Saf ABS @ 1E-3 %85.56 Saf ABS @ 1E-4 %87.01 ABS-%2CNT @ 1E-3 %90.71 ABS-%6CNT @ 1E-4 %86.61



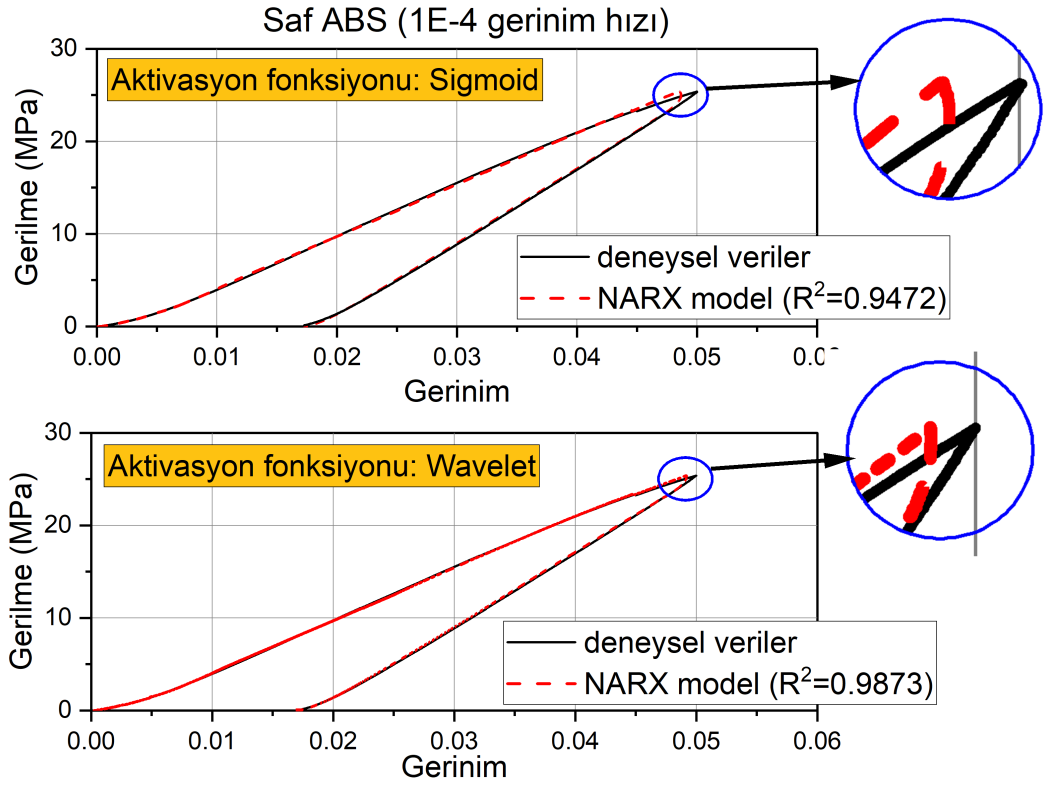


Şekil 7.6 Tek eksenli çekme testi: Modeller (1E-3 gerinim hızı)



Şekil 7.7 Tek eksenli çekme testi: Validasyonlar (1E-3 gerinim hızı)

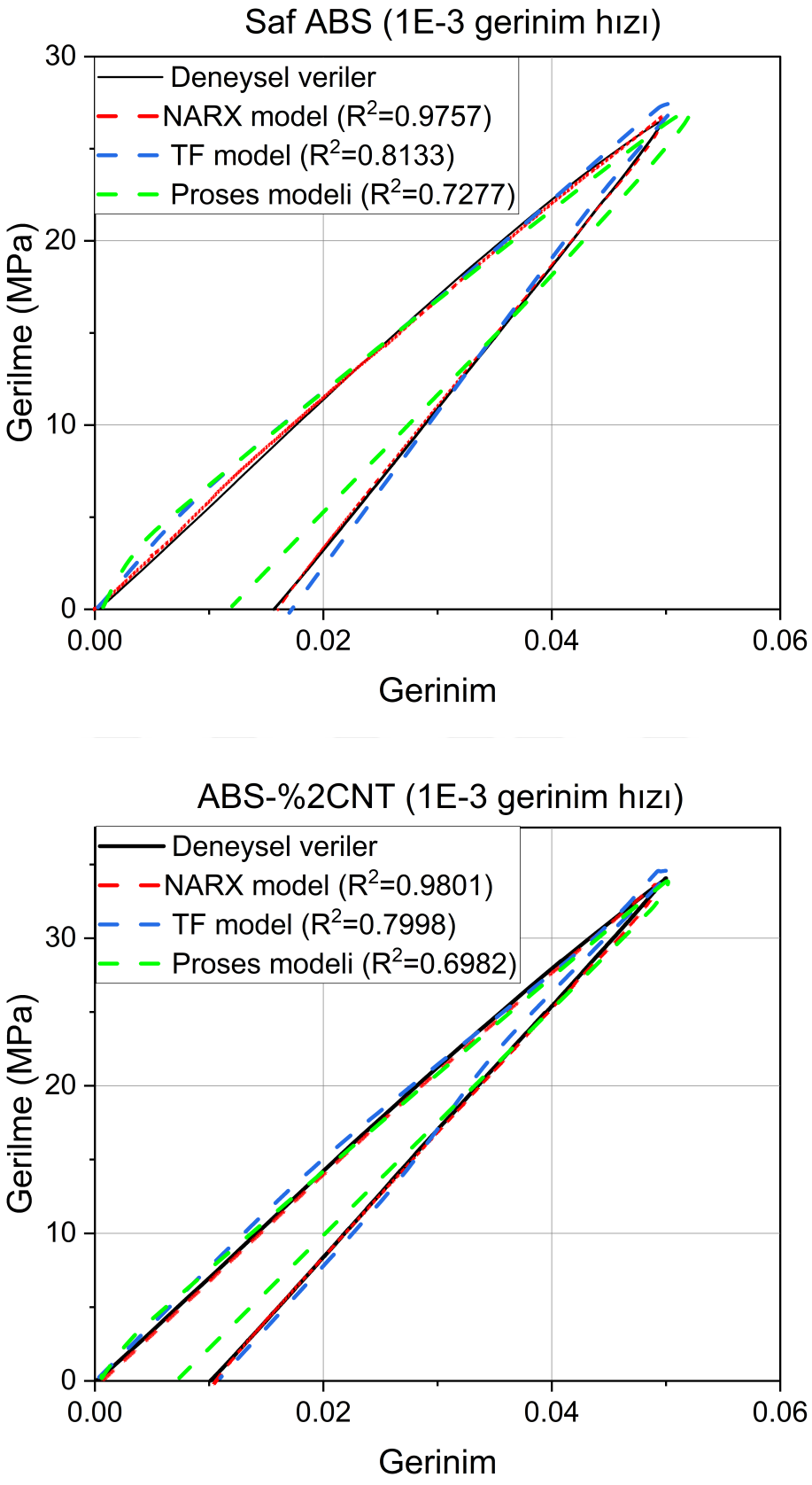
Yükleme-boşaltma prosesinin girdileri gözenek alan yoğunluğu ($\rho_{gözenek}$), gerinim hızı ($\dot{\varepsilon}$), test esnasında numuneye uygulanan gerilme (σ) olarak, çıktı ise gerinim (ε) olarak alınmıştır. Model yapısı çekme testi prosesi ile aynıdır. Saf ABS ve ABS-%2CNT numunelerinden elde edilen deneysel veriler modelin oluşturulmasında kullanılmıştır. Validasyon için ABS-%4CNT ve ABS-%6CNT numunelerinin deney verileri kullanılmıştır. Çekme testi prosesinde olduğu gibi yine gözenek alan yoğunlukları numunenin değişen kesit alanı baz alınarak her test öncesi ve sonrası yaklaşık olarak hesaplanmıştır. Ancak, diğer modellerde aktivasyon fonksiyonu olarak sigmoid kullanılırken burada wavelet aktivasyon fonksiyonu tercih edilmiştir. Çıktı cevabının ani değişimler gösterdiği durumlarda wavelet fonksiyonu daha iyi performans göstermektedir (Şekil 7.8). Model parametreleri ve sonuçlar Tablo 7.2 'de görülebilir.



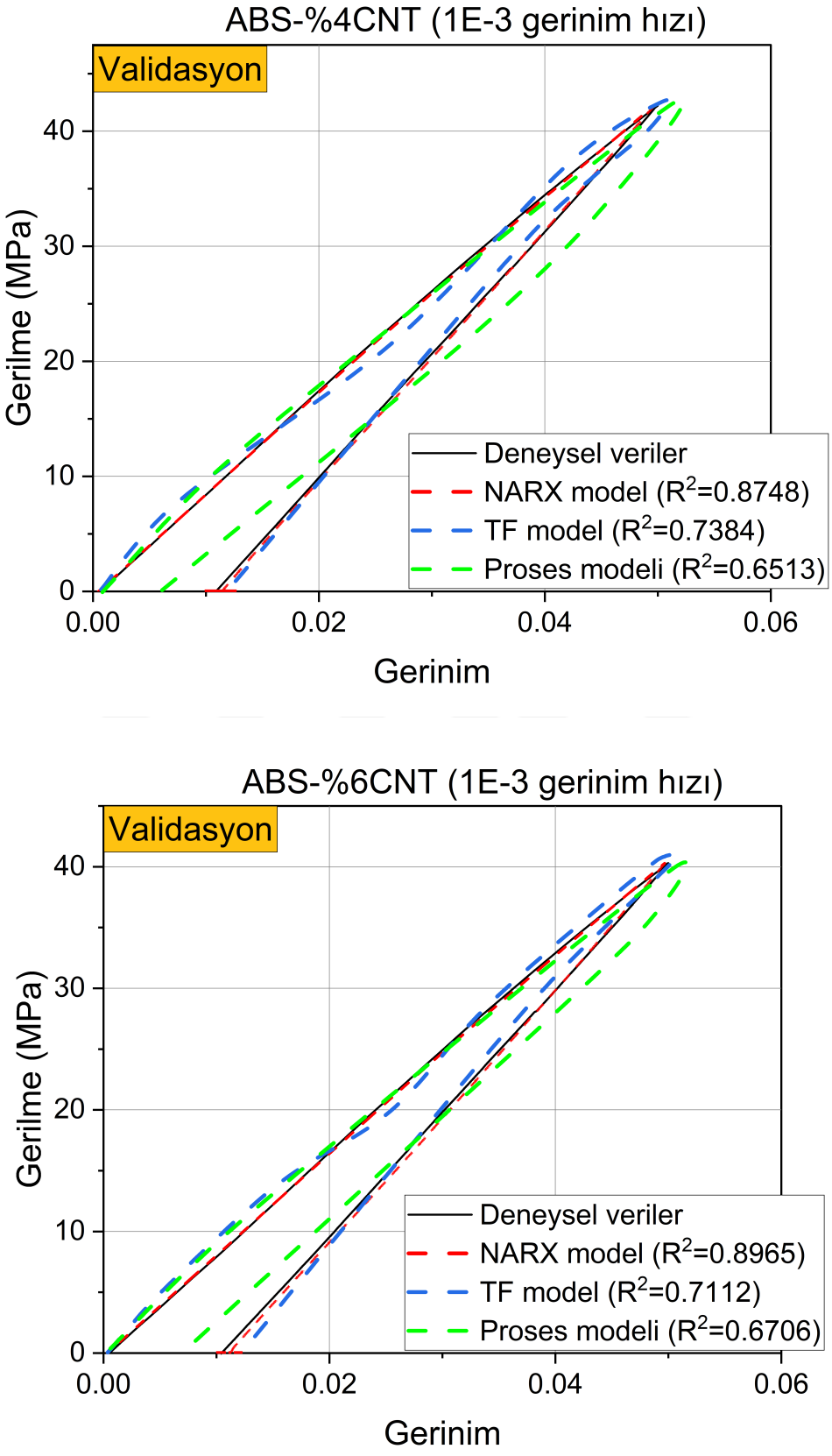
Şekil 7.8 Sigmoid fonksiyonu ve Wavelet fonksiyonu karşılaştırma

Tablo 7.2 Yükleme-boşaltma testi prosesi model parametreleri

Modelleme verileri	Modeller	Sonuçlar	Validasyon
Saf ABS@ 1E-3 Saf ABS @ 1E-4 ABS-%2CNT @ 1E-3 ABS-%2CNT @ 1E-4	Transfer Fonksiyonu $u_1 \rightarrow y \quad G(s) = \frac{0.0009209s + 7.483x10^{-5}}{s^2 + 0.4482s + 0.0529}$ $u_2 \rightarrow y \quad G(s) = \frac{0.6756s + 0.003518}{s^2 + 0.09891s + 0.0005364}$ $u_3 \rightarrow y \quad G(s) = \frac{-0.0003067s - 2.466x10^{-6}}{s^2 + 0.1036s + 0.0008058}$	Saf ABS @ 1E-3 %81.33 Saf ABS @ 1E-4 %83.6 ABS-%2CNT @ 1E-3 %79.98 ABS-%2CNT @ 1E-4 %84.2	ABS-%4CNT @ 1E-3 %73.84 ABS-%4CNT @ 1E-4 %72.13 ABS-%6CNT @ 1E-3 %71.12 ABS-%6CNT @ 1E-4 %74.42
Saf ABS@ 1E-3 Saf ABS @ 1E-4 ABS-%2CNT @ 1E-3 ABS-%2CNT @ 1E-4	Proses $u_1 \rightarrow y \quad G(s) = \frac{0.29103}{1 + 1.7164x10^{-7}s}.e^{-0.01s}$ $u_2 \rightarrow y \quad G(s) = \frac{-3.7607}{1 + 9080.1s}.e^{7.867s}$ $u_3 \rightarrow y \quad G(s) = \frac{-0.0019469}{1 + 9902.9s}.e^{7.867s}$	Saf ABS @ 1E-3 %72.77 Saf ABS @ 1E-4 %74.68 ABS-%2CNT @ 1E-3 %69.82 ABS-%2CNT @ 1E-4 %74.62	ABS-%4CNT @ 1E-3 %65.13 ABS-%4CNT @ 1E-4 %63.57 ABS-%6CNT @ 1E-3 %67.06 ABS-%6CNT @ 1E-4 %62.01
Saf ABS@ 1E-3 Saf ABS @ 1E-4 ABS-%2CNT @ 1E-3 ABS-%2CNT @ 1E-4	NARX Aktivasyon Fonksiyonu: Wavelet (2 nöron) Optimizasyon yöntemi: Levenberg-Marquardt	Saf ABS @ 1E-3 %97.57 Saf ABS @ 1E-4 %98.73 ABS-%2CNT @ 1E-3 %98.01 ABS-%2CNT @ 1E-4 %98.70	ABS-%4CNT @ 1E-3 %87.48 ABS-%4CNT @ 1E-4 %90.37 ABS-%6CNT @ 1E-3 %89.65 ABS-%6CNT @ 1E-4 %90.35

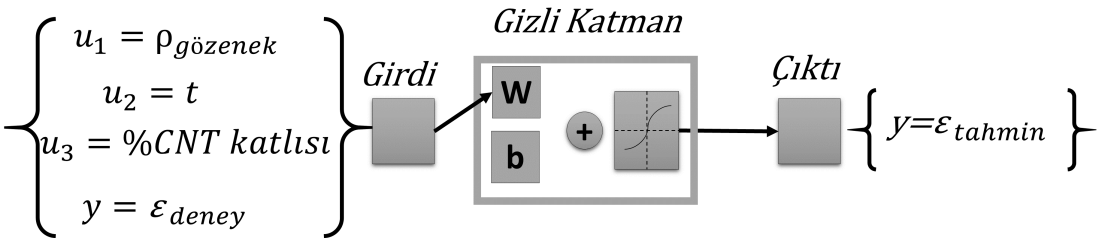


Şekil 7.9 Yükleme-boşaltma testi: Modeller (1E-3 gerinim hızı)



Şekil 7.10 Yükleme-boşaltma testi: Validasyonlar (1E-3 gerinim hızı)

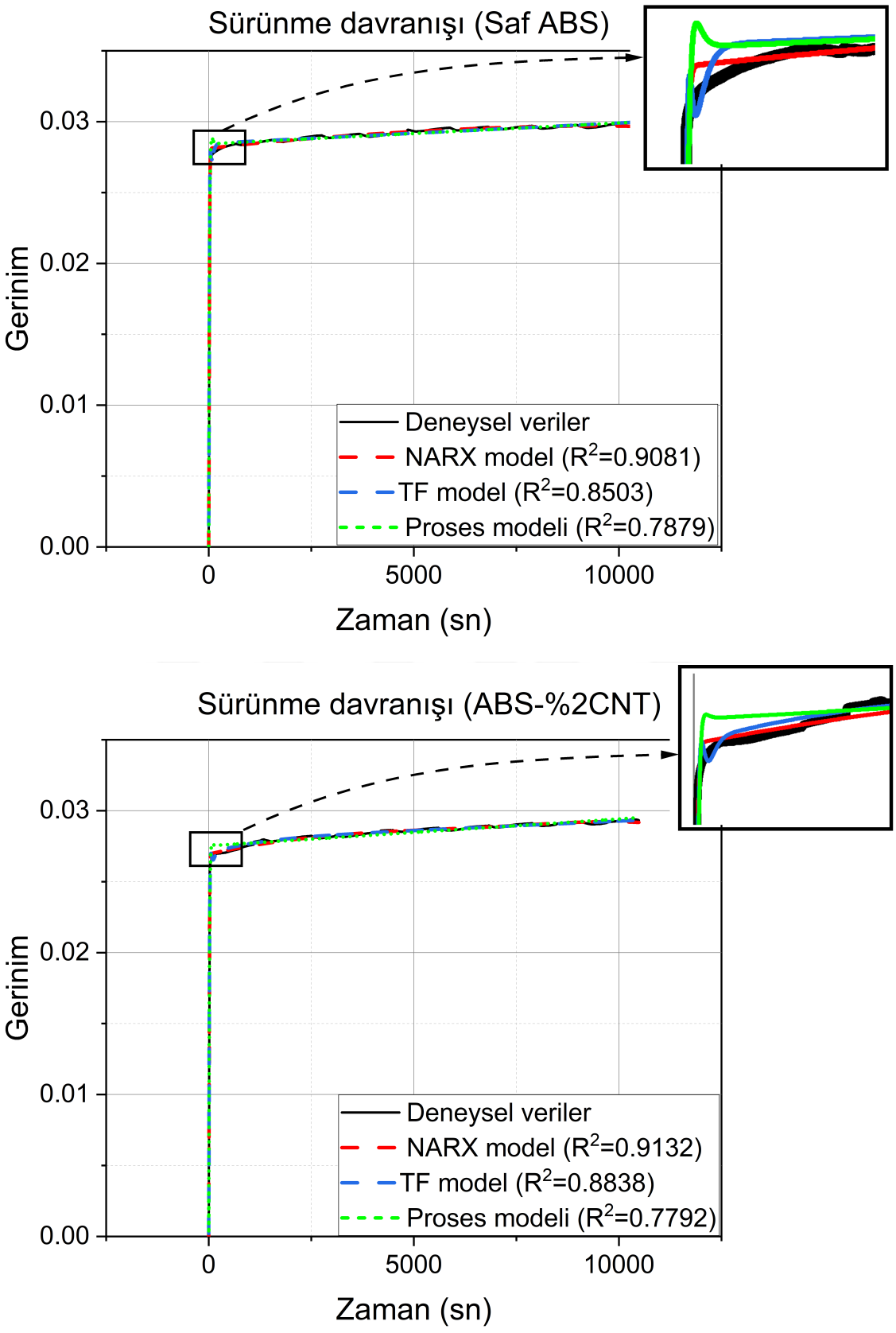
Sürünme testi prosesinde deney belli bir sabit bir gerilme düzeyinde gerçekleştiğinden ve gerinim hızından bağımsız bir deney olduğundan dolayı gerilme ve gerinim hızı girdi değişkeni olarak alınmamıştır. Zaman (s), CNT katkısı (%) ve gözenek alan yoğunluğu ($\rho_{gözenek}$) girdi değişkenleri, gerinim (ε) ise çıktı olarak alınmıştır. Saf ABS ve ABS-%2CNT numunelerinin verileri model oluşturmak için ABS-%4CNT ve ABS-%6CNT numunelerinin verileri validasyon için kullanılmıştır. Model parametreleri ve sonuçlar Tablo 7.3 'te görülebilir. Sürünme testleri 16.25 MPa 'lık sabit gerilme altında gerçekleştirilmiştir. Çekme cihazı numuneyi bu gerilme altında tutmaya çalışırken yaşanılan küçük salınımlar sebebiyle gerinim-zaman eğrisi düz değildir. Bu sebeple diğer proseslere göre deney verileri ile modelin uyumu daha azdır.



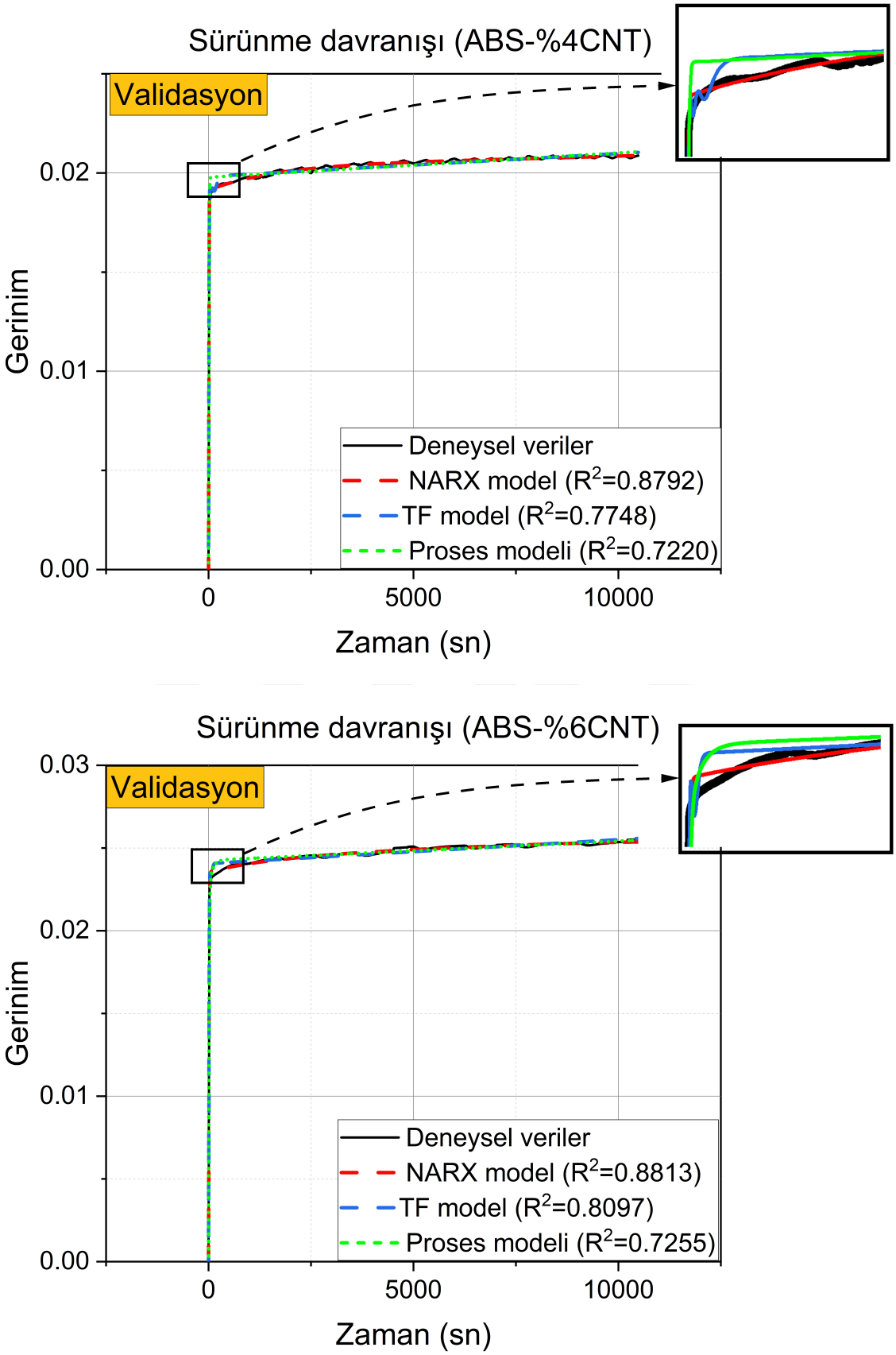
Şekil 7.11 Sürünme testi model yapısı (gerinim öngörüsü)

Tablo 7.3 Sürünme testi prosesi model parametreleri

Modelleme verileri	Modeller	Sonuçlar	Validasyon
Saf ABS ABS-%2CNT	Transfer Fonksiyonu $u_1 \rightarrow y \quad G(s) = \frac{8.403x10^{-5}s + 4.303x10^{-13}}{s^2 + 0.008675s + 3.288x10^{-6}}$ $u_2 \rightarrow y \quad G(s) = \frac{-0.002518s - 2.168x10^{-8}}{s^2 + 0.0003637s + 3.094x10^{-9}}$ $u_3 \rightarrow y \quad G(s) = \frac{2.722x10^{-5}s - 1.897x10^{-7}}{s^2 + 0.009075s + 3.496x10^{-6}}$	Saf ABS %85.03 ABS-%2CNT %88.38	ABS-%4CNT %77.48 ABS-%6CNT %80.97
Saf ABS ABS-%2CNT	Proses $u_1 \rightarrow y \quad G(s) = \frac{1.8922x10^{-7}}{1 + 14.377s} e^{-0.065s}$ $u_2 \rightarrow y \quad G(s) = \frac{12.812}{1 + 1911.1s} e^{-1.766s}$ $u_3 \rightarrow y \quad G(s) = \frac{-0.14192}{1 + 1957.9s} e^{-0.001s}$	Saf ABS %78.79 ABS-%2CNT %77.92	ABS-%4CNT %72.20 ABS-%6CNT %72.55
Saf ABS ABS-%2CNT	NARX Aktivasyon Fonksiyonu: Sigmoid (1 nöron) Optimizasyon yöntemi: Levenberg-Marquardt	Saf ABS %90.81 ABS-%2CNT %91.32	ABS-%4CNT %87.92 ABS-%6CNT %88.13

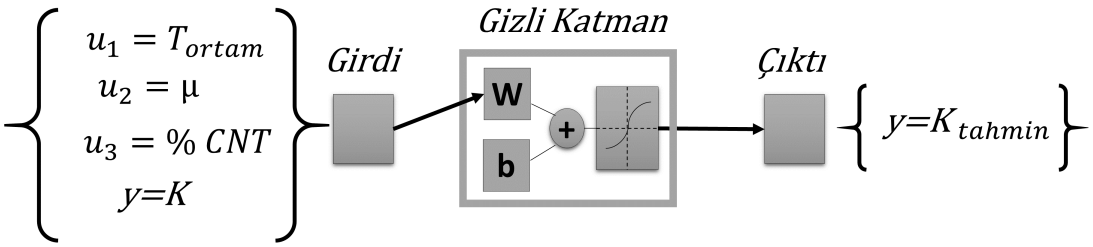


Şekil 7.12 Sürünme testi: Modeller



Şekil 7.13 Sürünme testi: Validasyonlar

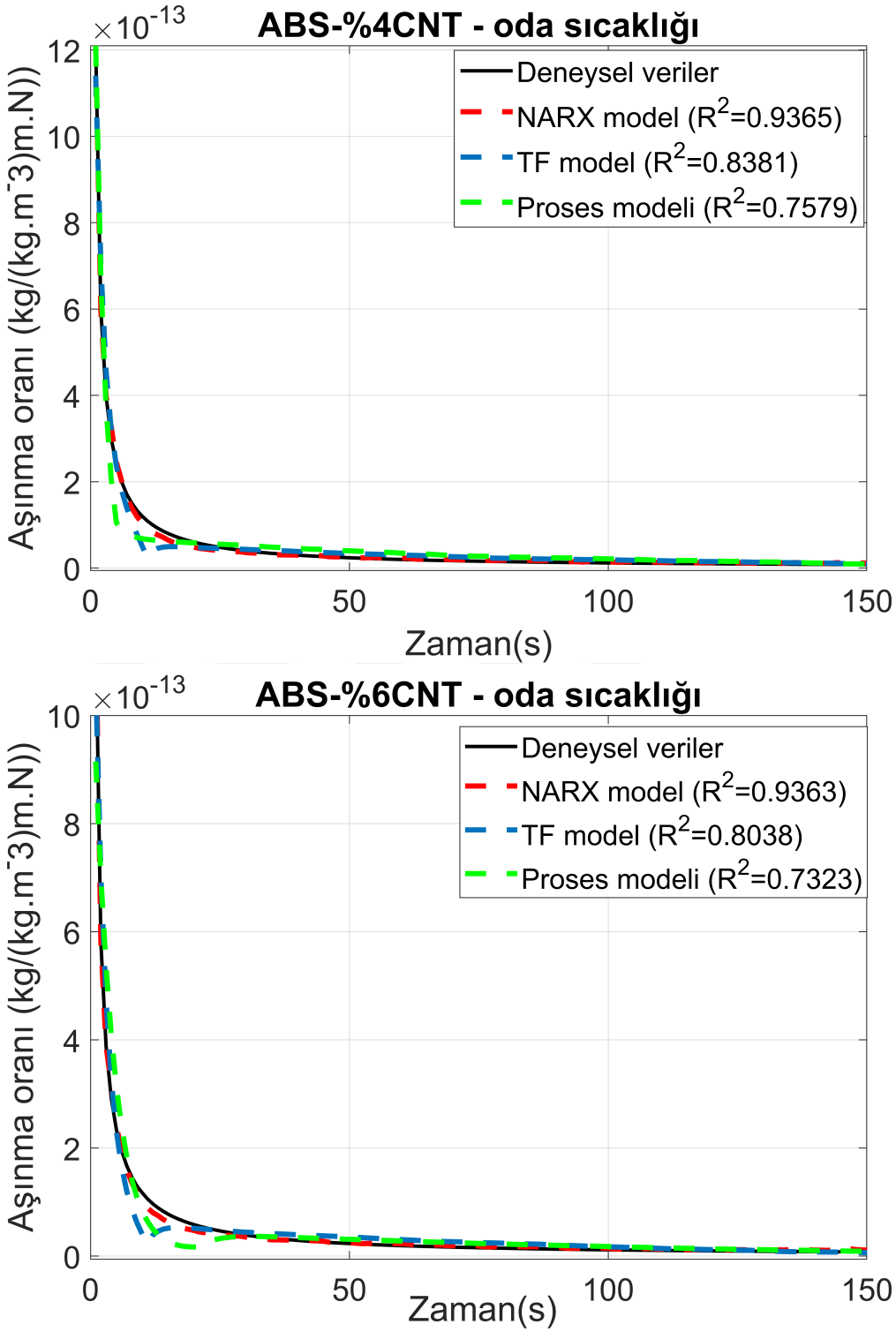
Aşınma testinin tanılama prosesinde ise ortam sıcaklığı (T), sürtünme katsayısı (μ) ve ağırlıkça CNT oranı (%) girdi değişkenleri aşınma oranı ise çıktı olarak alınmıştır. Aşınma prosesi model yapısı Şekil 7.14 'te görülebilir. Ball on disk aşınma testi sonucunda numunelerin ağırlık kayıpları hassas terazide ölçülemediğinden dolayı pin on disk aşınma testlerinde elde edilen ağırlık kaybı verileri aşınma prosesinin tanılamasında kullanılmıştır. ABS-%4CNT ve ABS-%6CNT numunelerinin aşınma testlerinden elde edilen veriler modellerin oluşturulmasında kullanılırken, saf ABS ve ABS-%2CNT numunelerinden elde edilen veriler modelin validasyonu için kullanılmıştır. Transfer fonksiyonu modeli, proses modeli ve NARX modeli için belirlenen parametreler ve elde edilen sonuçlar Tablo 7.4 'te verilmiştir. Pin on disk aşınma testi sırasında numunelerin ağırlık kayıpları 750m, 1500m, 2250m ve 3000m kayma mesafelerinde ölçülmüştür. En iyi sonucu veren NARX simülasyonlarında bu mesafeler için numunenin kalan ağırlık değeri Tablo 7.5 ve Tablo 7.6 'da gösterilmiştir. Ayrıca, aşınma oranının zamana bağlı olarak değişimini, model ve validasyonları gösteren grafikler oda sıcaklığında gerçekleştirilen testler için Şekil 7.15 'te verilmiştir.



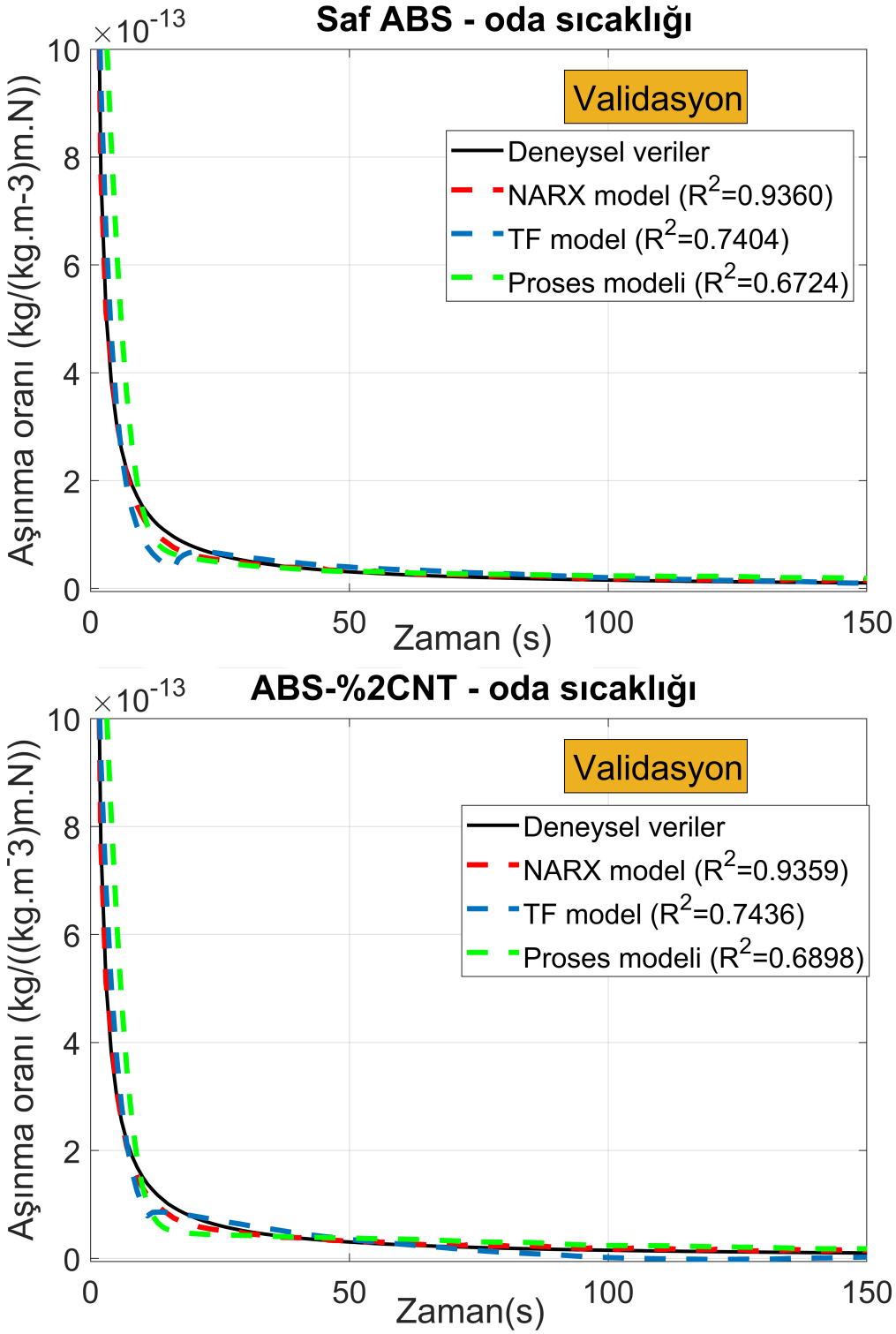
Şekil 7.14 Pin on disk aşınma testi prosesi model yapısı (aşınma oranı öngörüsü)

Tablo 7.4 Pin on disk aşınma testi prosesi model parametreleri

Modelleme verileri	Modeller	Sonuçlar	Validasyon
ABS-%4CNT @ oda sıcaklığı ABS-%4CNT @ 50°C ABS-%4CNT @ 70°C ABS-%6CNT @ oda sıcaklığı ABS-%6CNT @ 50°C ABS-%6CNT @ 70°C	Transfer Fonksiyonu $u_1 \rightarrow y \quad G(s) = \frac{1.36 \times 10^{-12} s + 7.54 \times 10^{-17}}{s^2 + 0.0004426s}$ $u_2 \rightarrow y \quad G(s) = \frac{-4.32 \times 10^{-16} s + 2.42 \times 10^{-19}}{s^2 + 0,0006782s}$ $u_3 \rightarrow y \quad G(s) = \frac{-2.2 \times 10^{-14} - 1.054 \times 10^{-18}}{s^2 + 0.0002653s}$	ABS-%4CNT @ oda sıcaklığı %83.81 ABS-%4CNT @ 50°C %81.36 ABS-%4CNT @ 70°C %85.67 ABS-%6CNT @ oda sıcaklığı %80.38 ABS-%6CNT @ 50°C %79.98 ABS-%6CNT @ 70°C %83.67	Saf ABS @ oda sıcaklığı %74.04 Saf ABS @ 50°C %76.23 Saf ABS @ 70°C %74.18 ABS-%2CNT @ oda sıcaklığı %74.36 ABS-%2CNT @ 50°C %73.14 ABS-%2CNT @ 70°C %71.86
ABS-%4CNT @ oda sıcaklığı ABS-%4CNT @ 50°C ABS-%4CNT @ 70°C ABS-%6CNT @ oda sıcaklığı ABS-%6CNT @ 50°C ABS-%6CNT @ 70°C	Proses $u_1 \rightarrow y \quad G(s) = \frac{-1.025 \times 10^{-7}}{1 + 0.034795s} \cdot e^{-0.92s}$ $u_2 \rightarrow y \quad G(s) = \frac{3.0745 \times 10^{-10}}{1 + 0.034788s} \cdot e^{-0.92s}$ $u_3 \rightarrow y \quad G(s) = \frac{1.6262 \times 10^{-12}}{1 + 0.036923s} \cdot e^{-0.923s}$	ABS-%4CNT @ oda sıcaklığı %75.79 ABS-%4CNT @ 50°C %77.63 ABS-%4CNT @ 70°C %76.14 ABS-%6CNT @ oda sıcaklığı %73.23 ABS-%6CNT @ 50°C %74.22 ABS-%6CNT @70°C %78.12	Saf ABS @ oda sıcaklığı %67.24 Saf ABS @ 50°C %66,23 Saf ABS @ 70°C %68.24 ABS-%2CNT @ oda sıcaklığı %68.98 ABS-%2CNT @ 50°C %67.85 ABS-%2CNT @ 70°C %65.18
ABS-%4CNT @ oda sıcaklığı ABS-%4CNT @ 50°C ABS-%4CNT @ 70°C ABS-%6CNT @ oda sıcaklığı ABS-%6CNT @ 50°C ABS-%6CNT @ 70°C	NARX Aktivasyon Fonksiyonu: Sigmoid (1 nöron) Optimizasyon yöntemi: Levenberg-Marquardt	ABS-%4CNT @ oda sıcaklığı %93.65 ABS-%4CNT @ 50°C %93.55 ABS-%4CNT @ 70°C %94.17 ABS-%6CNT @ oda sıcaklığı %93.63 ABS-%6CNT @ 50°C %94.01 ABS-%6CNT @ 70°C %93.92	Saf ABS @ oda sıcaklığı %93.60 Saf ABS @ 50°C %91.52 Saf ABS @ 70°C %92.13 ABS-%2CNT @ oda sıcaklığı %93.59 ABS-%2CNT @ 50°C %92.67 ABS-%2CNT @ 70°C %93.16



Şekil 7.15 Pin on disk aşınma testi: Modeller (Oda sıcaklığı)



Şekil 7.16 Pin on disk aşınma testi: Validasyonlar (Oda sıcaklığı)

Tablo 7.5 Pin on disk aşınma testi prosesi kalan ağırlıklar (Deneysel ve NARX modeli - %0 ve %2 CNT takviyeli ABS)

%CNT	Ortam sıcaklığı (^0C)	İlk ağırlık(g)	Kayma mesafesi(m)	Deneysel	NARX model
				Son ağırlık (g)	Son ağırlık (g)
0	Oda sıcaklığı	1.3586	750	1.31847	1.32037
			1500	1.27833	1.27668
			2250	1.23820	1.23326
			3000	1.19820	1.18864
	50	1.1982	750	1.14774	1.15024
			1500	1.09727	1.09496
			2250	1.04681	1.04180
			3000	0.99660	0.98654
	70	1.3591	750	1.32650	1.32830
			1500	1.29389	1.29300
			2250	1.26129	1.25815
			3000	1.22880	1.22222
2	Oda sıcaklığı	1.3818	750	1.34221	1.34439
			1500	1.30263	1.30182
			2250	1.26304	1.25948
			3000	1.22420	1.21575
	50	1.3891	750	1.31641	1.32020
			1500	1.24373	1.24161
			2250	1.17104	1.16463
			3000	1.09910	1.08416
	70	1.3885	750	1.35591	1.35784
			1500	1.32332	1.32257
			2250	1.29073	1.28813
			3000	1.25870	1.25136

Tablo 7.6 Pin on disk aşınma testi prosesi kalan ağırlıklar (Deneysel ve NARX modeli - %4 ve %6 CNT takviyeli ABS)

%CNT	Ortam sıcaklığı (^0C)	İlk ağırlık(g)	Kayma mesafesi(m)	Deneysel	NARX model
				Son ağırlık (g)	Son ağırlık (g)
4	Oda sıcaklığı	1.512	750	1.47957	1.48117
			1500	1.44714	1.44594
			2250	1.41472	1.41103
			3000	1.38240	1.37515
	50	1.3824	750	1.33489	1.33729
			1500	1.28738	1.28583
			2250	1.23987	1.23513
			3000	1.19260	1.18269
	70	1.5061	750	1.48366	1.48450
			1500	1.46121	1.45988
			2250	1.43877	1.43571
			3000	1.41640	1.41065
6	Oda sıcaklığı	1.6142	750	1.57897	1.58065
			1500	1.54374	1.54213
			2250	1.50851	1.50440
			3000	1.47340	1.46522
	50	1.6773	750	1.63252	1.63463
			1500	1.58774	1.58561
			2250	1.54296	1.53751
			3000	1.49810	1.48732
	70	1.6668	750	1.65092	1.65548
			1500	1.63504	1.63412
			2250	1.61915	1.62287
			3000	1.60330	1.59909

Lineer transfer fonksiyonu ve proses modelleri ile lineer olmayan otoregresif ekzojen (NARX) ağ yapıları ve Levenberg–Marquardt algoritması kullanılarak CNT takviyeli polimerlerin mekanik ve aşınma davranışları sistem tanılama prosedürü ile öngörülmeye çalışılmıştır. Oluşturulan modeller farklı nano dolgular ile takviye edilmiş polimerlerin farklı koşular altında mekanik ve aşınma testlerinin verileri baz alınarak oluşturulmuştur. Testlerden elde edilen veriler simülasyon verileri ile karşılaştırılmıştır ve sonuçlar aşağıdaki gibi sıralanabilir:

- CNT ile takviye edilmiş nanokompozitlerin mekanik ve aşınma davranışlarını temsil eden NARX modeli yüksek bir öngörü yeteneğine sahiptir.
- Model yapılarında aktivasyon fonksiyonu olarak genellikle sigmoid fonksiyonu kullanılmıştır. Ancak, yükleme-boşaltma test prosesinde wavelet aktivasyon fonksiyonu daha iyi bir performans göstermiştir. Çıktı değişkenlerinde anlık değişimler olduğunda wavelet aktivasyon fonksiyonunun daha iyi sonuç vermektedir.
- Çekme testi prosesi için oluşturulan NARX yapıları 1E-3 gerinim hızında yapılan testlerde %4 ve %6 CNT katkılı ABS polimerlerinde sırasıyla %94.36 ve %97.06 oranlarında uyumluluk gösterirken bu oranlar transfer fonksiyonu modelinde sırasıyla %87.37 ve %84.82, proses modelinde ise %83.33 ve %83.02 olmuştur. En iyi performansı NARX modeli göstermiştir. Kurulan modelin doğrulanması için 1E-3 gerinim hızında %0 ve %2 CNT katkılı numunelerin test verileri kullanılmıştır ve NARX modeli % 85.56 ile % 90.71 oranlarında validasyon verileri ile uyumluluk göstermiştir.
- Yükleme-boşaltma test proseslerinde diğer proseslerden farklı olarak Wavelet aktivasyon fonksiyonu kullanılmıştır. En iyi performansı gösteren NARX modelinde %90'ın üzerinde uyum sağlanmıştır. Validasyon için kullanılan verilerde ise uyum %4 ve %6 CNT katkılı ABS polimerleri için sırasıyla %87.48 ve %89.65 oranlarında gerçekleşmiştir.
- Sürünme testi prosesinde cihazın gerilmeyi sabit tutmaya çalışırken ortaya çıkardığı küçük gerinim salınımları sebebiyle gerinim-zaman eğrisi düz değildir. Bu durum NARX model ile deneysel veriler arasındaki uyumu azaltmasına rağmen, NARX modelinde lineer model yapılarından daha iyi performans elde edilerek saf ABS ve %2 CNT katkılı ABS'lerde sırasıyla %90.81 ve %91.32 oranlarında uyum sağlanmıştır.
- NARX modeli, aşınma testi prosesinde oda sıcaklığında gerçekleştirilen testlerde %4 ve %6 CNT katkılı ABS polimerlerinin aşınma davranışlarını sırasıyla %93.65

ve %93.63 oranlarında doğrulukla öngörmüştür. Validasyon için kullanılan verilerde de en az model verileri kadar uyum sağlanmıştır.

8
SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Bu tez çalışmasında, farklı miktarlarda karbon nanotüp takviyesi ile eriyik yığma modelleme tekniğinde üretime uygun ABS-CNT ve PLA-CNT nanokompozit filamentler üretilmiştir. Termogravimetrik analiz ve diferansiyel tarama kalorimetresi analizleri ile üretilen filamentlein termal bozunum davranışları araştırılmıştır. Nanokompozit filamentler kullanılarak üretilen numuneler çekme, yükleme-boşaltma, sürünme ve aşınma testlerine tabi tutularak hıza ve zamana bağlı mekanik davranışları ile beraber aşınma dirençleri belirlenmiş ve karakterize edilmiştir. Numunelerin gözeneklilikleri SEM görüntüleri yardımıyla Image J yazılımında belirlenerek nano takviyenin üretilen parçanın gözenekliliği üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Aşınan yüzeyler, aşınma mekanizmasının daha iyi anlaşılabilmesi için SEM görüntüleri ile incelenmiştir. Üretilen nanokompozitlerin mekanik ve aşınma davranışlarının öngörülebilmesi için yapılan modelleme çalışmalarında lineer transfer fonksiyonu ve proses modelleri ile lineer olmayan otoregresif ekzojen (NARX) modeller önerilmiştir. Modellemede mekanik ve aşınma test prosesleri için çok girişli-tek çıkışlı yapılar oluşturulmuştur. Çalışmadan elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibi sıralanabilir:

- Üretilen nanokompozit filamentlerin içerdikleri ağırlıkça CNT oranları TGA analizleri yardımı ile belirlenmiş ve ABS-CNT filamentleri için 450^oC, 475^oC ve 500^oC sıcaklıklarda, PLA-CNT filamentleri için 375^oC, 390^oC ve 400^oC sıcaklıklarda elde edilen veriler istenilen CNT ağırlık oranlarına yeterli seviyede yaklaşıldığını göstermiştir. Bu da CNT nano takviyesinin hem ABS hem de PLA matrisi içinde homojen dağıldığının göstergesidir. ABS-CNT nanokompozitlerinin TGA eğrilerinden 450^oC sıcaklık için elde edilen veriler, filament üretimi öncesi ağırlıkça %2, %4 ve %6 CNT katkıları ile hazırlanmış ABS-CNT karışımlarından elde edilen filamentlerin CNT oranlarının sırasıyla %1.89, %4.37 ve %6.17 olduğunu göstermektedir. PLA-CNT nanokompozitleri için ise bu değerler 375^oC sıcaklıkta sırasıyla %2.12, %4.25 ve %5.87 olarak gerçekleşmiştir.
- Üretilen nanokompozit filamentlerin termal bozunum davranışları DSC

analizleri ile araştırılmıştır. 30^0C ile 300^0C arasında ısıtma ve soğutma çevrimleri ile azot ortamında gerçekleştirilen analizlerde ABS-CNT malzemesinin camsı geçiş sıcaklığı yaklaşık 109^oC, PLA-CNT malzemesinin ise yaklaşık 59^0C olarak belirlenmiştir. Literatürdeki verilerle de paralel olacak şekilde CNT takviyesinin ABS ve PLA malzemelerinin camsı geçiş sıcaklıklarında kayda değer bir değişikliğe yol açmadığı görülmüştür.

- Katmanlı üretim şeklinden dolayı EYM ile üretilen numuneler gözenekli yapılara sahiptir ve bu da mekanik özellikleri olumsuz etkilemektedir. Isıl işlem ile bu gözenek yoğunluklarının azaldığı gözlemlenmiştir. Bu durum belirlenen gözenek alan yoğunlukları ile ortaya koyulduğu gibi SEM görüntülerinde de gözle görülebilmektedir. Bu verilerden yola çıkarak üretilen nanokompozit numunelere her test öncesi ısıl işlem uygulanmıştır.

- EYM ile üretilen nanokompozit numunelerin Image J yazılımı ile SEM görüntüleri analiz edilmiş ve sistem tanılama prosedürü ile oluşturulacak modellere giriş değeri olarak tanımlanacak olan gözenek alan yoğunlukları belirlenmeye çalışılmıştır. Konsantrik dolgu tipi ile üretilen numunelerin SEM görüntüleri incelendiğinde hem saf hem de CNT takviyeli numunelerin katmanlar arası adezyonlarının yeterli seviyede olduğu söylenebilir. CNT takviyesinin oranı arttıkça iplikçikler arası adezyonun iyileştiği ve gözeneklerin küçüldüğü özellikle PLA matrisli kompozitlerde gözle görülebilmektedir. 3B basım esnasında ani soğumalardan dolayı oluşan büzülmeler filament iplikçikleri arasındaki adezyonun yetersiz olmasına sebebiyet vermektedir. Bu durumun CNT takviyesi ile önüne geçilmiştir. ABS numunelerinde %2,%4 ve %6 CNT katkısı ile birlikte gözenek alan yoğunlukları sırasıyla %26.94, %56.45 ve %58.32 oranlarında azalmıştır. PLA numunelerinde ise gözenek alan yoğunluğundaki azalma oranları sırasıyla %47.37, %62.24 ve %55.80 olarak gerçekleşmiştir.

- Nano takviyenin polimer matrisi içerisinde homojen dağılımı mekanik özellikleri önemli ölçüde etkilemektedir. Homojen dağılımın daha iyi sağlanması için granül halindeki polimerlerin pülverize işlemi ile toz haline getirilmesinin, uygulanan mekanik ve ısıl işlem sayısının artmasından dolayı dayanımlarda düşüşe sebebiyet verebileceği düşünülmüştür. Ancak literatürdeki çalışmalarla karşılaştırıldığında özellikle tokluk, kopma gerinimi ve çekme dayanımı gibi özelliklerin daha iyi olduğu gözlemlenmiştir.

- Mekanik özelliklerin polimere takviye edilen nano dolgu, dolgu tipi ve deformasyon hızına bağlı değişimleri incelenmiştir. CNT katkısı mekanik özellikleri iyileştirmiştir. CNT ile polimer matrisi arasındaki yetersiz arayüzey

bağlarından kaynaklanan nedenlerden dolayı bazı durumlarda nano takviye arttıkça mekanik özelliklerde düşüş gözlemlenmiştir. Ancak, nano takviyenin miktarı arttıkça bu durum ortadan kalkmıştır. Konsantrik dolgu tipine sahip ABS numunelerin 1E-3 gerinim hızında gerçekleştirilen çekme testlerinde %2, %4 ve %6 CNT katkısı ile birlikte çekme dayanımları sırasıyla %14.61, %49.14 ve %30.99 oranlarında artmıştır. Bu artış oranları PLA numunelerinde sırasıyla %18.17, %26.84 ve %27.10 olarak gerçekleşmiştir. Numunelerin elastiklik modüdlleri de çekme dayanımlarına benzer şekilde CNT katkısı ile artmıştır. Bu da genel olarak nano takviyenin dayanıklılığı arttırdığını göstermektedir. Ancak, katkı miktarı arttıkça malzeme gevrekleşmiş ve kopma gerinimi değerlerinde düşüş gözlemlenmiştir.

- Yükleme-boşaltma testleri hem ABS-CNT hem de PLA-CNT nanokompozit malzemelerinin lineer viskoleastik davranış gösterdiğini ortaya koymaktadır. Gerinim hızı arttıkça malzemelerin dayanımlarında artış gözlemlenmiştir. 1E-3 gerinim hızında deformasyon için harcanan enerji miktarı 1E-4 gerinim hızında gerçekleştirilen testlere göre daha fazladır. %2 CNT takiveli ABS numunelerinde 1E-3 gerinim hızında gerçekleştirilen testlerde %5 gerinim seviyesine ulaşmak için ortalama 0.87984 MJ/m^3 enerji harcanırken 1E-4 gerinim hızında bu değer ortalama 0.86614 MJ/m^3'e düşmektedir. PLA numunelerinde ise bu değerler 1E-3 gerinim hızında 1.04354 MJ/m^3, 1E-4 gerinim hızında 1.01439 MJ/m^3 olarak gerçekleşmiştir. CNT takviyesi malzemelerin rijitliğini arttırmıştır. %2, %4 ve %6 CNT takviyesi ile beraber ABS numunelerini %5 gerinim seviyesine getirmek için harcanılan ortalama enerji 1E-3 gerinim hızında gerçekleştirilen testlerde %26.71, %50.79 ve %44.67 oranlarında artmıştır. PLA numunelerinde ise artış oranları sırasıyla %16.57, %46.06 ve %47.79 olarak gerçekleşmiştir. Deformasyon için harcanan enerjilere bakıldığında EYM ile üretilmiş PLA-CNT nanokompozitlerin ABS-CNT nanokompozitlerine göre daha fazla hıza bağlı davranış göstermişlerdir.

- Gerinim hızı arttıkça malzemelerde görülen elastik toparlanma miktarı azalmıştır. Bu durum yüksek deformasyon hızlarında polimerlerin molekül zincirlerinin yeniden düzene girecek zamanlarının az olmasından dolayısıyla deformasyona karşı direnç göstermelerinden kaynaklanmaktadır. Bu nedenle yüksek deformasyon hızlarında daha rijit davranmaktadırlar. Bu da elastik toparlanmanın yüksek deformasyon hızlarında daha fazla olmasını sağlamaktadır. Aynı durum CNT takviyesi ile beraber rijitliği artan numunelerde de gözlenmiştir. ABS numunelerinin 1E-3 gerinim hızında gerçekleştirilen testlerinde elastik toparlanma %2, %4 ve %6 CNT takviyesi ile beraber %30.55, %57.74 ve %51.24 oranlarında artmıştır.

- Gerçekleştirilen sürünme testlerinde hem ABS-CNT hem de PLA-CNT nanokompoztilerinde sürünme kompliyanslarında nano takviye ile birlikte düşüş gözlemlenmiştir. ABS numunelerinin sürünme kompliyasnları ızgara dolgu tipine sahip numunelerde %2, %4 ve %6 CNT takviyesi ile birlikte sırasıyla %0.97, %28.66 ve %17.17 oranlarında azalmıştır. Bu azalma oranları PLA numunelerinde sırasıyla %6.04, %11.12 ve %3.46 oranlarında gerçekleşmiştir. Viskoelastik sürünme kompliyanslarında, CNT topaklanmalarından ve yetersiz arayüzey adezyonlarından kaynaklanabilecek istisnalar olsa da nano dolgu takviyesi ile beraber bir azalma olduğu, dolayısıyla CNT takviyesinin olumlu etkisinden bahsedilebilir.

- EYM ile üretilmiş ABS-CNT ve PLA-CNT nanokompozitlerinin aşınma davranışları pin on disk ve ball on disk aşınma testleri ile araştırılmış ve CNT takviyesinin aşınma direncini arttırdığı belirlenmiştir. Oda sıcaklığında gerçekleştirilen testlerde ızgara dolgu tipli ABS numunelerinin aşınma oranları %2, %4 ve %6 CNT takviyesi ile beraber sırasıyla %18.76, %38.14 ve %75.39 oranlarında azalmıştır. PLA numunelerinde ise aşınma oranları sırasıyla %21.83, %25.58 ve %39.03 azalmıştır. Oda sıcaklığında grid ve konsantrik dolgu tipine sahip numunelerin en iyi aşınma performansı %4 CNT takviyesi ile gerçekleşmiştir. %6 CNT takviyesinde aşınmda direncinde düşüş gözlemlenmiştir. Bunun sebebi düşük sıcaklıklarda meydana gelen abrasif aşınmalardır. CNT takviyesinin yağlayıcı etkisi ile beraber sürtünme katsayılarında da düşüş meydana gelmiştir. Oda sıcaklığında konsantrik dolgu tipine sahip ABS numunelerin ortalama sürtünme katsayıları %2, %4 ve %6 CNT takviyeleri ile beraber sırasıyla %14.32, %32.36 ve %21.10 oranlarında azalmıştır. PLA numunelerinde ise bu değerler %11.07, %24.72 ve %26.84 olarak gerçekleşmiştir.

- Ball on disk aşınma testlerinden elde edilen veriler pin on disk testleri ile örtüşmektedir. Oda sıcaklığında, nano takviye oranı arttıkça aşınma direnci düşmektedir. Optimum CNT katkı oranı %2 olarak ortaya çıkmaktadır. %2 nano takviyeli polimerin aşınma oranı saf polimere göre %70.25 oranında azalmıştır. Yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilen aşınma testlerinde ise CNT katkısı aşınma direncini olumlu yönde etkilemiştir. 50^oC sıcaklıkta gerçekleştirilen testlerde ABS numunelerinin aşınma oranları %2, %4 ve %6 CNT katkılarında sırasıyla %14.08, %44.55 ve %66.34 azalmıştır. Aşınma yüzeylerinin SEM görüntüleri CNT'nin polimer matrisindeki dağılımının yeterli olduğunu göstermektedir. Nano takviye ile birlikte katmanlı üretim sırasında oluşan büzülmeler azalmakta ve komşu filament iplikçikleri arasındaki adezyon artmaktadır. Bu da aşınma direncini arttırmaktadır.

- Sistem tanılama ile lineer ve lineer olmayan modeller oluşturulmuş ve lineer olmayan NARX modeli EYM ile üretilmiş nanokompozit polimerlerin mekanik ve aşınma davranışlarını yüksek bir öngörü ile modellemiştir. Model yapılarında aktivasyon fonksiyonu olarak genellikle sigmoid fonksiyonu kullanılmıştır. Ancak, yükleme-boşaltma test prosesinde wavelet aktivasyon fonksiyonu daha iyi bir performans göstermiştir. Çıktı değişkenlerinde anlık değişimler olduğunda wavelet aktivasyon fonksiyonunun daha iyi sonuç verdiği söylenebilir.

- Çekme testi prosesinde NARX modeli %4 ve %6 CNT takviyeli ABS numunlerinin deney verileri ile oluşturulmuş ve 1E-3 gerinim hızında model ile deneysel veriler arasında %94.36 ve %97.06 oranlarında uyum sağlanmıştır. Lineer modeller olan transfer fonksiyonu ve proses modellerinde ise bu oran sırasıyla %87.37 ve %83.33'tür. Çekme testi prosesi için oluşturulan NARX modelinin validasyonu için saf ABS ve %2CNT takviyeli ABS'nin 1E-3 gerinim hızındaki çekme testi verileri kullanılmış ve %85.56 ile %90.71 oranlarında uyumluluk sağlanmıştır. Yükleme-boşaltma test proseslerinde diğer proseslerden farklı olarak wavelet aktivasyon fonksiyonu kullanılmıştır. NARX modeli lineer modellere göre daha iyi performans göstermiştir. NARX modeli %97.57 ile %98.73 arasında değişen oranlarda deney verileri ile uyumluluk göstermiştir. Validasyon için kullanılan %4 ve %6 CNT takviyeli numunelerin deney verileri ise %87.48 ile %90.37 arasında değişen uyumluluk oranlarında öngörülmüştür. Sürünme testi prosesinde cihazın gerilmeyi sabit tutmaya çalışırken ortaya çıkardığı küçük gerinim salınımları sebebiyle gerinim-zaman eğrisi düz değildir. Bu durum modeller ile deneysel veriler arasındaki uyumu azaltmaktadır. Bu nedenle bazı durumlarda uyumluluk oranları %90'ın altına düşmüştür. NARX modeli %4 ve %6 CNT takviyeli ABS numunelerinin sürünme davranışlarını sırasıyla %87.92 ve %88.13 uyumluluk oranlarında öngörmüştür. Aşınma testi prosesinde NARX tüm durumlarda %90'nın üzerinde uyumluluk göstermiştir. Oda sıcaklığında gerçekleştirilen testlerde %4 ve %6 CNT katkılı ABS polimerlerinin aşınma davranışları sırasıyla %93.65 ve %93.63 oranlarında doğrulukla öngörülmüştür. Validasyon için kullanılan verilerde de en az model verileri kadar uyum sağlanmıştır.

Bu çalışma ile birlikte eklemeli imalat çeşitlerinden olan eriyik yığma modellemede yaygın kullanım alanı bulan polimer malzemelere karbon nanotüp takviyesi yapılarak nanokompozit filamentler üretilmiştir. Bu filamentler kullanılarak EYM parçalarının mekanik dayanımları ve aşınma dirençleri arttırılmıştır. EYM tekniğinde kullanılan polimer esaslı malzemelerde hıza ve zamana bağlı mekanik özelliklerinin yeterince

bilinmemesinden dolayı bu malzemelerle üretilen parçalar yük taşıma ve uzun süreli kullanım durumlarında çok nadir tercih edilmektedirler. EYM ile üretilen nanokompozit parçaların hıza ve zamana bağlı davranışları ve aşınma davranışları belirlenerek karakterize edilmesiyle bu malzemelerin mekanik özelliklerinin kullanım sınırları belirlenerek literatüre katkı sağlanmıştır. Deneysel veriler kullanılarak gerçekleştirilen sistem tanılama ile elde edilen çok giriş-tek çıkışlı modeller oluşturulmuştur. Bu modeller ile yapılan benzetim çalışmaları, seçilen model yapılarının yüksek öngörü yeteneğine sahip olduğunu göstermiştir. Bu modeller kullanılarak yapılacak benzetim çalışmaları ile EYM parçalarının kullanım yerlerine göre, deformasyon hızı ve zamana bağlı davranışları ve ayrıca aşınma davranışları hakkında öngörüde bulunularak bakımlar planlanabilir ve böylece olası arızaların önüne geçilebilir.

KAYNAKÇA

[1] X. Wang, M. Jiang, Z. Zhou, J. Gou, D. Hui, *3d printing of polymer matrix composites: A review and prospective. compos b 110: 442–458*, 2017.

[2] S. Meng, H. He, Y. Jia, P. Yu, B. Huang, J. Chen, "Effect of nanoparticles on the mechanical properties of acrylonitrile–butadiene–styrene specimens fabricated by fused deposition modeling," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 134, no. 7, 2017.

[3] P. Parandoush, D. Lin, "A review on additive manufacturing of polymer-fiber composites," *Composite Structures*, vol. 182, pp. 36–53, 2017.

[4] B. Tymrak, M. Kreiger, J. M. Pearce, "Mechanical properties of components fabricated with open-source 3-d printers under realistic environmental conditions," *Materials & Design*, vol. 58, pp. 242–246, 2014.

[5] F. Ning, W. Cong, J. Qiu, J. Wei, S. Wang, "Additive manufacturing of carbon fiber reinforced thermoplastic composites using fused deposition modeling," *Composites Part B: Engineering*, vol. 80, pp. 369–378, 2015.

[6] C. K. Chua, K. F. Leong, *3D Printing and additive manufacturing: Principles and applications (with companion media pack)-of rapid prototyping*. World Scientific Publishing Company, 2014.

[7] S. V. Murphy, A. Atala, "3d bioprinting of tissues and organs," *Nature biotechnology*, vol. 32, no. 8, pp. 773–785, 2014.

[8] J.-Y. Lee, J. An, C. K. Chua, "Fundamentals and applications of 3d printing for novel materials," *Applied materials today*, vol. 7, pp. 120–133, 2017.

[9] S. F. Acquah *et al.*, "Carbon nanotubes and graphene as additives in 3d printing," *Carbon nanotubes-current progress of their polymer composites*, pp. 227–251, 2016.

[10] H. Liu, T. J. Webster, "Enhanced biological and mechanical properties of well-dispersed nanophase ceramics in polymer composites: From 2d to 3d printed structures," *Materials Science and Engineering: C*, vol. 31, no. 2, pp. 77–89, 2011.

[11] O. S. Carneiro, A. Silva, R. Gomes, "Fused deposition modeling with polypropylene," *Materials & Design*, vol. 83, pp. 768–776, 2015.

[12] I. Gajdoš, J. Slota, E. Spišák, T. Jachowicz, A. Tor-Swiatek, "Structure and tensile properties evaluation of samples produced by fused deposition modeling," *Open Engineering*, vol. 6, no. 1, 2016.

[13] H. A. Hegab, "Design for additive manufacturing of composite materials and potential alloys: A review," *Manufacturing Review*, vol. 3, p. 11, 2016.

[14] H. L. Tekinalp *et al.*, "Highly oriented carbon fiber–polymer composites via additive manufacturing," *Composites Science and Technology*, vol. 105, pp. 144–150, 2014.

[15] B. H. Lee, J. Abdullah, Z. A. Khan, "Optimization of rapid prototyping parameters for production of flexible abs object," *Journal of materials processing technology*, vol. 169, no. 1, pp. 54–61, 2005.

[16] K. Prashantha, F. Roger, "Multifunctional properties of 3d printed poly (lactic acid)/graphene nanocomposites by fused deposition modeling," *Journal of Macromolecular Science, Part A*, vol. 54, no. 1, pp. 24–29, 2017.

[17] W. Zhong, F. Li, Z. Zhang, L. Song, Z. Li, "Short fiber reinforced composites for fused deposition modeling," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 301, no. 2, pp. 125–130, 2001.

[18] S. Ahn, M. Montero, D. Odell, *et al.*, *Anisotropic material properties of fused deposition modeling abs. rapid prototype j 8: 248–257*, 2002.

[19] O. S. Es-Said, J. Foyos, R. Noorani, M. Mendelson, R. Marloth, B. A. Pregger, "Effect of layer orientation on mechanical properties of rapid prototyped samples," *Materials and Manufacturing Processes*, vol. 15, no. 1, pp. 107–122, 2000.

[20] D. Croccolo, M. De Agostinis, G. Olmi, "Experimental characterization and analytical modelling of the mechanical behaviour of fused deposition processed parts made of abs-m30," *Computational Materials Science*, vol. 79, pp. 506–518, 2013.

[21] S. Panda, S. Padhee, S. Anoop Kumar, S. Mahapatra, "Optimization of fused deposition modelling (fdm) process parameters using bacterial foraging technique. ıntell ınf manag 1: 89–97," *doi. org/10.4236/iim*, vol. 4, 2009.

[22] G. W. Melenka, J. S. Schofield, M. R. Dawson, J. P. Carey, "Evaluation of dimensional accuracy and material properties of the makerbot 3d desktop printer," *Rapid Prototyping Journal*, 2015.

[23] J. Torres, J. Cotelo, J. Karl, A. P. Gordon, "Mechanical property optimization of fdm pla in shear with multiple objectives," *Jom*, vol. 67, no. 5, pp. 1183–1193, 2015.

[24] L. Baich, G. Manogharan, "Study of infill print parameters on mechanical strength and production cost-time of 3d printed abs parts," in *2014 International Solid Freeform Fabrication Symposium*, University of Texas at Austin, 2015.

[25] M. Dawoud, I. Taha, S. Ebeid, "Effect of processing parameters and graphite content on the tribological behaviour of 3d printed acrylonitrile butadiene styrene: Einfluss von prozessparametern und graphitgehalt auf das tribologische verhalten von 3d-druck acrylnitril-butadien-styrol bauteilen," *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, vol. 46, no. 12, pp. 1185–1195, 2015.

[26] K. Boparai, R. Singh, H. Singh, "Comparison of tribological behaviour for nylon6-al-al2o3 and abs parts fabricated by fused deposition modelling: This paper reports a low cost composite material that is more wear-resistant than conventional abs," *Virtual and Physical Prototyping*, vol. 10, no. 2, pp. 59–66, 2015.

[27] R. E. Przekop, M. Kujawa, W. Pawlak, M. Dobrosielska, B. Sztorch, W. Wieleba, "Graphite modified polylactide (pla) for 3d printed (fdm/fff) sliding elements," *Polymers*, vol. 12, no. 6, p. 1250, 2020.

[28] R. Singh, N. Singh, A. Amendola, F. Fraternali, "On the wear properties of nylon6-sic-al2o3 based fused deposition modelling feed stock filament," *Composites Part B: Engineering*, vol. 119, pp. 125–131, 2017.

[29] A. K. Sood, A. Equbal, V. Toppo, R. Ohdar, S. Mahapatra, "An investigation on sliding wear of fdm built parts," *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology*, vol. 5, no. 1, pp. 48–54, 2012.

[30] A. Tsouknidas, "Friction induced wear of rapid prototyping generated materials: A review," *Advances in Tribology*, vol. 2011, 2011.

[31] S. Dul, L. Fambri, A. Pegoretti, "Fused deposition modelling with abs–graphene nanocomposites," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 85, pp. 181–191, 2016.

[32] K. Gnanasekaran *et al.*, "3d printing of cnt-and graphene-based conductive polymer nanocomposites by fused deposition modeling," *Applied materials today*, vol. 9, pp. 21–28, 2017.

[33] P. K. Gurrala, S. P. Regalla, "Friction and wear behavior of abs polymer parts made by fused deposition modeling (fdm)," *Technol. Lett*, vol. 1, pp. 13–17, 2014.

[34] O. A. Mohamed, S. H. Masood, J. L. Bhowmik, "Effects of build parameters on linear wear loss in plastic part produced by fused deposition modeling," in *AIP Conference Proceedings*, AIP Publishing LLC, vol. 1859, 2017, p. 020 071.

[35] F. Ning, W. Cong, Y. Hu, H. Wang, "Additive manufacturing of carbon fiber-reinforced plastic composites using fused deposition modeling: Effects of process parameters on tensile properties," *Journal of composite materials*, vol. 51, no. 4, pp. 451–462, 2017.

[36] S. Agarwala, G. L. Goh, G. D. Goh, V. Dikshit, W. Y. Yeong, "3d and 4d printing of polymer/cnts-based conductive composites," *3D and 4D Printing of Polymer Nanocomposite Materials*, pp. 297–324, 2020.

[37] J. Bustillos, D. Montero, P. Nautiyal, A. Loganathan, B. Boesl, A. Agarwal, "Integration of graphene in poly (lactic) acid by 3d printing to develop creep and wear-resistant hierarchical nanocomposites," *Polymer composites*, vol. 39, no. 11, pp. 3877–3888, 2018.

[38] S. Dul, L. Fambri, A. Pegoretti, "Filaments production and fused deposition modelling of abs/carbon nanotubes composites," *Nanomaterials*, vol. 8, no. 1, p. 49, 2018.

[39] G. Postiglione, G. Natale, G. Griffini, M. Levi, S. Turri, "Conductive 3d microstructures by direct 3d printing of polymer/carbon nanotube nanocomposites via liquid deposition modeling," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 76, pp. 110–114, 2015.

[40] M. Shofner, K. Lozano, F. Rodrıguez-Macıas, E. Barrera, "Nanofiber-reinforced polymers prepared by fused deposition modeling," *Journal of applied polymer science*, vol. 89, no. 11, pp. 3081–3090, 2003.

[41] D. Zhang *et al.*, "Fabrication of highly conductive graphene flexible circuits by 3d printing," *Synthetic Metals*, vol. 217, pp. 79–86, 2016.

[42] K. Fu, Y. Yao, J. Dai, L. Hu, "Progress in 3d printing of carbon materials for energy-related applications," *Advanced materials*, vol. 29, no. 9, p. 1 603 486, 2017.

[43] L. Uranbey, H. I. Unal, G. Calis, O. Y. Gumus, S. Katmer, C. Karatas, "One-pot preparation of electroactive shape memory polyurethane/carbon black blend," *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 30, no. 3, pp. 1665–1673, 2021.

[44] R. A. Gandhi, K. Palanikumar, B. Ragunath, J. P. Davim, "Role of carbon nanotubes (cnts) in improving wear properties of polypropylene (pp) in dry sliding condition," *Materials & Design*, vol. 48, pp. 52–57, 2013.

[45] S. Ghoshal, "Polymer/carbon nanotubes (cnt) nanocomposites processing using additive manufacturing (three-dimensional printing) technique: An overview," *Fibers*, vol. 5, no. 4, p. 40, 2017.

[46] G. Gonzalez *et al.*, "Development of 3d printable formulations containing cnt with enhanced electrical properties," *Polymer*, vol. 109, pp. 246–253, 2017.

[47] R. D. Farahani *et al.*, "Direct-write fabrication of freestanding nanocomposite strain sensors," *Nanotechnology*, vol. 23, no. 8, p. 085 502, 2012.

[48] S.-z. Guo, X. Yang, M.-C. Heuzey, D. Therriault, "3d printing of a multifunctional nanocomposite helical liquid sensor," *Nanoscale*, vol. 7, no. 15, pp. 6451–6456, 2015.

[49] P.-H. Wang, S. Ghoshal, P. Gulgunje, N. Verghese, S. Kumar, "Polypropylene nanocomposites with polymer coated multiwall carbon nanotubes," *Polymer*, vol. 100, pp. 244–258, 2016.

[50] Y. Kong, J. Yuan, Z. Wang, J. Qiu, "Study on the preparation and properties of aligned carbon nanotubes/polylactide composite fibers," *Polymer composites*, vol. 33, no. 9, pp. 1613–1619, 2012.

[51] S. Ghoshal, P.-H. Wang, P. Gulgunje, N. Verghese, S. Kumar, "High impact strength polypropylene containing carbon nanotubes," *Polymer*, vol. 100, pp. 259–274, 2016.

[52] A. R. Murray *et al.*, "Factoring-in agglomeration of carbon nanotubes and nanofibers for better prediction of their toxicity versus asbestos," *Particle and fibre toxicology*, vol. 9, no. 1, pp. 1–19, 2012.

[53] C.-C. Chu, K. L. White, P. Liu, X. Zhang, H.-J. Sue, "Electrical conductivity and thermal stability of polypropylene containing well-dispersed multi-walled carbon nanotubes disentangled with exfoliated nanoplatelets," *Carbon*, vol. 50, no. 12, pp. 4711–4721, 2012.

[54] A. R. Bhattacharyya *et al.*, "Crystallization and orientation studies in polypropylene/single wall carbon nanotube composite," *Polymer*, vol. 44, no. 8, pp. 2373–2377, 2003.

[55] X. Wei *et al.*, "3d printable graphene composite," *Scientific reports*, vol. 5, no. 1, pp. 1–7, 2015.

[56] C. Wu, H. Liao, "Interface design of environmentally friendly carbon nanotube-filled polyester composites: Fabrication, characterisation, functionality and application.," *Express Polymer Letters*, vol. 11, no. 3, 2017.

[57] O. A. Mohamed, S. H. Masood, J. L. Bhowmik, "Influence of processing parameters on creep and recovery behavior of fdm manufactured part using definitive screening design and ann," *Rapid Prototyping Journal*, 2017.

[58] H. Zhang *et al.*, "Tensile, creep, and fatigue behaviors of 3d-printed acrylonitrile butadiene styrene," *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 27, no. 1, pp. 57–62, 2018.

[59] A. Imeri, "Investigation of the mechanical properties for fiber reinforced additively manufactured components," Ph.D. dissertation, Tennessee Technological University, 2017.

[60] K. V. Niaza, F. S. Senatov, A. Stepashkin, N. Y. Anisimova, M. V. Kiselevsky, "Long-term creep and impact strength of biocompatible 3d-printed pla-based scaffolds," in *Nano Hybrids and Composites*, Trans Tech Publ, vol. 13, 2017, pp. 15–20.

[61] M. Eftekhari, A. Fatemi, "Tensile, creep and fatigue behaviours of short fibre reinforced polymer composites at elevated temperatures: A literature survey," *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 38, no. 12, pp. 1395–1418, 2015.

[62] Z. Yin, L. Fan, T. Wang, "Experimental investigation of the viscoelastic deformation of pc, abs and pc/abs alloys," *Materials Letters*, vol. 62, no. 17-18, pp. 2750–2753, 2008.

[63] O. A. Mohamed, S. H. Masood, J. L. Bhowmik, "Experimental investigation of time-dependent mechanical properties of pc-abs prototypes processed by fdm additive manufacturing process," *Materials letters*, vol. 193, pp. 58–62, 2017.

[64] D. Dakshinamurthy, S. Gupta, "A study on the influence of process parameters on the viscoelastic properties of abs components manufactured by fdm process," *Journal of The Institution of Engineers (India): Series C*, vol. 99, no. 2, pp. 133–138, 2018.

[65] O. A. Mohamed, S. H. Masood, J. L. Bhowmik, "Analytical modelling and optimization of the temperature-dependent dynamic mechanical properties of fused deposition fabricated parts made of pc-abs," *Materials*, vol. 9, no. 11, p. 895, 2016.

[66] R. Keshavamurthy, V. Tambrallimath, A. Badari, R. A. Krishna, G. Kumar, M. Jeevan, "Friction and wear behaviour of copper reinforced acrylonitrile butadiene styrene based polymer composite developed by fused deposition modelling process," *FME Transactions*, vol. 48, no. 3, pp. 543–550, 2020.

[67] I. Istif, O. Isin, E. Uzunsoy, D. Uzunsoy, "Non-linear modelling of pm brake lining wear behaviour," *Materials Testing*, vol. 54, no. 1, pp. 45–48, 2012.

[68] M. Younesi, M. Bahrololoom, M. Ahmadzadeh, "Prediction of wear behaviors of nickel free stainless steel–hydroxyapatite bio-composites using artificial neural network," *Computational Materials Science*, vol. 47, no. 3, pp. 645–654, 2010.

[69] A. Peng, X. Xiao, R. Yue, "Process parameter optimization for fused deposition modeling using response surface methodology combined with fuzzy inference system," *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 73, no. 1, pp. 87–100, 2014.

[70] A. K. Sood, R. K. Ohdar, S. S. Mahapatra, "Experimental investigation and empirical modelling of fdm process for compressive strength improvement," *Journal of Advanced Research*, vol. 3, no. 1, pp. 81–90, 2012.

[71] A. K. Sood, R. Ohdar, S. Mahapatra, "A hybrid ann-bfoa approach for optimization of fdm process parameters," in *International conference on swarm, evolutionary, and memetic computing*, Springer, 2010, pp. 396–403.

[72] H. K. Sezer, O. Eren, "Fdm 3d printing of mwcnt re-inforced abs nano-composite parts with enhanced mechanical and electrical properties," *Journal of manufacturing processes*, vol. 37, pp. 339–347, 2019.

[73] B. Wang, Y. Chen, T. Qu, F. Li, "Structure and properties of multi-walled carbon nanotube/acrylonitrile butadiene styrene nanocomposite specimens prepared by fused deposition modeling," *Journal of Macromolecular Science, Part B*, vol. 60, no. 2, pp. 77–87, 2021.

[74] A. Standard *et al.*, "Standard terminology for additive manufacturing technologies," *ASTM International F2792-12a*, 2012.

[75] C. W. Hull, *Apparatus for production of three-dimensional objects by stereolithography*, US Patent 4,575,330, Mar. 1986.

[76] T. D. Ngo, A. Kashani, G. Imbalzano, K. T. Nguyen, D. Hui, "Additive manufacturing (3d printing): A review of materials, methods, applications and challenges," *Composites Part B: Engineering*, vol. 143, pp. 172–196, 2018.

[77] R. Truss, G. Chadwick, "Tensile deformation behaviour of abs polymers," *Journal of Materials Science*, vol. 11, no. 1, pp. 111–117, 1976.

[78] R. Song, C. Telenko, "Material and energy loss due to human and machine error in commercial fdm printers," *Journal of cleaner production*, vol. 148, pp. 895–904, 2017.

[79] J. F. Rodrıguez, J. P. Thomas, J. E. Renaud, "Mechanical behavior of acrylonitrile butadiene styrene (abs) fused deposition materials. experimental investigation," *Rapid Prototyping Journal*, 2001.

[80] A. Vairis, M. Petousis, N. Vidakis, K. Savvakis, "On the strain rate sensitivity of abs and abs plus fused deposition modeling parts," *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 25, no. 9, pp. 3558–3565, 2016.

[81] S. Garzon-Hernandez, A. Arias, D. Garcia-Gonzalez, "A continuum constitutive model for fdm 3d printed thermoplastics," *Composites Part B: Engineering*, vol. 201, p. 108 373, 2020.

[82] A. R. Torrado, D. A. Roberson, "Failure analysis and anisotropy evaluation of 3d-printed tensile test specimens of different geometries and print raster patterns," *Journal of Failure Analysis and Prevention*, vol. 16, no. 1, pp. 154–164, 2016.

[83] R. Zou *et al.*, "Isotropic and anisotropic elasticity and yielding of 3d printed material," *Composites Part B: Engineering*, vol. 99, pp. 506–513, 2016.

[84] J. Chacón, M. A. Caminero, E. Garcıa-Plaza, P. J. Núnez, "Additive manufacturing of pla structures using fused deposition modelling: Effect of process parameters on mechanical properties and their optimal selection," *Materials & Design*, vol. 124, pp. 143–157, 2017.

[85] B. Rankouhi, S. Javadpour, F. Delfanian, T. Letcher, "Failure analysis and mechanical characterization of 3d printed abs with respect to layer thickness and orientation," *Journal of Failure Analysis and Prevention*, vol. 16, no. 3, pp. 467–481, 2016.

[86] N. Aliheidari, R. Tripuraneni, C. Hohimer, J. Christ, A. Ameli, S. Nadimpalli, "The impact of nozzle and bed temperatures on the fracture resistance of fdm printed materials," in *Behavior and Mechanics of Multifunctional Materials and Composites 2017*, SPIE, vol. 10165, 2017, pp. 222–230.

[87] Q. Sun, G. Rizvi, C. Bellehumeur, P. Gu, "Effect of processing conditions on the bonding quality of fdm polymer filaments," *Rapid prototyping journal*, 2008.

[88] A. Nassar, M. Younis, M. Elzareef, E. Nassar, "Effects of heat-treatment on tensile behavior and dimension stability of 3d printed carbon fiber reinforced composites," *Polymers*, vol. 13, no. 24, p. 4305, 2021.

[89] N. Jayanth, K. Jaswanthraj, S. Sandeep, N. H. Mallaya, S. R. Siddharth, "Effect of heat treatment on mechanical properties of 3d printed pla," *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, vol. 123, p. 104 764, 2021.

[90] L. Li, Q. Sun, C. Bellehumeur, P. Gu, "Composite modeling and analysis for fabrication of fdm prototypes with locally controlled properties," *Journal of manufacturing processes*, vol. 4, no. 2, pp. 129–141, 2002.

[91] M. D. Abràmoff, P. J. Magalhães, S. J. Ram, "Image processing with ımagej," *Biophotonics international*, vol. 11, no. 7, pp. 36–42, 2004.

[92] M. Luessi, M. Eichmann, G. M. Schuster, A. K. Katsaggelos, "Framework for efficient optimal multilevel image thresholding," *Journal of Electronic Imaging*, vol. 18, no. 1, p. 013 004, 2009.

[93] M. Spoerk, J. Sapkota, G. Weingrill, T. Fischinger, F. Arbeiter, C. Holzer, "Shrinkage and warpage optimization of expanded-perlite-filled polypropylene composites in extrusion-based additive manufacturing," *Macromolecular materials and engineering*, vol. 302, no. 10, p. 1 700 143, 2017.

[94] L. Yang *et al.*, "Effects of carbon nanotube on the thermal, mechanical, and electrical properties of pla/cnt printed parts in the fdm process," *Synthetic Metals*, vol. 253, pp. 122–130, 2019.

[95] H. Eyring, "Viscosity, plasticity, and diffusion as examples of absolute reaction rates," *The Journal of chemical physics*, vol. 4, no. 4, pp. 283–291, 1936.

[96] Ö. U. Colak, N. Bahlouli, D. Uzunsoy, C. Francart, "High strain rate behavior of graphene-epoxy nanocomposites," *Polymer Testing*, vol. 81, p. 106 219, 2020.

[97] A. M. Forster, A. M. Forster, "Materials testing standards for additive manufacturing of polymer materials: State of the art and standards applicability," 2015.

[98] J. Vincent, "Structural biomaterials," in *Structural Biomaterials*, Princeton University Press, 2012.

[99] K. Greff, R. K. Srivastava, J. Koutnık, B. R. Steunebrink, J. Schmidhuber, "Lstm: A search space odyssey," *IEEE transactions on neural networks and learning systems*, vol. 28, no. 10, pp. 2222–2232, 2016.

[100] T. Lin, B. G. Horne, P. Tino, C. L. Giles, "Learning long-term dependencies in narx recurrent neural networks," *IEEE Transactions on Neural Networks*, vol. 7, no. 6, pp. 1329–1338, 1996.

[101] D. Kim, "Normalization methods for input and output vectors in backpropagation neural networks," *International journal of computer mathematics*, vol. 71, no. 2, pp. 161–171, 1999.

[102] T. Gulikers, "An integrated machine learning and finite element analysis framework, applied to composite substructures including damage," 2018.

TEZDEN ÜRETİLMİŞ YAYINLAR

Makale

1. I. Istif, K. Feratoglu, O.U. Colak ve A. Acar, "Investigation Of Tensile, Viscoelastic, And Viscoplastic Behavior Of Polylactic Acid Manufactured By Fused Deposition Modeling,"Journal of Testing and Evaluation, vol. 49, no. 4, p. 2831, 2021.

2. S.S. Karabeyoglu, O. Eksi, I. Istif ve K. Feratoglu, "Identification Of Tensile Behaviour Of Polylactic Acid Parts Manufactured By Fused Deposition Modelling Under Heat-Treated Conditions Using Nonlinear Autoregressive With Exogenous And Transfer Function Models,"Journal of Polymer Engineering, vol. 42, no. 10, p. 1004, 2022.

3. K. Feratoglu, I. Istif ve O. Y. Gumus, "Wear Prediction of 3D Printed Acrylonitrile Butadiene Styrene-Carbon Nanotube Nanocomposites at Elevated Temperatures,"Journal of Polymer Engineering, vol. 43, no. 4, p. 1, 2023.

Konferans Bildirisi

1. I. Istif, K. Feratoglu and A. Acar, "Investıgatıon Of Mechanıcal Behavıours Of Pla Parts manufactured By Fused Deposıtıon Modeling,"Proceedings of University of Ruse, vol. 56, no. 2, p. 37, 2017.