T.C.

YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KATMANLI İMALAT TEKNOLOJİLERİNE YÖNELİK ÖZELLİKLERİ İYİLEŞTİRİLMİŞ FİTİL/FİLAMAN GELİŞTİRİLMESİ

Gizem ŞIDIM

DOKTORA TEZİ

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Kimya Mühendisliği Programı

Danışman

Prof. Dr. Belma ÖZBEK

Eş Danışman

Dr. Mustafa DOĞU

Temmuz, 2025

T.C.

YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KATMANLI İMALAT TEKNOLOJİLERİNE YÖNELİK ÖZELLİKLERİ İYİLEŞTİRİLMİŞ FİTİL/FİLAMAN GELİŞTİRİLMESİ

Gizem ŞIDIM tarafından hazırlanan tez çalışması 08.07.2025 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Kimya Mühendisliği Programı **DOKTORA TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Belma ÖZBEK
Yıldız Teknik Üniversitesi
Danışman

Dr. Mustafa DOĞU
Mir Ar-Ge A.Ş.
Eş-Danışman

Jüri Üyeleri

Prof. Dr. Belma ÖZBEK, Danışman
Yıldız Teknik Üniversitesi _____

Prof. Dr. Kutlu ÜLGEN, Üye
Boğaziçi Üniversitesi _____

Prof. Dr. Elçin YILMAZ, Üye
Yıldız Teknik Üniversitesi _____

Prof. Dr. Nil ACARALI, Üye
Yıldız Teknik Üniversitesi _____

Prof. Dr. Aliihsan KOCA, Üye
İstanbul Teknik Üniversitesi _____

Danışmanım Prof. Dr. Belma ÖZBEK sorumluluğunda tarafımca hazırlanan "Katmanlı İmalat Teknolojilerine Yönelik Özellikleri İyileştirilmiş Fitil/Filaman Geliştirilmesi" 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.

Gizem ŞIDIM

İmza

Bu çalışma, “Polimer Matrisli İleri Kompozit Malzemeler ve Üretim Teknolojilerinin Geliştirilmesi Alanında Doktoralı Personelin Disiplinler Arası Yetiştirilmesi” TÜBİTAK, BİDEB-2244 / Üniversite-Sanayi İşbirliği Modeli kapsamında Yıldız Teknik Üniversitesi - Mir Araştırma ve Geliştirme A.Ş. iş birliğinde 118C073 nolu projesi ve Yıldız Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi’nin FDK-2022-5175 nolu projesi ile desteklenmiştir.



Aileme

TEŞEKKÜR

Dünyada yaygınlaşan katmanlı imalat teknolojilerinde kullanıma uygun alternatif malzeme geliştirilmesi için çalıştığım doktora tezimde bilgi birikimi ve deneyimlerini benimle paylaşan saygıdeğer tez danışmanım Prof. Dr. Belma ÖZBEK'e, bilgi ve deneyimleri ile bana yol gösteren eş danışmanım sevgili Dr. Mustafa DOĞU'ya, bilgi ve önerileri ile yardımcı olan Arş. Gör. Dr. Aylin ALTINBAY ve eğitim-öğretim hayatım boyunca bana katkıda bulunan tüm değerli hocalarıma sonsuz teşekkürlerimi ve saygılarımı sunarım.

Desteklerinden ve sunduğu imkanlardan ötürü MİR Araştırma ve Geliştirme A.Ş.'ye, üretim ve deneysel çalışmalarımda bana yardımcı olan firmadaki çalışma arkadaşlarıma müteşekkirim.

Tüm üretim çalışmalarını beraber yürüttüğümüz, her türlü destek olan sevgili arkadaşım Hakan ÖZTÜRK'e, lisansüstü eğitiminin bana kazandırdığı, her türlü fikir alışverişi yaptığımız ve her daim yanımda olan sevgili dostum Ezgi UÇAR'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

"Polimer Matrisli İleri Kompozit Malzemeler ve Üretim Teknolojilerinin Geliştirilmesi Alanında Doktoralı Personelin Disiplinler Arası Yetiştirilmesi" TÜBİTAK BİDEB-2244 Üniversite-Sanayi İşbirliği Modeli kapsamında Yıldız Teknik Üniversitesi - Mir Araştırma ve Geliştirme A.Ş. iş birliğinde 118C073 nolu proje ile TÜBİTAK'a, FDK-2022-5175 nolu proje ile Yıldız Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi'ne ve proje çalışmalarının gerçekleştirildiği süre boyunca teknik altyapı, ekipman ve laboratuvar desteği sağlayan Mir Araştırma ve Geliştirme A.Ş.'ye katkılarından dolayı teşekkürlerimi sunarım.

Hayatımın her alanında her zaman yanımda olup beni destekleyen hiçbir zaman yalnız bırakmayan canım babam Serdar ŞIDIM, değerli annem Birgen ŞIDIM ve biricik kardeşim Anıl ŞIDIM'a teşekkürlerimi sunarım.

Gizem ŞIDIM

İÇİNDEKİLER

SİMGE LİSTESİ ix
KISALTMA LİSTESİ xi
ŞEKİL LİSTESİ xiii
TABLO LİSTESİ xvii
ÖZET xix
ABSTRACT xxi
1 GİRİŞ 1
1.1 Literatür Özeti 1
1.2 Tezin Amacı 2
1.3 Hipotez 3
2 KATMANLI İMALAT TEKNOLOJİLERİ 4
2.1 Katmanlı İmalat Teknolojisi 4
2.1.1 Katmanlı İmalat Teknolojisi Proses Akışı 6
2.1.2 Katmanlı İmalat Teknolojisi Çeşitleri 6
2.2 Filaman Üretimi 11
2.2.1 Filaman Üretimi ile ilgili Yapılmış Çalışmalar 12
2.2.2 CFR-TP Filaman Üretimi ile İlgili Yapılmış Çalışmalar 13
3 KOMPOZİT MALZEMELER 18
3.1 Kompozit Malzemeler 18
3.1.1 Polimer Kompozitler 18
3.2 Emdirme (Emprenye) 26
3.2.1 Gözenekli Fiber Demetine Emdirme İşlemi 27
3.2.2 Tamamen Emdirilmiş Ara Ürünler 30
4 MATERYAL VE YÖNTEM 35
4.1 Materyaller 35
4.2 CFR Filaman Üretim Prosesi 36

4.3 CFR-GF PP Filaman Üretim Parametreleri 39
4.4 CFR-CF PP Filaman Üretim Parametreleri 39
4.5 CFR-CF PPS Filaman Üretim Parametreleri 39
4.6 Polimer Malzemelerin ve Filamanların Karakterizasyonu 39
4.6.1 Polimer Malzemelerin Karakterizasyonu……...39
4.6.2 Filamanların Karakterizasyonu……..40
4.7 Deneysel Tasarım.....41
5 BULGULAR VE TARTIŞMA 44
5.1 Emdirme Kalıbı Tasarımı ve Optimizasyon Çalışmaları.....44
5.1.1 Emdirme Kalıbı Tasarımı Çalışmaları……..44
5.1.2 Emdirme Kalıbı Optimizasyon Çalışmaları……..45
5.2 PP ve PPS Matrislerin Reometre Analiz Sonuçları 59
5.3 CFR-CF PP Filamanların Karakterizasyon Sonuçları 62
5.3.1 CFR-CF PP Filamanların Yoğunluk Analizi……62
5.3.2 CFR-CF PP Filamanların Fiber İçeriği Analizi……62
5.3.3 CFR-CF PP Filamanların Mekanik Analizi……..64
5.3.4 CFR-CF PP Filamanların DSC Analizi……66
5.3.5 CFR-CF PP Filamanların Mikroskop Analizi……..70
5.3.6 CFR-CF PP Filamanların SEM Analizi……72
5.3.7 CFR-CF PP Filamanların Varyans Analizi (ANOVA)…….76
5.4 CFR-GF PP Filamanların Karakterizasyon Sonuçları 86
5.4.1 CFR-GF PP Filamanların Yoğunluk Analizi……86
5.4.2 CFR-GF PP Filamanların Fiber İçeriği Analizi……86
5.4.3 CFR-GF PP Filamanların Mekanik Analizi…….....87
5.4.4 CFR-GF PP Filamanların DSC Analizi……89
5.4.5 CFR-GF PP Filamanların Mikroskop Analizi……..92
5.4.6 CFR-GF PP Filamanların SEM Analizi……95
5.4.7 CFR-GF PP Filamanların Varyans Analizi (ANOVA)……98

5.5 CFR-CF PPS Filamanların Karakterizasyon Sonuçları 108
5.5.1 CFR-CF PPS Filamanların Yoğunluk Analizi…… 108
5.5.2 CFR-CF PPS Filamanların Fiber İçeriği Analizi…… 108
5.5.3 CFR-CF PPS Filamanların Mekanik Analizi……..109
5.5.4 CFR-CF PPS Filamanların DSC Analizi…… 111
5.5.5 CFR-CF PPS Filamanların Mikroskop Analizi…….. 114
5.5.6 CFR-CF PPS Filamanların SEM Analizi……116
6 SONUÇ **121**
KAYNAKÇA **127**
EK-A ÜRETİM KODLARI **137**
TEZDEN ÜRETİLMİŞ YAYINLAR **139**

SİMGE LİSTESİ

$\Delta H_{m(crys)}$	%100 Kristalin Polimerin Erime Entalpisi
W_f	Ağırlıkça Fiber İçeriği Oranı
$\triangle p$	Akış Yönündeki Basınç Farkı
η	Akışkanın Viskozitesi
T_g	Camsı Geçiş Sıcaklığı
σ	Çekme Dayanımı
υ	Çekme Hızı
E	Çekme Modülü
s	Emdirme Derinliği
t	Emdirme Süresi
r_f	Fiber Çapı
V_f	Fiber Hacim Oranı
d_{fiber}	Fiber Yoğunluğu
σ_f	Fiberin Çekme Dayanımını
E_f	Fiberin Çekme Modülü
$d_{filaman}$	Filamanın Yoğunluğu
K	Geçirgenlik Katsayısı
GPa	Giga Pascal
N	Gürültü Değeri
k	Kozeny Sabiti
X_c	Kristalinite
V_M	Matris Hacim Oranı
σ_M	Matrisin Çekme Dayanımı
E_M	Matrisin Çekme Modülünü
MPa	Mega Pascal
μm	Mikrometre
ΔH_m	Numunenin Erime Entalpisi
Pa	Pascal
P	Pim

$d_{polimer}$	Polimer Yoğunluğu
T	Sıcaklık
S	Sinyal Değeri

KISALTMA LİSTESİ

3D	3 Boyutlu
3DP	3 Boyutlu Baskı
ABS	Akrilonitril Bütadien Stiren
AM	Katmanlı İmalat
ANOVA	Varyans Analizi
CAD	Bilgisayar Destekli Tasarım
CF	Karbon Fiber
CFR	Sürekli Fiber Takviyeli
CFRTP	Sürekli Fiber Takviyeli Termoplastik Kompozit
CFR-CF	Sürekli Karbon Fiber Takviyeli
CFR-GF	Sürekli Cam Fiber Takviyeli
DMA	Dinamik Mekanik Analiz
DSC	Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
FDM	Kaynaşık Biriktirme Modellemesi
FFF	Erimiş Filament Üretimi
GF	Cam Fiber
HIPS	Yüksek Darbe Polistireni
IFSS	Arayüzey Kesme Mukavemetini
LOM	Lamine Nesne Üretimi
MFI	Eriyik Akış İndeksi
PA	Poliamid
PAN	Poliakrilonitril
PC	Polikarbonat
PE	Polietilen
PEEK	Polietereterketon
PEI	Polieterimid
PES	Polietersülfon
PLA	Polilaktik Asit
PMMA	Polimetil Metakrilat

PP	Polipropilen
PPS	Polifenilen Sülfit
PVC	Polivinil Klorür
ROM	Karışımlar Kuralı
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
SLA	Stereolitografisi
SLS	Seçici Lazer Sinterleme
ULTEM	Yüksek Performanslı Polieterimid
UTS	Nihai Çekme Dayanımı

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 2.1 Katmanlı imalat teknolojilerinin kullanıldığı endüstriler 5

Şekil2.2 Katmanlı imalat teknolojilerinin kullanıldığı bazı popüler ürün veya hizmetler 5

Şekil 2.3 Katmanlı imalat teknolojisi proses akışı 6

Şekil 2.4 FDM sistemi şeması 9

Şekil 2.5 Önceden emdirilmiş CFR kompozit filamanın FDM'de ekstrüzyonu 11

Şekil 3.1 Fiberlerin sınıflandırılması 21

Şekil 3.2 Kompozitin temel bileşenleri ve özellikleri 23

Şekil3.3 Tek boyutlu akışa uygulanan Darcy Yasası için belirtilen süreç parametreleri geometrisi 28

Şekil 3.4 Sabit bir silindirik pim üzerine çekilen fiber demeti 29

Şekil 3.5 Yaklaşık 10 mm uzunluğunda paralel fiberler içeren kısmen emdirilmiş enjeksiyon kalıplama malzemelerinin sürekli üretimi için çapraz kafalı kalıp ekstrüzyonu 31

Şekil 3.6 Pim emdirme işleminin şeması 31

Şekil 3.7 Pimler kullanarak emdirme mekanizması 32

Şekil 3.8 Eriyik emdirme teknikleri-emdirme çarkı ve emdirme nozulu 32

Şekil 4.1 Emdirme kalıbı görseli 37

Şekil 4.2 CFR filaman üretim hattı görseli 37

Şekil 4.3 Emdirme kalıbı pim konfigürasyonları 38

Şekil 5.1 Çalışmada tasarlanan emdirme kalıbı 45

Şekil 5.2 Çalışmada tasarlanan emdirme kalıbının yan kesit görüntüsü 45

Şekil 5.3 Ansys-Polyflow analiz aşamaları: a) geometri, b) ağ (mesh), c) ayar ve d) sonuç 46

Şekil 5.4 Çarpıklık ağ metrik spektrumu 47

Şekil 5.5 Ortogonal kalite ağ metrik spektrumu 47

Şekil 5.6 Fiberin girdiği yerdeki hız grafiği 49

Şekil 5.7 Filaman çıkışındaki hız grafiği 49

Şekil 5.8 Emdirme kalıbındaki akış profilleri; a) 5 mm, b) 10 mm, c) 15 mm, d) 20 mm ve 30 mm 50

Şekil 5.9 Fiber giriş alanındaki akış profilleri; a) 5 mm, b) 10 mm, c) 15 mm, d) 20 mm ve e) 30 mm 51

Şekil 5.10 Emdirme alanı uzunluğu-fiberin girdiği yerdeki hız grafiği 53

Şekil 5.11 Emdirme kalıbındaki hız akış profilleri..... 54

Şekil 5.12 Emdirme kalıbındaki lokal kayma hızı profilleri (min:0 max:5) 55

Şekil5.13 Emdirme kalıbında yer alan ortadaki yayıcı pimlerin olduğu yerdeki basınç profilleri 56

Şekil 5.14 100, 160, 180 ve 200 mm uzunluğu için pimlerdeki açıların görüntüsü 58

Şekil 5.15 Çalışmada kullanılan nihai kalıp görseli; a) kalıp görseli ve b) pimlerin konumu 59

Şekil 5.16 PP malzemenin kayma hızı-viskozite grafiği 60

Şekil 5.17 PPS malzemenin kayma hızı-viskozite grafiği..... 61

Şekil 5.18 CFR-CF PP filamanların gerinim-gerilim grafiği 66

Şekil 5.19 CFR-CF PP filamanların 1. Isıtma grafiği..... 68

Şekil 5.20 CFR-CF PP filamanların soğutma grafiği 68

Şekil 5.21 CFR-CF PP filamanların 2. Isıtma grafiği..... 69

Şekil5.22 CFR-CF PP filamanların optik mikroskop görüntüleri; a) pim kullanılmadan ve b) pim kullanılarak 71

Şekil 5.23 CFR-CF PP filamanların optik mikroskop görüntüleri; (a) PP-CF-220-5-2'in enine kesit görünümü, (b) PP-CF-230-4-3'ün enine kesit görünümü 71

Şekil 5.24 CFR-CF PP filamanların iç yapıları; (a) ve (b) PP-CF-220-5-2, (c) ve (d) PP-CF-230-4-3 72

Şekil 5.25 CFR-CF PP filamanların 500 µm SEM görüntüleri ile kesitlerinin incelenmesi; (a) PP-CF-220-5-2'ün kesiti, (b) PP-CF-230-4-3'ün kesiti, (c) PP-CF-220-5-2'in fiber dağılımı, (d) PP-CF-230-4-3'ün fiber dağılımı 74

Şekil 5.26 PP-CF-220-5-2 numunesinin 100 µm SEM görüntüleri 75

Şekil 5.27 CFR-CF PP filamanlarının gözeneklilik, kümelenmiş fiber alanlarının ve polimer emdirilmemiş alanlarının görüldüğü SEM görüntüleri; a) 200 µm ve b) 300 µm 75

Şekil 5.28 CFR-CF PP filamanlarının ImageJ ile gözeneklilik hesabı görüntüleri; (a) PP-CF-220-5-2 ve (b) PP-CF-230-4-3 76

Şekil 5.29 CFR-CF PP filamanların çekme dayanımında SN oranları için ana etki grafiği 80

Şekil 5.30 CFR-CF PP filamanların çekme modülünde SN oranları için ana etki grafiği 80

Şekil 5.31 CFR-CF PP filamanların kontrol faktörlerinin çekme dayanımı üzerine 3D'lu etki grafikleri; a) çekiş hızı ve emdirme kalıbı sıcaklığı, b) çekiş

hızı ve yayıcı pim konumu ve c) emdirme kalıbı sıcaklığı ve yayıcı pim konumu 82

Şekil 5.32 CFR-CF PP filamanların kontrol faktörlerinin çekme modülü üzerine 3D'lu etki grafikleri; a) çekiş hızı ve emdirme kalıbı sıcaklığı, b) çekiş hızı ve yayıcı pim konumu ve c) emdirme kalıbı sıcaklığı ve yayıcı pim konumu 83

Şekil 5.33 CFR-GF PP filamanların gerinim-gerilim grafiği 89

Şekil 5.34 CFR-GF PP filamanların 1. Isıtma grafiği 91

Şekil 5.35 CFR-GF PP filamanların soğutma grafiği 91

Şekil 5.36 CFR-GF PP filamanların 2. Isıtma grafiği 92

Şekil 5.37 CFR-GF PP filamanların optik mikroskop görüntüleri; (a) PP-GF-210-4-2'in enine kesit görünümü, (b) PP-GF-210-5-3'ün enine kesit görünümü 93

Şekil 5.38 CFR-GF PP filamanların iç yapıları; (a)-(c) PP-GF-210-4-2, (d)-(f) PP-GF-210-5-3 94

Şekil 5.39 CFR-GF PP filamanların 500 μm SEM görüntüleri ile kesitlerinin incelenmesi; (a) PP-GF-210-4-2'ün kesiti, (b) PP-GF-210-5-3'ün kesiti, (c) PP-GF-210-4-2'in fiber dağılımı, (d) PP-GF-210-5-3'ün fiber dağılımı 96

Şekil 5.40 PP-GF-210-4-2 numunesinin 100 μm SEM görüntüleri 96

Şekil 5.41 CFR-GF PP filamanlarının gözeneklilik, kümelenmiş fiber alanlarının ve polimer emdirilmemiş alanlarının görüldüğü 300 μm SEM görüntüleri 97

Şekil 5.42 CFR-GF PP filamanlarının ImageJ ile gözeneklilik hesabı görüntüleri; (a) PP-GF-210-4-2 ve (b) PP-GF-210-5-3 98

Şekil 5.43 CFR-GF PP filamanların çekme dayanımında SN oranları için ana etki grafiği 102

Şekil 5.45 CFR-GF PP filamanların kontrol faktörlerinin çekme dayanımı üzerine 3D'lu etki grafikleri; a) çekiş hızı ve emdirme kalıbı sıcaklığı, b) çekiş hızı ve yayıcı pim konumu ve c) emdirme kalıbı sıcaklığı ve yayıcı pim konumu 105

Şekil 5.46 CFR-GF PP filamanların kontrol faktörlerinin çekme modülü üzerine 3D'lu etki grafikleri; a) çekiş hızı ve emdirme kalıbı sıcaklığı, b) çekiş hızı ve yayıcı pim konumu ve c) emdirme kalıbı sıcaklığı ve yayıcı pim konumu 106

Şekil 5.47 CFR-CF PPS filamanların gerinim-gerilim grafiği 111

Şekil 5.48 CFR-CF PPS filamanların 1. Isıtma grafiği 113

Şekil 5.49 CFR-CF PPS filamanların soğutma grafiği 113

Şekil 5.50 CFR-CF PPS filamanların 2. Isıtma grafiği 114

Şekil 5.51 CFR-CF PPS filamanların optik mikroskop görüntüleri; (a) PPS-CF-350-3-1'ün enine kesiti, (b) PPS-CF-350-4-1'ün enine kesiti, (c) PPS-

CF-350-5-1'in enine kesiti, (d) PPS-CF-350-3-1'ün iç yapısı, e) PPS-CF-350-4-1'ün iç yapısı ve d) PPS-CF-350-5-1'in iç yapısı 115

Şekil5.52 CFR-CF PPS filamanların 500 µm SEM görüntüleri ile kesitinin incelenmesi; (a) PPS-CF-350-3-1'ün kesiti, (b) PPS-CF-350-4-1'ün kesiti, (c) PPS-CF-350-5-1'in kesiti, (d) PPS-CF-350-3-1'ün fiber dağılımı, (e) PPS-CF-350-4-1'ün fiber dağılımı, (c) PPS-CF-350-5-1'in fiber dağılımı..... 117

Şekil 5.54 CFR-CF PPS filamanlarının gözeneklilik, kümelenmiş fiber alanlarının ve polimer emdirilmemiş alanlarının görüldüğü SEM görüntüleri; a) 100 µm, b) 200 µm ve c) 80 µm..... 119

Şekil 5.55 CFR-CF PPS filamanlarının gözeneklilik hesabı gerçekleştirilen 500 µm SEM kesit alan görüntüleri; a) PPS-CF-350-3-1 numunesinin gözenekliliği, b) PPS-CF-350-4-1 numunesinin gözenekliliği ve c) PPS-CF-350-5-1 numunesinin gözenekliliği 120

TABLO LİSTESİ

Tablo 2.1 Bazı katmanlı imalat teknolojilerinin çalışma prensipleri 7
Tablo 4.1 Polimer malzemelerin özellikleri 35
Tablo 4.2 Fiber malzemelerin özellikleri 36
Tablo 4.3 Yayıcı pim konumlarının açı değerleri 38
Tablo 4.4 Deneysel tasarım parametreleri ve seviyeleri 43
Tablo 4.5 L_9 (3^4) ortogonal dizin 43
Tablo 4.6 CF/PP ve GF/PP filaman üretim kodları 43
Tablo 5.1 Fiber giriş alanı optimizasyonunda ağ işlemi sonrası elde edilen değerler 48
Tablo 5.2 Fiber giriş alanı uzunluğuna göre elde edilen hız değerleri 48
Tablo 5.3 Emdirme alanı optimizasyonunda ağ işlemi sonrası elde edilen değerler 52
Tablo 5.4 Emdirme alanı uzunluğuna göre elde edilen hız değerleri 53
Tablo 5.5 100, 160, 180 ve 200 mm uzunluğu için pimlerdeki açıların değerleri 57
Tablo 5.6 PP reometre analizi sonuçları 60
Tablo 5.7 PPS reometre analizi sonuçları 61
Tablo 5.8 CFR-CF PP filamanlarının yoğunluk değerleri 62
Tablo 5.9 CFR-CF PP filamanların fiber içeriği analizi sonucu 63
Tablo 5.10 CFR-CF PP filamanların çekme analizi sonucu 65
Tablo 5.11 CFR-CF PP filamanların DSC analizi sonucu 67
Tablo 5.12 CFR-CF PP filamanların çekme dayanımı için elde edilen S/N oranı sonuç tablosu (en yüksek-en iyi) 77
Tablo 5.13 CFR-CF PP filamanların çekme dayanımı için elde edilen ortalamalar oranı sonuç tablosu (en yüksek-en iyi) 77
Tablo 5.14 CFR-CF PP filamanların çekme modülü için elde edilen S/N oranı sonuç tablosu (en yüksek-en iyi) 77
Tablo 5.15 CFR-CF PP filamanların çekme modülü için elde edilen ortalamalar oranı sonuç tablosu (en yüksek-en iyi) 78
Tablo 5.16 CFR-CF PP filamanların çekme dayanımı için elde edilen ANOVA analiz değerleri 79

Tablo 5.17 CFR-CF PP filamanların çekme modülü için elde edilen ANOVAanaliz değerleri 79

Tablo 5.18 CFR-CF PP filamanların (5.10) ve (5.11) eşitliklerine göre hesaplanan çekme dayanımı ve çekme modülü değerleri..... 85

Tablo 5.19 CFR-GF PP filamanlarının yoğunluk değerleri 86

Tablo 5.20 CFR-GF PP filamanların fiber içeriği analizi sonucu..... 87

Tablo 5.21 CFR-GF PP filamanların çekme analizi sonucu 88

Tablo 5.22 CFR-GF PP filamanların DSC analizi sonucu..... 90

Tablo 5.23 CFR-GF PP filamanların çekme dayanımı için elde edilen S/N oranı sonuç tablosu (en yüksek-en iyi)..... 99

Tablo 5.24 CFR-GF PP filamanların çekme dayanımı için elde edilen ortalamalar oranı sonuç tablosu (en yüksek-en iyi) 99

Tablo 5.25 CFR-GF PP filamanların çekme modülü için elde edilen S/N oranı sonuç tablosu (en yüksek-en iyi)..... 99

Tablo 5.26 CFR-GF PP filamanların çekme modülü için elde edilen ortalamalar oranı sonuç tablosu (en yüksek-en iyi) 100

Tablo 5.27 CFR-GF PP filamanların çekme dayanımı için elde edilen ANOVA analiz değerleri..... 100

Tablo 5.28 CFR-GF PP filamanların çekme modülü için elde edilen ANOVA analiz değerleri..... 101

Tablo 5.29CFR-GF PP filamanların (5.12) ve (5.13) eşitliklerine göre çekme dayanımı ve çekme modülü değerleri 107

Tablo 5.30 CFR-CF PPS filamanların fiber içeriği analizi sonuçları 108

Tablo 5.31 CFR-CF PPS filamanların mekanik analiz sonuçları 110

Tablo 5.32 CFR-CF PPS filamanların DSC analizi sonucu..... 112

Tablo 6.1 CFR-CF PP, CFR-GF PP ve CFR-CF PPS filamanların mekanik özelliklerinin karşılaştırılması..... 122

Tablo A1.1 CFR-CF PP filaman üretim kodları 137

Tablo A1.2 CFR-GF PP filamanların üretim kodları..... 138

Tablo A1.3 CFR-CF PPS filamanların üretim kodları..... 138

ÖZET

Katmanlı İmalat Teknolojilerine Yönelik Özellikleri İyileştirilmiş Fitil/Filaman Geliştirilmesi

Gizem ŞIDIM

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı
Kimya Mühendisliği Programı
Doktora Tezi

Danışman: Prof. Dr. Belma ÖZBEK

Eş-Danışman: Dr. Mustafa DOĞU

Katmanlı imalat teknolojisi basit, hızlı ve az atık oluşturması nedeniyle tercih edilen ve son yıllarda gelişmekte olan bir teknolojidir. Bu teknoloji prototipleme, tıp, inşaat, havacılık, eğitim gibi alanlarda kullanılmaktadır. Katmanlı imalat teknolojilerinden en yaygın kullanılan yöntemlerden biri olan kaynaşık biriktirme modellemesi (FDM)'nin geliştirilmesi amacıyla son yıllarda çeşitli çalışmalar yapılmaktadır. Literatürde bu teknolojide kullanılan termoplastik filaman çeşitliliğinin arttırılması için çalışmalar yapılmaktadır.

Bu çalışmada katmanlı imalat teknolojilerinden biri olan FDM'de kullanılmak üzere özellikleri iyileştirilmiş fitil/filaman geliştirilmesi üzerine çalışmalar yapılmıştır. Bu doğrultuda mekanik özelliklerin iyileştirilmesi için sürekli fiber takviyeli filaman üretilmiştir. Çalışmada sürekli fiber takviyeli (CFR) filaman üretmek için ekstrüzyon ile kaplama yöntemi kullanılmıştır. Bu amaçla çalışmada emdirme kafa tasarımı, bilgisayar destekli modellemesi, optimizasyonu ve deneysel uygulamalar gerçekleştirilmiştir. Çalışmada sürekli karbon fiber takviyeli (CFR-

CF) polipropilen (PP), sürekli cam fiber takviyeli (CFR-GF) PP ve CFR-CF polifenilen sülfit (PPS) olmak üzere üç adet filaman üretimi gerçekleştirilmiştir. Proses parametresi olarak emdirme kalıbı sıcaklığı, yayıcı pim konumu ve çekiş hızı parametreleri çalışılmıştır. Hazırlanan filamanların özelliklerini tayin etmek amacıyla karakterizasyon analizleri gerçekleştirilmiştir.

CFR-CF PP filamanların çekme analizi sonucunda en yüksek çekme dayanımı PP-CF-220-5-2 numunesinde elde edilmiştir. CFR-GF PP filamanların mekanik analizi sonucunda en yüksek çekme dayanımı PP-GF-210-4-2 numunesinde elde edilmiştir. CFR-CF PPS filamanlarda en yüksek çekme dayanımı PPS-CF-350-5-1 numunesinde elde edilmiştir. Proses parametrelerinin etki oranları incelendiğinde, çekme dayanımı üzerinde en etkili parametrenin yayıcı pim konumu olduğu görülmüştür. Bu çalışma, CFR filaman üretim sürecine yönelik sistem geliştirilmesi, katmanlı imalat teknolojileri için yüksek performanslı filaman üretimi ve ilgili proses parametrelerinin optimizasyonu alanlarında literatüre özgün ve anlamlı katkılar sunmaktadır.

Anahtar Kelimeler: Sürekli fiber takviyeli filaman, katmanlı imalat teknolojisi, emdirme, polipropilen, polifenilen sülfit

ABSTRACT

Improved Roving/Filament Development For Additive Manufacturing Technologies

Gizem ŞIDIM

Department of Chemical Engineering
Doctor of Philosophy Thesis

Supervisor: Prof. Dr. Belma OZBEK

Co-supervisor: Dr. Mustafa DOGU

Additive manufacturing technology is a preferred technology due to its simplicity, speed and low waste generation and has been developing in recent years. This technology is used in areas such as prototyping, medicine, construction, aviation, and education. Various studies have been carried out in recent years to develop fused deposition modeling (FDM), one of the most widely used methods of additive manufacturing technologies. Studies are being carried out in the literature to increase the variety of thermoplastic filaments used in this technology.

In this study, studies were carried out on the development of roving/filament with improved properties to be used in FDM, one of the additive manufacturing technologies. In this direction, continuous fiber reinforced filament was produced to improve the mechanical properties. In the study, extrusion coating method was used to produce continuous fiber reinforced (CFR) filament. For this purpose, impregnation head design, computer-aided modeling, optimization and experimental applications were carried out in the study. During the studies, three

filaments were produced as continuous carbon fiber reinforced (CFR-CF) polypropylene (PP), continuous glass fiber reinforced (CFR-GF) PP and CFR-CF polyphenylene sulfide (PPS). Impregnation die temperature, spreader pin position and traction speed parameters were studied as process parameters. Characterization analyzes were carried out in order to determine the properties of the prepared filaments.

As a result of the tensile analysis of CFR-CF PP filaments, the highest tensile strength was obtained in the PP-CF-220-5-2 sample. According to mechanical analysis of CFR-GF PP filaments, the highest tensile strength was obtained in PP-GF-210-4-2 sample. The highest tensile strength in CFR-CF PPS filaments was obtained in PPS-CF-350-5-1 sample. According to the examination of the effect ratios of the process parameters, the spreader pin position was found to be the most effective parameter on the tensile strength. This study provides original and significant contributions to the literature in the areas of system development for CFR filament production, high-performance filament manufacturing for additive manufacturing technologies, and the optimization of related process parameters.

Keywords: Continuous fiber reinforced filament, additive manufacturing technology, impregnation, polypropylene, polyphenylene sulfide

1
GİRİŞ

1.1 Literatür Özeti

Katmanlı imalat teknolojileri, prototiplemeden karmaşık geometriye sahip fonksiyonel yapıların oluşturulmasına kadar geniş kapsamlı ürünlerin imalatında kullanılabilecek umut verici teknolojilerden biridir. Katmanlı imalat teknolojilerinin kullanımı tasarım süresinin kısa olması, hızlı prototipleme sağlaması ve ürün maliyetinde etkinliği nedeniyle son yıllarda önemli ve hızlı bir büyüme yaşamıştır [1]. Tıp (diş hekimliği ve biyomedikal gibi), inşaat, ergonomi, mimari, gıda üretimi, sanat, tekstil, mücevher, moda, eğitim, oyuncaklar, spor malzemeleri ve mühendislik dahil olmak üzere çeşitli alanlarda uygulamaları bulunmaktadır. Mühendislik endüstrisinde ise endüstriyel bileşenlerde, enerji sektöründe, otomotiv, havacılık ve uzay ve deniz inşaatı sektörlerine kadar uzanan çok çeşitli uygulamalarda kullanılmaktadır [2]. Katmanlı imalat teknolojisi stereolitografisi (SLA), kaynaşık biriktirme modellemesi (FDM), lamine nesne üretimi (LOM) ve seçici lazer sinterleme (SLS) gibi çok sayıda yöntemi kapsayan çok geniş bir terimdir [3]. FDM teknolojisi düşük maliyet, az miktarda malzeme atığı ve kolay olması gibi özelliklerinden dolayı yaygın olarak kullanılan katmanlı imalat teknolojilerinden biridir [4].

Katmanlı imalat işleminin özel aletlere ihtiyaç duymadan ve az miktarda atık malzeme üreterek, geleneksel üretim tekniklerinden daha az adım kullanarak nihai bileşenler üretme yeteneği nedeniyle son yıllarda polimerik matris kompozitlerin katmanlı imalat teknolojisinde kullanılmasında önemli gelişmeler meydana gelmiştir [5]. Geleceğin malzemeleri olarak kompozitler önemli ölçüde farklı mekanik, fiziksel veya kimyasal özelliklere sahip iki veya daha fazla bileşenden oluşmaktadır [6]. Katmanlı imalat teknolojisinde kullanılan takviyeler genellikle nanopartiküller, karbon nanotüpler, karbon siyahı, grafen ve kısa fiberler gibi

süreksiz dolgu maddeleridir. Kısa fiber takviyeli kompozitler, güçlendirilmemiş muadillerine göre daha iyi mekanik performans sunsa da genellikle sürekli fiber takviyesi kullanan geleneksel olarak üretilmiş fiber takviyeli polimer kompozitlerin mekanik özellikleri ile arasında hala önemli bir fark bulunmaktadır.

Sürekli fiberler takviyeli kompozitlerin katmanlı imalat teknolojisinden kullanılması çok yeni bir uygulamadır. Literatürde sürekli fiberlerin termoplastik filaman içine gömülmesi için iki yöntem bulunmaktadır: sürekli fiberin yazıcı nozulu içine polimer filamanı ile birlikte ekstrüzyon işlemi veya sürekli fiberin önceden matrise emdirilmesidir (emprenye edilmesi) [7].

Baskı sırasında sürekli fibere polimer emdirilmesi yöntemi için MarkForged® tarafından yazıcı geliştirilmiştir. Bu yöntem CFR-CF kompozit parçaların tek bir adımda basılabilmesi ve karbon fiber içeriği ayarlanabilmesi gibi avantajlara sahip olabilir, ancak matris ile takviye arasında düzgün bir bağ elde etmek uygun bir teknik değildir. Bunun nedeni, ekstrüzyon başlığının, eriyik reçineyi sürekli fibere emdirmek için yeterli basınç üretememesi ve kısa emdirme süresi gibi dezavantajlar ürünün mekanik özelliklerini zayıflatmaktadır. Ko-ekstrüzyon (önceden emprenye edilmiş sürekli fiber), fiber hacim fraksiyonunu değiştirme esnekliği vermez, ancak zayıf fiber-matris arayüzü problemini ortadan kaldırarak ürünün mekanik özelliklerini iyileştirir [8].

CFR filamanların üretilmesinde kullanılan yöntemlerden biri de ekstrüzyon kullanılarak eriyik emdirme yöntemidir. Sürekli fiberlerin matris ile birleştirilmesini sağlamak için uygun kalıp tasarımı sağlanarak filaman üretimi gerçekleştirilmektedir. Bu yöntemde polimerin kalıp içerisindeki akışı, fiberin iyi bir şekilde polimer emdirilmesi için basınç oluşturulması, uygun geometride ürün elde edilmesi önemli unsurlardır. CFR filaman üretiminde fiberin iyi bir şekilde polimer ile kaplanması için çalışmalar yapılmaktadır [1, 9, 10].

1.2 Tezin Amacı

Katmanlı imalat teknolojisi, temel olarak bir önceki katman üzerine çeşitli biriktirme yöntemleriyle malzeme eklenmesi prensibine dayanan bir prosestir. Bu çalışmada, katmanlı imalat teknolojilerinde kullanılmak üzere fitil/filaman geliştirilmesi amaçlanmıştır. Son yıllarda yapılan literatür araştırmaları, sürekli

fiber takviyeli (CFR) kompozitlerin katmanlı imalat teknolojilerinde kullanımının ön plana çıktığını göstermektedir. Sürekli fiber katkılı kompozitlerde, fiber ile matris arasındaki etkin emdirme işlemi, malzeme performansı açısından kritik bir öneme sahiptir.

Bu tez çalışmasında;

- Filaman üretiminde, fiberlerin matris ile etkin bir şekilde kaplanabilmesi amacıyla bir emdirme kalıbı tasarlanması,
- Tasarlanan emdirme kalıbının modellenmesi ve optimizasyon çalışmalarının gerçekleştirilmesi,
- Elde edilen tasarıma yönelik deneysel uygulamaların yapılması,

amaçlanmıştır.

1.3 Hipotez

Emdirme özellikleri iyileştirilmiş ve buna bağlı olarak mekanik performansı artırılmış CFR termoplastik filamanların ve üretim yönteminin geliştirildiği bu tez çalışmasında incelenen hipotezler aşağıda sıralanmıştır.

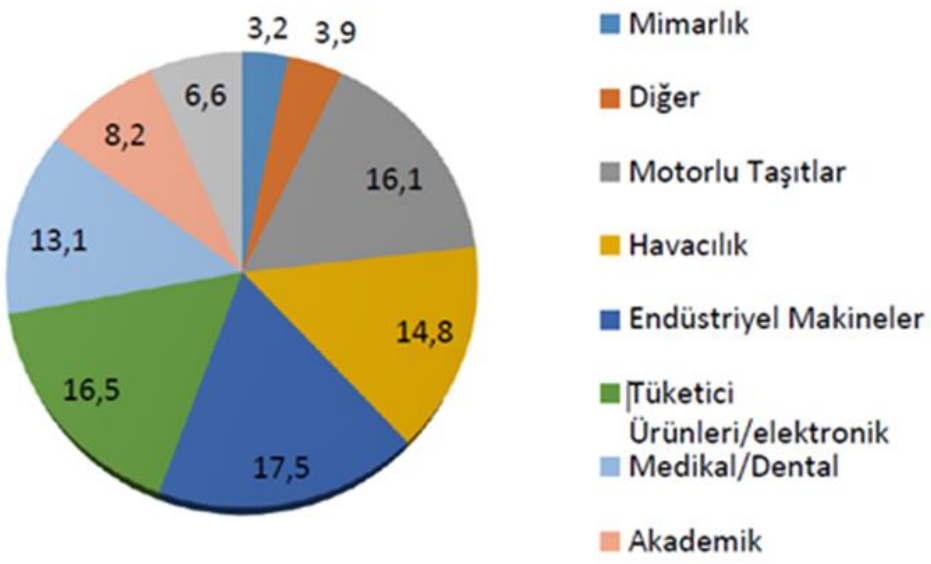
- Emdirme kalıbı tasarımı ve proses hattının geliştirilmesiyle CFR filamanların üretimi başarıyla gerçekleştirilmiştir.
- Emdirme kalıbı tasarımında farklı açılarda pim konfigürasyonları kullanılarak, pim konumunun emdirme kalitesi ve elde edilen filamanların mekanik özellikleri üzerindeki etkileri değerlendirilmiştir.
- Polimerin viskozitesinin emdirme (emprenye) performansı üzerindeki etkisi incelenmiştir.
- Filamanların emdirme ve mekanik özelliklerinin, sıcaklık ve çekiş hızı gibi işlem parametrelerine bağlı olarak nasıl değiştiği araştırılmıştır.

2
KATMANLI İMALAT TEKNOLOJİLERİ

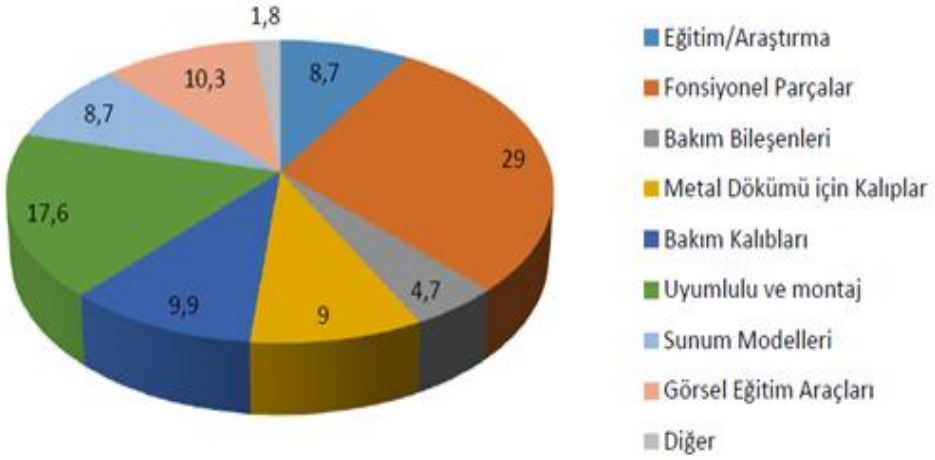
2.1 Katmanlı İmalat Teknolojisi

Katmanlı imalat (Additive Manufacturing, AM), parçaların dijital geometrilerden katman üzerine katman olarak robotik üretim sürecidir [11, 12]. Son kullanıcı ihtiyaçlarına göre tasarlanan ve üretilen parçaların zaman çizelgesini önemli ölçüde kısalttığı için çığır açan bir teknolojidir. Geleneksel teknikler kullanılarak zor veya imkansız olan bal peteği yapısı gibi karmaşık iç geometrilere sahip parçalar, katmanlı imalat teknolojisi kullanılarak üretilebilmektedir [13].

Katmanlı imalat teknolojilerinin çoklu malzeme bileşenlerinden oluşan karmaşık nesne geometrileri oluşturma yeteneği önemli avantajlarından biridir. Katmanlı imalat, üretilen cihazların mühendislik özelliklerini tasarlamak için (yalnızca içsel malzeme özelliklerinden ziyade) geometrik tasarımı uygulamak için yeni olanaklar ortaya çıkarmaktadır. Katmanlı imalat, tasarım-üretim döngüsünü azaltarak, üretim maliyetini düşürme ve isteğe bağlı bir üretim sürecinde üretim sürecinin etkinliğini artırma olanağı da sağlamaktadır. Katmanlı imalat, eksiltici üretime kıyasla malzeme israfını yaklaşık %90 oranında azaltmaktadır. Aynı zamanda, örneğin havacılık veya otomotiv endüstrileri, askeri tedarik zinciri ve lojistik, sanat replikasyonu veya eğitim veya mimarlık alanında yapısal modeller için hafif fakat yüksek mukavemetli yapılar yaratma potansiyeline sahiptir. Sonlu elemanlar yöntemleri ve bilgisayar destekli mühendislik teknolojileri, hafif ve yüksek mukavemetli yapılara olanak sağlayan tasarımlar oluşturmak için kullanılabilir [14, 15]. Şekil 2.1'de katmalı imalat ve 3 boyutlu baskı (3DP) uygulayan endüstriler ve Şekil 2.2'de katmanlı imalat teknolojilerinin bu endüstrilerde kullanıldığı en yaygın uygulamalarla verilmiştir. Tıp/dişçilik, tüketici ürünleri/elektronik, endüstriyel makineler, havacılık ve otomotiv sektörleri katmanlı imalat ile ilgili önemli endüstriler olduğu görülmektedir [16, 17].



Şekil 2.1 Katmanlı imalat teknolojilerinin kullanıldığı endüstriler [16]



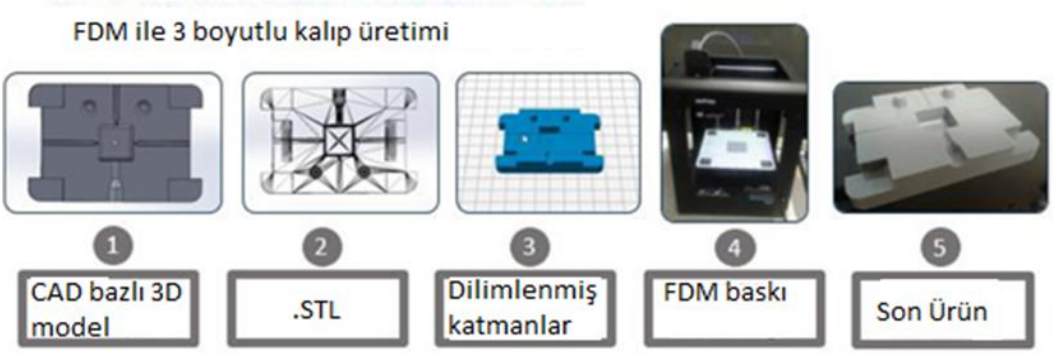
Şekil 2.2 Katmanlı imalat teknolojilerinin kullanıldığı bazı popüler ürün veya hizmetler [16]

Katmanlı imalat alanındaki önemli bir zorluk, performans ve üretim gereksinimlerini karşılayacak gelişmiş polimer malzemelerin ve mevcut nanokompozitlerin eksikliğidir. Bu nedenle, akademik, devlet ve endüstriyel kurumlar üzerindeki araştırma çabaları, yeni yüksek performanslı malzemeler geliştirmeye, sürecin verimliliğini ve hızını artırmaya ve özelliklerinin ve uygulama yelpazesini genişletmeye odaklanmıştır. Katmanlı imalat için yeni polimerlerin, katkı maddelerinin ve diğer termoplastik kompozitlerin tanıtımı ve geliştirilmesi,

katmanlı imalat teknolojisinin nihai ürün bileşenlerinin imalatı ve gerçek parça değişimi üzerindeki etkisini genişletmeyi amaçlamaktadır [14].

2.1.1 Katmanlı İmalat Teknolojisi Proses Akışı

Genel olarak katmanlı imalat süreci, bilgisayar destekli tasarım (CAD) modelleme yazılımı kullanılarak bir 3D modelin hazırlanması yoluyla tasarımın kavramsallaştırılmasıyla başlamaktadır. Parçalar, bir .STL dosya formatına dönüştürülerek CAD modelinden oluşturulabilir. .STL formatında, nesnelerin şeklini simüle etmek için üçgen yüzeyler kullanılmaktadır. Şekil 2.3, kullanılan katmanlı imalat sisteminden bağımsız olarak genel olarak katmanlı imalat sürecinin akışını göstermektedir. Dilimleme yazılımı, modeli belirli bir katmanlı imalat sistemine dayalı olarak yazdırmaya hazırlamak için kullanılmaktadır. Dilimleme yazılımı, katmanlı imalat sistemindeki çeşitli proses parametrelerini optimize ederek kaliteli parçalar üretmek için belirli AM sistemi ile bilgisayar arasında arayüz platformu sağlar. Dilimleme yazılımı, .STL dosyasını belirli 3D yazıcılar ve parametreler (G kodu) için geçerli olan uygun bir dosya türüne dönüştürmektedir. Çeşitli katmanlı imalat yöntemleri için CAD dosya formatının evrenselliği (farklı katman biriktirme veya yazdırma yöntemleri kullanmalarına rağmen) önemli bir avantajdır [14].



Şekil 2.3 Katmanlı imalat teknolojisi proses akışı [14]

2.1.2 Katmanlı İmalat Teknolojisi Çeşitleri

Katmanlı imalat teknolojisinin kullanılan malzeme ve çalışma prensiplerine göre çeşitleri bulunmaktadır. Fotopolimer sıvılar kullanılarak uygulanan stereolitografi (SLA), seçici lazer sinterleme (SLS) polimer tozlarının kullanımını içerirken, kaynaşık biriktirme modelleme (FDM) polimer filamanları kullanır [18-20]. Tablo 2.1'de bazı katmanlı imalat teknolojileri verilmiştir.

Tablo 2.1 Bazı katmanlı imalat teknolojilerinin çalışma prensipleri [18]

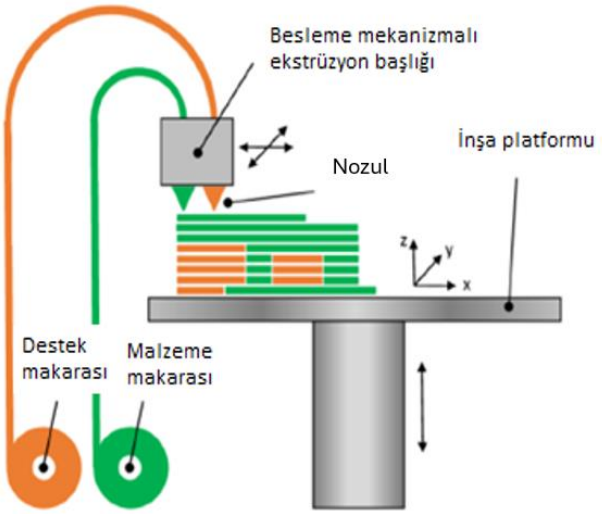
Malzeme Formu	Proses	Malzeme Hazırlama	Katman Tekniği	Faz Değişimi	Kullanılan Malzemeler	Kullanım Alanları
Sıvı	**SLA**	Tank içinde sıvı reçine	Lazer tarama	Fotopolimerizasyon	UV ile kürlenebilir reçine/ seramik süspansiyon	Prototipleme, döküm kalıbı
	MJM	Jet içinde sıvı polimer	Püskürtmeli yazıcı	Soğuma ve fotopolimerizasyon	UV kürlenebilir akrilik plastic	Prototipleme, döküm kalıbı
Filaman/ Macun	**FDM**	Nozul içinde erimiş filaman	Sürekli ekstrüzyon ve biriktirme	Soğutma ile katılaşma	Termoplastik	Prototipleme, döküm kalıbı
	FEF	Nozul içinde macun	Sürekli ekstrüzyon	Dondurarak katılaşma	Seramik macun	Fonksiyonel parçalar
Toz	**SLS**	Toz yatağı	Lazer tarama	Kısmi erime	Termoplastik, metal toz, seramik toz	Prototipleme, döküm kalıbı, metal ve seramik preformlar
	SLM	Toz yatağı	Lazer tarama	Tamamen erime	Metal	Fonksiyonel parçalar
	EBM	Toz yatağı	Elektron ışını taraması	Tamamen erime	Metal	Fonksiyonel parçalar
Katı Levha	**LOM**	Lazer kesim	Tabakaların yapıştırıcılar ile beslenmesi ve bağlanması	-	Kâğıt, plastik, metal	Prototipleme, döküm modeli

FDM, nispeten düşük maliyeti, düşük malzeme israfı ve kullanım kolaylığı nedeniyle polimerlerin katmanlı imalatı için en yaygın kullanılan sistemdir. FDM işleminde genellikle bir besleme stoğu malzemesi olarak sürekli bir polimer filamanı kullanır. Polimer filaman bir ekstrüdere beslenir ve yarı-sıvı bir duruma ısıtılarak, bir baskı yüzeyinde yerinde kaynaştırıldığı ısıtılmış bir ekstrüzyon deliğinden geçmesini sağlamaktadır [18, 21].

2.1.2.1 Kaynaşık Biriktirme Modelleme (FDM)

Kaynaşık biriktirme modellemesi 1980'lerin sonunda geliştirilmiştir. FDM sistemleri birçok farklı sektörde kullanılır ve Stratasy şirketi tarafından geliştirilmiş ve ticarileştirilmiştir [22, 23]. Erimiş filament üretimi (Fused Filament Fabrication, FFF) olarak da adlandırılan FDM işlemi, en popüler katmanlı imalat yöntemlerinden biridir. Ekstrüzyon bazlı proseste, erimiş besleme stoğu malzemesinin kontrollü bir şekilde biriktirilmesiyle baskı elde edilir. 3D yazıcı, önceden tanımlanmış bir makine yolunu izleyerek bir baskı yatağında katman üzerine katman bir geometri oluşturur. Karmaşık geometriler için, geometrik çıkıntıların oluşturulmasını sağlamak amacıyla destek malzemesi kullanılabilmektedir [24]. FDM'de filamanlar, nozulda yarı-sıvı halde erir ve katmanların bir araya getirildiği ve daha sonra son parçalara katılaştıkları yapı platformuna katmanlar halinde eklenirler. Basılı parçaların kalitesi, tabaka kalınlığı, baskı yönü, tarama genişliği, tarama açısı ve hava boşluğu gibi baskı parametrelerini değiştirerek kontrol edilebilir [25, 26]. Şekil 2.4'de FDM prosesinin şeması verilmiştir [27, 28].

FDM tekniği, nispeten düşük maliyeti, düşük malzeme israfı ve kullanım kolaylığı nedeniyle özellikle ilgi çekicidir. FDM, akrilonitril bütadien stiren (ABS), polilaktik asit (PLA), polipropilen (PP) veya polietilen (PE) gibi ardışık ekstrüde edilmiş termoplastik filaman katmanlarının biriktirilmesi yoluyla bir 3D geometri oluşturmaktadır. Ayrıca poliamid (PA veya Naylon), polikarbonat (PC), polietereterketon (PEEK), polieterimid (PEI), polietersülfon (PES) veya polifenilen sülfür (PPS) gibi geliştirilmiş mekanik performansa sahip mühendislik termoplastikleri de mevcuttur [15, 29, 30].



Şekil 2.4 FDM sistemi şeması [27]

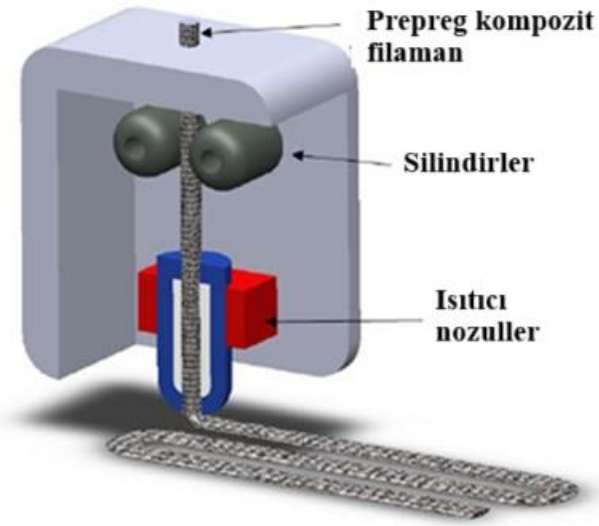
FDM baskısında kompozit malzemelerin ekstrüzyon işlemini mümkün kılmak için bir filaman formunda olması gerekmektedir. Kompozit filamanların üretimi sırasında takviyeleri homojen olarak dağıtmak ve oluşan boşluğu uzaklaştırmak zordur. FDM yazıcıların bir başka dezavantajı ise, kullanılabilir malzemenin uygun eriyik viskoziteye sahip termoplastik polimerlerle sınırlı olmasıdır. Eriyik viskozite, yapısal destek sağlayacak kadar yüksek ve ekstrüzyon sağlayacak kadar düşük olmalıdır. Ayrıca, baskı sırasında kullanılan destek yapısının tamamen çıkarılması zor olabilir [25]. Bu dezavantajlara rağmen, FDM yazıcıları düşük maliyet, yüksek hız ve basitlik gibi avantajlar sunmaktadır [31]. FDM baskısının bir başka avantajı ise, çeşitli malzemelerin aynı anda biriktirilmesine izin verme potansiyelidir. FDM yazıcılarda farklı malzemelerin yüklendiği çoklu ekstrüzyon nozulları kurulabilir, böylece yazdırılan parçalar tasarlanmış kompozisyon ile çok işlevli olabilir [25].

FDM, prototipleme teknolojisi olarak başlangıçtaki rolünün ötesine, bitmiş parçalar üretebilen bir sürece geçmeye başlamıştır. Bununla birlikte, 3D baskılı polimer ürünlerin çoğu, FDM tarafından üretilen saf polimer ürünler, tamamen işlevsel ve yük taşıyan parçalar olarak güç ve işlevsellikten yoksun olduğundan, işlevsel bileşenlerden ziyade hala kavramsal prototipler olarak kullanılmaktadır. Ayrıca, termoplastik parçaların mekanik özelliklerini geliştirmek için yapı oryantasyonu, katman kalınlığı veya besleme hızı gibi işleme parametrelerinin optimizasyonu araştırılmış olsa da kullanılan termoplastik reçine nedeniyle geleneksel FDM ile

üretilen parçaların mekanik özellikleri doğal olarak zayıftır. Bu tür dezavantajlar, 3D baskılı termoplastik polimerlerin geniş endüstriyel uygulamasını kısıtlayarak, prototiplemeyi birincil uygulama olarak bırakır [15, 32].

Son yıllarda yapılan çalışmalarla birlikte polimerik matrisli kompozitlerin katmanlı üretiminde önemli gelişmeler meydana gelmiştir. Bunun temel nedeni, işlemin geleneksel üretim tekniklerinden daha az adım kullanarak, özel aletlere ihtiyaç duymadan ve az miktarda atık malzeme üretmeden nihai bileşenleri üretimi sağlamasıdır. Kompozit malzemelerin matrise fiberlerin dahil edilmesiyle 3D baskısı, daha büyük parçaların üretilmesine izin vererek, işlem sırasında malzemenin boyutsal stabilitesinin yanı sıra mekanik özellikleri de önemli ölçüde iyileştirmektedir. Geliştirilmiş mekanik performans nedeniyle, prototip oluşturmaya ek olarak, kompozitlerin 3D baskısı, fabrika aletleri, yedek parçalar ve özel ürünler üretmek için de uygundur. Sonuç olarak biyomedikal, havacılık, otomotiv ve endüstriyel gibi sektörlerde kullanımı artmaktadır. Bugüne kadar, süreksiz karbon veya cam fiberler esas olarak polimeri güçlendirmek için kullanılmakta, ancak son yıllarda mekanik performansı önemli ölçüde iyileştiren ve 3D baskılı polimerlerin uygulama alanını büyük ölçüde genişleten sürekli fiber kompozit yazıcılar geliştirilmiştir [33, 34].

Fiber takviyeli termoplastik kompozitlerinin üretimini gerçekleştirmek için FDM tekniğinde yerinde füzyon ve önceden emdirilmiş fiberin ekstrüzyonu olmak üzere iki yöntem geliştirilmiştir [35]. Yerinde füzyon yönteminde, fiberler, FDM baskı kafası ekstrüderinde ABS ve PLA gibi erimiş termoplastik reçinelerle kaynaştırılmaktadır. Bu yöntem, ekstrüde edilen termoplastik miktarını değiştirerek fonksiyonel olarak derecelendirilmiş kompozit parçalar yaratma potansiyeline sahiptir ve bu da fiber hacim fraksiyonunu değiştirmektedir. Bununla birlikte, yerinde füzyondan kaynaklanan fiber matris arayüzündeki zayıf bağlanma, ele alınması gereken en önemli zorluklardan biridir. Öte yandan, önceden emdirilmiş fiberin ekstrüzyonu (Şekil 2.5) zayıf fiber matris arayüzü sorununu ortadan kaldırmaktadır. Bunun nedeni, önceden emdirilmiş fiberlerin imalatı sırasında uygun izleme ve kalite kontrolü ile iyi bir emdirme işleminin gerçekleştirilebilmesidir [13, 28, 30, 36].



Şekil 2.5 Önceden emdirilmiş CFR kompozit filamanın FDM'de ekstrüzyonu [13]

2.2 Filaman Üretimi

Filaman üretim prosesi, belirtilen çap toleransına sahip bir filamanı ekstrüde etmek için tek veya çift vidalı ekstrüder kullanılması gerçekleştirilir. Belirtilen çap toleransı vidalı ekstrüderin nozul tasarımına ve kullanılan FDM baskı makinesine bağlıdır. Vida hızı, basınç ve sıcaklık, filaman üretimini etkileyen temel parametrelerdir. Başarılı bir filaman üretimi için ekstrüder prosesi gereken basıncı sağlama ve sürdürme yeteneğine sahip olmalıdır. Ekstrüzyon basıncının filamanın desteklediği kritik burkulma yüküne uygun olarak yüksek veya düşük olduğu aşamada filaman burkulması oluşur. Bu gibi durumlarda, filamanın yük taşıma kabiliyeti elastik modülünü belirlerken, ekstrüzyon basıncına direnci ise eriyik viskozitesi ile belirlenmektedir [16].

Genel olarak filaman üretimi, polimer matris malzeme ve katkı maddeleri uygun olarak beslemeden tek vidalı ekstrüdere aktarılması ile başlar. Burada eriyik ve karışım haline gelen malzeme ekstrüder kafasından silindir formunda çıkarak soğuması için hava ya da su banyosundan geçirilmektedir. Daha sonra filaman sarıcıda sarılarak hazır hale gelmektedir. Filamanların hazırlanmasındaki en önemli hususlardan biri üretilen filamanların uygun çaplarda ve çap toleransının saptanmasıdır [37]. Literatürde filaman üretimi ile ilgili yapılan çalışmaların büyük bir kısmı polimer içerisine kırpık fiber, karbon nanotüp (KNT) gibi malzemelerin katılması ile ilgili çalışmalar iken, son yıllarda CFR kompozit filaman üretimi ile ilgili çalışmalar popülerlik kazanmıştır [38-42].

2.2.1 Filaman Üretimi ile ilgili Yapılmış Çalışmalar

Ansari vd. [43] yapmış oldukları çalışmada FFF'de kullanım için yeni kompozitlere duyulan ihtiyacı, yüksek performanslı PPS'i daha yüksek erime noktalı termotropik sıvı kristalli bir polimer HX3000 ile güçlendirerek filaman üretmişlerdir. Çift ekstrüzyon teknolojisi kullanılarak başarılı bir şekilde ağırlıkça %67 HX3000/PPS filaman üretilmiş. Filaman gerilme mukavemeti ve modülü, PPS ile karşılaştırıldığında sırasıyla 2 ve 12 kat artarak 155 MPa ve 40 GPa'ya yükselmiştir. Sonuç olarak, HX3000 güçlendirilmiş PPS, fiber takviyeli kompozitlerin aksine herhangi bir yazıcı değişikliği gerektirmeden daha güçlü örneklerin basılmasını sağlamıştır [43].

Berretta vd. [44] yaptıkları çalışmada katmanlı imalat teknolojilerinden biri olan FDM ’de kullanılmak üzere KNT katkılı PEEK filaman üretmişlerdir. Çalışmada katkısız PEEK, %1 ve %5 KNT katkılı PEEK filamanları çift vidalı ekstrüder kullanılarak hazırlanmıştır. Tüm filamanların çapı 2.7 mm olarak ölçülmüş ve mekanik testleri yapılmıştır. %5 KNT içerikli PEEK katkısız PEEK göre daha yüksek sıcaklıkta erime ve kristalizasyon piki göstermiştir. %1 KNT içerikli PEEK filamanı en yüksek nihai çekme dayanımına (UTS) sahip olduğu gözlenmiştir. Ardından katkısız PEEK ve %5 KNT/PEEK filamanı sıralanmıştır. KNT yüklemesi sadece %1 oranındaki katkı ilavesinde UTS’de iyileşme göstermiştir. KNT ilavesinin artması (%5) ile gözeneklilik derecesi artmıştır [44].

Cicala vd. [45] yapmış oldukları çalışmada katmanlı imalat teknolojilerinden FDM için PEEK polimeri ile filamanı üretmiş ve üretilen filamanı FDM’de basılmıştır. Çalışmada FDM baskılı PEEK’in özelliklerini karşılaştırmak amacıyla PC, PLA, PMMA, karbon PA ve ABS filamanları da basılmıştır. PEEK filamanı vida çapı 20 mm olan tek vidalı ekstrüder ile hazırlanmış. Hazırlanan filamanların çapı 1.75 mm elde edilmiştir. Ekstrüder tarafından hazırlanan filamanlar FDM ile basılmıştır. Yapılan çalışmada FDM baskılı PEEK’te baskı sırasında oluşan gözenekleri azaltmak amacıyla işlemi optimize etmek için daha fazla çalışma yapılması öngörülmüştür [45].

Dul vd. [46] tarafından yapılan çalışmada, FDM prosesi için uygun KNT katkılı ABS filamanı üretmişlerdir. Nanokompozit filamanlar, KNT nano dolgu maddesi ile homojen bir şekilde birleştirmek için iç karıştırıcı ve çift vidalı ekstrüder gibi

yaygın endüstriyel işleme teknikleri kullanılarak üretilmiştir. Elde edilen filamanların termal, mekanik ve elektriksel karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. FDM için optimum en uygun KNT oranı ağırlıkça %6 olarak bulunmuştur. Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) analizinde KNT katkısının camsı geçiş sıcaklığı (T_g) üzerinde önemli bir etkisi görülmemiştir. Hem gerilme modülü hem de mukavemette KNT katkısı ile artış gözlemlenmiştir. Öte yandan, kompozitlerin kopmasındaki uzama KNT katkısı ile orantılı olarak azalmış ve KNT'nin varlığı ayrıca, termal stabilitesini de arttırmıştır [46].

Kaynan vd. [47] yapmış oldukları çalışmada FDM'de kullanılmak üzere özellikleri iyileştirilmiş termoplastik filaman üretmişlerdir. Çalışmada KNT, hem mekanik özellikleri hem de elektriksel iletkenliği geliştirerek çok işlevlik sağlamak için yüksek performanslı matrise takviye edilmiştir. Bunu başarmak için, çeşitli KNT fraksiyonlarına sahip kompozit PEI filamanları, herhangi bir çözücü veya katkı maddesi olmadan eriyik birleştirme ile hazırlanmıştır. Üretim sürecinde, bir dizi çift ve tek vidalı ekstrüzyon kullanılmıştır. KNT'lerin takviye edilmesiyle termal geçiş ve reolojik değişiklikler incelenmiş ve saf PEI ve nanokompozit filamanların morfolojisi, gerilme davranışı ve elektriksel iletkenliği araştırılmıştır. Sonuçlar, ağırlıkça %5 KNT takviyeli PEI filamanlarının, saf PEI malzemesine kıyasla %55 daha yüksek sertlik sergilediğini göstermiştir. Yapısal analiz, bu nano takviyenin karışım durumunda iyi dağıldığını ve KNT/PEI nanokompozit filamanların elektriksel sızma eşiğinin ağırlıkça %0.1 KNT takviyesine kadar düşük bulunduğu sonucu elde edilmiştir [47].

2.2.2 CFR-TP Filaman Üretimi ile İlgili Yapılmış Çalışmalar

Li vd. [48] yaptıkları çalışmada CFR-CF PLA kompoziti, 3D baskı yaklaşımıyla üretmişlerdir. Mekanik mukavemet ve termodinamik özellikler, elektronik test makinesi ve dinamik mekanik analiz cihazı (DMA) kullanılarak ölçülmüştür. PLA reçinesinin karbon fiber ile sürekli ekstrüzyonu için, PLA ekstrüder kullanılarak işlenmiştir. Çalışmada karbon fiberlere yüzey modifikasyonu uygulanmıştır. Deney sonuçları, yüzey modifikasyonu uygulanmış karbon fiber takviyeli kompozitlerin gerilme dayanımı ve bükülme dayanımlarının sırasıyla, orijinal karbon fiber takviyeli numunelerden %13.8 ve %164 daha yüksek olduğunu göstermiştir [48].

Matsuzaki vd. [49] yapmış oldukları çalışmada FDM teknolojisine dayanan CFR termoplastiklerin 3D baskısı için bir yöntem geliştirmiştir. 3D yazıcıya ayrı olarak bir termoplastik filamanı ve sürekli fiber tedarik edilmiş ve fiberler, baskıdan hemen önce yazıcının ısıtılmış nozulu içindeki filaman ile emdirilmiştir. Matris olarak PLA kullanılırken, takviye olarak karbon fiberleri veya bükümlü doğal jüt fiberleri kullanılmıştır. 3D-baskılı sürekli fiber kompozitlerin mekanik özellikleri çekme testi ile ölçülmüş ve saf PLA'nın performansı ile karşılaştırılmıştır. CF kompozitler mükemmel mekanik özellikler göstermişlerdir. Sürekli fiber takviyesi, geleneksel 3D-baskılı polimer-bazlı kompozitlerin gösterdiği değerlere göre basılı kompozitlerin gerilme kuvvetini arttırmış [49].

Rimašauskas vd. [50] yaptıkları çalışmada 3D baskıda üretilen ürünlerin mekanik özelliklerini arttırmak için CF emdirme prosedürü geliştirmişlerdir. 3D yazıcı başlığı ve CF emdirme prosedürü tasarlanmış ve üretilmiştir. Çalışmada üç farklı polimer (ABS, PLA, PC) ve 1K ve 3K CF'ler ile çalışılmıştır. Polimerleri çözmek için çözücü olarak metilen klorür (DCM) seçilmiş ve farklı konsantrasyonlarda çözeltiler (%2-10) hazırlanmıştır. Çalışmada %8-10'luk çözeltinin fiber empresyonunda daha iyi sonuç verdiği gözlenmiştir ve 3D baskı numuneleri bu çözeltilerle hazırlanan filamanlarla hazırlanmıştır. Elde edilen sonuçlar, çözelti konsantrasyonu ile gerilme mukavemeti arasındaki ilişkiyi ortaya çıkarmıştır. Çözelti ile emdirilmiş CF'nin konsantrasyonları ne kadar yüksek ise gerilme mukavemeti o kadar yüksek olduğu gözlenmiştir. Bu eğilim PLA ve PC ile emdirilmiş 3K CF'de yüksek orandadır. Bu numuneler için çekme mukavemeti değerleri sırasıyla 154 MPa'dan 165 MPa ve 142 MPa'dan 152 MPa'ya artış gözlenmiştir [50].

Hu vd. [51] yaptıkları çalışmada önceden emdirilmiş sürekli CF prepreg filamanı üretmiş ve üretilen filamanı basmak için 3D yazıcıların ekstrüder kafasında değişiklik yapmışlardır. Matris malzeme olarak PLA ve sürekli CF kullanılarak prepreg filamanlar üretilmiştir. Çalışmada kullanılan tek vidalı ekstrüder, erimiş reçinenin daha yüksek basınca sahip olmasını sağlamaktadır, bu da erimiş reçineyi nozuldaki sürekli CF filamanlarına iletmektedir. Koaksiyel ekstrüzyon kalıbı, özellikle nozulu, reçinenin filamanları kolayca sıkışmasını sağlamaktadır. Koaksiyel ekstrüzyon kalıbına girmeden önce sürekli CF, erimiş reçine ile kolayca emdirme sağlamak için ısıtma borusunda ısıtılmıştır. Emdirilme sağlandıktan sonra

sürekli CF prepreg filamanı soğuması amacıyla su banyosundan geçirilmiş ve sonra filamanı kuru tutmak için bir üfleyici kullanılmıştır. Çekici makinesi, tüm üretim sürecini sabit bir hızda tutmak için gerekli kontrolü sağlamaktadır. Çalışmada üretilen sürekli CF prepreg filamanı 1.2 mm çapında ve FDM cihazında başarılı bir şekilde basılmıştır. Uygun baskı parametreleri (katman kalınlığı, baskı hızı ve baskı sıcaklığı) belirlenerek nihai basılı parçaların eğilme mukavemeti 610 MPa ve eğilme modülü 40 GPa elde edilmiştir. Yapılan çalışmada önceden emdirilerek üretilen sürekli CF prepreg filamanının umut verici bir yöntem olduğu vurgulanmıştır. Buna ek olarak, emdirme kalitesinin son parçaların mekanik özelliklerinde de önemli bir rol oynadığını tespit etmişlerdir [51].

Le Duigou vd. [52] yaptıkları çalışmada sürekli keten fiber/PLA kompoziti özelleştirilmiş bir ekstrüzyon yöntemi ile hazırlanarak 3D yazıcıda basmışlardır. Sürekli keten fiber/PLA filamanı ekstrüzyon kaplama yöntemi ile üretilmiştir. Üretilen filaman nozul çapı 1,8 mm olan 3D yazıcıda basılmıştır. Çalışmada yapılan analizler sonucunda üretilen sürekli keten fiber/PLA kompozitinin fiber içeriği hacimce %30 elde edilmiştir. Çalışma sonucunda süreli keten fiber takviyesinin PLA 'nın mekanik özelliklerini az oranda iyileştirdiği gözlenmiştir. Ancak bu oranın karbon veya cam fibere göre düşük olduğu belirtilmiştir [52].

Liu vd. [53] yapmış oldukları çalışmada CFR filaman üretmişlerdir. Fiber ve matris arasında iyi bir emdirme sağlamak için yüksek basınç ve 3D baskılı CFR-CF PA12 kompozitlerinde yüksek fiber fraksiyonu elde etmek için ise mikro vidalı yerinde ekstrüzyon işlemi kullanılmıştır. Deney düzeneğinde polimer peletleri ekstrüderde eriyik hale gerilerek ekstrüderin ucundaki bir emdirme kalıbına sürekli olarak ekstrüde edilmektedir. Emdirme kalıbında dağılmış üç pim bulunmaktadır ve orta pim ekstrüderi emdirme kalıbına bağlayan radyal deliklere sahiptir, böylece eriyik polimer bu delikler vasıtasıyla emdirme kalıbına akıtılmaktadır. Gerilmiş fiber demeti bir girişten çekilmiş, pimler üzerinden yönlendirilmiş ve çıkış kalıbından çıkarılmıştır. Böylece önceden emdirilmiş fiber takviyeli kompozit filaman elde edilmiştir. Çalışmada 1K ve 3K sürekli CF ve PA12 malzemeleri kullanılmıştır. Çalışma sonucunda 1K-CCF/PA12 ve 3K-CCF/PA12 numunelerinin fiber hacim fraksiyonu sırasıyla hacimce %31 ve %50 değerleri elde edilmiştir. Mekanik analizler sonucunda 3K-CCF/PA12 numunesinde en iyi boyuna çekme (longitudinal tensile) mukavemeti ve modülü elde edilmiş, değerleri sırasıyla 735

MPa ve 79 GPa'dır. Aynı numune için eğilme mukavemeti ve modülü sırasıyla 772 MPa ve 85 GPa elde edilmiştir [53].

Budiyantoro vd. [54] yapmış oldukları çalışmada CF takviyeli polimer kompozit filamanları ekstrüzyon-pultruzyon yöntemi ile üretmişlerdir. Bu çalışmada tutarlı yüksek emdirme kalitesine sahip kompozit filaman elde etmeyi amaçlamışlardır. Eriyik sıcaklığı (190, 210 ve 230 °C), çekme hızı (40, 47 ve 50 cm/dk), yayıcı pim sayısı (1, 2 ve 3) ve fibere uygulanan yüzey işlemi (VTMS, APTS ve sıvı nitrojen) gibi süreci etkileyen parametreler Box-Behnken RSM kullanılarak optimize edilmiştir. Yapılan ANOVA çalışması sonucunda fibere uygulanan yüzey işlemi yüzey pürüzlülüğü nedeniyle IFSS'yi önemli ölçüde etkilediği, ardından sırasıyla çekme hızı ve eriyik sıcaklığı parametrelerinin etkisinin olduğu belirtilmiştir. Yüksek yüzey pürüzlülüğü nedeniyle CF'e uygulanan yüzey işlemi için sıvı nitrojen önerilmiştir, böylece daha iyi bir matris-fiber bağlama etkisi sağlandığı belirtilmiştir. Sonuçlar, 190 °C'lik bir eriyik sıcaklığının, 40 cm/dk çekme hızının, üç yayıcı pimin ve fiberin sıvı nitrojen ile işlenmesinin optimum emdirme kalitesini sağladığını göstermiştir. Üründe geometrik stabilite elde etmek için makul bir düşük işleme sıcaklığında tutmanın önemli olduğu belirtilmiştir [54].

Budiyantoro vd. [55] yapmış oldukları başka bir çalışmada CF takviyeli termoplastik pelet üretmek için ektrüzyon-pultruzyon sistemi geliştirmeyi amaçlamışlardır. Ekstrüder, emdirme kalıbına eriyik polimeri iletir ve fiberlerle birlikte dışarı çekilmektedir. Fiberler, daha sonra optimum şekilde ıslanacakları eriyik havuzuna bağlı yayıcı pimlerden yana doğru gerilmiş bir durumda geçmektedirler. Matris olarak PP kullanılmıştır ve 5 rpm'lik bir vida hızı, 210 °C'lik bir kalıp sıcaklığı ve 56 mm/sn'lik bir çekme hızı parametreleri ile işlem gerçekleştirilmiştir. Çalışmada ekstrüzyon-pultruzyon sisteminin, kompozit peletlerin hammaddesi olarak yüksek kaliteli filamanlar üretebileceğini kanıtlanmıştır [55].

Uşun ve Gümrük [56] yapmış oldukları çalışmada PLA termoplastik polimer esaslı, yüksek mekanik özelliklere sahip CFR termoplastik kompozitlerin katmanlı imalatını incelemişlerdir. Çalışmanın ilk aşamasında, CFR termoplastik filamanların farklı fiber fraksiyonlarına sahip prepreg formlarını üretmek için bir polimer emdirme hattı tasarlanmıştır. Daha sonra, bu filamanlar kullanılarak FDM yöntemiyle standart çekme ve üç nokta eğilme test numuneleri basılmıştır. Test

sonuçları, prepreg filamanlar için yaklaşık 989 MPa gerilme mukavemeti göstermiştir. %40 fiber fraksiyonlu CFR termoplastik kompozit numuneleri için maksimum 544 MPa çekme dayanımı ve 310 MPa maksimum eğilme dayanımı elde edilmiştir. Ayrıca SEM incelemesi sonucunda hem filamanlarda hem de baskılı parçalarda oldukça homojen bir emdirme olduğunu gözlenmiştir. Elde edilen sonuçlar, bu üretim yönteminin, geliştirilmiş mekanik özelliklere sahip CFR termoplastik kompozit parçalarının basılması için umut verici bir yaklaşım olabileceğini göstermiştir [56].

Yu vd. [57] yapmış oldukları çalışmada 3DP teknolojisi için CFR-GF PLA filamanı hazırlamışlardır. CFR-GF PLA filamanı bir eriyik emdirme cihazı ile hazırlanmış ve daha sonra 3D yazıcı cihazı ile CFR-GF PLA kompozit malzemeleri hazırlamak için kullanılmıştır. Fiberlerin tam emdirilmesi, emdirme kalıbındaki gerdirme silindirinin kaplama açısının hareketi ile sağlanmıştır. Çalışmada toplam kaplama açısı, çekiş hızı, fiber içeriği ve emdirme sıcaklığının fiber emdirme etkisi ve 3D baskılı ürün performansı üzerindeki etkileri incelenmiştir. Basılı numunenin eğilme mukavemeti, çekme mukavemeti, darbe mukavemeti ve tabakalar arası kesme mukavemeti sırasıyla 312, 220, 154 ve 14 MPa olarak elde edilmiştir [57].

3
KOMPOZİT MALZEMELER

3.1 Kompozit Malzemeler

Kompozit malzeme, önemli ölçüde farklı fiziksel veya kimyasal özelliklere sahip iki veya daha fazla bileşen malzemeden oluşan ve birleştirildiğinde, tek tek bileşenlere kıyasla üstün bir genel performans sunan malzemelerdir [13, 58]. İstenen malzeme özelliklerine göre meydana geldiği malzemelerin farklı oranlarına, morfolojilerine ve dağılımlarına bağlı olarak geliştirilebilirler. Bu özellikleri nedeniyle farklı uygulama alanlarında kullanılabilirler [59, 60].

Genel olarak kompozit malzeme, benzersiz fiziksel, yapısal ve kimyasal özelliklere sahip katı, çok fazlı bir malzemedir. Kompozitlerde ana bileşen sürekli faz matristir. Diğer faz ise dolgu/takviye malzemesi yani dağılmış fazdır. Kompozit malzeme polimer, metal ve seramik kompozitler olarak sınıflandırılabilir. Matris genellikle büyük miktarda bulunurken dolgu materyali konak matrisine dahil edilir [61, 62].

3.1.1 Polimer Kompozitler

Polimer kompozitler, yüksek mukavemet/ağırlık oranı ve korozyon direnci gibi benzersiz özelliklerinden dolayı havacılık, denizcilik, otomotiv, inşaat ve diğer alanlarda giderek yaygınlaşmaktadır [63]. Özellikle termoplastik esaslı malzemeler işleme kolaylığı ve geri dönüştürülebilir olması nedeniyle modern yaşamda birçok uygulama alanında kullanımı artmaktadır [64].

Polimerlerin yapı taşı, kimyasal bağlar oluşturmak için bir kapasiteye sahip tek bir molekül olan monomerlerdir. Polimerizasyon, binlerce monomer molekülü içeren bir polimer zinciri oluşturan kimyasal olarak bağlı monomerler dizisidir. Polimerler temel monomerin özdeş birimlerinden oluşuyorsa homopolimerler; değişen monomer birimlerinin bir dizisinden oluşuyorsa kopolimer olarak adlandırılırlar [65-67].

Polimerler termoplastik, termoset ve elastomer olmak üzere üç gruba ayrılırlar. Termosetlerin molekülleri arasında çapraz bağlar bulunmaktadır. Ayrıca termosetler termoplastiklerden farklı olarak sıcaklık etkisiyle erimezler [59, 68].

Termoplastikler, makromoleküllerin kimyasal olarak bağımsız olmaları nedeniyle diğer polimerlere göre daha basit yapılıdırlar. Çapraz bağlara sahip olmadıkları için şekillendirilebilir hale gelmeleri belirli bir sıcaklığa ısıtılmaları ile gerçekleşir. Şekillendirilebilmeleri için ısıtılan sıcaklık değerlerinde malzemenin kimyasal yapılarında bir değişme meydana gelmez.

Termoplastikler, şekillendirme işlemi tamamlanmasından sonra soğuyarak katı hale gelirler ve istenilen ürün elde edilir. Çevrim halinde ısıtıp soğutma işlemi yapılarına hasar vermediğinden tekrar tekrar işlenebilirliğe ve geri dönüşüme uygun malzemelerdir. Bu özellikleri nedeniyle termoplastikler en çok tercih edilen plastiklerden biridir. Akrilik, PE, PP, Teflon, polivinil klorür (PVC) gibi malzemeler yaygın olarak kullanılan termoplastik malzemelerdir ve gündelik hayatta laboratuvar malzemesi yapımından, araba parçalarının imalatına kadar farklı sektörlerde kullanılmaktadırlar [59, 69].

PP, poliolefin ailesinin bir diğer üyesidir. Özelliklerinin karışımı, özel mühendisliğe kadar çok çeşitli uygulamalara yol açan yarı kristalin bir termoplastik malzemedir. Oldukça iyi mekanik özellikler sunarken, nispeten düşük bir maliyetle kimyasal direnç de sunar [70]. PP'nin iki ana türü homopolimer ve kopolimerdir; homopolimer PP en yaygın kullanılan türdür. Genel olarak, kopolimer türünden daha sert ve daha güçlüdür. Kopolimer PP genellikle homopolimerden daha yumuşaktır, ancak daha dayanıklıdır ve daha düşük sıcaklık tokluğu daha iyidir. Kopolimer genellikle alt gruplara ayrılır: yani, blok kopolimer, rastgele kopolimer ve darbe modifiyeli kopolimer. Tüm bu PP türleri çok çeşitli tedarikçilerden ve distribütörlerden kolayca temin edilebilir. Fiberlerden endüstriyel çantalara ve dış mekan halılarında kullanılan düz filamanlara, paketleme filmlerinden ev aletlerine, elektrikli ve tıbbi cihazlardan otomobil tamponlarına, hava yönetim sistemlerinden iç panellere ve kaput altı bileşenlerine kadar çok çeşitli uygulamalarda kullanılan çok yönlü bir polimerdir [71].

PPS, termal kararlılık, kimyasal direnç ve doğal alev direnci gibi mükemmel özellik kombinasyonuna sahip bir mühendislik polimer malzemesidir. Yarı kristalin bir

termoplastiktir. Tüm yarı kristalin termoplastikler gibi katı formunda hem amorf hem de kristal bileşenlere sahiptir [70].

Kompozitlerin takviye bileşeni genellikle fiberler/kumaşlar veya partiküller/dolgular şeklindedir. İkinci durumda, nihai ürün, genellikle mikron boyutlu partiküller içeren partiküllü kompozit olarak adlandırılır [58, 72, 73].

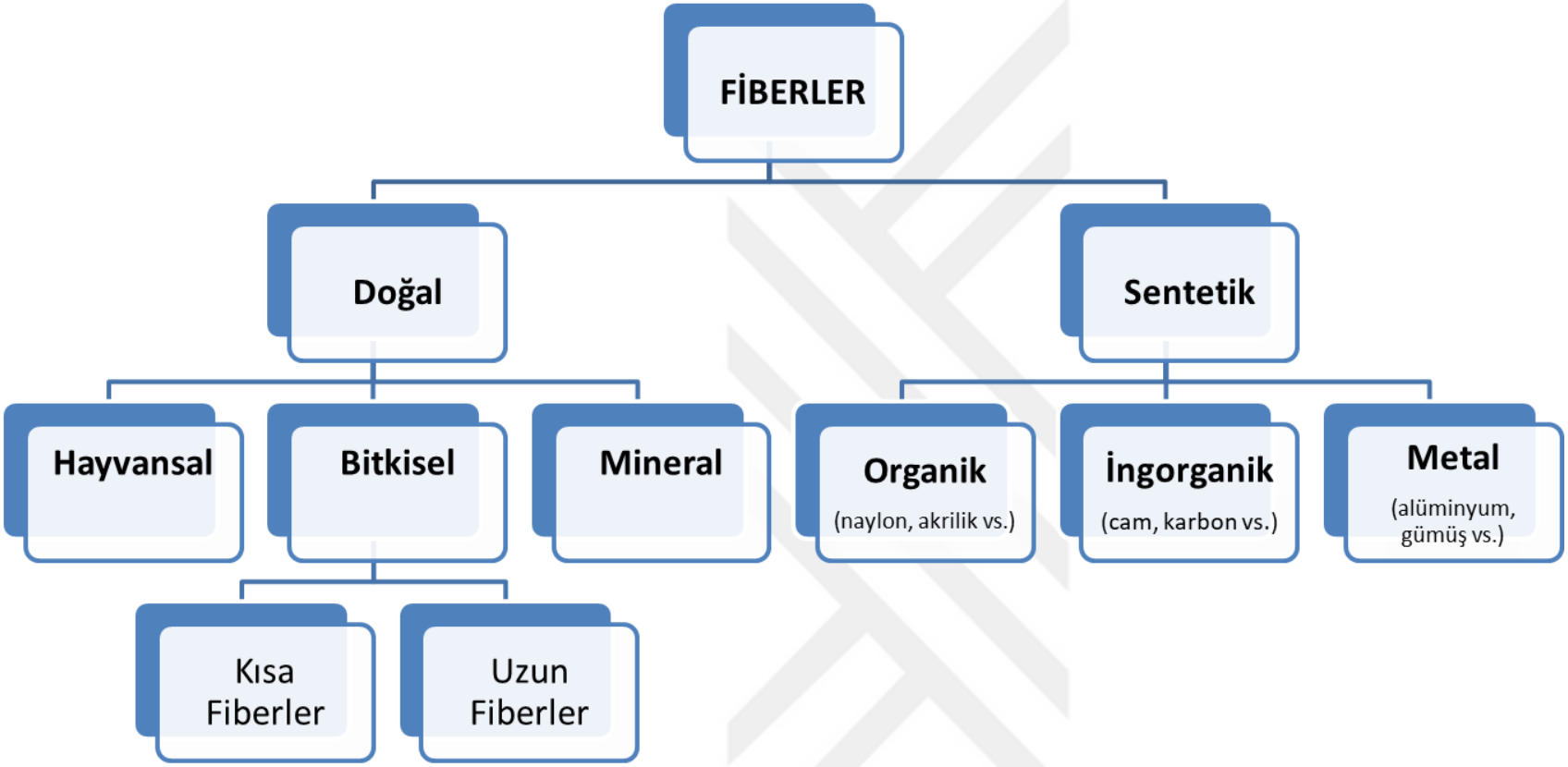
Kompozitlerin diğer bileşenleri dolgu maddeleri ve katkı maddeleridir. Dolgu maddeleri, malzemenin maliyetini azaltmak ve aynı zamanda kompozitin bazı özelliklerini iyileştirmek için pahalı bileşenlerin bazı kısımlarını değiştirmek için kullanılmaktadırlar [58, 74].

3.1.1.1 Fiber Takviyeli Polimer Kompozitler

Fiber takviyeli polimerik kompozitlerin üretiminde matris olarak kullanılan en yaygın malzemeler ısıyla sertleşen reçinelerdir. Termoset polimerler, genel olarak düşük viskoziteli sıvılar olduklarından ve katılar oluşturmak üzere kimyasal olarak reaksiyona girdikleri koşullar altında işlenebildiklerinden, takviye edici fiberlere emdirilmesi için uygun malzemelerdir. Termoset polimerlerin en büyük dezavantajları, kimyasal olarak reaksiyona girmesiyle ilgili problemlerdir. Termoplastik matrisin kullanımı, özellikle işleme ve karakterizasyon alanında çok fazla araştırma faaliyetinin konusudur. Termoplastiklerin termosetlere göre başlıca avantajları, sınırsız raf ömürleri, iyi toklukları ve işlenmesi sırasında yalnızca fiziksel dönüşümler söz konusu olduğundan yüksek hacimli üretime uygun olmalarıdır [75, 76].

Fiberler, mukavemet, sertlik, dayanıklılık gibi özellikleri geliştirmek ve malzeme maliyetini azaltmak için takviye (veya dolgu) olarak kullanılırlar [64]. Genel olarak doğal (bitki, hayvan veya mineral bazlı) ve sentetik fiberler (naylon, akrilik, aromatik polyester, polietilen, aramid, cam, karbon, bor, silisyum karbür, paslanmaz çelik, alüminyum vb.) olarak sınıflandırılmaktadırlar (Şekil 3.1).

Sentetik fiberler, çapları yaklaşık 5-20 µm aralığında olan on binlerce tek fiber veya filamandan oluşurlar (örneğin, CF'ler 1, 2, 3, 6, 9, 12, 24, 48 veya 50K filamanlara sahip olabilir). Fiber takviyeleri temel olarak sürekli formda veya ortalama 5 mm uzunlukta kesilmiş bir formda iken, teknolojik gelişmeler ayrıca mikron altı çapında ve değişen uzunluklara sahip nanofiber takviyeleri bulunmaktadır [58]. Fiberler çok geniş kullanım alanına sahiplerdir.



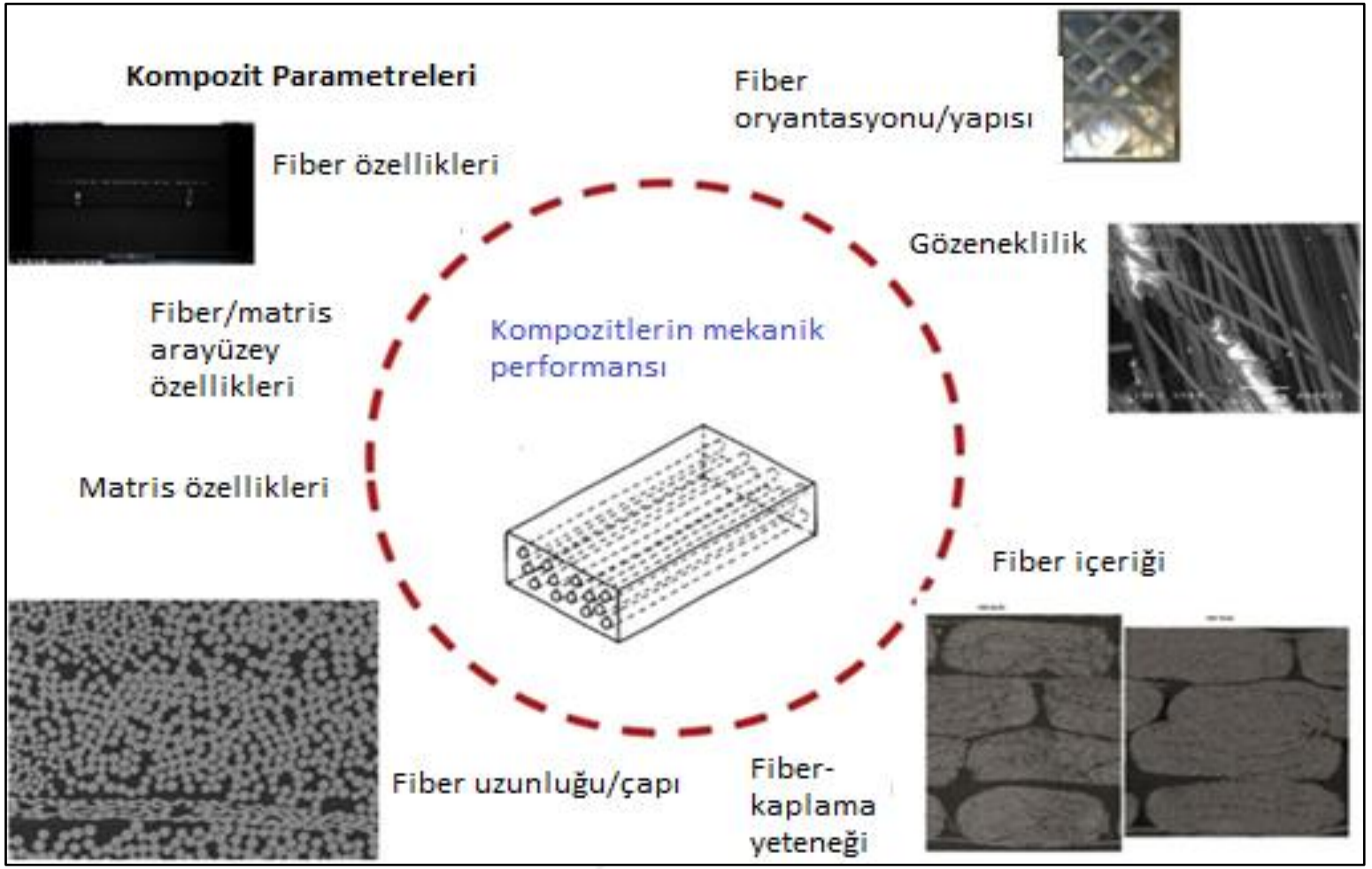
Şekil 3.1 Fiberlerin sınıflandırılması [58]

Cam fiberler (GF), rüzgâr türbini kanatları, gemiler ve inşaat mühendisliği yapıları gibi büyük, düşük maliyetli yapılar için kullanılan genel olarak baskın fiberlerdir. CF'ler, havacılık ve uzay gibi uygulamalarda, Formula 1 yarış araçları ve genel otomotiv uygulamalarında yüksek performanslı yapılar için kullanılmaktadır. Aramid fiberler (ör. Kevlar™) genellikle iyi enerji emici özelliklerin gerekli olduğu yerlerde (ör. savunma uygulamaları) kullanılırlar [77-79].

GF'ler, yapısal uygulamalar amacıyla polimer kompozitlerde en yaygın kullanılan fiberdir. GF'ler esas olarak silika, SiO_2'den oluşmaktadır [80]. GF'ler, camın erimiş halde delikten çekilmesiyle üretilir [80, 81]. Ticari olarak E-cam, C-cam, A-cam ve S-cam olmak üzere cam fiber türleri bulunmaktadır [80-82]. GF'leri çok yüksek erime noktalarına (1225–1360°C) sahip olduğundan, ısıyı emme kapasiteleri çok yüksektir [82]. GF'ler genellikle iyi bir darbe direncine sahiptir, ancak yoğunlukları CF'lerden ve aramidden daha yüksektir [81]. GF'leri yüksek mukavemete ve iyi yangın direncine sahiptirler. GF'leri yüksek veya düşük sıcaklıklara maruz kaldığında değişmeden kalır ve düşük nem emilimi gösterirler ve çoğu kimyasaldan etkilenmeseler de, güçlü alkali ortamlara ve sıcak fosforik asitlere karşı oldukça hassastırlar [83].

CF'ler, fiber formunda bulunan karbon açısından zengin organik öncüllerin oksidasyonu, karbonizasyonu ve kontrollü grafitlenmesi ile üretilir [81]. CF'ler esas olarak poliakrilonitril (PAN), kömür bazlı zift ve suni ipek olmak üzere üç öncülden üretilirler. Günümüzde dünyadaki ticari CF'lerin çoğunluğu (%90) PAN öncüllerinden yapılır [81, 82]. PAN bazlı CF'ler, diğer öncüllerden dönüştürülenlerden daha güçlüdür ve daha yüksek karbon verimi sağlar. CF'ler yüksek sıcaklıklara karşı son derece dirençlidir, havada 800°C'ye kadar kararlı kalır. Alevde nadiren yandıkları için aleve dayanıklı fiberler olarak da düşünülebilirler [82]. Yüksek çekme mukavemeti ve modülü, yüksek yorulma mukavemeti ve yüksek termal iletkenliğe sahiptirler. CF'lerin mukavemeti ve sertliği cam ve aramid fiberlerden daha yüksektir [80]. CF'lerin başlıca uygulaması polimer, metal ve seramik kompozitlerde takviyedir [82].

Fiber takviyeli kompozitlerin mekanik özelliklerini veren temel kompozit bileşenleri ve özellikleri Şekil 3.2'de gösterilmektedir [77]. Temel bileşenler, yük taşıyan fiberler, boyutlandırma ve genellikle işleme sırasında reçine sistemi ve konsolide fazdaki matris olarak adlandırılan matristir.



Şekil 3.2 Kompozitin temel bileşenleri ve özellikleri [77]

Fiberler yükün çoğunu taşır ve malzemenin rijitliğinin çoğunu sağlar. Fiber yüzeyi, boyutlandırma adı verilen bir kaplama ile korunmaktadır. Boyutlandırma, fiberleri korur ve fiber yüzeyinin korunması yoluyla işlenebilirliği sağlar ve ayrıca fiber matris arayüzünde fiber ve matris arasında güçlü bir yapışkan bağ oluştururlar. Matris, yükü tek tek fiberler arasında aktarır ve fiberleri mekanik aşınmaya ve çevresel etkilere karşı korur. Bu temel kompozit parametreler, fiber mimarisinin tasarımını (yani fiberlerin geometrik düzenlemesini) ve fiber içeriğinin ve fiber ambalajının ayarlanmasını sağlayan önemli bir tasarım esnekliği sağlamaktadır [77].

Teoride, hammadde olarak kuru fiberin kullanılması her polimer matrisi için uygundur ve malzeme türlerinin sınırlamasının üstesinden gelebilir. Ayrıca, fiber içeriği, tarama aralığı, katman kalınlığı vb. dahil olmak üzere proses parametreleri değiştirilerek dinamik olarak kontrol edilebilir. Bununla birlikte, kuru fiberin neden olduğu dezavantajlar da kritik öneme sahiptir. Eriyik termoplastik polimerin fiber demetine emdirilmesi, kısa emdirme süresi ve nozuldaki düşük şekillendirme basıncı nedeniyle her zaman yetersizdir. Ayrıca, uzun moleküler zincirlere sahip termoplastik matrisin yüksek viskozitesi, kompozitlerin mekanik performansını belirleyen nispeten zayıf arayüzey özelliklerine neden olmaktadır [84]. Fiber takviyeli polimerik malzemelerin mekanik özellikleri, fiber ile polimerik matris arasındaki ara yüzey yapışmasından, fiberin uzunluğu ve çapından, fiber hacim fraksiyonundan, fiber oryantasyonundan ve bunların kompozit içindeki dağılımından etkilemektedir [75, 85, 86].

Dünyada fiber takviyeli kompozit malzemelerin üç boyutlu baskı ile ilgili yapılan çalışmalar kısa fiber takviyeli ve sürekli fiber takviyeli olmak üzere iki yönlüdür. Kısa fiber takviyesi için farklı uzunluk ve içerikteki kısa kesilmiş fiberler diğer baskı malzemeleriyle karıştırılmaktadır. Daha sonra bir üç boyutlu baskı filamanı elde etmek için ekstrüderden geçirilir ve nihai ürünleri basmak için kullanılır [87]. Fiber uzunluğu arttıkça özgül mukavemet ve sertlik eğilimi artmaktadır [88]. CFR kompozitler metal esaslı, seramik esaslı ve reçine esaslı malzemelere alternatif olarak sınıflandırılabilirler [84, 89].

Sürekli sentetik (cam, karbon veya aramid) fiber takviyeli kompozitler, süreksiz emsallerine kıyasla elde edebildikleri yüksek performans seviyesi nedeniyle giderek daha fazla çalışılmaktadır. 3D baskı, polimer ve fiberlerin aynı anda emdirilmesi veya önceden emdirilmiş filamanlar üzerinde gerçekleştirilebilmektedir. Önceden emdirilmiş filamanlar, önemli ölçüde geliştirilmiş mekanik performansa sahip yapısal uygulamalar için daha yüksek potansiyel sergilemektedirler [52, 90]. Termoplastik matrislerin yeniden işlenebilir ve yeniden şekillendirilebilir olması CFR termoplastik kompozitlerin geri dönüştürülmesine ve kaynak yapılmasına olanak tanımaktadır [91].

CFR termoplastik kompozitlerin (CFR-TP) sahip oldukları avantajlara rağmen, CFR-TP'nin eriyik işlenmesi kritik bir zorluğu bulunmaktadır. Rekabetçi mekanik ve fiziksel özelliklere sahip CFR-TP yapısal parçalarının imalatı, termoplastik matrisin, işlemeden önce hem eriyik viskozitesini hem de matrisin erime sıcaklığını artıran yüksek moleküler ağırlığa sahip olmasını gerektirmektedir. Fiberlerin uygun şekilde emdirilmesi ve boşlukların giderilmesini sağlamak için, yüksek performanslı CFR-TP parçaları yüksek basınç ve sıcaklıkta işlenmelidir. Tipik olarak, CFR-TP'nin işlem sıcaklığı, polimer zincirlerine yeterli matris akışı yeterli enerji sağlamak için matrisin erime (yarı kristalli polimerler için) veya camsı geçiş (amorf polimerler için) sıcaklıklarından büyük olmalıdır [91].

Fiberleri termoplastik polimerle emdirilme teknikleri eriyik, çözelti, toz, fiber birleştirme ve yerinde polimerizasyon gibi birkaç kategoriye ayrılabilir. Her emdirme tekniğinin belirli avantajları vardır. Bununla birlikte, termoplastik polimerler söz konusu olduğunda, eriyik emdirme göreceli basitliğinden dolayı endüstride yaygın olarak kullanılmaktadır. Genellikle kesilebilen ve uzun fiberli enjeksiyon kalıplama bileşikleri yapmak için kullanılabilen sürekli olarak güçlendirilmiş filamanlar oluşturmak için kullanılır [92]. Sürekli ve lineer bir üretim süreci olan eriyik emdirme, fiber bir matris ile birleştirilir ve kompoziti nihai bir ürün haline getirir. Fiber çekme hızı, kalıp sıcaklığı, basınç ve polimer hacim oranı, yüksek kaliteli bir nihai ürün elde etmek için önemli parametrelerdir. Termoplastiklerin yüksek viskozitesi reçine emdirmeyi zorlaştırdığından, termoplastik matrisli CFR kompozitlerin yüksek kalitesi için reçinenin düzgün bir şekilde yayılması kritiktir [93].

3.2 Emdirme (Emprenye)

CFR prepregler iki farklı bileşenden oluşur. Takviye, mukavemet ve sertliği sağlayan fiberdir, matris ise takviyeleri bir katı halinde birleştirir ve tutmayı sağlar. Ayrıca malzemelerin çevresel etkilerden korunmasını sağlar ve yük transferine hizmet eder [94]. Fiber takviyesi ve polimer matristen oluşan bir kompozit parça, takviyesiz versiyondan daha iyi mekanik özellikler gösterirler. Üstün mekanik davranış için ön koşul, fiberlerin matris tarafından ıslatılması ve fiberler ile matris arasında iyi bir yapışmanın sağlanmasıdır. Çok ince fiber filamanlarının boşluksuz bir şekilde emdirilmesi yüksek kaliteli kompozit malzemelerin veya parçaların üretimindeki kilit noktadır [95].

Termoplastik malzemeler kimyasal reaksiyon içermeyen hızlı işleme döngüsü, tokluk ve dayanıklılığından dolayı kompozitlerde sıklıkla tercih edilmektedirler [96]. Termoplastik malzemelerin maliyetleri yüksek olsa da önemli ölçüde zaman tasarrufu ve sürekli bir işlemde üretim, maliyet avantajları sağlarlar. Termoplastik kompozitlerin diğer avantajları, yüksek darbe mukavemeti, iyi sönümleme özellikleri, sınırsız taşıma ve oda sıcaklığında depolama süresidir [94].

Termoplastik matrisler (100-1000 Pa), termoset matrislerden (1-10 Pa) çok daha yüksek bir viskozite sergilediğinden, erimiş bir termoplastik ile emdirilmesi zorlu bir prosedürdür. Yalnızca fiber demetinin tüm bireysel filamanları matris kaplama ile tamamen kaplanırsa, kompozit yüksek performans özellikleri gösterecektir [94, 95].

Termoplastik fiber kompozitlerin emdirilmesi, genellikle termoplastik kompozit parçaların üretiminde önemli bir işlem adımı olan ara maddeler tarafından desteklenir. Genel olarak, bantlar veya fiber kumaşlar gibi tamamen emdirilmiş ara maddeler ve toz emdirilmiş fiber demetleri, karıştırılmış fiber demetleri gibi yarı emdirilmiş ara maddeler iki ayrı kategoriye ayrılır [95].

Tamamen emdirilmiş yarı mamul ürünler zaten konsolide kompozitlerdir. İdeal olarak, tüm fiberler matris tarafından tamamen ıslanır. Bu nedenle sonraki üretim adımlarında sadece malzemenin yüzeyinin eritilmesi ve diğer katmanlarla birleştirilmesi gerçekleşir. Yarı emdirilmiş ara ürünlerde ise fiber ve matris konsolide edilmez, ancak birbirine yakındır [94, 97].

Gelişmiş emdirme tekniklerinin amacı, ıslatmayı mümkün olduğunca etkin bir şekilde gerçekleştirmektir. Hizalanmış bir fiber demeti boyunca erimiş polimerin akışını etkileyen en önemli parametreler, uygulanan basınç, sıcaklık ve eriyiğin kesme hızıdır. Ek olarak, eriyiğin takviye filamanları arasında ve içine sıkıştırıldığı süre de çok önemli bir faktördür [95, 98].

Termoplastik matrisli kompozitler için emdirme işlemleri üç farklı tipe ayrılabilir [96]:

- Doğrudan eriyik emdirme
- Bileşenlerin eritilmeden önce iyice karıştırılmasını içeren işlemler
- Düşük viskoziteli öncüleri içeren prosesler (emprenye sonrası reaktif zincir uzamasını içeren solvent metotları ve teknikleri)

Termoplastik matrislerle iyi ıslatılmış kompozitlerin hazırlanması için çoğu teknik iki aşamayı içerir [96].

- Aşama 1: Fiber ve matrisin karışması
- Aşama 2: Isı ve basıncın kombinasyonu kullanılarak emdirmenin sağlanması

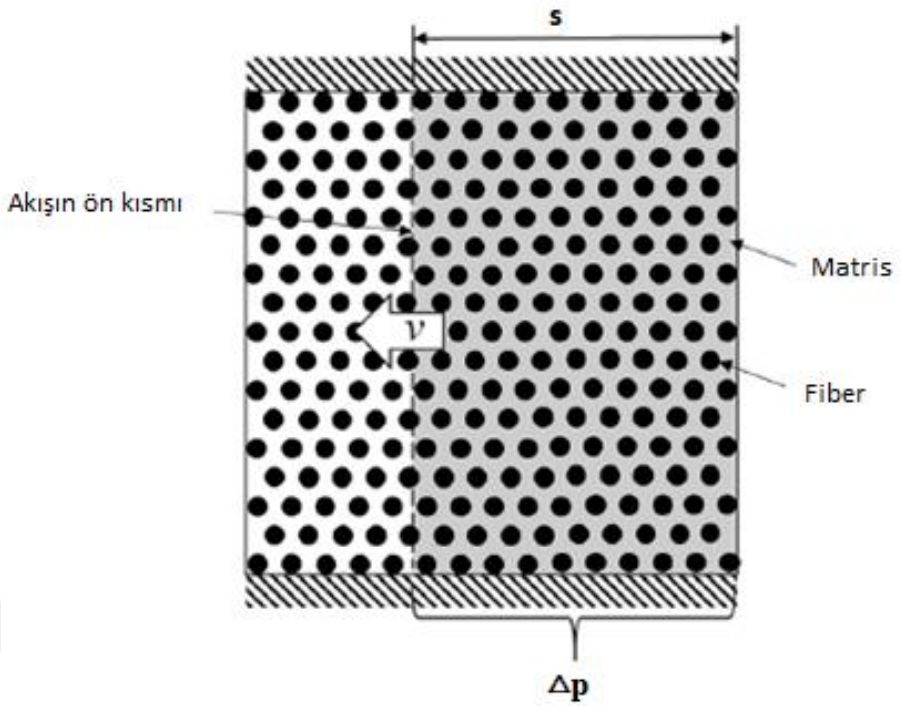
İlk aşama, emdirme işlemini gerçekleştirmek için gerekli olan sonraki akışı en aza indirecek şekilde bir araya getirmeyi gerektirir. Aşama 1'in etkinliği, aşama 2'yi gerçekleştirmek için gerekli zaman ve koşullar üzerine etki etmektedir.

3.2.1 Gözenekli Fiber Demetine Emdirme İşlemi

Bir termoplastik matris ile hızlı bir şekilde bir kuru fiber demetine tam olarak emdirme işlemi ile ilgili problem, polimer eriyiklerinin reolojik özellikleri (son derece viskoz) ve gözenekli bir ortamda akışkan davranışı ile açıklanabilir. Gözenekli takviye fiberleri yoluyla sıvı polimer infüzyonunu modellemek için kullanılan hakim teori Darcy Yasasıdır [99, 100]. Darcy yasasının entegrasyonu ile, gözenekli bir ortamda (Şekil 3.3) tek yönde emdirme derinliği (s) eşitlik (3.1) elde edilmektedir [101-103]:

$$s = \sqrt{\frac{2K\Delta pt}{\eta}} \tag{3.1}$$

Burada t emdirme süresi, $\triangle$p akış yönündeki basınç farkı, η akışkanın viskozitesi ve K ise geçirgenlik katsayısıdır [101, 103].



Şekil 3.3 Tek boyutlu akışa uygulanan Darcy Yasası için belirtilen süreç parametreleri geometrisi [99]

(3.1) eşitliğinin incelenmesiyle formüle edilir ve akış yönünde yüksek basınç farkı, yüksek gerginlik, uzun emdirme süresi ve düşük viskozite koşullarının sağlanması ile teorik olarak emdirme derinliğinin artmasıyla sonuçlanır [101]. Bu koşulların sağlanması amacıyla emdirme kalıbı kullanılabilir.

3.2.1.1 Termoplastiklerin Emdirilmesini Etkileyen Faktörler

Termoplastiklerin emdirilmesini etkileyen faktörler aşağıda açıklanmıştır.

Viskozite: Bir termoplastik polimerin viskozitesi ısıtılarak düşürülebilir, ancak polimerin bozunmamasına dikkat edilmelidir. Bozunma ya çok yüksek sıcaklıklarda ya da aşırı ısıtma ile meydana gelebilir [101, 104].

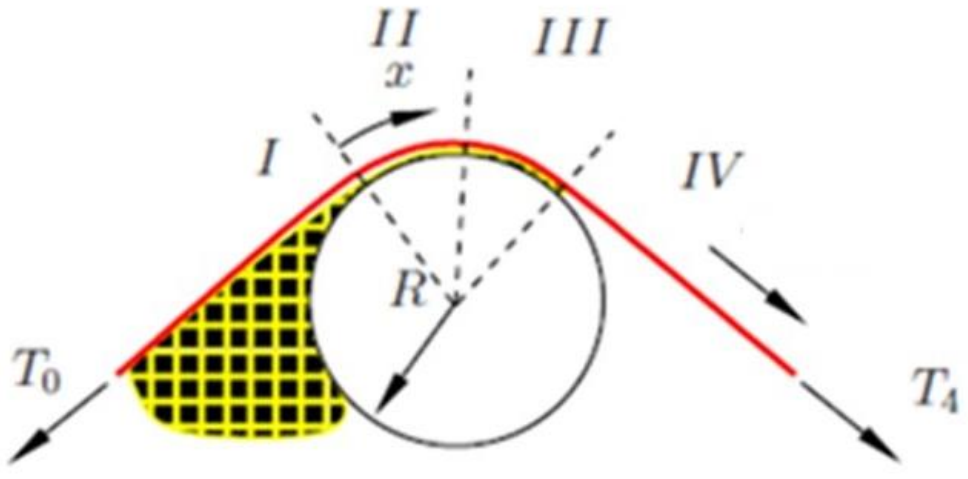
Basınç Farkı: Basınç farkının artması ile penetrasyon derinliği buna bağlı olarak emdirme kalitesi artmaktadır. Üzerinde fiber demetinin çekildiği nesnelerin uygulanması, yalnızca viskoziteyi azaltma potansiyeline sahip olmakla kalmaz, aynı zamanda yayılmayı ve basınç oluşumunu da kolaylaştırır. En yaygın olarak kullanılan nesne silindirik pimdir [101, 104].

Yayılma: Fiber demetindeki gerilim, yalnızca fiber demeti ile pim arasındaki film tabakasında basınç oluşturmakla kalmaz, aynı zamanda fiber demetini de yayar.

Yayılmanın temel prensibi, fiber demetindeki filamanların çekildikleri yüzeyden daha uzağa, alttaki filamanlara bir baskı uygulayarak onları kenara itmeleridir. Silindirik pimler üzerinde yayılma sağlanabilir ve hatta dışbükey şekilli emdirme pimleri kullanıldığında bu yayılma iyileştirilebilir. Yayılma iyileştirilir, çünkü fiber demetinin sınırlarındaki filamanlar, bir silindire kıyasla bir dışbükey pim üzerinde demetin çekirdeğinden daha uzağa hareket edilirken, tüm filamanlar hala aynı gerilime sahiptir [101, 104].

Emdirme Süresi: Emdirme süresi (t) ne kadar uzun olursa, matris fiber demetine o kadar iyi nüfuz eder. Emdirme süresi sadece durağan bir durumda işlem süresi olarak değil, aynı zamanda gerçek bir pultruzyon işleminde işlem süresi olarak da görülmelidir. Daha yüksek çekme hızları kullanılırsa, sonuç olarak emdirme süresi kısalır. Örneğin sabit emdirme pimlerinin üzerinden ve altından geçmesiyle her iki taraftan emdirme, fiber demetinin toplam emdirilmesini iyileştirmenin en iyi yollarından biridir. Bununla birlikte, fiber demetindeki gerilim de arttığından fiber kırılma ve kopmaları meydana gelebilir. Bu nedenle emdirme uzunluğu sonsuz olarak artırılamaz. İyi bir emdirme sonucu için optimum emdirme süresi belirlenmelidir [101, 104].

Emdirme işleminde pim kullanılması yaygın olarak önerilmektedir. Pim üzerinde gerçekleşen emdirme işlemi Şekil 3.4'te 4 bölgeye ayrılmıştır.



Şekil 3.4 Sabit bir silindirik pim üzerine çekilen fiber demeti [101]

I. Bölge: Kama şeklinde bir bölgenin oluşturulduğu giriş bölgesidir. Boyutu pimin yarıçapına bağlıdır. Bu kısa kama biçimli bölgede eriyik, hareketli fiber demeti ve emdirme pimi tarafından basınçlandırılır [101, 105].

II. Bölge: Fiber demeti ile emdirme pimi arasında ince bir filmin oluştuğu emdirme bölgesidir. Bu ince film, fiber demetindeki eriyiği sıkıştırarak fiber demetindeki gerilim tarafından baskı altına alınır. Emdirme kalitesine en büyük katkı bu bölgededir. Gerilim, viskoz sürükleme ile oluşturulur [101, 105].

III. Bölge: Fiber demeti ile emdirme pimi arasındaki ince filmin inceldiği ve fiber demetindeki filamanların pim ile temas ettiği temas bölgesidir. Bu istenmeyen bir durumdur. Çünkü emdirme tamamlanmıştır ve fiber demetinin emdirme pimi ile doğrudan temas etmesiyle ile filamanlar kopabilir [101, 105].

IV. Bölge: Fiber demetinin emdirme piminden ayrıldığı çıkış bölgesidir. Bu bölgenin, fiber demetine eriyiğin nüfuz etme derinliğine katkıda bulunmadığı varsayılır. Ayrıca gerilim oluşmamaktadır [101, 105].

3.2.2 Tamamen Emdirilmiş Ara Ürünler

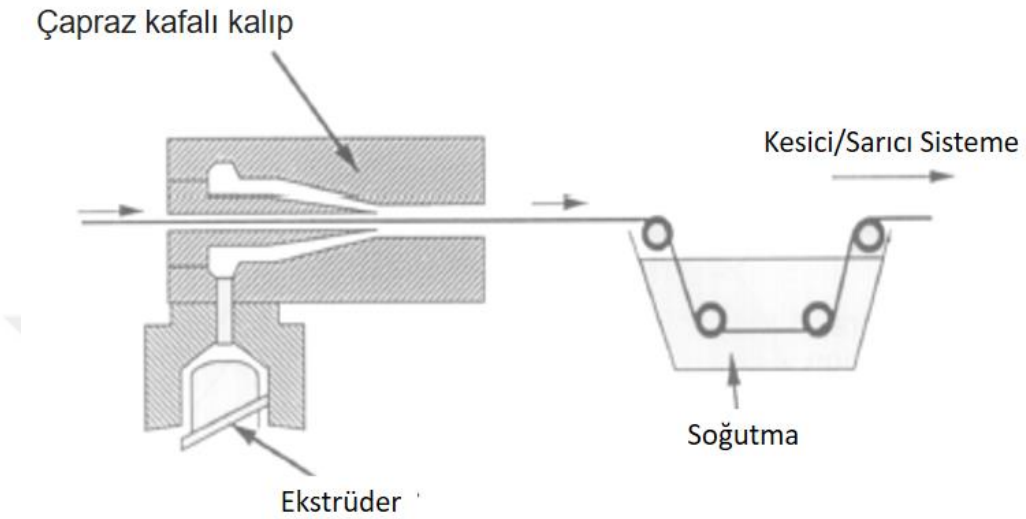
3.2.2.1 Eriyik Emdirme Teknikleri

Bu tekniğin ana avantajı, termoplastik matrisin girişinin basit erime yoluyla sağlanmasıdır. Bu, çeşitli eriyik emdirme tekniklerinin geliştirilmesini sağlamıştır [95]. Eriyik bileşik ekstrüderinin kısıtlamalarının üstesinden gelmek için en önemli erken girişimler, Şekil 3.5'de gösterildiği gibi, tel kaplama ekstrüzyonu için kullanılanlara benzer çapraz başlı kalıplardan fiber demetlerinin geçişini içermektedir [96].

Çapraz kafalı ekstrüzyon, bileşik ekstrüdere göre avantajlar sağlamıştır. Fiber demetleri ekstrüderden geçmediğinden, aşınma ile ilgili nozul sorunları ortadan kaldırılmış ve hem güç tüketimi hem de ekstrüderin boyutu azaltılmıştır. Dezavantajı, eriyiğin fiber demetinin dış katmanlarının ötesine nüfuz etmesi için yetersiz zaman olduğundan, emdirme işleminin tamamlanmamış olmasıdır. Fiber demetleri üzerine uygulanan dış basınç aynı zamanda tek tek fiberleri birbirine kilitlemeye hizmet ederek geçirgenliği önemli ölçüde azaltmaktadır [95].

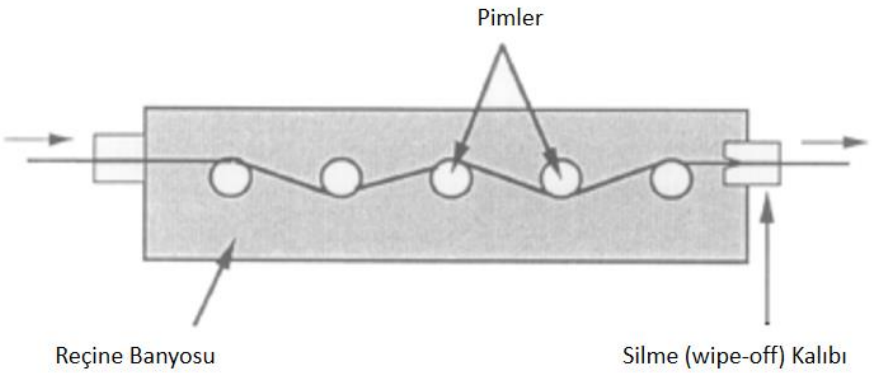
En son emdirme cihazları, şekil olarak basittir ve Şekil 3.6'da görülebileceği gibi, genellikle termosetlerin işlenmesinde kullanılan reçine banyolarına yüzeysel olarak benzemektedir. Pim emdirme işlemi iki açıdan etkilidir. İlk olarak pimlerin varlığı

kuru fiber demetinin açılmasına ve yayılmasına neden olur. İkinci olarak, Şekil 3.7'de gösterildiği gibi, eriyik ile pim arasına bir polimer eriyik filmi çekilir ve bu, eriyiği fiber demetine iten bir basınç oluşturur. Emdirme banyosundaki fiberlerin yayılmanın gerçekleşmesi için yüksek bir fiber gerilime ihtiyaç bulunduğundan bu işlem çok hassastır [96, 106].

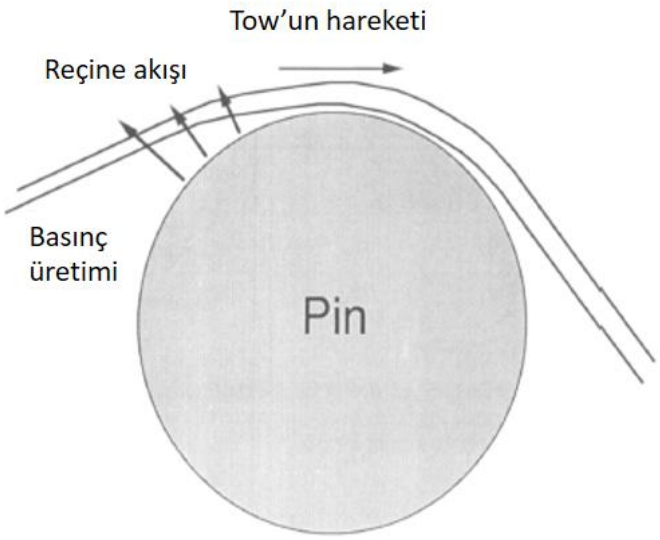


Şekil 3.5 Yaklaşık 10 mm uzunluğunda paralel fiberler içeren kısmen emdirilmiş enjeksiyon kalıplama malzemelerinin sürekli üretimi için çapraz kafalı kalıp ekstrüzyonu [96]

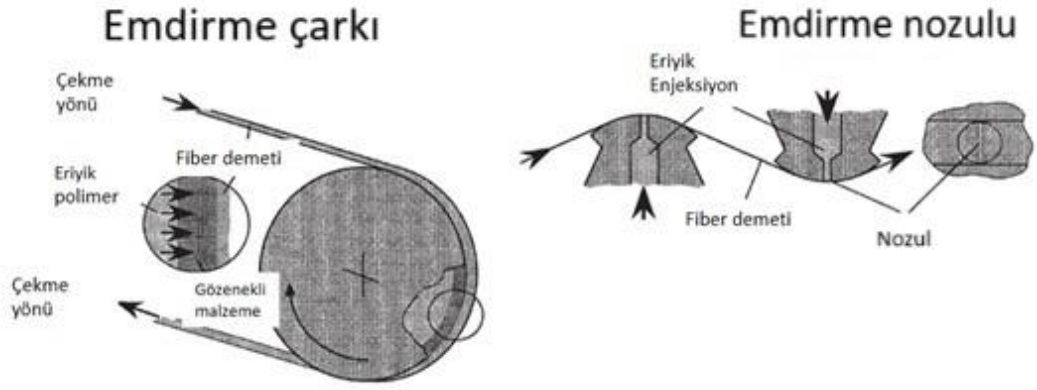
Pim emdirme işleminin farklı çeşitleri bulunmaktadır. Örneğin, pimleri döndürerek, pim eğriliğini ve geometrisini değiştirerek veya pimlerdeki yuvalardan reçine enjekte ederek faydalar elde etmek mümkündür [95, 96, 107]. Emdirme nozulu işleminde eriyik polimerin içinden beslendiği ve üzerine fiber demetinin yerleştirildiği bir veya daha fazla nozul kullanılır (Şekil 3.8).



Şekil 3.6 Pim emdirme işleminin şeması [96]



Şekil 3.7 Pimler kullanarak emdirme mekanizması [96]



Şekil 3.8 Eriyik emdirme teknikleri-emdirme çarkı ve emdirme nozulu [95]

Şekil 3.8'de verilen işleme göre fiber demetinin nozuldan geçtiği kısa bir zaman aralığında emdirme gerçekleşir. Fiber demetini nozullarla temas halinde tutmak için yüksek bir fiber gerilimi oluşturulmalıdır. Bu şekilde, eriyik demetin içinden enine nüfuz edebilir. Bu tekniğin yararı, fiber demetinin akış direncinin üstesinden gelmek için yüksek basınç uygulanabilmesidir. Şekil 3.8'deki şemada da görüldüğü gibi emdirme süresinin çok kısa olduğu belirtilmektedir [95, 108].

Emdirme çarkı kullanılarak ve eriyik polimer gözenekli bir gövdeden beslenerek, fiber demetinin sürekli emdirilmesi gerçekleştirilebilir (Şekil 3.8). Emdirme çarkı, erimiş termoplastik matrisin fiber demetine nüfuz etmesine ve emdirilmesine izin veren gözenekli bir halkadan oluşur. Fiber demeti, çevresinin yarısı boyunca halkanın dış yüzeyi ile yakın temas halindedir. Bu tekniğin avantajı, emdirme çarkının çapının arttırılmasıyla emdirme aşamasının süresi artması

sağlanabilmektedir. Bu, etkili emdirme süresinin daha önce açıklanan işlemlere göre çok daha uzun olduğu ve sürekli olarak gerçekleştiği anlamına gelmektedir. Erimiş polimer matrisi halkanın içinden geçerken yüksek kesme hızı nedeniyle viskozite minimum bir değere düşürülür. Bu nedenle, emdirme basıncı azaltılabilir, böylece yalnızca düşük bir fiber demeti gerilimine ihtiyaç duyulur. Bu, emdirme sırasında fiber hasarını azaltır ve güvenli bir çalışma sağlar. Bu tasarım, ayarlanabilir emdirme süresine dayalı olarak yüksek verimi garanti etmektedir. Diğer avantajlar, kısa kurulum süreleri ve kolay kullanımdır (fiber demetinin içinden çekilmesi gereken hiçbir kalıp yoktur). Bu teknikle fiber hacim oranı, birim zamanda emdirme çarkından geçen erimiş polimer miktarı kontrol edilerek ayarlanabilir [95, 108].

Literatür çalışmalarında filaman kalitesini etkilediği için emdirme kalıbının tasarımı kullanılmıştır. Kalıp tasarımı, emdirme kalitesini iyileştirmek için fiber demetinin yayılma durumunu iyileştirmelidir. Bu durumda, kalıp tasarımı pim sayısına ve pim konfigürasyonuna bağlıdır [54].

Bates vd. [92] yapmış oldukları çalışmada eriyik emdirme sistemi kullanmışlardır. Sistemde GF, sabit bir giriş gerilimi (T_0) altında atmosferik basınçlı bir eriyik havuzunda bulunan bir dizi kademeli silindirik pim üzerine çekilmiştir. 0, 3, 5 veya 7 pim sayısı ve dört farklı pim çapı (D; 5, 7, 10 veya 14 mm) kullanılmıştır [92].

Garofalo vd. [99] yapmış oldukları çalışmada yerinde ön emdirme olarak adlandırılan sistemi kullanmışlardır. Burada; sabit pimler kullanarak fiberleri yaymak, bir veya her iki tarafta yarık şeklinde bir delik kullanılarak yayılan fiberlerin kaplanması ve kaplanmış fiberlerin pultruzyona benzer şekilde sistemin dışından çekilmesi gerçekleşmektedir. En düzgün fiber yayılımı, fiberlerin sabit dışbükey şekilli pimler üzerine gergin olarak çekilmesiyle elde edilmiştir. Yayıldıktan sonra, fiberler etkili bir şekilde kaplanmış ve ölçülmüş reçine akış hızına sahip en az bir yarık kalıbı kullanılarak emdirilmiştir [99].

Kacmarek vd. [100] yapmış oldukları çalışmada CFR termoplastik kompozit üretimi için deneysel bir pultruzyon düzeneği kullanmışlardır. Sistem yatay bir pultruzyon kalıbına vidalanmış dikey silindirik bir eriyik odasından oluşmaktadır. Kesik kare piramit şeklinde 50,8 mm uzunluğunda bir emprenye odası bulunmaktadır. Kalıp giriş şekli, kalıba girdikten sonra fiberi düzleştiren 0.20 × 1.6

mm'lik bir yarıktır. Bu düzleştirilmiş fiber, fiber demetinin iç kısmına daha fazla termoplastik eriyik nüfus etmesini sağlar. Kalıp çıkış şekli, kompozit filamanın istenen nihai dairesel kesitte oluşturulmasına yardımcı olan 0,80 mm'lik çapa sahip bir deliktir. Pultruzyon kalıbından çıktıktan sonra, filaman soğumaya ve katılaşmaya bırakılmaktadır [100].

Uşun ve Gümrük [56] yapmış oldukları çalışmada eriyik emdirme hattı geliştirilmiş ve inşa etmişlerdir. Emdirme hattı fiber yayma, polimer karışımı ve kalıp bölümleri olmak üzere üç ana bölümden oluşmaktadır. Fiber yayma bölümü 8 mm çapında 5 sabit pimden oluşmaktadır. Uygulanan kuvvetler nedeniyle fiberlerin zarar görmesini önlemek için pimlerin yüzeyleri ince bir şekilde parlatılmıştır. Fiber demeti, ticari bir pultruzyon sistemine benzer şekilde, fiberler ve pim yüzeyleri arasında normal bir gerilim kuvveti oluşturmak için bu pimlerin etrafında daire içine alınmıştır [56].

Budiyantoro vd. [54] yapmış oldukları çalışmada filaman kalitesini etkilediği için emdirme kalıbının tasarımı düşünülmüştür. Farklı kalıp varyasyonları üzerine çalışılmıştır. Kalıp varyasyonları, iki destek pimi (bir pim, iki pim ve üç pim) arasında bulunan fiber yayıcı pimlerin sayısına göre oluşturulmuştur. Kalıpta, pimlerin aralık ve konuma göre birçok düzenlemede yerleştirilebileceği altı deliği bulunmaktadır. Eriyik emdirme odasının uzunluğu 160 mm ve eriyik havuzunun hacmi 34.3 cm^3'tür. Fiber demeti kalıptan dışarı çekilir ve pimlerden geçirilir [54].

Liu vd. [53] yapmış oldukları çalışmada CFR termoplastik kompozitleri imal etmek için, mikro vidalı yerinde ekstrüzyon tabanlı 3D baskı işlemi öne sürülmüştür. Eriyik polimer, ekstrüderin sonunda bir emprenye kalıbına sürekli olarak ekstrüde edilir. Emdirme kalıbında dağılmış üç pim bulunmaktadır ve orta pim, ekstrüderi emprenye kalıbına bağlayan bazı radyal deliklere sahiptir, böylece eriyik polimeri bunların içinden emdirme kalıbına akmaktadır. Gerilmiş fiber demeti bir girişten çekilir, pimler üzerinden yönlendirilir ve çıkış kalıbından dışarı çekilir. Fiber demeti pimlerle etkileşime girdiğinde emdirme işlemi gerçekleşir. Emdirme işleminden sonra, fiber demeti belirli bir çapa sahip bir çıkış kalıbından dışarı çekilir ve önceden emdirilmiş fiber takviyeli kompozit filaman nihai olarak elde edilir. Fiberi çekmek için bir çekme cihazı uygulanır ve daha sonra önceden ekstrüde edilmiş filamanı, 3D baskı nozuluna doğrudan beslenerek parça üretim işlemi gerçekleşir [53].

4
MATERYAL VE YÖNTEM

4.1 Materyaller

Çalışmada CFR filaman üretmek amacıyla iki farklı fiber (karbon ve cam fiber) ve polimer (PP ve PPS) kullanılmıştır. Bu malzemeler kullanılarak CFR-CF PP, CFR-GF PP ve CFR-CF PPS filamanların üretimi gerçekleştirilmiştir. Çalışmada kullanılan PP ve PPS polimerlerine ait bazı fiziksel özellikleri Tablo 4.1'de verilmiştir. Sürekli fiber takviyesi olarak CF ve GF kullanılmıştır ve malzemelerin bazı özellikleri sırasıyla Tablo 4.2'de verilmiştir.

Tablo 4.1 Polimer malzemelerin özellikleri

Polimer Malzeme	Marka/Model	Malzeme Özellikleri	Değerler	Birim
PP	**Total Energies Polypropylene PPH 10042**	Yoğunluk	0.905	g/cm^3
		Eriyik Akış İndeksi (230°C/2.16 kg)	35	g/10 dk
		Erime Sıcaklığı	165	ºC
		Çekme Modülü	1.7	GPa
		Çekme Dayanımı	C	MPa
PPS	**DIC Corporation PPS (DIC.PPS Z-200-E5)**	Yoğunluk	1.31	g/cm^3
		Eriyik Akış İndeksi (300 °C; 2.16 kg)	6.18	g/10 dk
		Çekme Modülü	3.5	GPa
		Çekme Dayanımı	65	MPa

Tablo 4.2 Fiber malzemelerin özellikleri

Fiber Malzeme	Marka/Model	Malzeme Özellikleri	Değerler	Birim
CF	**Toray Industries, Inc. CF (T700S C 12K 50C)**	Yoğunluk	1.80	g/cm^3
		Çekme Modülü	230	GPa
		Çekme Dayanımı	4900	MPa
		Filaman Çapı	7	μm
		Filaman İçeriği	12000	-
GF	**Owens Corning Performax® SE4850**	Nominal filaman çapı	17 – 24	μm
		Filaman TEX'in doğrusal ağırlığı	2400	-

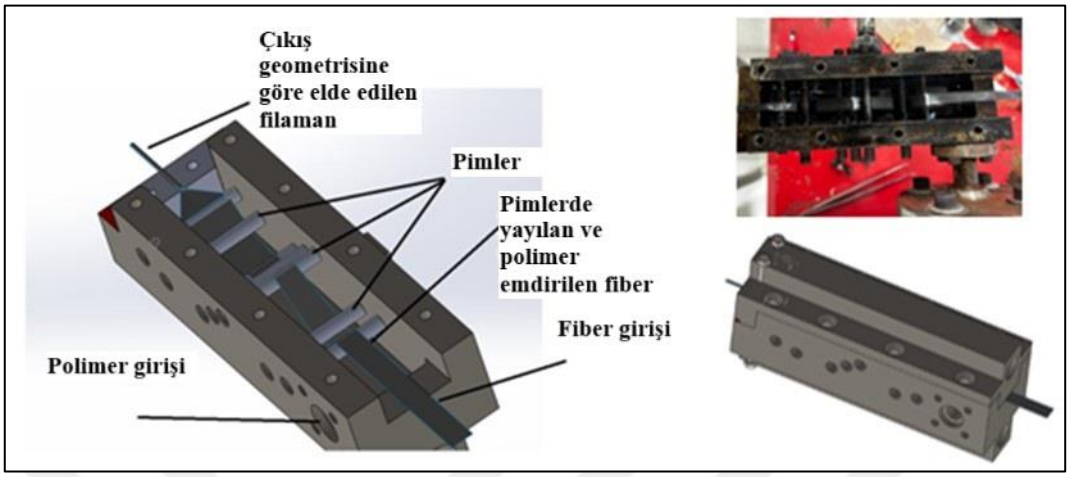
4.2 CFR Filaman Üretim Prosesi

CFR filamanların üretiminde ekstrüzyon ile kaplama yöntemi kullanılmıştır. Yapılan çalışmada filaman üretimi için emdirme kalıbı tasarımı ve proses hattı geliştirilmiştir. CFR filaman üretimi için geliştirilen emdirme kalıbı tasarımında Darcy yasası baz alınarak, fiberlerin yayılması ve polimerin fiber içerisine emdirilmesini sağlayacak basıncı oluşturması amacıyla pimler yer almaktadır. Tasarlanan emdirme kalıbı görseli Şekil 4.1'de yer almaktadır.

CFR filaman üretimi amacıyla oluşturulan cağlık, tek vidalı ekstrüder, hava soğutma kabini, su banyosu, çekici sisteminin yer aldığı filaman üretim hattı Şekil 4.2'de verilmiştir. Proseste tek vidalı ekstrüder kullanılmıştır ve ekstrüderin çapı 16 mm, L/D oranı 30 ve üretim kapasitesi 0.1-1 kg/saat'tir.

Literatürde elde edilen bilgiler doğrultusunda tasarımda emdirme kalitesini arttırmak amacıyla emdirme alanında pimlerin kullanılması planlanmıştır. Bu alanda fiberin 5 pime temas ederek geçmesi tasarlanmıştır. 1. ve 7. pimler kılavuz pimleridir. Bu pimler fiberin kalıp giriş ve çıkış delikleri ile aynı hizada olmasını sağlamaktadır. Bu nedenle kalıp giriş ve çıkış delikleri ile aynı hizada ayarlanmıştır.

Ortadaki 3, 4 ve 5 numaralı pimler farklı açılar oluşturarak fiberlerin yayılıp emdirmenin geliştirilmesi amacıyla yerleştirilmiştir.



Şekil 4.1 Emdirme kalıbı görseli



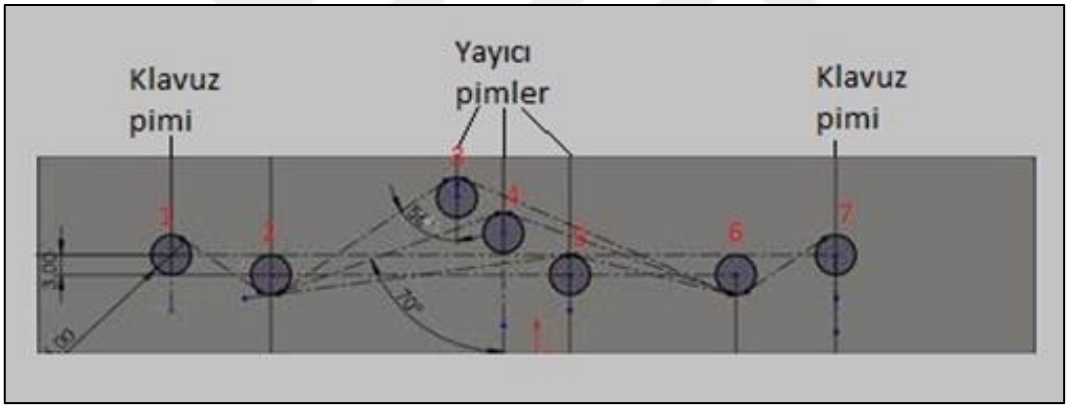
Şekil 4.2 CFR filaman üretim hattı görseli

Bu çalışmada, üç farklı parametre oluşturularak fiberlerin geçirilmesi planlanmıştır:

Birinci senaryo: Fiber sırasıyla 1 numaralı pimin üzerinden, 2 numaralı pimin altından, 3 numaralı pimin üzerinden, 6 numaralı pimin altından ve 7 numaralı pimin üzerinden geçirilerek filaman olarak dışarı çıkması planlanmıştır.

İkinci senaryo: Fiber sırasıyla 1 numaralı pimin üzerinden, 2 numaralı pimin altından, 4 numaralı pimin üzerinden, 6 numaralı pimin altından ve 7 numaralı pimin üzerinden geçirilip polimer ile emdirilmiş şekilde çıkması öngörülmüştür.

Üçüncü senaryo: Önceki senaryolar ile aynı şekilde sabit pimlerden (1, 2, 6 ve 7) aynı şekilde geçirilerek 5 numaralı pimin üzerinden geçirilerek filaman üretilmesi planlanmıştır. Böylece oluşan açılar fiberin yayılmasını değiştirerek emdirme kalitesine etkisi gözlemmiştir. Kullanılan pimlerin çapı 6 mm ve çıkış nozulunun çapı ise 2 mm'dir. Çalışmada kullanılan emdirme kalıbının pim konfigürasyonları ve açı değerleri sırasıyla Şekil 4.3'te ve Tablo 4.3'te verilmiştir.



Şekil 4.3 Emdirme kalıbı pim konfigürasyonları

Tablo 4.3 Yayıcı pim konumlarının açı değerleri

Yayıcı Pim Konumları	Yayıcı Pim Açısı (°)
3	56
4	70
5	80

4.3 CFR-GF PP Filaman Üretim Parametreleri

Çalışmada CFR-GF PP filaman üretimi gerçekleştirilmiştir. Filaman üretiminde ekstrüder sıcaklıkları 200-210 °C'dir. Filaman üretiminde emdirme kalıbı sıcaklığı (210, 220 ve 230 °C), yayıcı pim konumu (3, 4 ve 5) ve çekiş hızı (1, 2 ve 3 m/dk) parametreleri ile çalışılmıştır. Belirlenen üretim parametrelerine göre üretilmesi planlanan CFR-GF PP filaman kodları Tablo A1.1'da verilmiştir.

4.4 CFR-CF PP Filaman Üretim Parametreleri

Çalışmada CFR-CF PP filaman üretimi gerçekleştirilmiştir. Filaman üretiminde ekstrüder sıcaklıkları 200-210 °C'dir. Filaman üretiminde emdirme kalıbı sıcaklığı (210, 220 ve 230 °C), yayıcı pim konumu (3, 4 ve 5) ve çekiş hızı (1, 2 ve 3 m/dk) parametreleri ile çalışılmıştır. Belirlenen üretim parametrelerine göre üretilmesi planlanan CFR-CF PP filaman kodları Tablo A1.2'de verilmiştir.

4.5 CFR-CF PPS Filaman Üretim Parametreleri

Çalışmada CFR-CF PPS filaman üretimi gerçekleştirilmiştir. Filaman üretiminde ekstrüder sıcaklıkları 350-350 °C'dir. Filaman üretiminde emdirme kalıbı sıcaklığı 350 °C ve çekiş hızı 1 m/dk'dır. Filaman üretim parametresi olarak yayıcı pim konumu (3, 4 ve 5) çalışılmıştır. Belirlenen üretim parametrelerine göre üretilmesi planlanan CFR-CF PPS filaman kodları Tablo A1.3'te verilmiştir.

4.6 Polimer Malzemelerin ve Filamanların Karakterizasyonu

4.6.1 Polimer Malzemelerin Karakterizasyonu

Çalışmada kullanılan PP ve PPS malzemelerin reolojik özellikleri TA Instruments/Discovery HR-2 cihazı ile incelenmiştir. PP için 210, 220 ve 230 ºC sıcaklıklarında, PPS için ise 320, 340 ve 350 ºC sıcaklıklarında analiz gerçekleştirilmiştir. Malzemelere her sıcaklık için genlik taraması, frekans taraması ve akış eğimi testleri uygulanmıştır. Akış eğimi analizi, genellikle kayma hızının (shear rate) belirli bir aralıkta artırılması veya azaltılmasıyla malzemenin viskozite değişiminin incelenmesini içermektedir.

4.6.2 Filamanların Karakterizasyonu

Üretilen CFR-CF PP, CFR-GF PP ve CFR-CF PPS filamanlarının özelliklerini analiz etmek amacıyla yoğunluk, DSC, çekme testi, fiber içeriği analizi, SEM ve mikroskop görüntü analizi gerçekleştirilmiştir.

Çalışmada üretilen tüm filamanlarının yoğunluk ölçümü ASTM D792[109]'ye göre gerçekleştirilmiştir. (Test Yöntemi B-Katı plastiklerin su dışındaki sıvılarda test edilmesi için).

Üretilen tüm filamanların fiber içeriği ölçülmüştür. CFR-CF filamanların fiber içeriği analizi DIN EN 2559 standardı Metot-A'ya göre gerçekleştirilmiştir [110]. Test için çözücü olarak sülfürik asit kullanılmıştır. Numuneler 100 mm uzunluğunda kesilmiştir.

CFR-GF PP filamanların fiber içeriği tayini, BS EN 2331- Önceden emdirilmiş tekstil cam fiberi - Birim alan başına reçine ve fiber içeriği ve fiber kütlesinin belirlenmesi için test yöntemi standardına göre gerçekleştirilmiştir [111].

Üretilen tüm filamanlara ASTM 3039'a göre çekme analizi gerçekleştirilmiştir [112]. Çekme testleri, Zwick Roell Z250 kN Universal test ekipmanı kullanılarak 2 mm/dk'lık bir test hızında gerçekleştirildi. Çekme testi numuneleri 150 mm uzunluğa kesilerek, gerinim makro ekstansometre ile ölçülmüştür.

Perkin Elmer DSC 4000 cihazı kullanılarak tüm filamanlara DSC analizi gerçekleştirilmiştir. Bu yöntemde malzemeler ısıtırken, soğuturken ve sabit sıcaklıkta bekletilirken ortama verdiği enerji değerleri ölçülür. Bu enerji değerleri ile malzemelerin; erime ve kristallenme sıcaklığını, camsı geçiş sıcaklığını, oksijen indüksiyon zamanını ölçer.

PP malzeme ile üretilen filamanlarına 30-220 °C, PPS malzeme içeren filamanlarda ise 30-350 °C sıcaklık aralığında çalışılmıştır. DSC analizleri 10 °C/dk ısıtma hızında iki ısıtma çevrimi ve 5 °C/dk soğutma hızında gerçekleştirilmiştir.

Üretilen tüm filamanların kesit alanlarının ve fiber-polimer dağılımını görmek amacıyla mikroskop analizi gerçekleştirilmiştir. Optik mikroskopta görüntü alabilmek için numuneler soğuk bakalit kalıba alındı ve zımpara kullanılarak

yüzeyleri düzeltilmiştir. Hazırlanan numunelerin UNITRON MEC2 Optical Microscope (1X) marka cihazda mikroskop görüntüleri alınmıştır.

Takviye malzemelerin matris içerisindeki dağılımını ve yapısal özelliklerini incelemek amacıyla SEM kullanılmaktadır. Çalışmada üretilen tüm filamanlarda fiber ve matris arasındaki morfolojik yapı ve emdirme durumunu değerlendirmek için numunenin kesit yüzeyine Phenom G3 Pro markalı cihazda SEM analizi gerçekleştirilmiştir. Cihaz 20-135x optik büyütme, 80-130000x elektronik büyütme ve 14 nm çözünürlük özelliklerine sahiptir.

4.7 Deneysel Tasarım

Belirli konularda sınırlı sayıda soruya yanıt aranan çalışmalara deney adı verilir [113]. Deney tasarımı ise, bir sürece etki eden parametreler ile bu sürecin çıktıları arasındaki ilişkiyi ortaya koymak amacıyla kullanılan planlı ve sistematik bir yaklaşımdır. Deney tasarım sürecinin ilk adımı, sürecin başarımını değerlendirecek kriterlerin belirlenmesidir. Bu sayede, süreçten en verimli sonuçların alınmasını sağlayacak parametreler tanımlanır. Parametrelerin belirlenmesinin ardından, bunların sistem üzerindeki etkisini incelemek ve en uygun parametre kombinasyonunu bulmak amacıyla çeşitli deneyler gerçekleştirilir. Elde edilen deney sonuçlarına göre, en iyi performansı sağlayan koşullar tespit edilir [114].

Deneysel tasarımın temel amacı, zaman, maliyet ve malzemeler gibi kaynakları en verimli şekilde kullanırken belirli bir problem hakkında maksimum miktarda bilgi elde etmektir. Bu yaklaşım, deneysel süreci optimize ederek ve gereksiz tekrarları en aza indirerek sistem performansı üzerinde en önemli etkiye sahip parametrelerin belirlenmesini sağlar. İstenilen hedeften herhangi bir sapma performansta kayba yol açabileceğinden, tasarımı en uygun şekilde planlamak ve uygulamak kritik öneme sahiptir.

Parametre tasarımı, deneysel çalışmalarda kritik bir adımdır ve bu aşamada sistem performansını etkileyen kontrol edilebilir ve edilemez değişkenlerin etkilerini analiz etmek amacıyla çeşitli yöntemler kullanılabilir. Bu yöntemlerden biri de istatistiksel deney tasarımıdır. Bu yaklaşım, kontrol edilebilir faktörlerin uygun seviyelerde ayarlanarak, kontrol edilemeyen (gürültü) faktörlerin ürün veya süreç

üzerindeki olumsuz etkilerini en aza indirecek şekilde optimum işlem koşullarının belirlenmesini hedefler [113].

Aşağıda verilen sonuçlara ulaşabilmek amacıyla deneysel tasarım değerlendirilmiştir [115]:

- Etkili olan değişkenlerin belirlenmesi
- Belirlenen bir aralıkta değişkenlerin farklı seviyelerinin etkilerinin belirlenmesi
- Mevcut olan durumda sürecin ilerleyişinin tanımlanması
- Belirli etken ve etkileşimlerin kıyaslanması

Deneysel tasarımın proses başlangıcında uygulanması aşağıda verilen çeşitli yararları sağlamaktadır [115]:

- Maliyetin düşürülmesi
- Sürenin azaltılması
- Hedeflenen değerdeki sapmanın düşürülmesi
- İyileştirilmiş sonuç değerlerinin elde edilmesi

Deneysel tasarım, ürün ve süreç iyileştirmelerinde en kapsamlı istatistiksel yaklaşımlardan biri olarak kabul edilir. Taguchi metodu bu istatistiksel yaklaşımın bir alt dalıdır ve birçok alanda ürün ve süreç iyileştirmeleri için tercih edilmektedir [116].

Çalışmada prosesteki kalite karakteristiğini belirmek amacıyla CFR-CF ve CFR-GF PP filaman üretimi için Taguchi methodu kullanılarak deneysel tasarım gerçekleştirilmiştir. Taguchi deney tasarımı kapsamında belirlenen faktör ve seviyelerine göre oluşturulan deney deseni Minitab 17 programı kullanılarak oluşturulmuştur. Tablo 4.4'te görüldüğü gibi üç kontrol faktörü üç farklı seviyede işlenmiştir. Bu faktörlerin performans üzerine etkisi dikkate alınarak üç seviyenin seçimi gerçekleştirilmiştir. Uygulanan deneysel tasarım ile değişkenlerin performans kalitesi üzerine etkisi ve deney sayısının azalması sağlanmıştır.

Bu çalışmadaki kontrol faktörleri emdirme kalıbı sıcaklığı, yayıcı pim konumu ve çekiş hızıdır. Kontrol faktörlerinin tepki üzerindeki etkilerini incelemek için bir L_9 (3^4) ortogonal dizisi kullanıldı. Tablo 4.5, deneysel tasarım yöntemi ile elde edilen

ortogonal dizin tablosunu ve Tablo 4.6, bu ortogonal dizine göre üretimi gerçekleştirilen numunelerin kodlarını göstermektedir.

Tablo 4.4 Deneysel tasarım parametreleri ve seviyeleri

Faktör	Birim	Seviye 1	Seviye 2	Seviye 3
Emdirme Kalıbı Sıcaklığı	ºC	210	220	230
Yayıcı Pim Konumu		3	4	5
Çekiş Hızı	m/dk	1	2	3

Tablo 4.5 L_9 (3^4) ortogonal dizin

Deney No	Emdirme Kalıbı Sıcaklığı (ºC)	Yayıcı Pim Konumu	Çekiş Hızı (m/dk)
1	210	3	1
2	210	4	2
3	210	5	3
4	220	3	3
5	220	4	1
6	220	5	2
7	230	3	2
8	230	4	3
9	230	5	1

Tablo 4.6 CF/PP ve GF/PP filaman üretim kodları

CF/PP Filaman Üretimleri	GF/PP Filaman Üretimleri
PP-CF-210-4-2	PP-GF-210-4-2
PP-CF-230-4-3	PP-GF-230-4-3
PP-CF-220-3-3	PP-GF-220-3-3
PP-CF-210-3-1	PP-GF-220-3-1
PP-CF-210-5-3	PP-GF-210-5-3
PP-CF-220-5-2	PP-GF-220-5-2
PP-CF-230-5-1	PP-GF-230-5-1
PP-CF-220-4-1	PP-GF-220-4-1
PP-CF-230-3-2	PP-GF-230-3-2

5
BULGULAR VE TARTIŞMA

5.1 Emdirme Kalıbı Tasarımı ve Optimizasyon Çalışmaları

Literatür araştırmaları sonucunda elde edilen verilere göre CFR termoplastik filaman üretiminde emdirmenin filamanların özelliklerinin belirlenmesinde önemli bir parametre olduğu gözlenmiştir. Buna göre fiberlere iyi bir şekilde polimer emdirilmesi amacıyla emdirme kalıbı tasarımı gerçekleştirilmiştir. Kalıbın imalatı gerçekleştirilmeden önce emdirme kalıbının tasarımı optimizasyon analizleri tamamlanmıştır. CFR filaman üretiminde emdirmenin artırılması için tasarlanan kalıpta temel hedefler aşağıdaki gibi sıralanabilir:

- Kalıp çıkışında homojen hız dağılımı elde edilmesi,
- Kalıbın içerisindeki basınç düşüşünün olabildiğince az olması,
- Akışkanın kalıp içerisinde mümkün olduğu kadar az süre kalması,
- Akışkanın kalıp içerisinde beklemesine, birikmesine neden olacak durumların olmaması.

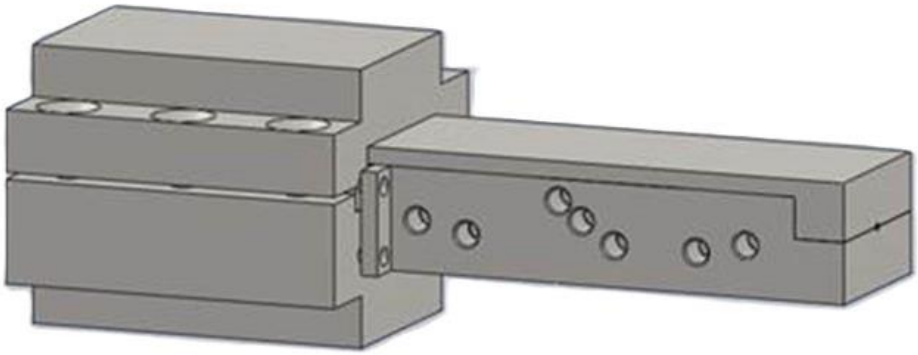
Yapılan çalışmada optimum tasarımın belirlenmesinde belirtilen hedeflerin hepsinin belli bir sapma aralığında olması sağlanmalıdır.

5.1.1 Emdirme Kalıbı Tasarımı Çalışmaları

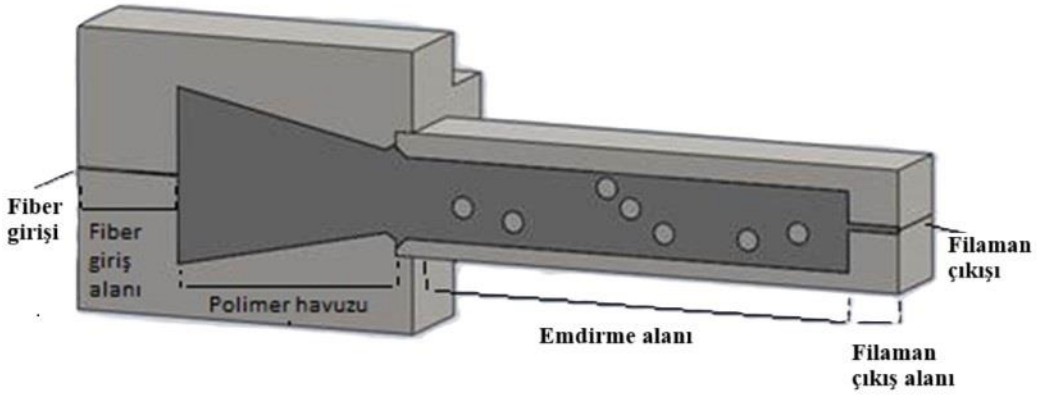
Darcy yasası ve literatürde yapılan çalışmalar dikkate alınarak, çalışmada kullanılmak üzere tasarlanan CFR termoplastik filaman üretimi için emdirme kalıbı Şekil 5.1'de verilmiştir. Kalıbın yan kesit görüntüsü Şekil 5.2'de verilmiştir. Tasarım fiberin giriş alanı, fiber ve polimerin buluştuğu havuz alanı, emdirmenin gerçekleştiği emdirme alanı ve filaman çıkış alanı bulunmaktadır.

Literatürde elde edilen bilgiler doğrultusunda tasarımda emdirme kalitesini arttırmak amacıyla emdirme alanında pimlerin kullanılması planlanmıştır. Bu alanda fiberin 5 pime temas ederek geçmesi planlanmıştır. 1. ve 7. pimler kılavuz

pimleridir. Bu pimler fiberin giriş ve çıkış delikleri ile aynı hizada olmasını sağlamaktadır. Bu nedenle giriş ve çıkış delikleri ile aynı hizada ayarlanmıştır. Ortadaki 3, 4 ve 5 numaralı pimler farklı açılar oluşturarak fiberlerin yayılıp emdirmenin geliştirilmesi amacıyla yerleştirilmiştir. Burada üç farklı parametre oluşturularak fiberlerin geçirilmesi planlanmıştır.



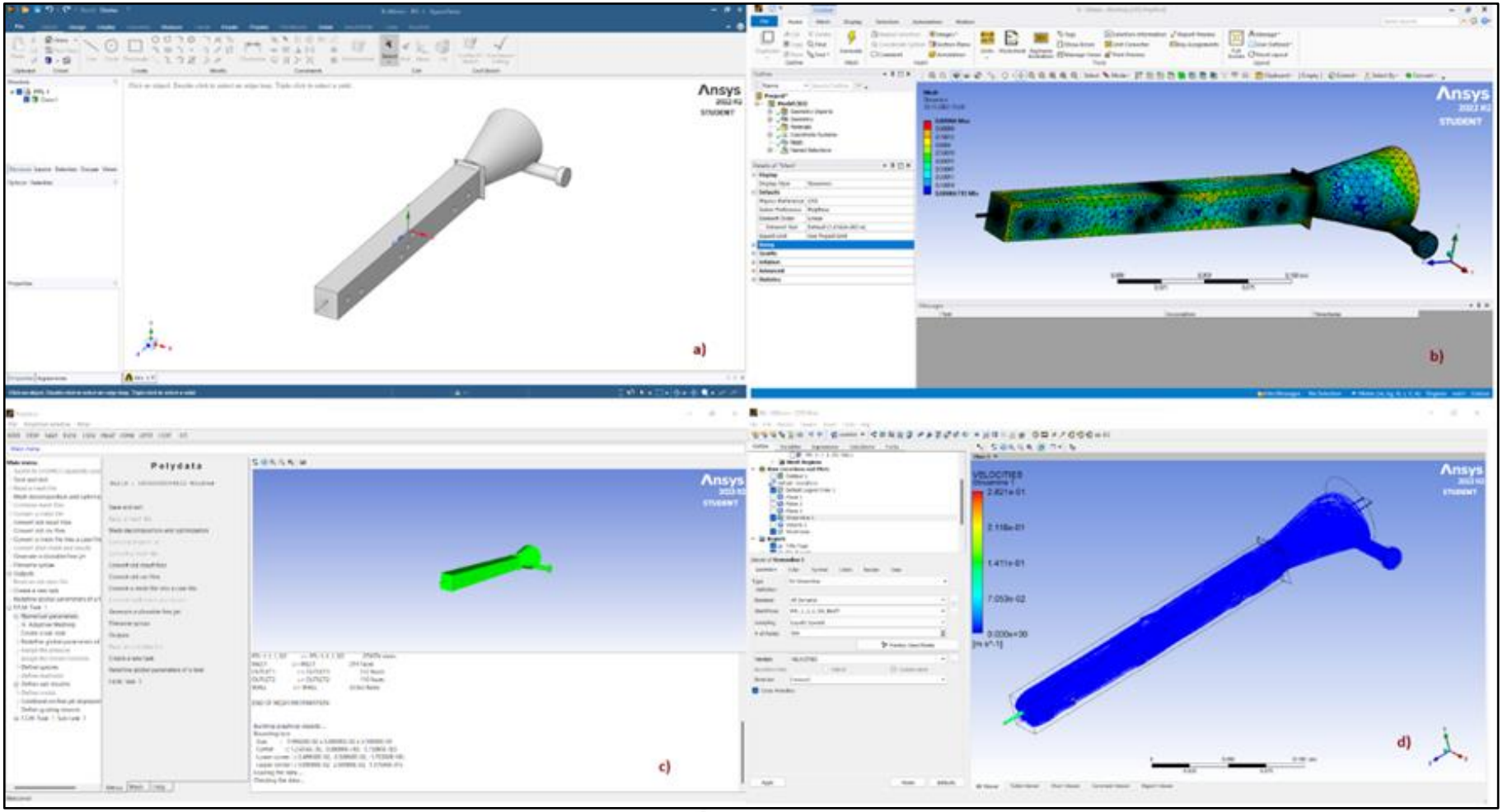
Şekil 5.1 Çalışmada tasarlanan emdirme kalıbı



Şekil 5.2 Çalışmada tasarlanan emdirme kalıbının yan kesit görüntüsü

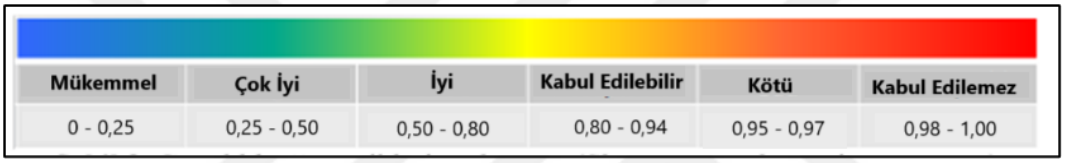
5.1.2 Emdirme Kalıbı Optimizasyon Çalışmaları

CFR termoplastik filaman üretimi için tasarlanan emdirme kalıbında optimum kalıp boyutunun belirlenmesi için optimizasyon çalışmaları gerçekleştirilmiştir. İdeal emdirme kalıbı boyutunun belirlenmesi için kalıbın iki bölgesinin boyutları değiştirilerek Ansys-Polyflow programında akış analizi gerçekleştirilmiştir. Akış analizi gerçekleştirilen iki bölge fiber giriş alanı ve emdirme alanıdır. Ansys-Polyflow analiz aşamaları ise Şekil 5.3'te verilmiştir.



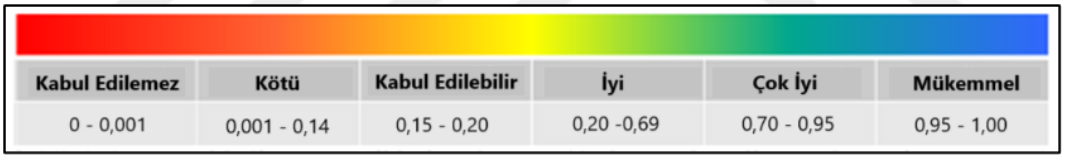
Şekil 5.3 Ansys-Polyflow analiz aşamaları: a) geometri, b) ağ (mesh), c) ayar ve d) sonuç

Ansys, Inc tarafından geliştirilen ağ metrik (mesh metric) aşamasına göre, sonuçların güvenilirliği açısından ağ kalitesi çok önemlidir. Çarpıklık (skewness), bir ağ için birincil kalite ölçütlerinden biridir. Bir yüz veya hücrenin ideale ne kadar yakın olduğunu belirler. Hücreler için ortogonal kalite (orthogonal quality), yüz normal vektörü, hücre merkezinden her bir bitişik hücrenin merkezine giden vektör ve hücre merkezinden her bir yüze giden vektör kullanılarak hesaplanır. Çarpıklık ve ortogonal kalite 0-1 arasında değerler alır [117]. Çarpıklık ağ metrikleri spektrumu ve ortogonal kalite ağ metrik spektrumu Şekil 5.4 ve Şekil 5.5'de verilmiştir [118]. Ansys-Polyflow programında yapılan analizler PP malzeme için yapılmıştır. Programın setup kısmında PP ile ilgili veriler girilerek analiz gerçekleştirilmiştir. Malzeme besleme hızı olarak 0.00056 kg/sn girilmiştir. Viskozitenin kayma hızı bağlılığı modeli olarak Carreu-Yasuda seçilmiştir.



Mükemmel	Çok İyi	İyi	Kabul Edilebilir	Kötü	Kabul Edilemez
0 - 0,25	0,25 - 0,50	0,50 - 0,80	0,80 - 0,94	0,95 - 0,97	0,98 - 1,00

Şekil 5.4 Çarpıklık ağ metrik spektrumu [118]



Kabul Edilemez	Kötü	Kabul Edilebilir	İyi	Çok İyi	Mükemmel
0 - 0,001	0,001 - 0,14	0,15 - 0,20	0,20 -0,69	0,70 - 0,95	0,95 - 1,00

Şekil 5.5 Ortogonal kalite ağ metrik spektrumu [118]

5.1.2.1 Fiber Giriş Alanı Optimizasyon Çalışmaları

5, 10, 15, 20 ve 30 mm fiber giriş alanı uzunlukları için analiz gerçekleştirilmiştir. Yapılan ağ işlemi sonrası elde edilen toplam düğüm sayısı, toplam eleman sayısı, ortogonal kalite ve çarpıklık değerleri Tablo 5.1'de verilmiştir. Tüm uzunluklar için kabul edilebilir çarpıklık değeri elde edilmiştir. Değişen fiber giriş alanı uzunluğu için polimer giriş, fiber giriş ve filaman çıkış kısımlarında elde edilen hız değerleri Tablo 5.2'de verilmiştir. Değişimleri gösteren grafikler Şekil 5.6 ve Şekil 5.7'de verilmiştir. Fiber giriş alanının uzunluğunun artması ile fiberin girdiği yerdeki hızın azaldığı, filamanın çıkış alanındaki hızının ise arttığı gözlenmiştir. Yapılan analiz sonucunda fiber giriş alanından az miktarda polimer çıkışı olması yani hızın az olması, filaman çıkış alanında ise hızın büyük olması beklenmektedir. Bu nedenle

hız değerleri karşılaştırıldığında 15 mm uzunluğu ile değerlerin optimum düzeye geldiği gözlenmiştir.

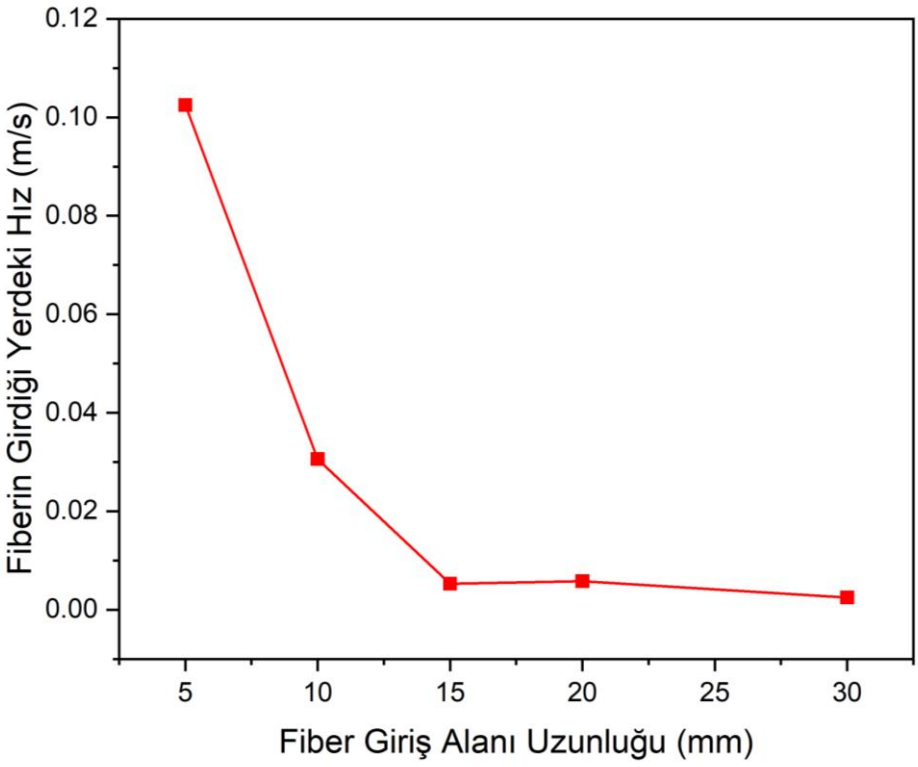
Tablo 5.1 Fiber giriş alanı optimizasyonunda ağ işlemi sonrası elde edilen değerler

Fiber Giriş Alanı Uzunluğu (mm)	Toplam Düğüm Sayısı	Toplam Eleman Sayısı	Ağ Metrik	
			Ortogonal Kalite	Çarpıklık
5	99157	320599	0.89993	0.10007
10	101910	320300	0.89954	0.10047
15	84569	274747	0.89988	0.10012
20	101975	322016	0.89953	0.10047
30	101460	311708	0.89998	0.10002

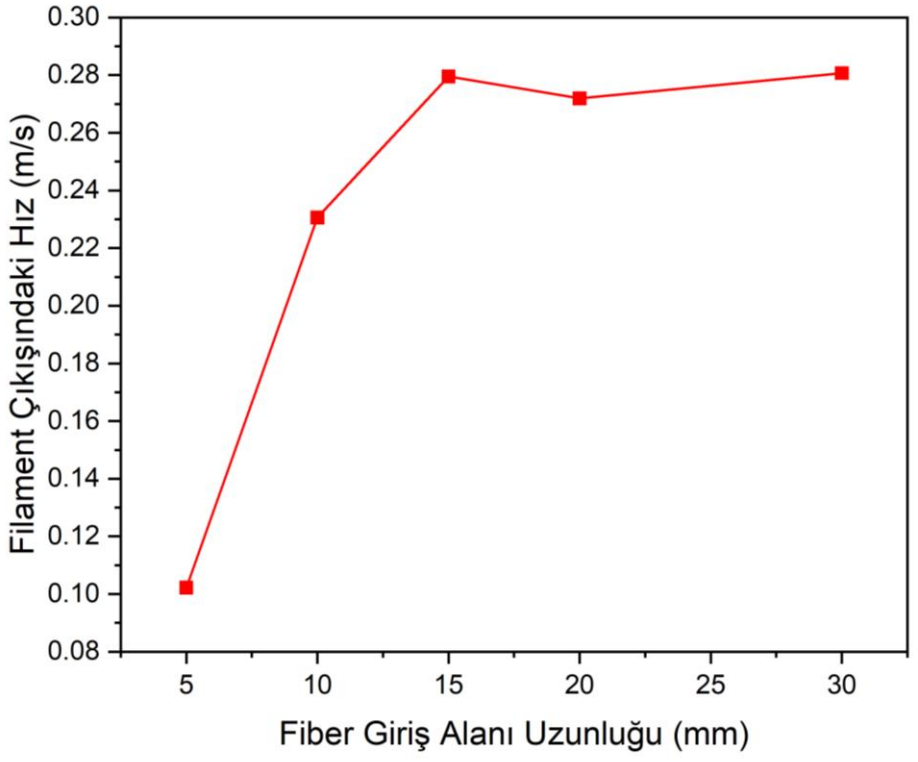
Tablo 5.2 Fiber giriş alanı uzunluğuna göre elde edilen hız değerleri

Fiber Giriş Alanı Uzunluğu (mm)	Polimerin Girdiği Yerdeki Hız (m/s)	Fiberin Girdiği Yerdeki Hız (m/s)	Filaman Çıkışındaki Hız (m/s)
5	0.0063	0.1025	0.1022
10	0.0063	0.0306	0.2306
15	0.0063	0.0053	0.2795
20	0.0063	0.0058	0.2719
30	0.0063	0.0025	0.2807

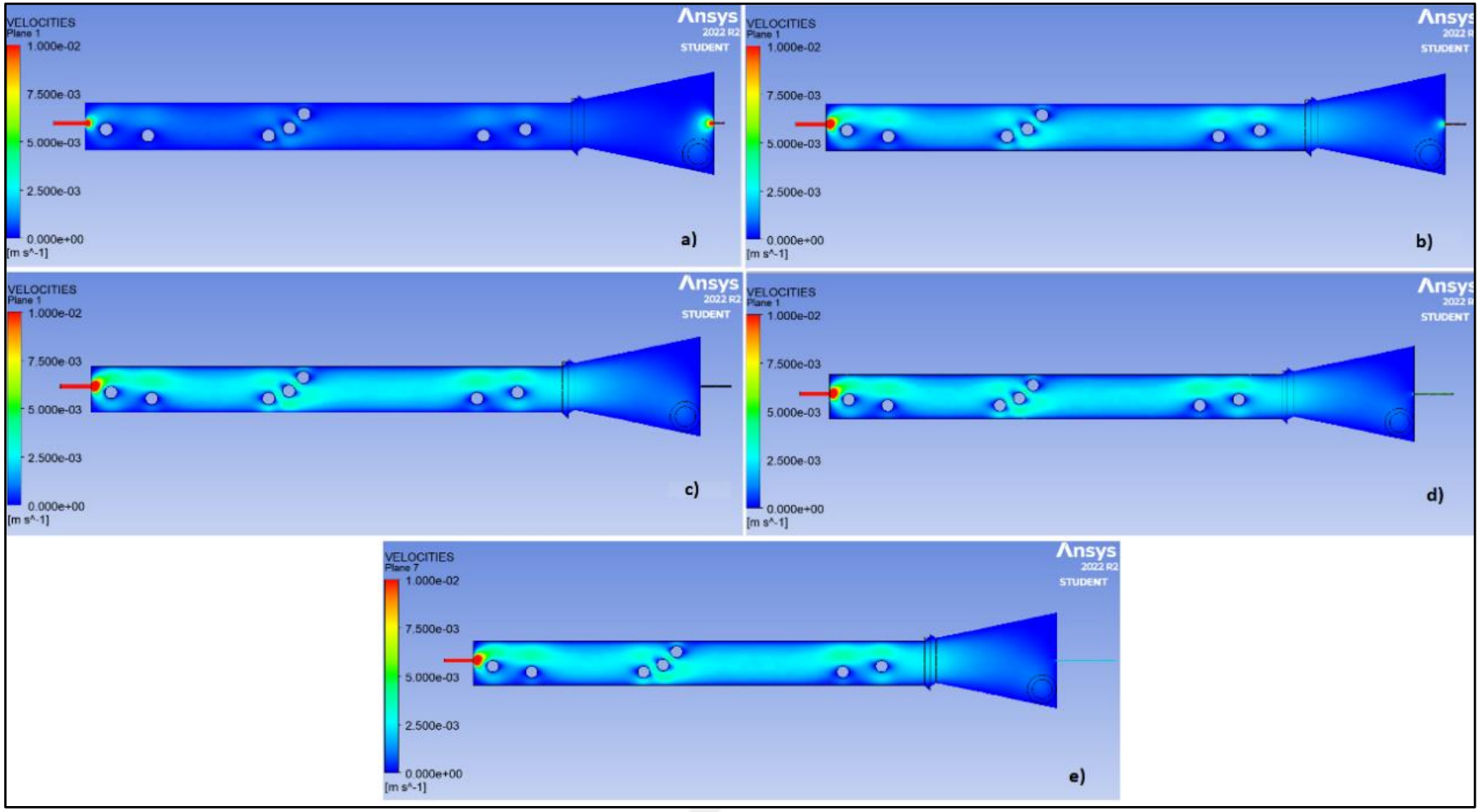
Ansys-Polyflow akış analizi sonucundaki emdirme kalıbındaki akış profili Şekil 5.8'de verilmiştir. Fiber giriş alanındaki akış profilleri ise Şekil 5.9'da verilmiştir. Yapılan akış analizleri sonucunda fiber giriş alanı uzunluğunun değişmesi ile emdirme kalıbının genel akış profilinin değişmediği gözlenmiştir. Fiber giriş alanı optimizasyon analizi sonucunda 15 mm uzunluğundaki fiber giriş alanının optimum değer olduğu belirlenmiştir. Sonrasında yapılan çalışmalar 15 mm uzunluğundaki fiber giriş alanı için gerçekleştirilmiştir.



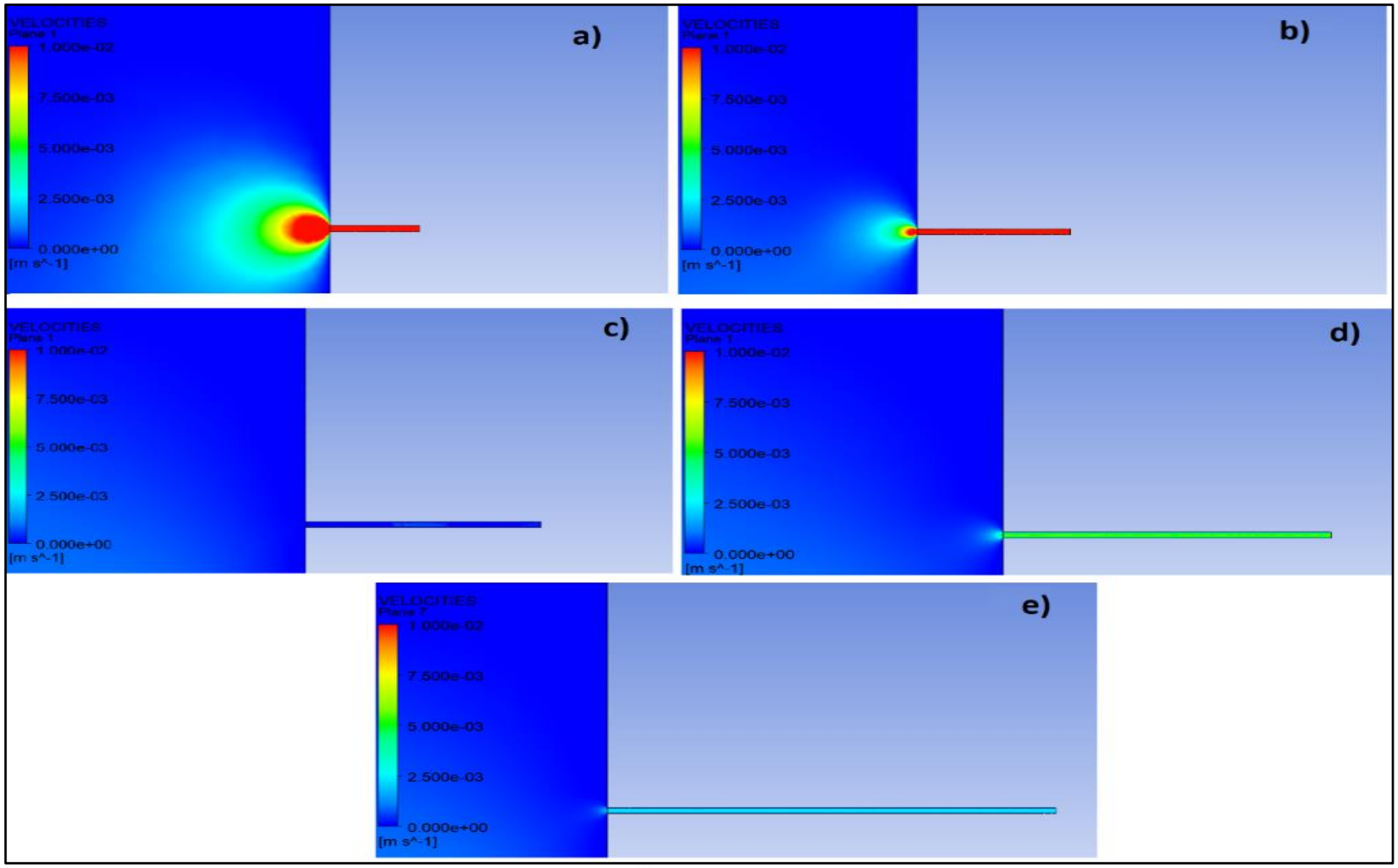
Şekil 5.6 Fiberin girdiği yerdeki hız grafiği



Şekil 5.7 Filaman çıkışındaki hız grafiği



Şekil 5.8 Emdirme kalıbındaki akış profilleri; a) 5 mm, b) 10 mm, c) 15 mm, d) 20 mm ve 30 mm



Şekil 5.9 Fiber giriş alanındaki akış profilleri; a) 5 mm, b) 10 mm, c) 15 mm, d) 20 mm ve e) 30 mm

5.1.2.2 Emdirme Alanı Optimizasyon Çalışmaları

Emdirme alanının uzunluğunun optimizasyonunda giriş ve çıkış pimleri arasındaki uzunluk 100, 160, 180 ve 200 mm için Ansys-Polyflow akış analizi gerçekleştirilmiştir. Yapılan ağ işlemi sonrası elde edilen toplam düğüm sayısı, toplam eleman sayısı, ortogonal kalite ve çarpıklık değerleri Tablo 5.3'te verilmiştir. Tüm uzunluklar için kabul edilebilir çarpıklık değeri elde edilmiştir. 100 mm uzunluk için görece daha düşün çarpıklık ve daha yüksek ortogonal kalite değeri elde edilmiştir.

Tablo 5.3 Emdirme alanı optimizasyonunda ağ işlemi sonrası elde edilen değerler

Emdirme Alanındaki Giriş ve Çıkış Pimi Arasındaki Uzunluk (mm)	**Toplam Düğüm Sayısı**	**Toplam Eleman Sayısı**	**Ağ Metrik**	
			Ortogonal Kalite	**Çarpıklık**
100	86814	281915	0.89963	0.10037
160	83387	273512	0.899982	0.10018
180	85195	276974	0.899996	0.10004
200	84569	274747	0.89988	0.10012

Değişen giriş ve çıkış pimleri arasındaki uzunluk için polimer giriş, fiber giriş ve filaman çıkış kısımları için elde edilen hız değerleri Tablo 5.4'te verilmiştir. Değişimleri gösteren grafikler Şekil 5.10'de verilmiştir. Emdirme alanındaki giriş ve çıkış pimi arasındaki uzunluk değeri arttıkça fiberin girdiği yerdeki hız ve filaman çıkışındaki hız değerlerinde önemli bir değişiklik gözlenmemiştir.

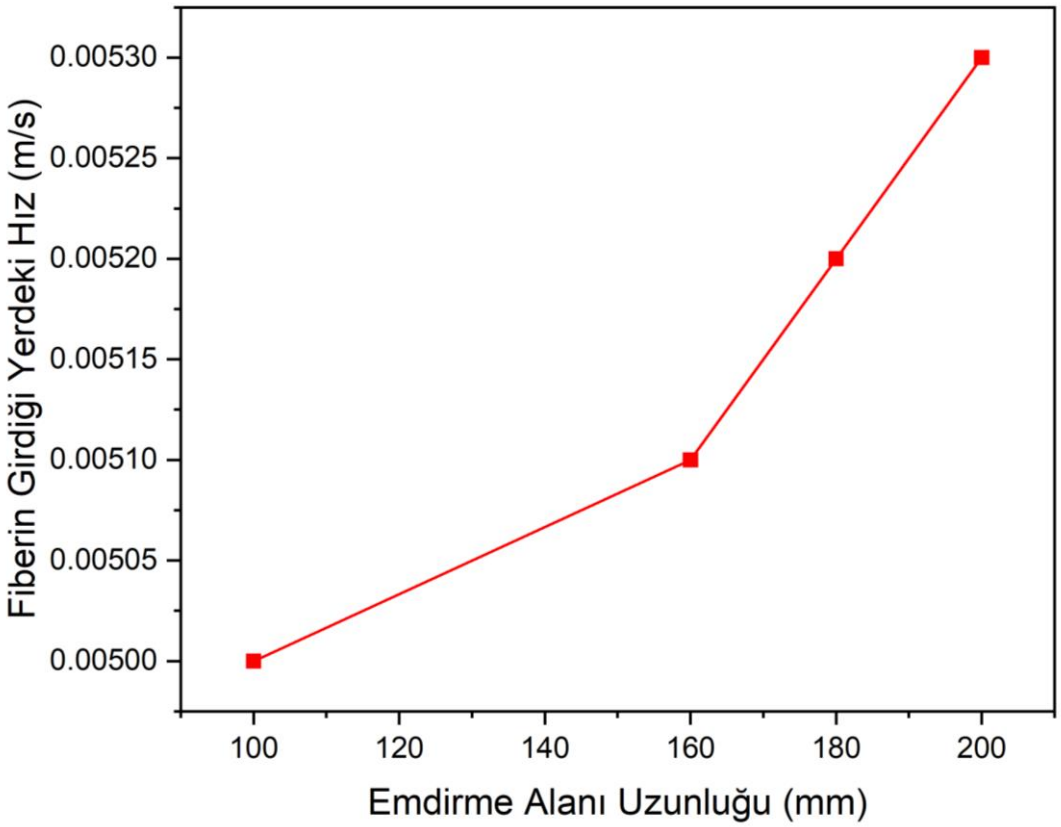
Ansys-Polyflow akış analizi sonucundaki emdirme kalıbındaki akış profili Şekil 5.11'de verilmiştir. Tüm boyutlarda benzer akış görülmüştür. Emdirme kalıbındaki lokal kayma hızı profili Şekil 5.12'te gösterilmektedir.

Elde edilen lokal kayma hızı grafiklerinde de benzer grafikler elde edilmiştir. Emdirme kalıbında yer alan fiberlerin yayılmasını ve emdirmeyi sağlayan ortadaki üç yayıcı pimlerin bulunduğu alandaki basınç profili Şekil 5.13'te gösterilmektedir.

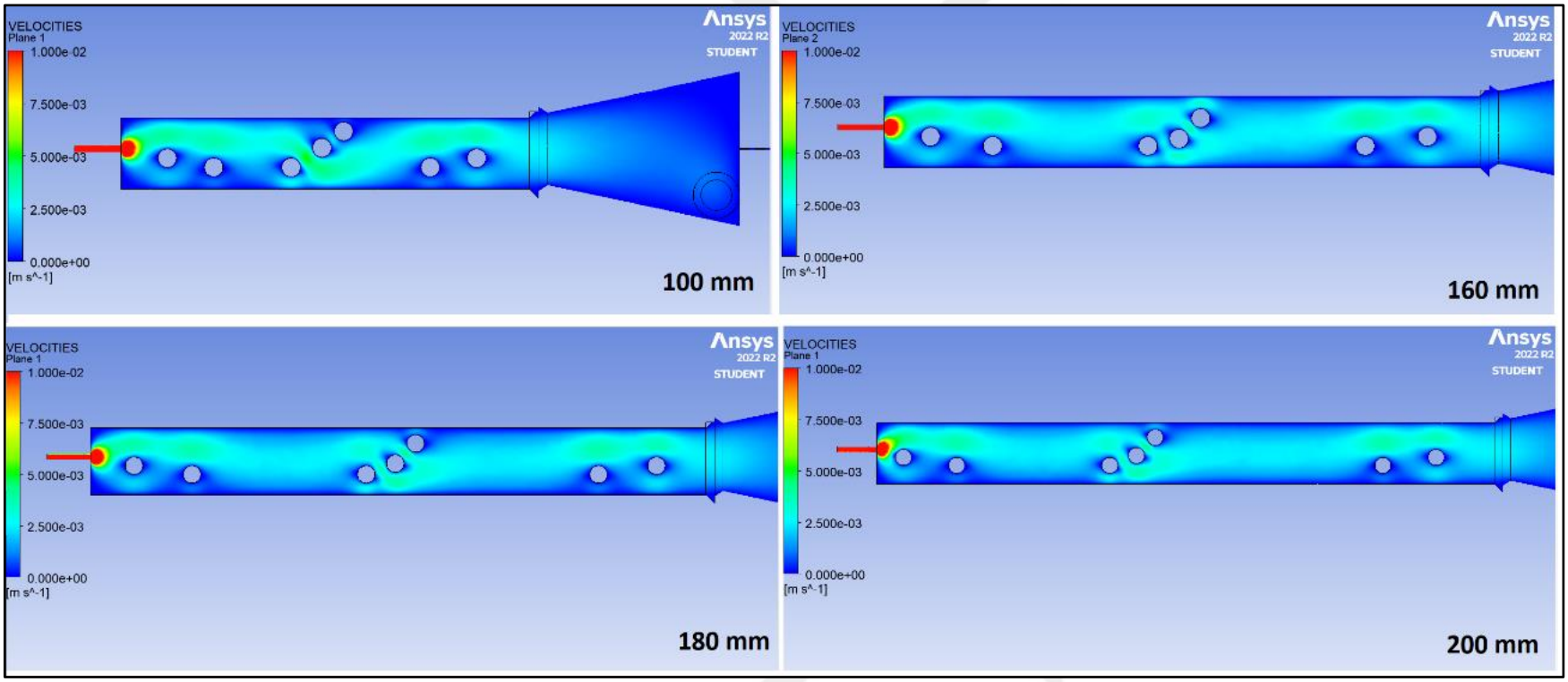
Akış profilleri ve lokal kayma hızı grafiklerinde olduğu gibi yayıcı pimlerin olduğu basınç profillerinde de uzunluğun değişmesi ile önemli bir değişim gözlenmemiştir. Bu veriler doğrultusunda polimerin bozunmasını önlemek ve tasarruf sağlanması amacıyla 100 mm uzunluğundaki kalıbın uygun olabileceği öngörülmüştür.

Tablo 5.4 Emdirme alanı uzunluğuna göre elde edilen hız değerleri

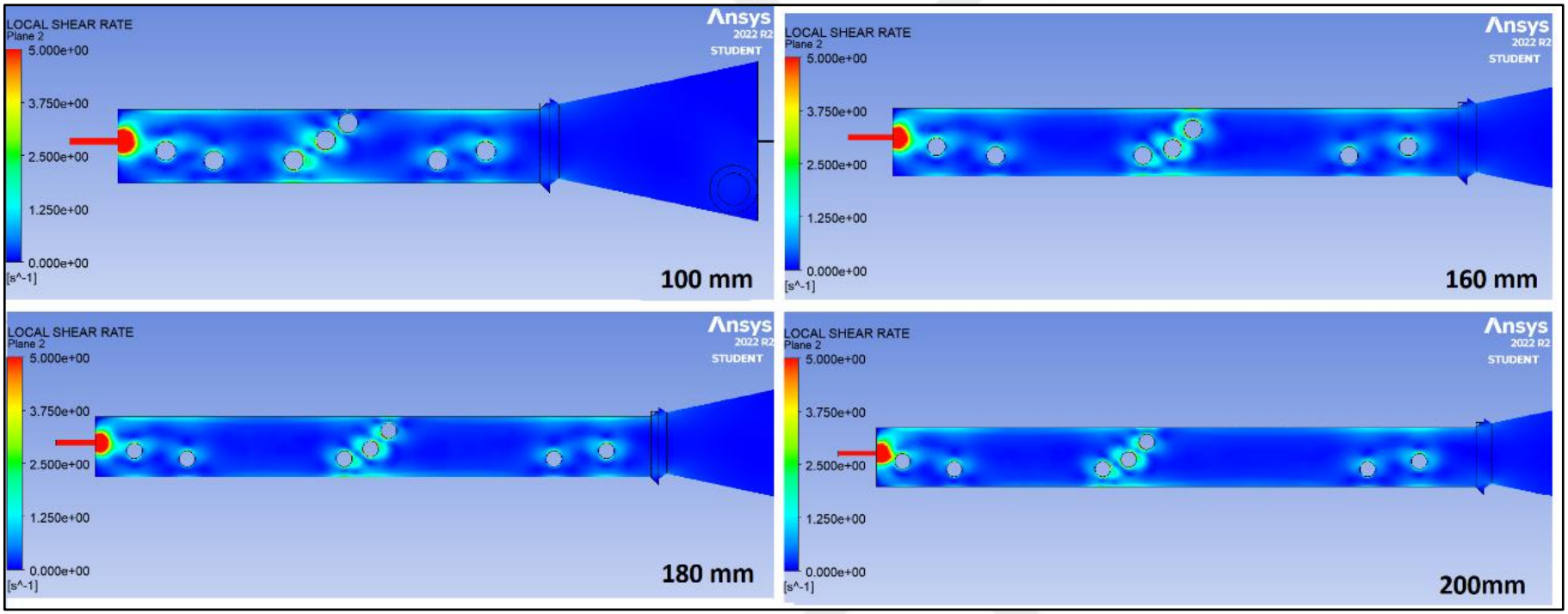
Emdirme Alanındaki Giriş ve Çıkış Pimi Arasındaki Uzunluk (mm)	**Polimerin Girdiği Yerdeki Hız (m/s)**	**Fiberin Girdiği Yerdeki Hız (m/s)**	**Filaman Çıkışındaki Hız (m/s)**
100	0.0063	0.0050	0.2808
160	0.0063	0.0051	0.2788
180	0.0063	0.0052	0.2782
200	0.0063	0.0053	0.2795



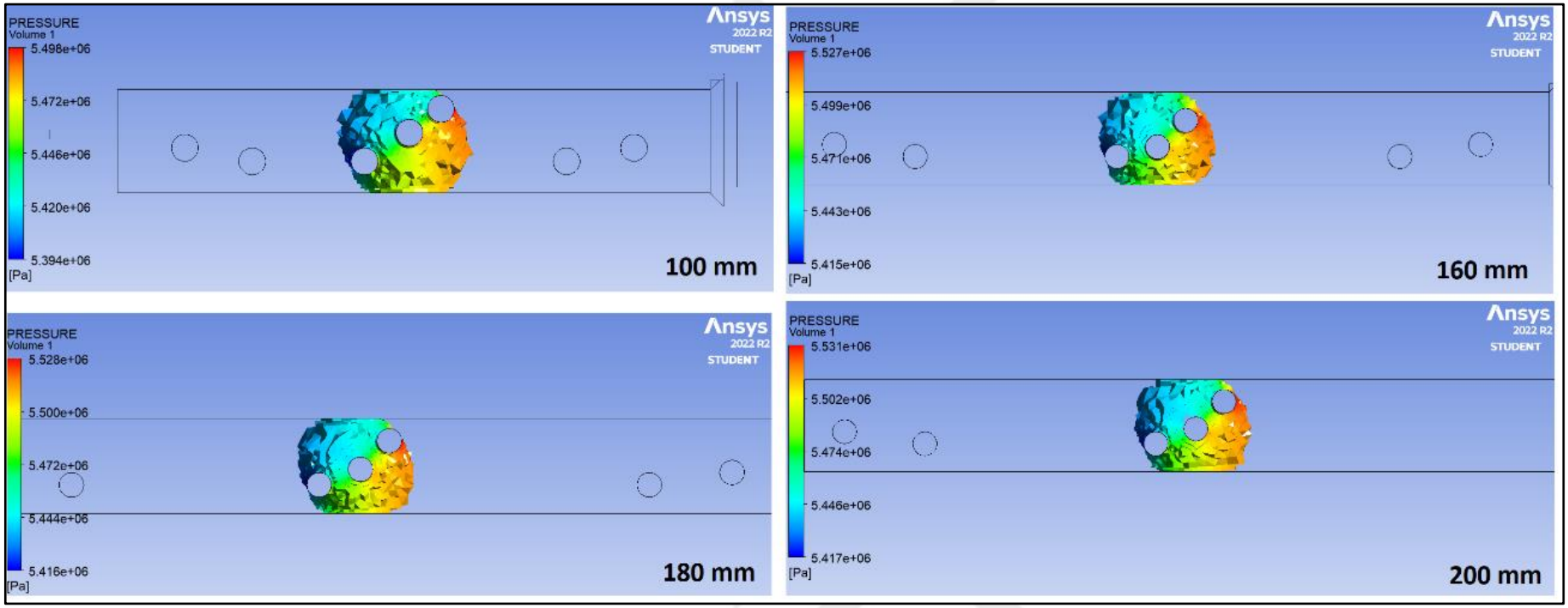
Şekil 5.10 Emdirme alanı uzunluğu-fiberin girdiği yerdeki hız grafiği



Şekil 5.11 Emdirme kalıbındaki hız akış profilleri



Şekil 5.12 Emdirme kalıbındaki lokal kayma hızı profilleri (min:0 max:5)



Şekil 5.13 Emdirme kalıbında yer alan ortadaki yayıcı pimlerin olduğu yerdeki basınç profilleri

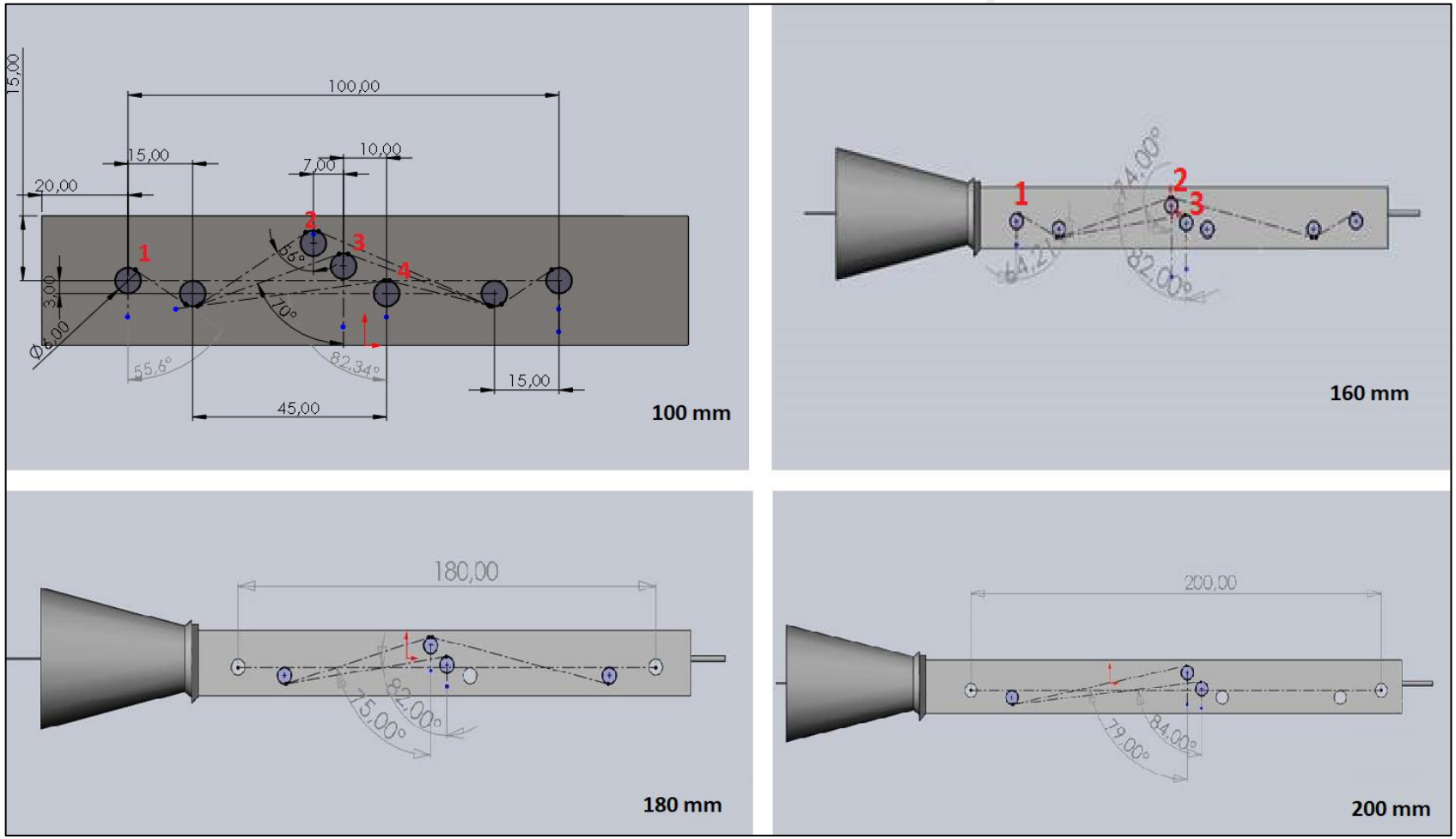
5.1.2.3 Emdirme Alanındaki Pimlerin Konumlarının Optimizasyonu

Çalışmada emdirme alanının uzunluğu ile ilgili yapılan optimizasyonlar ile bu bölgede yer alan pimlerin konumları da değişmektedir. Böylece fiberin yapacağı açı da değişir. Bu durum fiberlerin yayılmasını ve kırılmalarını etkilemektedir. Şekil 5.14'de giriş ve çıkış pimi arasındaki uzunluğun 100, 160, 180 ve 200 mm olduğu emdirme alanları için açılar verilmiştir. Tablo 5.5'de belirli pimlerdeki açı değerleri verilmiştir. Elde edilen bu veriler doğrultusunda giriş ve çıkış pimi arasındaki uzunluğun 100 mm olduğu tasarımın kullanılmasının filaman üretimi için uygun olduğu düşünülmüştür.

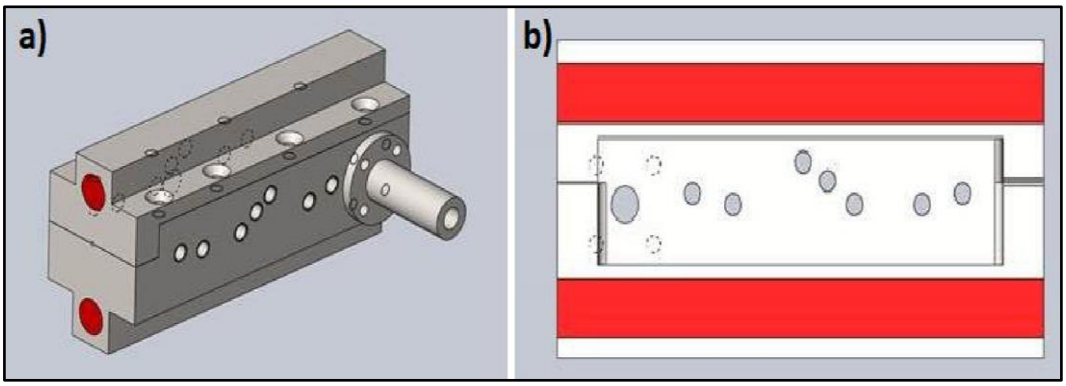
Tablo 5.5 100, 160, 180 ve 200 mm uzunluğu için pimlerdeki açıların değerleri

Giriş ve Çıkış Pimi Arasındaki Uzunluk (mm)	1. Pim'deki Fiber Açısı (º)	2. Pim'deki Fiber Açısı (º)	3. Pim'deki Fiber Açısı (º)	4. Pim'deki Fiber Açısı (º)
100	55.6	56	70	82.34
160	64.21	74	82	-
180	-	75	82	-
200	-	79	84	-

Yapılan optimizasyon analizleri sonucunda emdirme kalıbında fiber giriş alanının boyutunun 15 mm ve emdirme alanının boyutunun 100 mm olması kararlaştırılmıştır. Yapılan analizler sonucunda çalışmada kullanılması kararlaştırılan nihai kalıp görseli Şekil 5.15'te verilmiştir.



Şekil 5.14 100, 160, 180 ve 200 mm uzunluğu için pimlerdeki açıların görüntüsü



Şekil 5.15 Çalışmada kullanılan nihai kalıp görseli; a) kalıp görseli ve b) pimlerin konumu

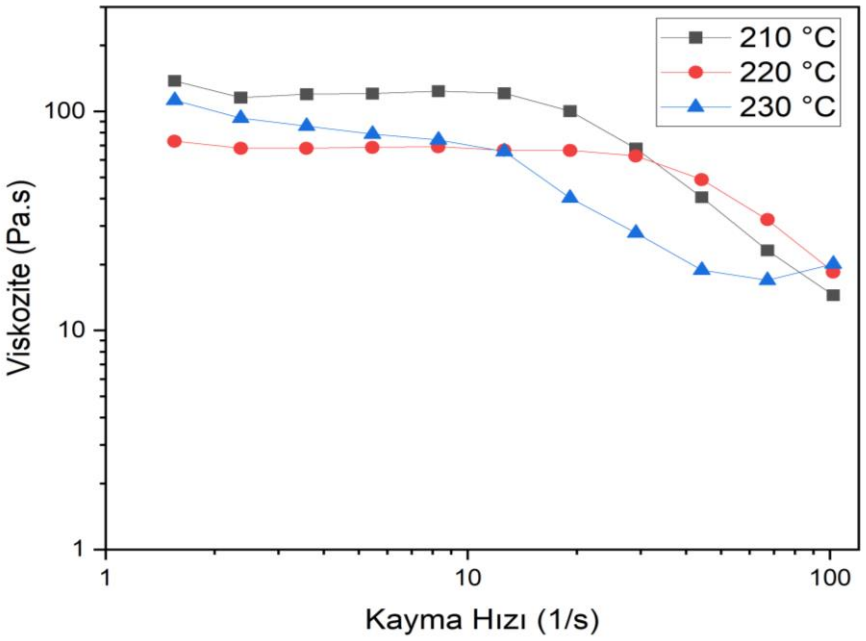
5.2 PP ve PPS Matrislerin Reometre Analiz Sonuçları

Çalışmada kullanılan PP ve PPS malzemelerin reolojik özellikleri incelenmiştir. PP malzemeye ait reometre analizi sonuçları Tablo 5.6'da ve PPS malzemeye ait reometre analizi sonuçları ise Tablo 5.7'de yer almaktadır. PP malzemeye ait logaritmik ölçüde çizilen kayma hızı-viskozite grafiği Şekil 5.16'de verilmiştir. Sıcaklık artması ile viskozite değeri azalmıştır. Sıcaklık artışı polimer moleküllerinin artan hareketliliği nedeniyle kayma viskozitesinde azalmaya neden olur. Malzeme düşük ve orta kayma hızı değerlerinde daha düz viskozite grafiği göstermiştir. Kayma viskozitesi, yüksek kayma hızı aralığına göre düşük kayma hızı aralığında sıcaklığa karşı daha hassastır [119]. PP malzeme düşük kayma hızı değerlerinde 220 ºC sıcaklıkta en düşük viskozite değerini vermiştir.

PPS malzemeye ait logaritmik ölçüde çizilen kayma hızı-viskozite grafiği Şekil 5.17'de verilmiştir. Sıcaklık artması ile viskozite değeri azalmıştır. Sıcaklık viskozitenin bağlı olduğu değişkenlerin değerlerini etkiler. Bu nedenle, sıcaklık arttıkça viskozite azalır [120]. Düşük kayma hızı değerlerinde 340ºC sıcaklıkta en düşük viskozite değerleri elde edilirken, yüksek kayma hızı değerlerinde 350 ºC sıcaklıkta en düşük viskozite değerlerini vermiştir.

Emdirme kalıbındaki lokal kayma hızı profilleri incelendiğinde (Şekil 5.12) yayıcı pimlerin çevresindeki kayma hızı değerinin yaklaşık 5 1/s olduğu gözlenmiştir. PP için bu kayma hızı değerine karşılık gelen viskozite değeri en düşük 220 ºC'de elde edilmiştir. PPS için 5 1/s kayma hızında en düşük viskozite değeri 340 ºC'de elde

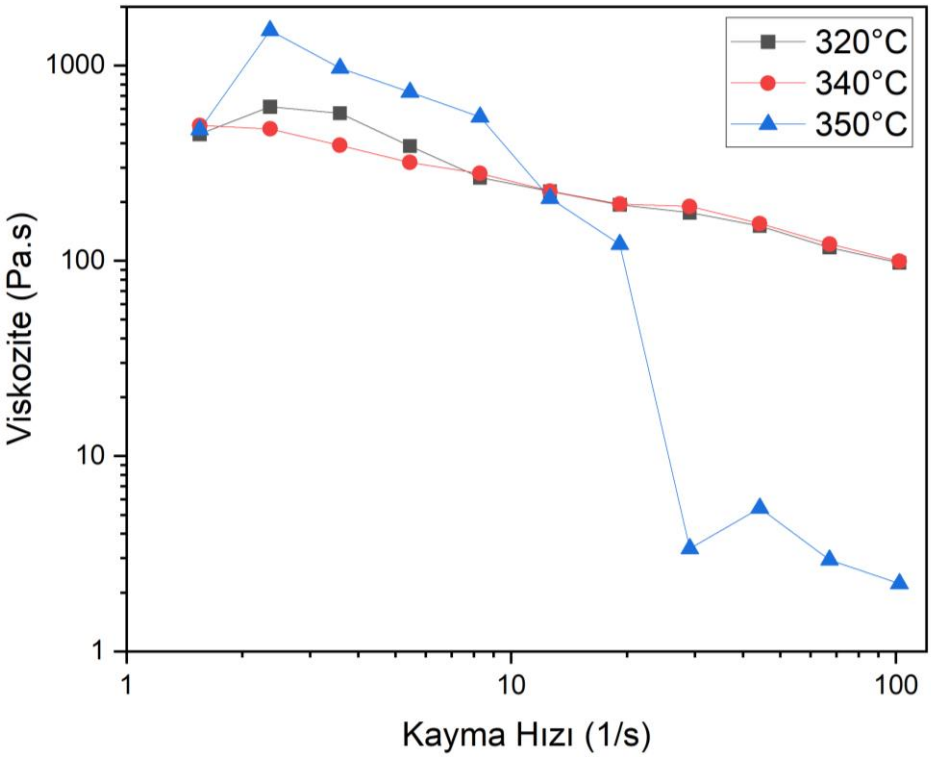
edilmiştir. Ancak proses hattında çalışırken 340 ºC'de fiberin kaplanmaması nedeniyle 350 ºC'de çalışılmıştır.



Şekil 5.16 PP malzemenin kayma hızı-viskozite grafiği

Tablo 5.6 PP reometre analizi sonuçları

210 ºC		**220 ºC**		**230 ºC**	
Kayma Hızı (1/s)	**Viskozite (Pa.s)**	**Kayma Hızı (1/s)**	**Viskozite (Pa.s)**	**Kayma Hızı (1/s)**	**Viskozite (Pa.s)**
1.55	137.81	1.55	73.14	1.55	112.48
2.36	115.65	2.36	67.90	2.36	93.23
3.59	119.68	3.59	67.86	3.59	85.58
5.46	120.56	5.46	68.55	5.46	78.77
8.30	123.75	8.30	68.91	8.30	74.18
12.61	120.92	12.61	66.49	12.61	65.52
19.16	100.25	19.16	66.30	19.16	40.23
29.12	67.60	29.11	62.59	29.11	27.84
44.25	40.53	44.24	48.82	44.24	18.88
67.24	23.20	67.23	32.03	67.23	16.95
102.13	14.48	102.12	18.48	102.12	20.10



Şekil 5.17 PPS malzemenin kayma hızı-viskozite grafiği

Tablo 5.7 PPS reometre analizi sonuçları

320 ºC		**340 ºC**		**350 ºC**	
Kayma Hızı (1/s)	**Viskozite (Pa.s)**	**Kayma Hızı (1/s)**	**Viskozite (Pa.s)**	**Kayma Hızı (1/s)**	**Viskozite (Pa.s)**
1.55	444.57	1.55	492.87	1.55	469.29
2.36	614.54	2.36	473.17	2.36	1513.44
3.59	569.40	3.59	390.39	3.59	970.96
5.46	387.09	5.46	318.80	5.46	729.35
8.29	266.70	8.29	280.29	8.29	545.06
12.61	226.52	12.61	227.22	12.61	209.06
19.16	193.47	19.16	195.16	19.16	121.29
29.11	176.34	29.11	189.57	29.11	3.36
44.24	150.90	44.24	154.94	44.24	5.42
67.23	117.04	67.23	121.79	67.24	2.95
102.12	97.59	102.12	99.42	102.11	2.22

5.3 CFR-CF PP Filamanların Karakterizasyon Sonuçları

Çalışmada CFR-CF PP filaman üretimi gerçekleştirilmiştir ve üretilen filamanların özelliklerini tayin etmek amacıyla yoğunluk, DSC, çekme testi, fiber içeriği analizi, SEM ve mikroskop görüntü analizi gerçekleştirilmiştir.

5.3.1 CFR-CF PP Filamanların Yoğunluk Analizi

Çalışmada üretilen CFR-CF PP filamanlarının yoğunluk ölçümü gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlar Tablo 5.8'de yer almaktadır. En iyi çekme dayanımı değerine sahip PP-CF-210-5-2 numunenin yoğunluk değeri 1.0318 g/cm^3 iken en düşük çekme dayanımına sahip PP-CF-230-3-1 numunesinin ise yoğunluk değeri 1.0518 g/cm^3'tür. PP-CF-210-5-2 ve PP-CF-230-3-1 numunelerine ait çap değerleri sırasıyla 2.47 mm ve 2.08 mm'dir.

Tablo 5.8 CFR-CF PP filamanlarının yoğunluk değerleri

Numune Adı	Filaman Yoğunluğu (g/cm^3)
PP-CF-210-3-1	1.0498
PP-CF-210-4-2	1.0686
PP-CF-210-5-3	1.0384
PP-CF-220-3-3	1.0260
PP-CF-220-4-1	1.0582
PP-CF-220-5-2	1.0422
PP-CF-230-3-2	1.0312
PP-CF-230-4-3	1.0298
PP-CF-230-5-1	1.0512

5.3.2 CFR-CF PP Filamanların Fiber İçeriği Analizi

CFR-CF PP filamanlarına fiber içeriği analizi gerçekleştirilmiştir. Fiber hacim oranı ve boşluk oranı hesaplanması için sırasıyla (5.1) ve (5.2) eşitlikleri kullanılmıştır. Fiber içeriği analizi sonuçları Tablo 5.9'da verilmiştir.

$$Fiber\ Hacim\ Oranı = W_f \frac{d_{filaman}}{d_{fiber}} \tag{5.1}$$

$$Boşluk\ Oranı = 100 - \left(\left(W_f \frac{d_{filaman}}{d_{fiber}}\right) + \left(\left(100 - W_f\right)\frac{d_{filaman}}{d_{polimer}}\right)\right) \tag{5.2}$$

W_f: Ağırlıkça fiber içeriği oranı (%)

$d_{filaman}$: filamanın yoğunluğu (g/cm^3)

d_{fiber}: fiber yoğunluğu (g/cm^3)

$d_{polimer}$: polimer yoğunluğu (g/cm^3)

Tablo 5.9 CFR-CF PP filamanların fiber içeriği analizi sonucu

Numune Adı	**Ağırlıkça Fiber İçeriği (W_f, %)**	**Fiber Hacim Oranı (V_f; %)**	**Boşluk Oranı (%)**
PP-CF-210-3-1	37.05	21.61	5.37
PP-CF-210-4-2	38.45	22.83	4.50
PP-CF-210-5-3	33.39	19.26	4.31
PP-CF-220-3-3	31.26	17.82	4.25
PP-CF-220-4-1	30.67	18.03	0.91
PP-CF-220-5-2	32.66	18.91	3.54
PP-CF-230-3-2	29.57	16.94	2.81
PP-CF-230-4-3	29.47	16.86	2.88
PP-CF-230-5-1	30.44	17.78	1.43

En iyi çekme dayanımı değerine sahip PP-CF-220-5-2 numunesi ağırlıkça %32.66 ve hacimce %18.91 oranında CF içeriğine sahiptir. En düşük çekme dayanımına sahip PP-CF-230-4-3 numunesinin ise ağırlıkça %29.47 ve hacimce %16.86 oranında CF içeriğine sahiptir. Bu numunelerin fiber hacim oranları yakın değerlerde olmasına rağmen çekme dayanımı değerlerindeki farklılığın emdirme kalitesi ve boşluklardan kaynaklandığı düşünülmektedir.

Fiber hacim fraksiyonu ayrıca (5.5) eşitliği kullanılarak matematiksel olarak hesaplanmıştır [121] ve tüm numuneler için fiber hacim oranı % 14.71 olarak elde edilmiştir.

$$Toplam\ Fiber\ Alanı = 3000\frac{\pi(tek\ fiber\ çapı)^2}{4} \tag{5.3}$$

$$Nozül\ Alanı = \frac{\pi(nozül\ çapı)^2}{4} \tag{5.4}$$

$$Matematiksel\ Fiber\ Hacim\ Oranı\ (\%) = \frac{Toplam\ Fiber\ Alanı}{Nozül\ Alanı}\ 100 \tag{5.5}$$

Deneysel yöntem ile elde edilen fiber hacim oranı yaklaşık %18 olarak bulunurken, matematiksel olarak hesaplanan fiber hacim oranı %14.71 olarak bulunmuştur. Diğer malzemelerle üretilen filamanlarda olduğu gibi sonuçlarda tutarsızlık bulunmaktadır. Matematiksel hesaplamada yalnızca nozul çapının dikkate alınması fiber içeriğinin hesaplanmasında eksik kalmaktadır. Deneysel veriler ve matematiksel veriler arasındaki farklılığın nedeni matematiksel hesaplamada gözenekliliğin hesaba katmamasından kaynaklanmaktadır. Bu nedenle çalışmada deneysel yöntem kullanılarak hesaplanan veriler dikkate alınmıştır.

5.3.3 CFR-CF PP Filamanların Mekanik Analizi

Vatandaş vd. yapmış oldukları çalışmada hem filaman hem de basılan numunelere ASTM 3039'a göre çekme analizi gerçekleştirilmiştir [121]. Üretilen CFR-CF PP filamanlarına çekme analizi gerçekleştirilmiştir.

Fiber takviyeli polimer kompozitlerin özellikleri genellikle karışımlar kuralı (Rule of mixtures; ROM) modelleri kullanılarak tahmin edilmektedir. Bu modeller basitlikleri ve deneysel verilerle karşılaştırıldığında kabul edilebilir değerler sağlama yetenekleri nedeniyle tercih edilebilirler [122]. Çalışmada ayrıca CFR-CF PP filamanların çekme dayanımı ve çekme modülü eşitlik (5.7) ve (5.8) kullanılarak matematiksel olarak hesaplanmıştır.

$$\mathrm{ROM}_{\text{Çekme Dayanımı}} = \mathrm{V_f S_f} + \mathrm{V_M S_M} \tag{5.7}$$

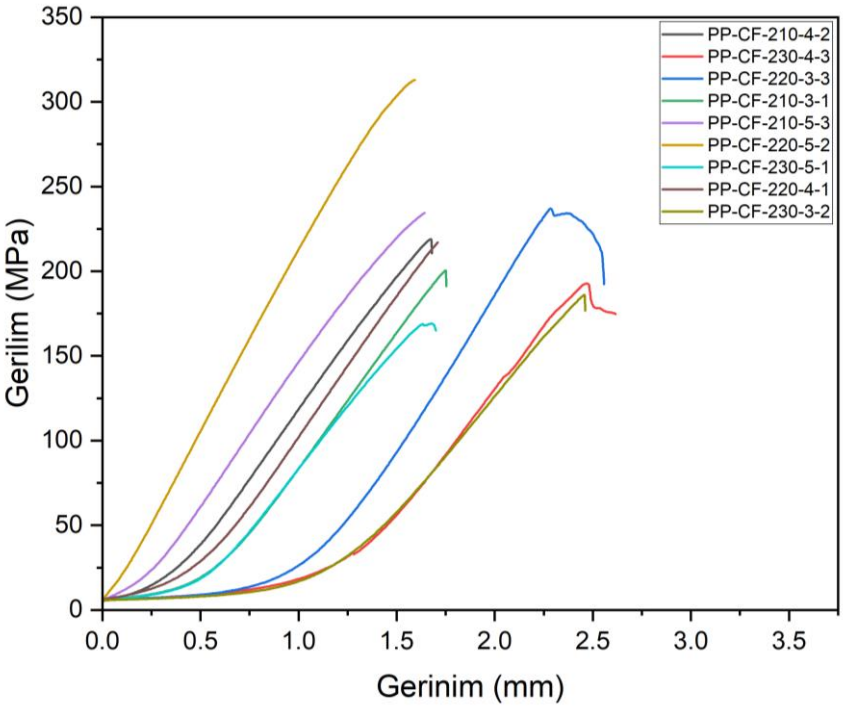
$$\mathrm{ROM}_{\text{Çekme Modülü}} = V_f E_f + V_M E_M \quad (5.8)$$

Burada, V_f fiber hacim oranını, S_f fiberin çekme dayanımını, V_M matris hacim oranını, S_M matrisin çekme dayanımını, E_f fiberin çekme modülünü ve E_M matrisin çekme modülünü temsil etmektedir.

CFR-CF PP filaman numunelerine ait elde edilen çekme testi sonuçları ve gerinim-gerilim grafiği sırasıyla Tablo 5.10 ve Şekil 5.18'de verilmiştir. Tablo 5.10'daki test sonuçları ve CFR-CF PP filamanları için karışımlar kuralına göre hesaplanan teorik değer arasında fark bulunmaktadır. Test sonuçlarının teorik değerlere göre çok daha düşük olduğu gözlenmiştir. Değerler arasındaki farkın filamanlardaki boşluk içeriğinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Yu vd. [123] yaptıkları çalışmada CCF/PEEK filamentinin gerçek performansının teorik performansından çok daha düşük olduğu ve bunun nedenini, polimer ve fiber arasındaki etkileşimin zayıflığı ve gözeneklilik olabileceğini belirtmişlerdir [123].

Tablo 5.10 CFR-CF PP filamanların çekme analizi sonucu

Numune Adı	Test Sonuçları		ROM	
	Çekme Dayanımı (MPa)	Çekme Modülü (GPa)	Çekme Dayanımı (MPa)	Çekme Modülü (GPa)
PP-CF-210-3-1	191.89	2.36	1145.63	53.82
PP-CF-210-4-2	228.90	3.99	855.19	40.19
PP-CF-210-5-3	231.71	2.92	901.98	42.39
PP-CF-220-3-3	231.85	0.91	1086.27	51.03
PP-CF-220-4-1	219.35	3.38	972.24	45.68
PP-CF-220-5-2	294.71	10.69	954.93	44.87
PP-CF-230-3-2	200.67	3.40	899.89	42.29
PP-CF-230-4-3	188.93	0.90	912.32	42.87
PP-CF-230-5-1	239.40	4.78	859.22	40.38



Şekil 5.18 CFR-CF PP filamanların gerinim-gerilim grafiği

En yüksek çekme dayanımı 5 numaralı yayıcı pimden geçirilen numunede (PP-CF-220-5-2) elde edilmiştir. PP-CF-220-5-2 numunesi için elde edilen çekme dayanımı ve çekme modülü değerleri sırasıyla 294.71 MPa ve 10.69 GPa'dır. Saf PP filamanın çekme dayanımı 17 MPa'dır [124]. Saf PP filamana göre PP-CF-220-5-2 numunesinin çekme dayanımı yaklaşık 16 kat artmıştır. Kullanılan PP'nin TDS'inde belirtilen çekme dayanımı değerine (35MPa) kıyasla, PP-CF-220-5-2 numunesinde yaklaşık 8.42 katlık bir artış elde edilmiştir.

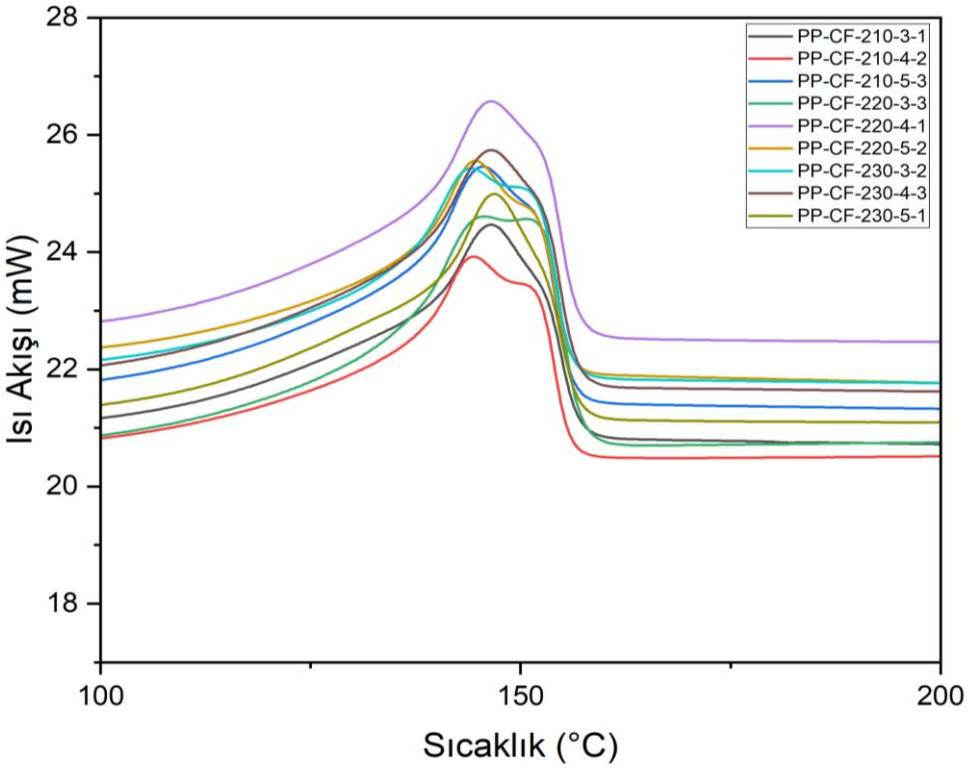
5.3.4 CFR-CF PP Filamanların DSC Analizi

CFR-CF PP filamanların DSC analizinde ikinci ısıtma çevriminde elde edilen entalpi değerleri baz alınarak (5.9) eşitliğine göre numunelerin % kristalinite değeri hesaplanmıştır [125]. X_c kristalinite değeri, ΔH_m numunenin erime entalpisi, $\Delta H_{m(crys)}$ %100 kristalin polimerin erime entalpisidir. $\Delta H_{m(crys)}$ değeri PP için 138 J/g olarak alınmıştır [125]. CFR-CF PP filaman numunelerine ait elde edilen test sonuçları Tablo 5.11'de verilmiştir. Birinci ısıtma, soğutma ve ikinci ısıtma DSC grafikleri sırasıyla Şekil 5.19, Şekil 5.20 ve Şekil 5.21'de verilmiştir.

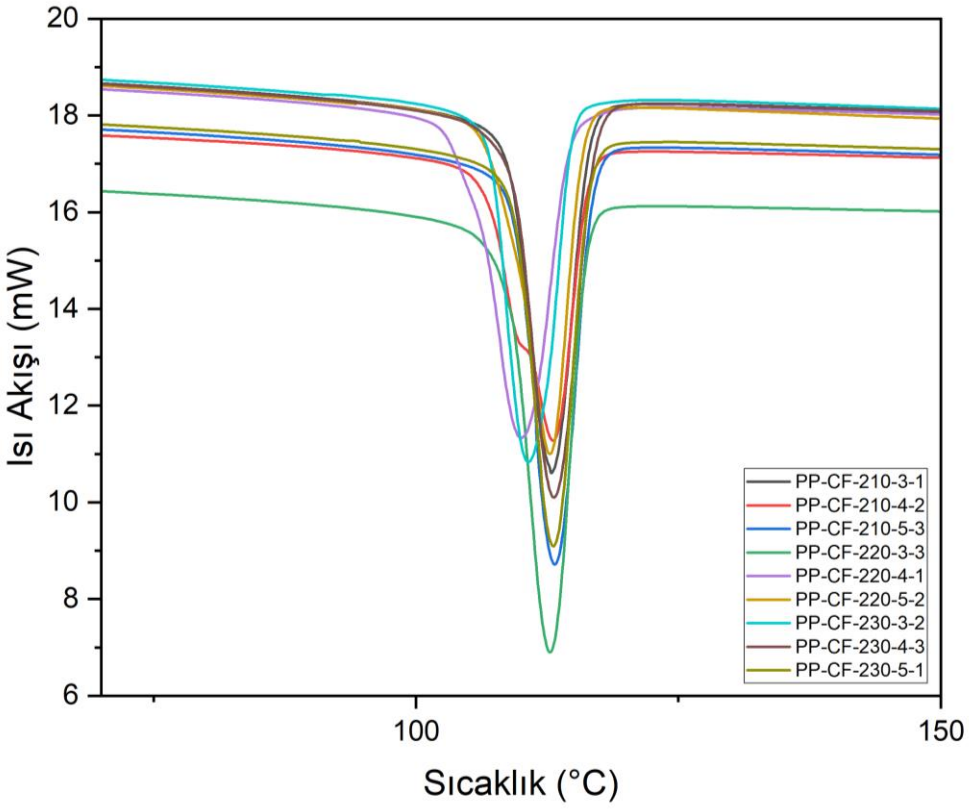
$$X_c(\%) = \frac{\Delta H_m}{\Delta H_{m(crys)}} 100 \tag{5.9}$$

Tablo 5.11 CFR-CF PP filamanların DSC analizi sonucu

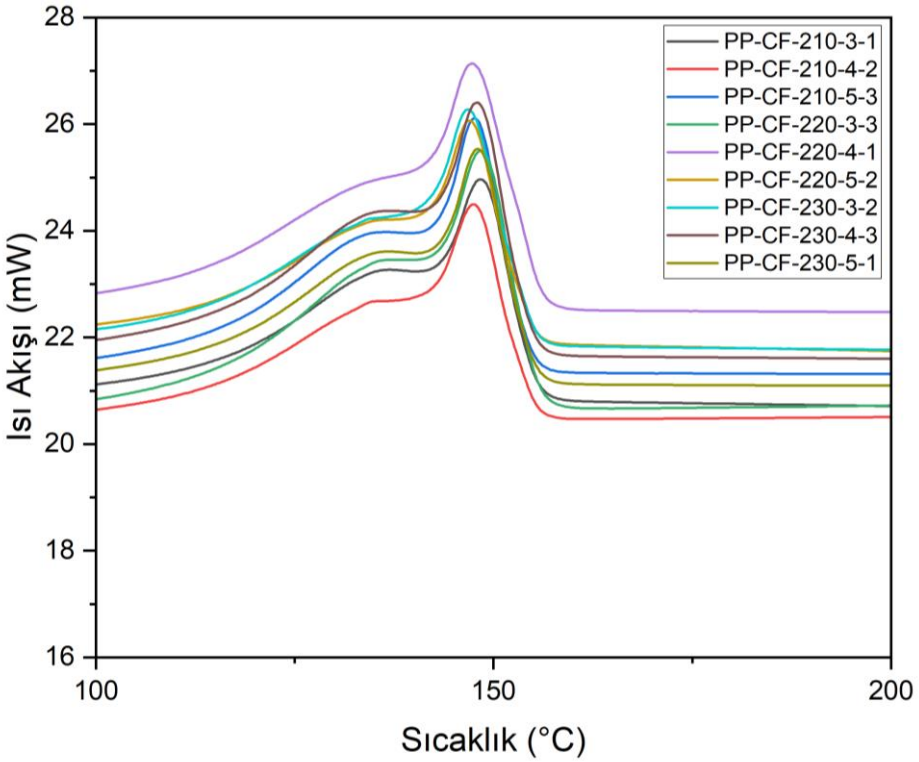
Numune Kodu	1. Isıtma			Soğutma		2. Isıtma		
	T_m (°C)	Entalpi değeri; ΔH_m (J/g)	X_c (%)	T_c (°C)	Entalpi değeri; ΔH_c (J/g)	T_m (°C)	Entalpi değeri; ΔH_m (J/g)	X_c (%)
PP	141.03	61.35	44.45	113.55	-61.35	134.40	62.57	45.34
PP-CF-210-4-2	144.83	48.84	52.05	113.03	-53.67	147.58	51.78	55.17
PP-CF-230-4-3	146.54	52.35	55.79	113.14	-55.44	148.23	54.09	57.65
PP-CF-220-3-3	145.07	48.57	51.76	112.72	-54.17	148.02	52.63	56.08
PP-CF-210-3-1	146.44	48.71	51.91	112.97	-52.53	148.19	50.99	54.34
PP-CF-210-5-3	145.51	46.96	50.05	113.11	-51.51	147.81	50.03	53.31
PP-CF-220-5-2	144.79	46.70	49.76	112.51	-50.63	147.32	49.46	52.71
PP-CF-230-5-1	146.82	55.54	59.18	113.17	-59.58	148.01	57.46	61.23
PP-CF-220-4-1	154.03	57.98	61.79	112.96	-60.92	154.78	56.87	60.60
PP-CF-230-3-2	144.66	48.56	51.75	110.53	-54.32	147.19	53.08	56.57



Şekil 5.19 CFR-CF PP filamanların 1. Isıtma grafiği



Şekil 5.20 CFR-CF PP filamanların soğutma grafiği



Şekil 5.21 CFR-CF PP filamanların 2. Isıtma grafiği

En yüksek çekme dayanımı elde edilen PP-CF-220-5-2 numuneye ait T_m ve kristalinite değeri sırasıyla 147.32 ºC ve %52.71'dir. Bu numunenin kristalinite değeri saf PP malzemeye göre %16.25 oranında artmıştır. Bu durum CF içeriğiyle birlikte, nükleasyon ajanı olarak CF'nin, matristeki nükleasyon yoğunluğunu artırdığı ve bu da moleküler segmentlerin gelişmiş kristalleşme özelliği olarak yorumlanabilir [126]. En yüksek kritalinite değeri numunesi PP-CF-230-5-1 için %61.23 olarak hesaplanmıştır. İkinci ısıtma grafiklerinde erime pikinin olduğu yerde bir omuz gözlenmiştir. Bu tepeciğin fiber kristallenmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir [127].

Sıcaklığın kristalinite üzerine etkisinin incelemek için PP-CF-210-3-1, PP-CF-220-4-1 ve PP-CF-230-5-1 numuneleri karşılaştırılmıştır. Bu numunelerin kristalinte değerleri sırasıyla %54.34, %60.60 ve %61.23'tür. Sıcaklığın artması ile kristalinite değerlerinde artış gözlenmiştir.

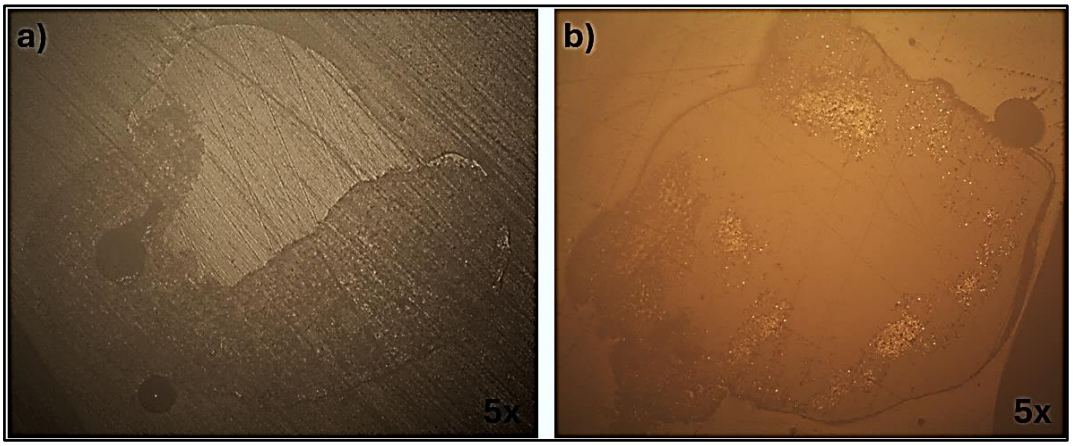
5.3.5 CFR-CF PP Filamanların Mikroskop Analizi

Üretilen CFR-CF PP filamanların kesit alanlarının ve fiber-polimer dağılımını görmek amacıyla mikroskop analizi gerçekleştirilmiştir. Filamanda fiberlerin homojen bir şekilde dağılması ve polimer ile kaplanması mekanik özelliklerin iyileşmesinde etkili bir faktördür. Üretilen filamanların özellikleri, fiberlerin polimer ile iyi emdirilmiş olmasına bağlıdır. Bu nedenle, üretilen filamanlardaki fiber dağılımı optik mikroskop yardımıyla incelenmiştir. Tüm filamanlar eriyik emdirme özellikleri göstermektedir. Çalışmada pim kullanılmadan filaman üretilmiştir.

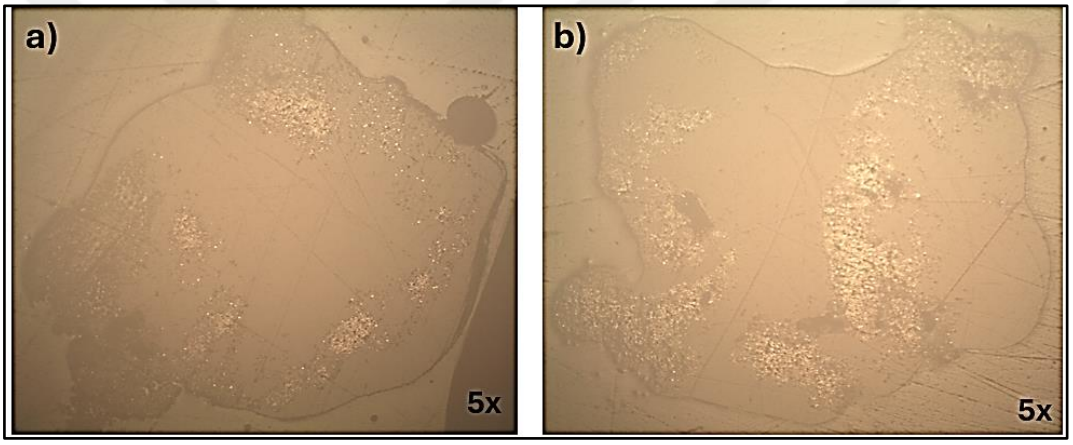
Pim kullanılmadan ve pim kullanılarak üretilen CFR-CF PP filamanların optik görüntüleri Şekil 5.22'de verilmiştir. Pim kullanılmadan üretilen CFR-PP filamanda CF'lerin tek bir bölgede kümelendiği, gözenekliliğin olduğu ve homojen olarak polimer ile kaplanmadığı gözlenmiştir. Pim kullanılmadan üretilen CFR-PP filamanda emdirmenin olmadığı gözlemlenmiştir. Pim kullanılarak üretilen CFR-PP filamanda CF'lerin filaman içerisinde dağıldığı ve gözeneklerin nispeten azaldığı görülmüştür.

Şekil 5.23'te görülebileceği gibi, CF'lerin filaman kesiti boyunca dağılımı tekdüze değildir. Fiberler, filamanın belirli bölgelerinde kümelenme eğilimindedir ve polimer açısından zengin bölgeler mevcuttur (Şekil 5.24). Bu durum emdirme kalıbı içerisinde yetersiz basınç veya yetersiz fiber yayılması nedeniyle oluşmuş olabilir. Fiberin polimer içindeki eşit bir şekilde dağılmaması, homojenliği sınırlayan polimer ve fiber açısından zengin bölgelere neden olmaktadır. Sonuç olarak, matris polimeri tarafından zayıf emdirme nedeniyle filaman açısından zengin bölge, düşük yapışmaya yol açar, iç gözenekliliği arttırır [128].

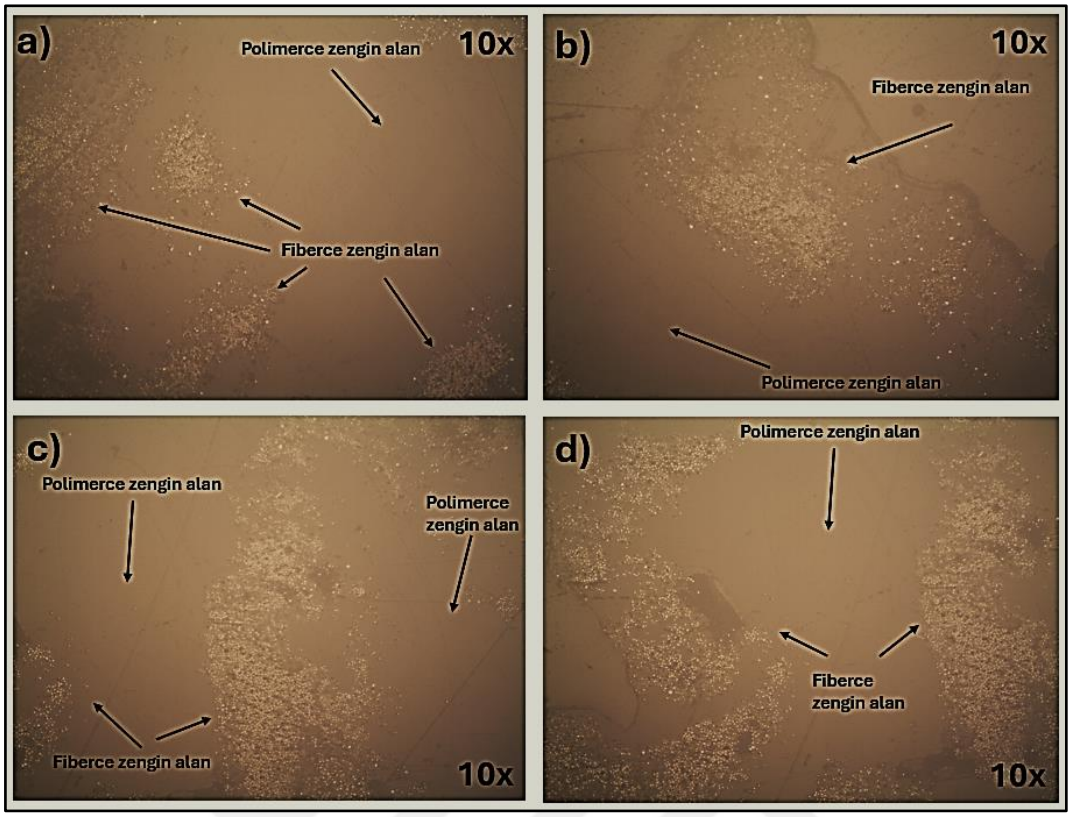
PP-CF-230-4-3 numunesinin mikroskop görüntüsünde, fiberlerin daha fazla kümelendiği ve fiber küme boyutunun daha büyük olduğu görülmüştür. Bu durum emprenye kalıbı içerisinde pimlerden geçerken fiberlerin homojen bir şekilde dağılmamasından kaynaklanmış olabilir. PP-CF-220-5-2 numunesinde daha az kümelenme ve nispeten daha iyi fiber dağılımı gözlenmesi nedeniyle mekanik dayanımı daha iyi olduğu gözlenmiştir.



Şekil 5.22 CFR-CF PP filamanların optik mikroskop görüntüleri; a) pim kullanılmadan ve b) pim kullanılarak



Şekil 5.23 CFR-CF PP filamanların optik mikroskop görüntüleri; (a) PP-CF-220-5-2'in enine kesit görünümü, (b) PP-CF-230-4-3'ün enine kesit görünümü



Şekil 5.24 CFR-CF PP filamanların iç yapıları; (a) ve (b) PP-CF-220-5-2, (c) ve (d) PP-CF-230-4-3

5.3.6 CFR-CF PP Filamanların SEM Analizi

Takviye malzemelerin matris içerisindeki dağılımını ve yapısal özelliklerini incelemek amacıyla SEM kullanılmaktadır. Çalışmada üretilen CFR-CF PP filamanlarda fiber ve matris arasındaki morfolojik yapı ve ıslanma durumunu değerlendirmek için numunenin kesit yüzeyine SEM analizi gerçekleştirilmiştir. PP ile kaplanmış CF numunelerin kesit alanına ait SEM görüntüleri Şekil 5.25'te verilmiştir. Fiber dağılım analizi SEM görüntüleri üzerinde Image J yazılımı kullanılarak gerçekleştirilmiştir (Şekil 5.25c-d). CFR-CF PP filaman numunelerinde CF'lerin yüzeylerinin polimer ile kaplandığı görülmektedir.

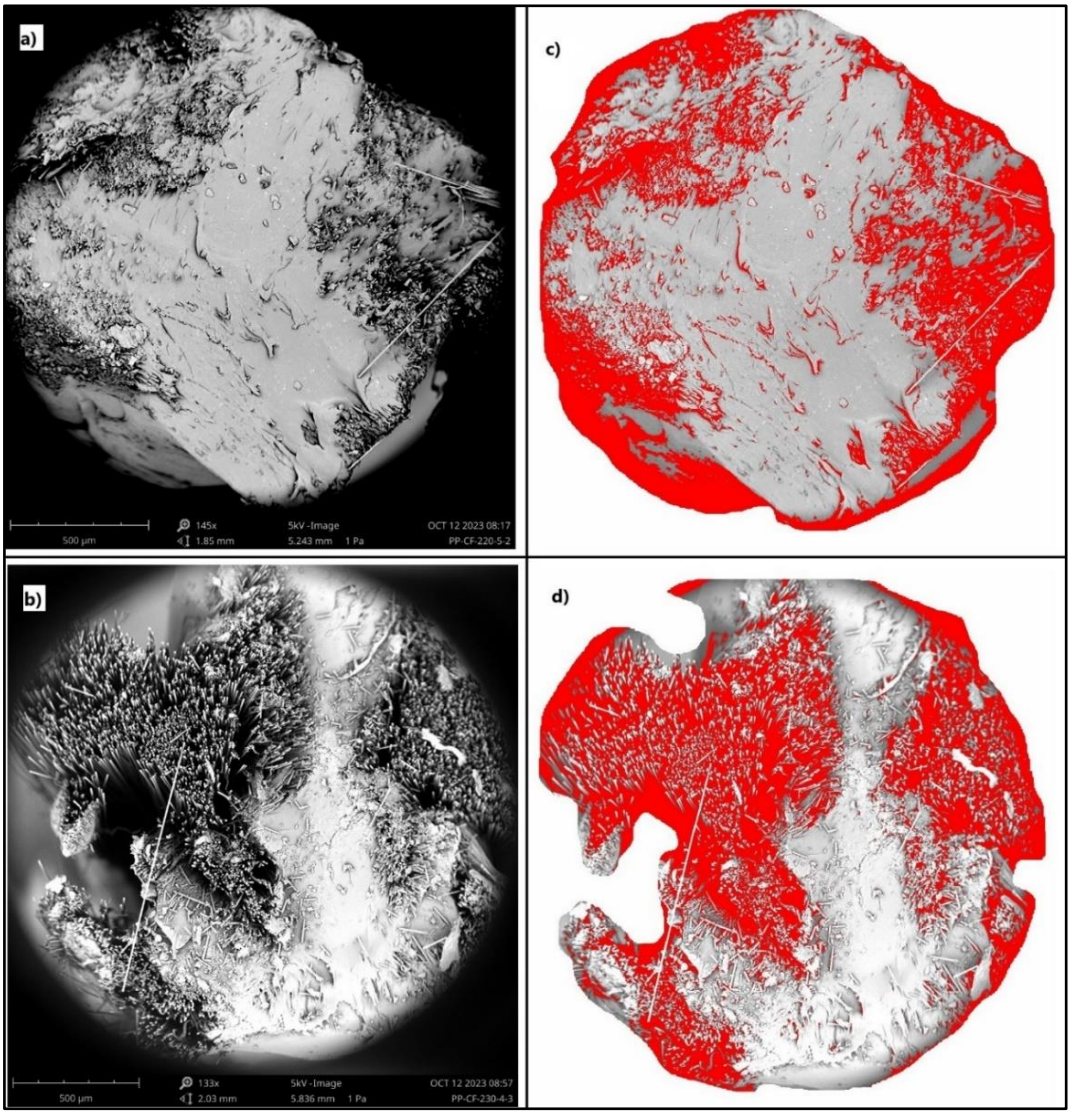
Ayrıca, fiberler filamanın yaklaşık olarak tüm bölgelerine dağılmıştır. Sonuç olarak, çekme testinde yüksek çekme mukavemeti değerleri elde edilmiştir. Şekil 5.25a-b'de görülebileceği gibi, çalışmada üretilen filamanların kenarları düzgün silindir özelliklerini sergilememiştir. Bu durum, ekstra bir nozul kullanılarak ekipman eklenmesi ile giderilebilir.

PP-CF-220-5-2 filamanının dış kısımları daha pürüzsüz bir yapıya sahiptir. Ayrıca, en iyi çekme dayanımı sonuçlarına sahip olan PP-CF-220-5-2 numunesinin 100 μm'deki SEM görüntüleri Şekil 5.26'da verilmiştir.

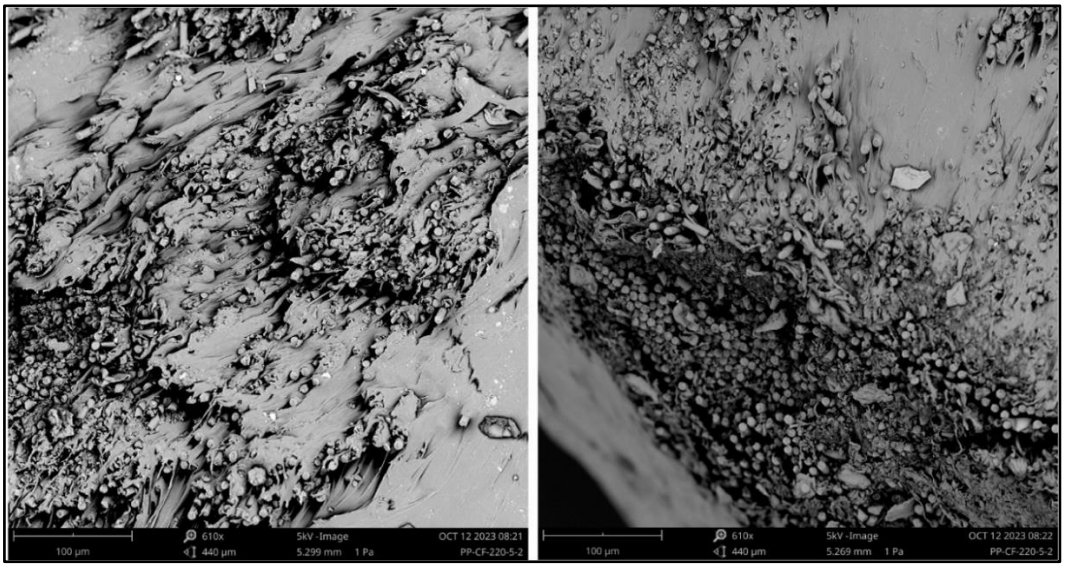
Şekil 5.27, filaman numunelerinde fiberlerin gözenekli olduğu, kümelenmiş fiber alanlarının olduğu ve emdirilmemiş alanların olduğu alanları göstermektedir. Yüksek fiber hacim oranı, fiberlerin polimer ile ıslanmamasına neden olmuştur. Islanmamış fiberler daha büyük gözenekli alanlar oluşturmuştur. Daha düşük fiber hacim oranına sahip numuneler çok daha küçük gözeneklilikler göstermiştir. Saeed vd. yaptıkları çalışmada düşük basınçta üretilen numunelerde gözenekliliğinin arttığını gözlemlemişlerdir [129]. PP-CF-230-4-3 numunesinde fiberlerin filamanın dış kısımlarında yoğunlaştığı gözlenmiştir. Bu, PP-CF-230-4-3 numunesinde en düşük çekme değerinin elde edilmesine neden olmuş olabilir. Ayrıca, mekanik değerlerde deneysel ve ROM sonuçları arasındaki farkın nedeninin gözeneklilik ve emdirilmemiş alanların varlığı olduğu düşünülmektedir. Numunelerin gözenekliliği ImageJ kullanılarak hesaplanmıştır. Bu hesaplamalar sonucunda PP-CF-220-5-2 ve PP-CF-230-4-3'ün gözenekliliğinin sırasıyla %3.12 ve %10.38 olduğunu gözlenmiştir. Yapılan hesaplamaların görüntüleri Şekil 5.28'de sunulmaktadır.

Çalışmamızda en yüksek çekme dayanımı en yüksek yayıcı pimi açısı (5 numaralı yayıcı pimi) ile elde edilmiştir. Kullanılan PP ve CF malzemeler ve proses koşulları altında emdirme için optimum basıncın 82° olduğu düşünülmektedir.

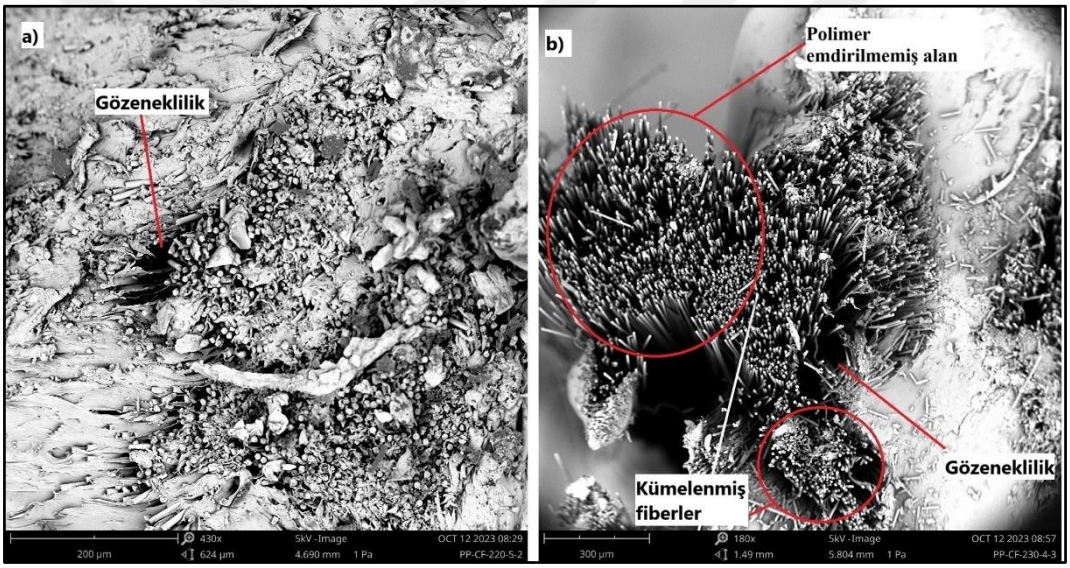
PP hazırlanan filamanların SEM görüntüleri incelendiğinde gözenekli yapının fazla olduğu gözlenmiştir. PP'nin MFI değerinin yüksek olmasına, viskozitesinin düşük olmasına ve akışının kolay olmasına rağmen CFR-CF PP ve CFR-GF PP filamanlarındaki emdirmesi daha düşük olduğu görülmüştür. PP'nin apolar yapısı ıslanabilirliği engellemektedir. Polimerin ıslatma gerilimi oluşan bağ mukavemeti ile ilişkilidir. Bu da güçlü arayüz etkileşimine bağlıdır [130]. Burada apolar PP'nin fiberler ile arasındaki arayüz etkileşimi çok sınırlı olması polimer emdirilmesini etkilemektedir.



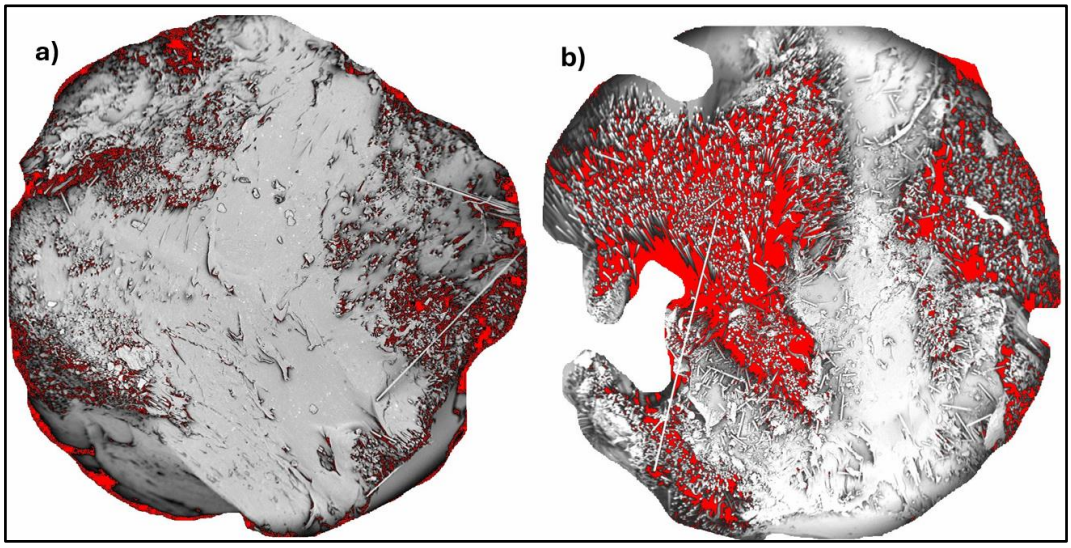
Şekil 5.25 CFR-CF PP filamanların 500 µm SEM görüntüleri ile kesitlerinin incelenmesi; (a) PP-CF-220-5-2'ün kesiti, (b) PP-CF-230-4-3'ün kesiti, (c) PP-CF-220-5-2'in fiber dağılımı, (d) PP-CF-230-4-3'ün fiber dağılımı



Şekil 5.26 PP-CF-220-5-2 numunesinin 100 µm SEM görüntüleri



Şekil 5.27 CFR-CF PP filamanlarının gözeneklilik, kümelenmiş fiber alanlarının ve polimer emdirilmemiş alanlarının görüldüğü SEM görüntüleri; a) 200 µm ve b) 300 µm



Şekil 5.28 CFR-CF PP filamanlarının ImageJ ile gözeneklilik hesabı görüntüleri; (a) PP-CF-220-5-2 ve (b) PP-CF-230-4-3

5.3.7 CFR-CF PP Filamanların Varyans Analizi (ANOVA)

ANOVA (Varyans Analizi), her parametre için deneylerden elde edilen ortalama yanıtı tahmin etmede kontrol faktörlerinin önemini belirlemek için kullanılan istatistiksel bir modeldir [131-135]. Yapılan çalışmada, CFR-CF PP filamanlar için üç faktör (emdirme kalıbı sıcaklığı, yayıcı pim konumu ve çekiş hızı) üçer seviyede incelenmiştir. Minitab istatistiksel tasarım yazılım kullanılarak Taguchi deney tasarımı yöntemine göre oluşturulan deneysel parametreler Tablo 4.4'te verilmiştir.

Sinyal-Gürültü (S/N) oranı optimizasyon hedeflerine bağlı olarak, maksimum, minimum veya nominal bir değerde tutulabilir. Burada, S sinyal değerini, N gürültü değerini ve S/N oranı deneydeki sinyal faktörünün gürültü faktörüne oranıdır [136, 137]. Yapılan çalışmada sonuç değerleri olan çekme dayanımı ve çekme modülü değerleri maksimum değer elde etmek için S/N oranları 'en yüksek-en iyidir' olarak hedeflenmiştir. Minitab istatistiksel tasarım yazılımı kullanılarak en yüksek-en iyidir tipi kullanılarak çekme dayanımı için elde edilen sinyal-gürültü (S/N) oranı sonuç tablosu Tablo 5.12'de ve ortalamalar için sonuç tablosu Tablo 5.13'te verilmiştir.

Minitab istatistiksel tasarım yazılımı kullanılarak en yüksek-en iyidir tipi kullanılarak çekme modülü için elde edilen sinyal-gürültü (S/N) oranı sonuç tablosu Tablo 5.14'te ve ortalamalar oranı sonuç tablosu Tablo 5.15'te verilmiştir.

Tablo 5.12 CFR-CF PP filamanların çekme dayanımı için elde edilen S/N oranı sonuç tablosu (en yüksek-en iyi)

Seviye	Emdirme Kalıbı Sıcaklığı (ºC)	Yayıcı Pim Konumu	Çekiş Hızı (m/dk)
1	46.72	46.34	46.69
2	47.84	46.51	47.54
3	46.39	48.09	46.71
Delta	1.45	1.75	0.85
Sıra	2	1	3

Tablo 5.13 CFR-CF PP filamanların çekme dayanımı için elde edilen ortalamalar oranı sonuç tablosu (en yüksek-en iyi)

Seviye	Emdirme Kalıbı Sıcaklığı (ºC)	Yayıcı Pim Konumu	Çekiş Hızı (m/dk)
1	217.5	208.1	216.9
2	248.6	212.4	241.4
3	209.7	255.3	217.5
Delta	39	47.1	24.5
Sıra	2	1	3

Tablo 5.14 CFR-CF PP filamanların çekme modülü için elde edilen S/N oranı sonuç tablosu (en yüksek-en iyi)

Seviye	Emdirme Kalıbı Sıcaklığı (ºC)	Yayıcı Pim Konumu	Çekiş Hızı (m/dk)
1	9.59	5.75	10.54
2	10.12	7.23	14.41
3	7.76	14.49	2.51
Delta	2.36	8.74	11.89
Sıra	3	2	1

Tablo 5.15 CFR-CF PP filamanların çekme modülü için elde edilen ortalamalar oranı sonuç tablosu (en yüksek-en iyi)

Seviye	Emdirme Kalıbı Sıcaklığı (ºC)	Yayıcı Pim Konumu	Çekiş Hızı (m/dk)
1	217.5	208.1	216.9
2	248.6	212.4	241.4
3	209.7	255.3	217.5
Delta	39	47.1	24.5
Sıra	2	1	3

ANOVA analizinde P-değeri anlamlılık düzeyi olarak adlandırılmaktadır. Yapılan analizde %95 güven aralığı için 0.05 anlamlılık düzeyi eşik değeri seçilmiştir. P-değeri belirtilen anlamlılık düzeyinden küçük olduğu durumda grup ortalamaları arasında anlamlı bir fark olduğunu anlamına gelmektedir. Bununla birlikte, P-değeri belirtilen anlamlılık düzeyinden büyükse grup ortalamaları arasında anlamlı bir fark olmadığı anlamına gelmektedir. Çekme dayanımı ve modülü için ANOVA analiz tabloları sırasıyla Tablo 5.16 ve Tablo 5.17'de verilmiştir.

Tablo 5.16 ve 5.17 incelendiğinde hem çekme dayanımı hem de çekme modülü için p-değeri tüm parametreler için 0.05'ten büyük olduğu görülmektedir. Bu da çekme dayanımı ve çekme modülü için tüm grup ortalamaları arasında anlamlı bir fark olmadığını göstermektedir.

Çekme dayanımı için proses üzerindeki faktörlerin etki oranları incelendiğinde en etkili faktörün %49.77 katkı ile yayıcı pim konumunun olduğu görülmüştür. İkinci sırada %31.11 katkı ile emdirme kalıbı sıcaklığı, üçüncü sırada ise %14.34 katkı ile çekiş hızı yer almaktadır. Çekme modülü için proses üzerindeki faktörlerin etki oranları incelendiğinde birinci sırada %43.74 katkı ile çekiş hızı, ikinci sırada %39.39 katkı ile yayıcı pim konumu ve üçüncü sırada %10.99 katkı ile emdirme kalıbı sıcaklığı etki etmektedir.

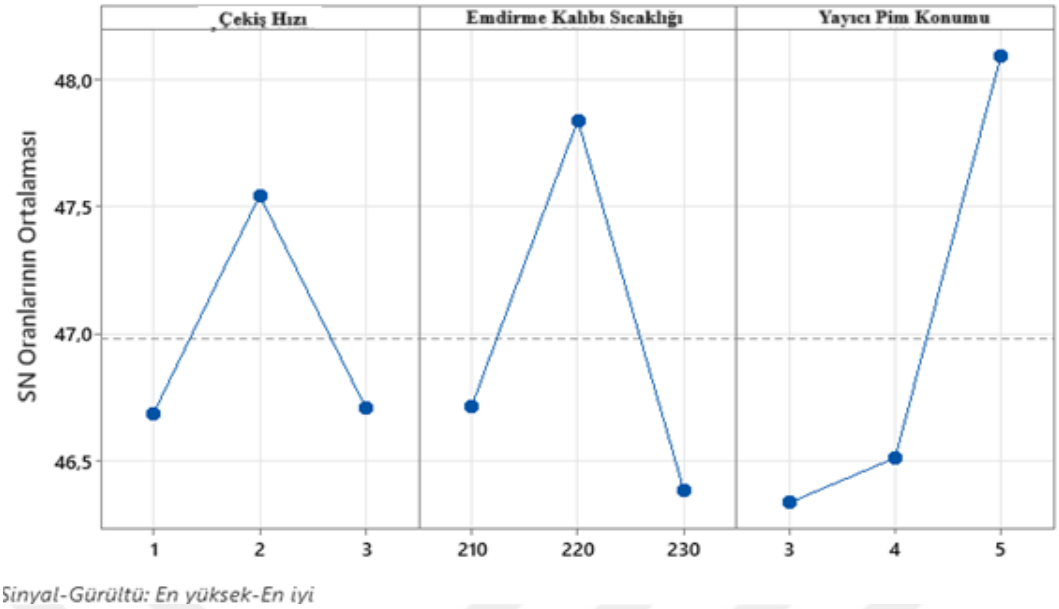
Tablo 5.16 CFR-CF PP filamanların çekme dayanımı için elde edilen ANOVA analiz değerleri

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Yüzde Katkı (%)	Kareler Ort.	F-değeri	P-değeri
Emdirme Kalıbı Sıcaklığı	2	2549.5	31.11	1274.7	6.53	0.133
Yayıcı Pim Konumu	2	4078.5	49.77	2039.2	10.44	0.087
Çekiş Hızı	2	1175.3	14.34	587.7	3.01	0.249
Hata	2	390.6	4.77	195.3		
Toplam	8		100			

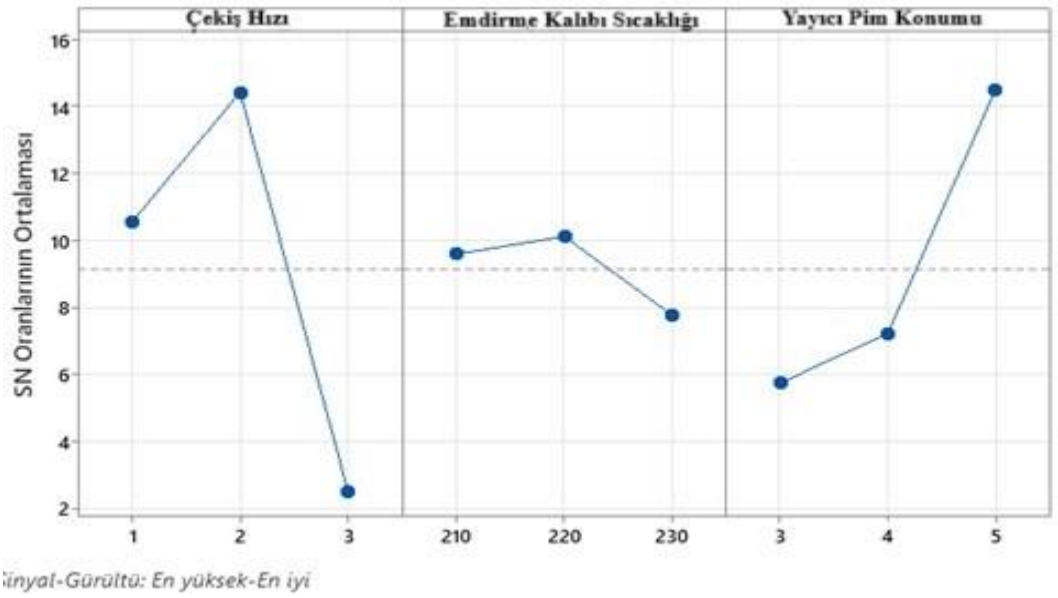
Tablo 5.17 CFR-CF PP filamanların çekme modülü için elde edilen ANOVA analiz değerleri

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Yüzde Katkı (%)	Kareler Ort.	F-değeri	P-değeri
Emdirme Kalıbı Sıcaklığı	2	7.52	10.99	3.76	1.87	0.35
Yayıcı Pim Konumu	2	26.94	39.39	13.47	6.70	0.13
Çekiş Hızı	2	29.92	43.74	14.96	7.44	0.12
Hata	2	4.02	5.88	2.01		
Toplam	8		100			

Kontrol faktörlerinin yanıt üzerindeki etkisini incelemek amacıyla ana etki grafikleri de kullanılmaktadır. Grafikte yer alan yatay çizginin düz olduğu durumda, kontrol faktörle yanıtta değişiklik olmadığını gösterir. Ancak grafikteki yatay çizginin dik bir eğimi olduğu durumda, faktörün yanıtı önemli ölçüde etkilediğini belirtmektedir. Çekme dayanımı ve çekme modülü yanıtlarının SN oranları için ana etki grafikleri sırasıyla Şekil 5.29 ve Şekil 5.30'da verilmiştir.



Şekil 5.29 CFR-CF PP filamanların çekme dayanımında SN oranları için ana etki grafiği



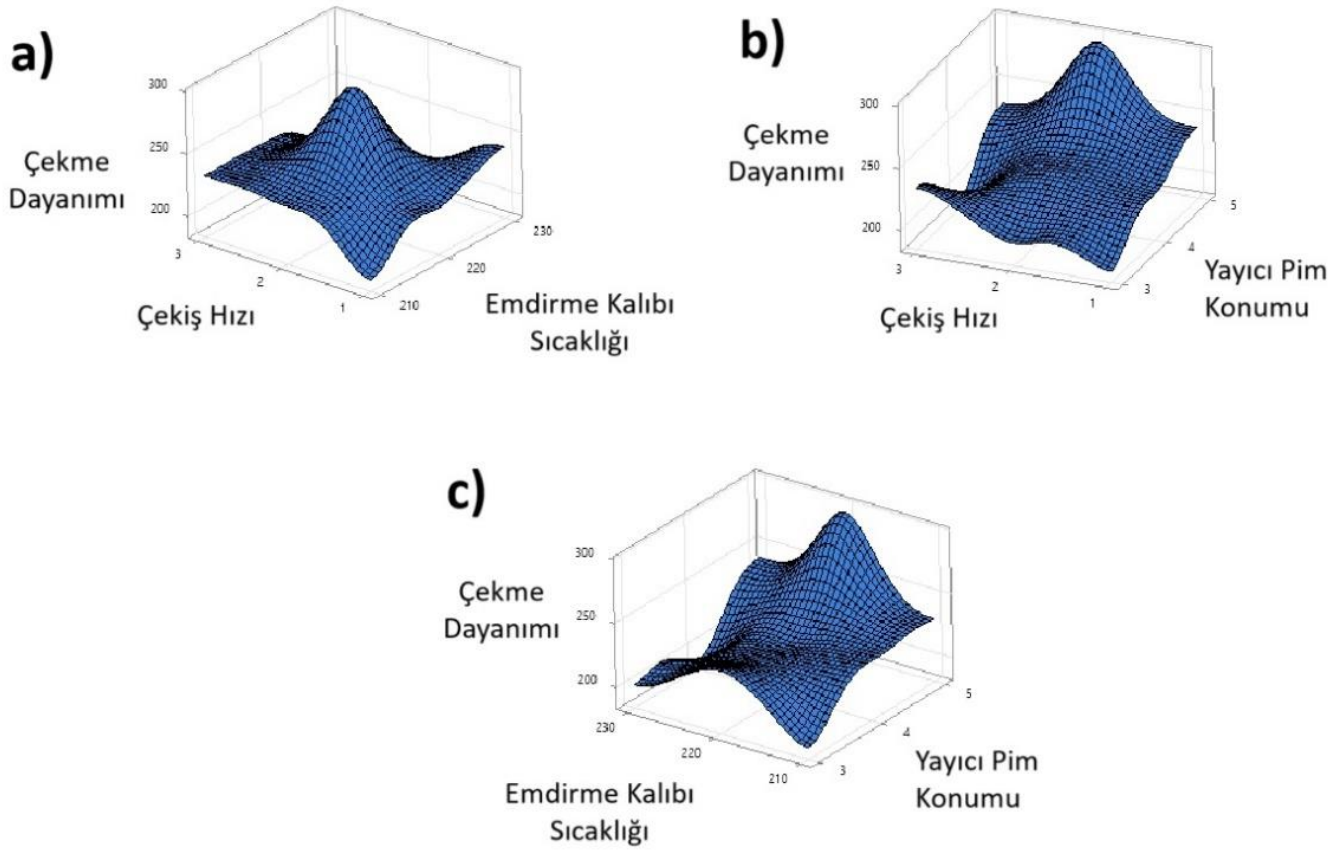
Şekil 5.30 CFR-CF PP filamanların çekme modülünde SN oranları için ana etki grafiği

Şekil 5.29'daki ana etki grafiği incelendiğinde, çekme dayanımı için maksimum etki alanının 2 m/dk çekiş hızı, 220 ºC emdirme kalıbı sıcaklığı ve 5. yayıcı pim konumunda elde edildiği görülebilmektedir. Şekil 5.30'daki ana etki grafiği incelendiğinde ise çekme modülü için maksimum etki alanı çekme dayanımı ile aynı şekilde 2 m/dk çekiş hızı, 220 ºC emdirme kalıbı sıcaklığı ve 5. yayıcı pim konumunda elde edilmiştir.

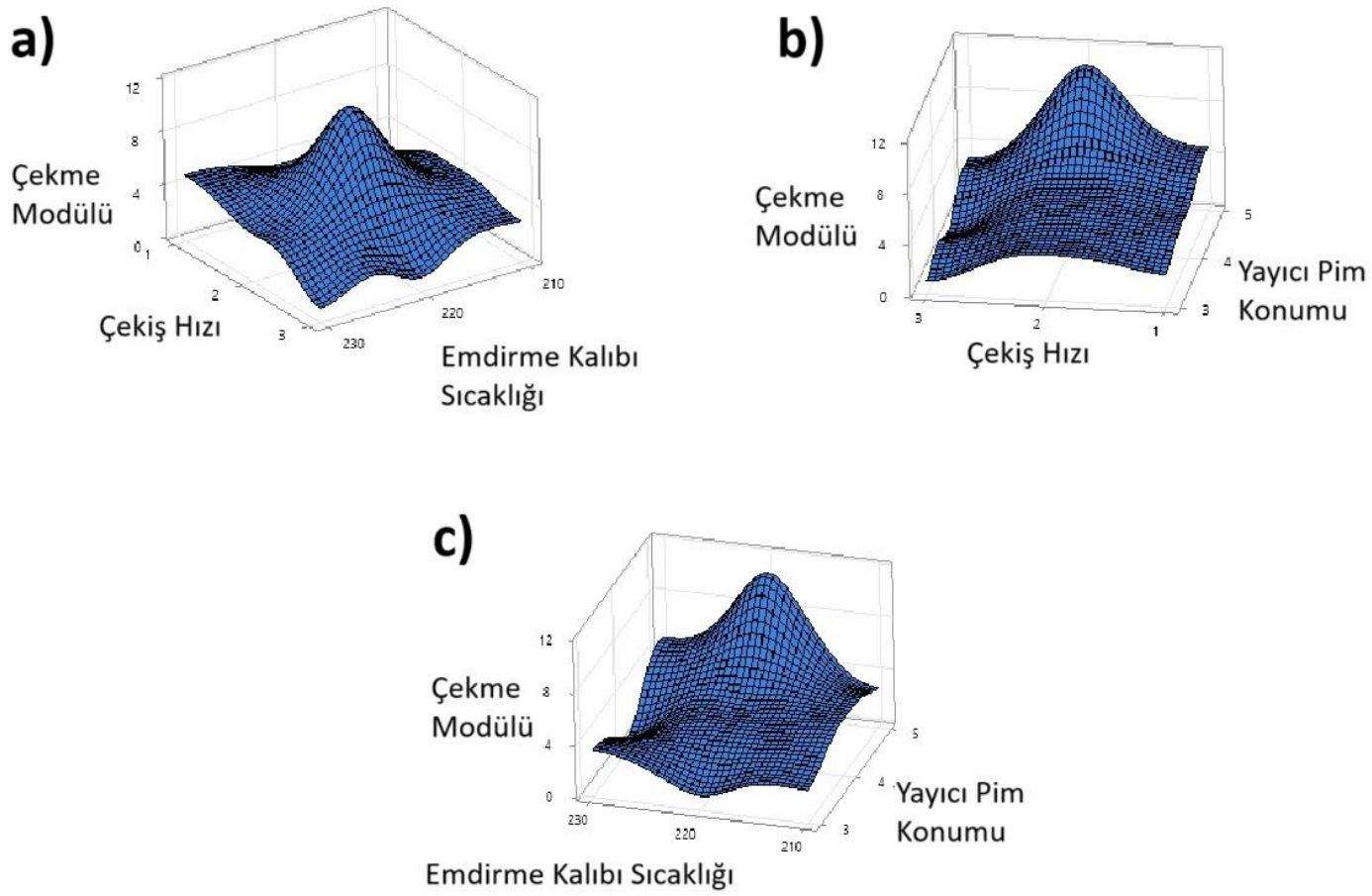
Çekiş hızı-yayıcı pim konumu, çekiş hızı-sıcaklık, yayıcı pim konumu-sıcaklık olarak eşleştirilmiş parametre gruplarının çekme dayanımı ve çekme modülü üzerindeki etkisini incelemek için 3D yüzey grafikleri oluşturulmuştur. İncelenen değişkenler x ve y eksenlerine eklenirken çekme dayanımı ve modülü değerleri ise z eksenine yerleştirilmiştir (x ve y ağ sayıları: 35). Kontrol faktörlerinin çekme dayanımı üzerine 3D'lu etki grafikleri Şekil 5.31'de ve çekme modülü üzerine 3D'lu etki grafikleri ise Şekil 5.32'de verilmiştir.

Şekil 5.31'de çekme dayanımı üzerine kontrol faktörlerinin etkisini gösteren üç boyutlu yüzey grafikleri incelenmiştir. Şekil 5.31-a'da çekiş hızı ve emdirme kalıbı sıcaklığının çekme dayanımı üzerindeki etkisi gösterilmiştir. Burada, çekiş hızının belirli bir noktaya kadar artışı çekme dayanımını olumlu etkilerken, bundan sonra sabit kaldığı görülmüştür. Emdirme kalıbı sıcaklığının artışı ise çekme dayanımı üzerinde olumlu etki ettiği gözlenmiştir. Şekil 5.31-b'de çekiş hızı ve yayıcı pim konumunun çekme dayanımı üzerindeki etkisi gösterilmiştir. Çekiş hızındaki ve yayıcı pim konumunun (pim açısının) artışının çekme dayanımı üzerinde olumlu etki ettiği gözlenmiştir. Şekil 5.31-c'de ise emdirme kalıbı sıcaklığı ve yayıcı pim konumunun çekme dayanımı üzerindeki etkisi gösterilmiştir. Burada, emdirme kalıbı sıcaklığının bir noktaya kadar artışı çekme dayanımını olumlu etkilerken, belirli bir değerden sonra azaldığı görülmüştür. Yayıcı pim konumunun (pim açısı) artışının ise çekme dayanımı üzerinde olumlu etkisi olduğu gözlenmiştir.

Şekil 5.32'de çekme modülü üzerine kontrol faktörlerinin etkisini gösteren üç boyutlu yüzey grafikleri incelenmiştir. Şekil 5.32-a'da çekiş hızı ve emdirme kalıbı sıcaklığının çekme modülü üzerindeki etkisi gösterilmiştir. Burada hem çekiş hızının hem de emdirme kalıbı sıcaklığının artışı ile çekme modülünün azaldığı gözlenmiştir. Şekil 5.32-b'de çekiş hızı ve yayıcı pim konumunun çekme modülü üzerindeki etkisi gösterilmiştir. Burada, çekiş hızındaki artışın belirli bir noktaya kadar olumlu etki ettiği, buradan sonra azaldığı görülmüştür. Yayıcı pim konumunun (pim açısının) artışının çekme modülünün üzerinde olumlu etki ettiği gözlenmiştir. Şekil 5.32-c'de ise emdirme kalıbı sıcaklığı ve yayıcı pim konumunun çekme modülü üzerindeki etkisi gösterilmiştir. Burada, emdirme kalıbı sıcaklığının bir noktaya kadar artışı çekme modülünde azalmaya neden olurken, bundan sonra arttığı görülmüştür. Yayıcı pim konumunun (pim açısı) artışının ise çekme modülü üzerinde olumlu etkisi olduğu gözlenmiştir.



Şekil 5.31 CFR-CF PP filamanların kontrol faktörlerinin çekme dayanımı üzerine 3D'lu etki grafikleri; a) çekiş hızı ve emdirme kalıbı sıcaklığı, b) çekiş hızı ve yayıcı pim konumu ve c) emdirme kalıbı sıcaklığı ve yayıcı pim konumu



Şekil 5.32 CFR-CF PP filamanların kontrol faktörlerinin çekme modülü üzerine 3D'lu etki grafikleri; a) çekiş hızı ve emdirme kalıbı sıcaklığı, b) çekiş hızı ve yayıcı pim konumu ve c) emdirme kalıbı sıcaklığı ve yayıcı pim konumu

Regresyon analizi kullanılarak bağımlı değişkendeki değişimi bağımsız değişkenlerle açıklamak için matematiksel bir model oluşturulmuştur. Çekme dayanımı (σ) için birinci dereceden regresyon analizi denklemi (5.10) eşitliğinde verilmiştir.

$$\sigma = 225.27 - 8.39\upsilon_1 + 16.16\upsilon_2 - 7.77\upsilon_3 - 7.77T_1 + 23.37T_2 - 15.60T_3 - 17.13P_1 - 12.87P_2 + 30P_3 \quad (5.10)$$

Çekme modülü (E) için birinci dereceden regresyon analizi denklemi (5.11) eşitliğinde verilmiştir.

$$E = 3.703 - 0.195\upsilon_1 + 2.324\upsilon_2 - 2.129\upsilon_3 - 0.615T_1 + 1.292T_2 - 0.678T_3 - 1.483P_1 - 0.944P_2 + 2.427P_3 \quad (5.11)$$

Burada υ_1 1 m/dk, υ_2 2 m/dk, υ_3 3 m/dk, T_1 210ºC, T_2 220ºC, T_3 230ºC, P_1 3. pim, P_2 4. pim ve P_3 5. pimi göstermektedir. Eşitlik (5.10) ve (5.11)'e göre hesaplanan çekme dayanımı ve çekme modülü değerleri Tablo 5.18'de verilmiştir.

Çekme dayanımı ve modülü için yapılan regresyon analizinde elde edilen R^2 değerleri sırasıyla %95.23 ve %94.12'dir. Regresyon analizinde sonucunda elde edilen R^2 değerleri kabul edilebilir seviyededir. Daha büyük bir veri seti kullanılarak modelin genelleme yeteneği geliştirilebilir ve R^2 değeri artırılabilir.

Tablo 5.18 CFR-CF PP filamanların (5.10) ve (5.11) eşitliklerine göre hesaplanan çekme dayanımı ve çekme modülü değerleri

Numune Adı	Çekme Dayanımı (MPa)	Çekme Modülü (GPa)
PP-CF-210-3-2	216.53	3.93
PP-CF-210-3-3	192.60	0.52
PP-CF-210-4-1	196.24	1.95
PP-CF-210-4-3	196.86	0.02
PP-CF-210-5-1	239.11	5.32
PP-CF-210-5-2	263.66	7.84
PP-CF-220-3-1	223.12	3.32
PP-CF-220-3-2	247.67	5.84
PP-CF-220-4-2	251.93	6.38
PP-CF-220-4-3	228.00	1.92
PP-CF-220-5-1	270.25	7.23
PP-CF-220-5-3	270.87	5.29
PP-CF-230-3-1	184.15	1.35
PP-CF-230-3-3	184.77	0.59
PP-CF-230-4-1	188.41	1.89
PP-CF-230-4-2	212.96	4.41
PP-CF-230-5-2	255.83	7.78
PP-CF-230-5-3	231.90	3.32

5.4 CFR-GF PP Filamanların Karakterizasyon Sonuçları

Çalışmada CFR-GF PP filaman üretimi gerçekleştirilmiştir ve üretilen filamanların özelliklerini tayin etmek amacıyla yoğunluk, DSC, çekme testi, fiber içeriği analizi, SEM ve mikroskop görüntü analizi gerçekleştirilmiştir.

5.4.1 CFR-GF PP Filamanların Yoğunluk Analizi

CFR-GF katkılı PP filamanların yoğunluk ölçümü gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlar Tablo 5.19'da yer almaktadır. En iyi çekme dayanımı değerine sahip PP-GF-210-4-2 numunenin yoğunluk değeri 1.551 g/cm^3 iken en düşük çekme dayanımına sahip PP-GF-210-5-3 numunesinin ise yoğunluk değeri 1.521 g/cm^3'tür. PP-GF-210-4-2 ve PP-GF-210-5-3 numunelerine ait çap değerleri sırasıyla 2.19 mm ve 2.21 mm'dir.

Tablo 5.19 CFR-GF PP filamanlarının yoğunluk değerleri

Numune Adı	Filaman Yoğunluğu (g/cm^3)
PP-GF-210-4-2	1.551
PP-GF-210-3-1	1.522
PP-GF-230-5-1	1.356
PP-GF-220-5-2	1.444
PP-GF-210-5-3	1.521
PP-GF-230-4-3	1.514
PP-GF-220-3-3	1.440
PP-GF-220-4-1	1.344
PP-GF-230-3-2	1.343

5.4.2 CFR-GF PP Filamanların Fiber İçeriği Analizi

CFR-GF PP filamanların fiber içeriği tayini gerçekleştirilmiştir. Analiz sonucunda % ağırlıkça fiber oranı, % yüzde fiber hacim oranı ve % boşluk oranı elde edilmiştir. Fiber içeriği analizi sonuçları Tablo 5.20'de verilmiştir.

En iyi çekme dayanımı değerine sahip PP-GF-210-4-2 numunesi ağırlıkça %65.63 ve hacimce %39.15 oranında GF içeriğine sahiptir. En düşük çekme dayanımına sahip PP-GF-210-5-3 numunesinin ise ağırlıkça %64.16 ve hacimce %37.53 oranında GF içeriğine sahiptir.

Tablo 5.20 CFR-GF PP filamanların fiber içeriği analizi sonucu

Numune Adı	Ağırlıkça Fiber İçeriği (W_f, %)	Fiber Hacim Oranı (V_f; %)	Boşluk Oranı (%)
PP-GF-230-4-3	66.65	38.80	5.41
PP-GF-220-3-3	61.55	34.08	4.75
PP-GF-220-4-1	61.40	31.75	10.92
PP-GF-230-3-2	64.92	33.54	14.39
PP-GF-210-5-3	64.16	37.53	2.23
PP-GF-220-5-2	58.11	32.28	0.86
PP-GF-210-4-2	65.63	39.15	1.94
PP-GF-230-5-1	52.53	27.39	1.50
PP-GF-210-3-1	65.55	38.36	3.71

5.4.3 CFR-GF PP Filamanların Mekanik Analizi

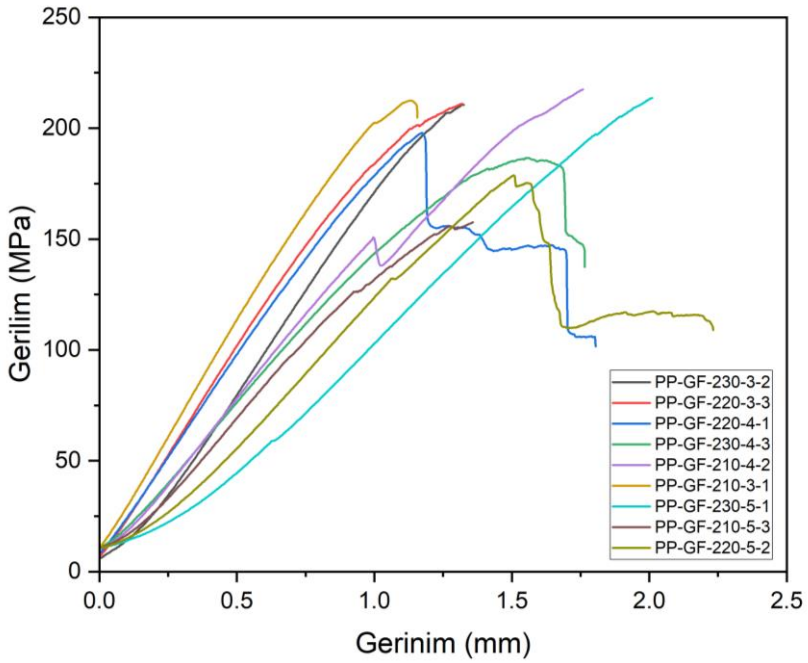
Üretilen CFR-GF PP filamanlara çekme testleri yapılmıştır. Çalışmada ayrıca CFR-GF PP filamanların çekme dayanımı ve çekme modülü eşitlik (5.7) ve (5.8) kullanılarak matematiksel olarak hesaplanmıştır. CFR-GF PP filaman numunelerine ait çekme analizi sonuçları ve gerinim-gerilim grafiği sırasıyla Tablo 5.21 ve Şekil 5.33'te verilmiştir.

En yüksek çekme dayanımı 4 numaralı yayma piminden geçirilen numunede (PP-GF-210-4-2) elde edilmiştir. PP-GF-210-4-2 numunesi için elde edilen çekme dayanımı ve çekme modülü değerleri sırasıyla 219.35 MPa ve 12.35 GPa'dır. Saf PP filamanın çekme dayanımı 17 MPa'dır [124]. Saf PP filamana göre PP-GF-210-4-2 numunesinin çekme dayanımı yaklaşık 12 kat artmıştır. Kullanılan PP'nin

TDS'inde belirtilen çekme dayanımı değerine (35 MPa) kıyasla, PP-GF-210-4-2 numunesinde yaklaşık 6.27 katlık bir artış elde edilmiştir.

Tablo 5.21 CFR-GF PP filamanların çekme analizi sonucu

Numune Adı	Test Sonuçları		ROM	
	Çekme Dayanımı (MPa)	Çekme Modülü (GPa)	Çekme Dayanımı (MPa)	Çekme Modülü (GPa)
PP-GF-230-3-2	191.32	16.41	761.23	28.30
PP-GF-220-3-3	210.67	19.65	772.89	28.73
PP-GF-220-4-1	196.33	9.79	722.33	26.88
PP-GF-230-4-3	180.89	14.00	875.01	32.47
PP-GF-210-4-2	219.35	12.35	882.55	32.74
PP-GF-210-3-1	214.07	20.83	865.56	32.12
PP-GF-230-5-1	197.91	13.92	627.95	23.42
PP-GF-210-5-3	155.78	14.50	847.58	31.46
PP-GF-220-5-2	181.08	11.29	733.83	27.30



Şekil 5.33 CFR-GF PP filamanların gerinim-gerilim grafiği

5.4.4 CFR-GF PP Filamanların DSC Analizi

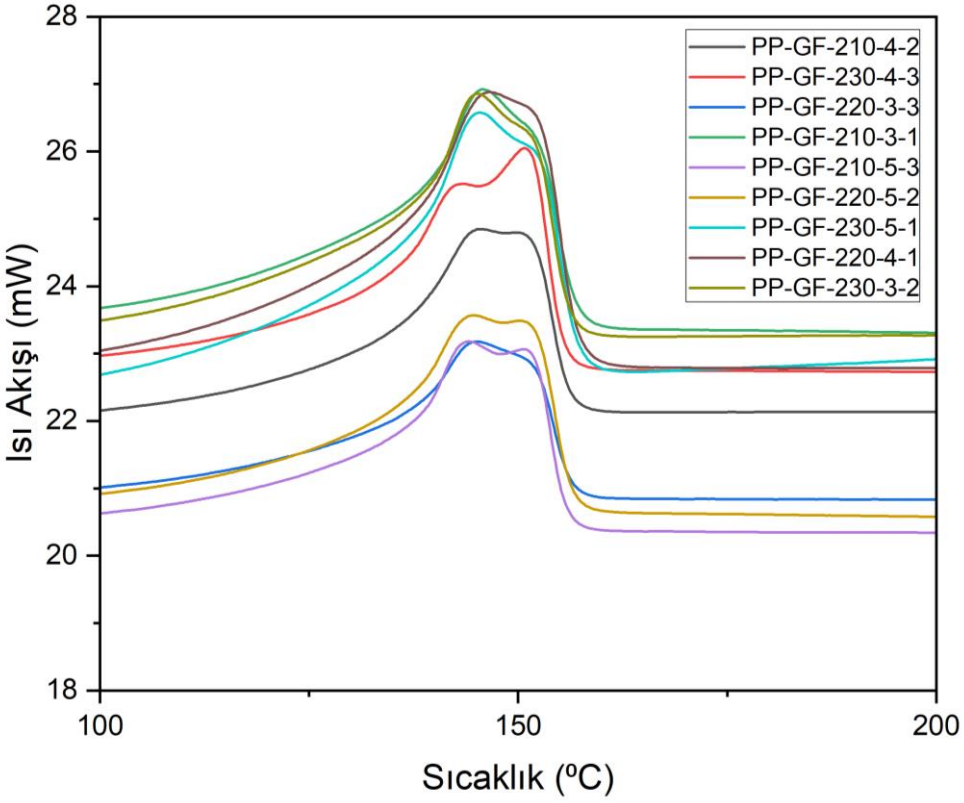
CFR-GF PP filamanların DSC analizi gerçekleştirilmiştir. DSC analizinde ikinci ısıtma çevriminde elde edilen entalpi değerleri baz alınarak (6.9) eşitliğine göre numunelerin % kristalinite değeri hesaplanmıştır [125]. $\Delta H_{m(crys)}$ değeri PP için 138 J/g olarak alınmıştır [125]. CFR-GF PP filaman ait elde edilen test sonuçları Tablo 5.22'de verilmiştir. Birinci ısıtma, soğutma ve ikinci ısıtma DSC grafikleri sırasıyla Şekil 5.34, Şekil 5.35 ve Şekil 5.36'te verilmiştir.

En yüksek çekme dayanımı elde edilen PP-GF-210-4-2 numuneye ait T_m ve kristalinite değerleri sırasıyla 147.66 ºC ve %27.82'dir. Bu numunenin kristalinite değeri saf PP malzemeye göre yaklaşık %38 oranında azalma gözlenmiştir. Saf PP için ΔH_m değeri 62.57 J/g iken, %39.15 (V_f) GF içeren PP-GF-210-4-2 numunesi için 26.10 J/g'dir. Bu, kompozitlerin eritilmesi sırasında GF tarafından bir miktar ısı enerjisinin emilmesinden kaynaklanıyor olabilir [138]. En yüksek kritalinite değeri PP-GF-220-4-1 numunesi için %46.57 olarak hesaplanmıştır.

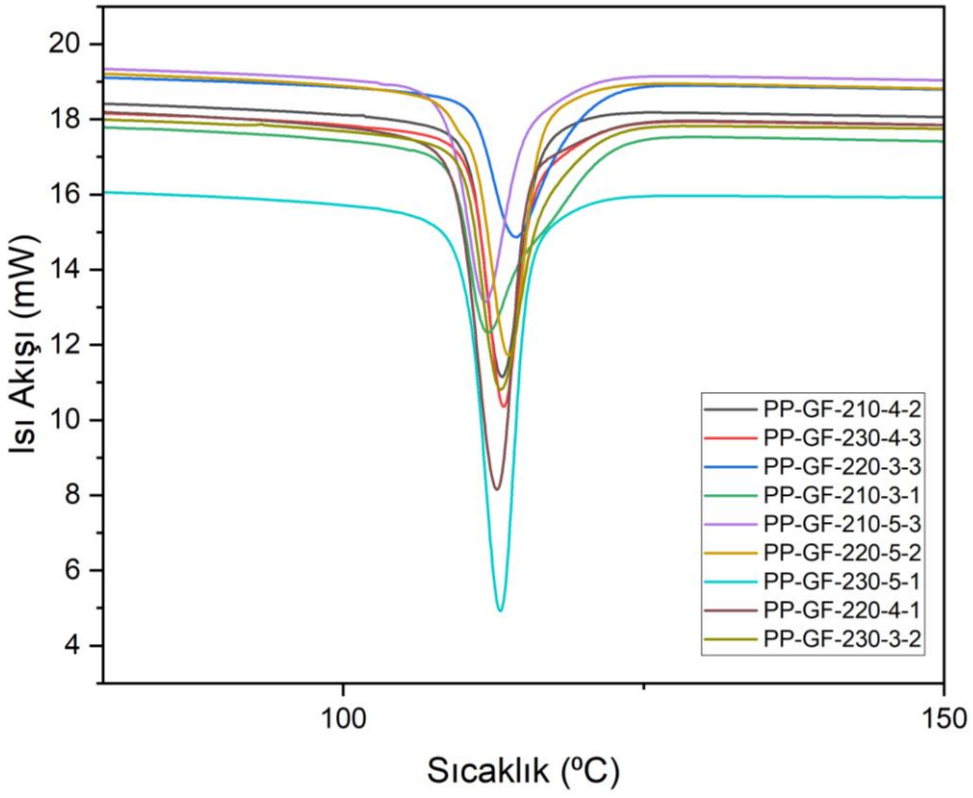
Sıcaklığın kristalinite üzerine etkisinin incelemek için PP-GF-210-3-1, PP-GF-220-4-1 ve PP-GF-230-5-1 numuneleri karşılaştırılmıştır. Bu numunelerin kristalinite değerleri sırasıyla %20.01, %46.57 ve %45.97'tür. Sıcaklığın artması ile kristalinite değerlerinde artış gözlenmiştir.

Tablo 5.22 CFR-GF PP filamanların DSC analizi sonucu

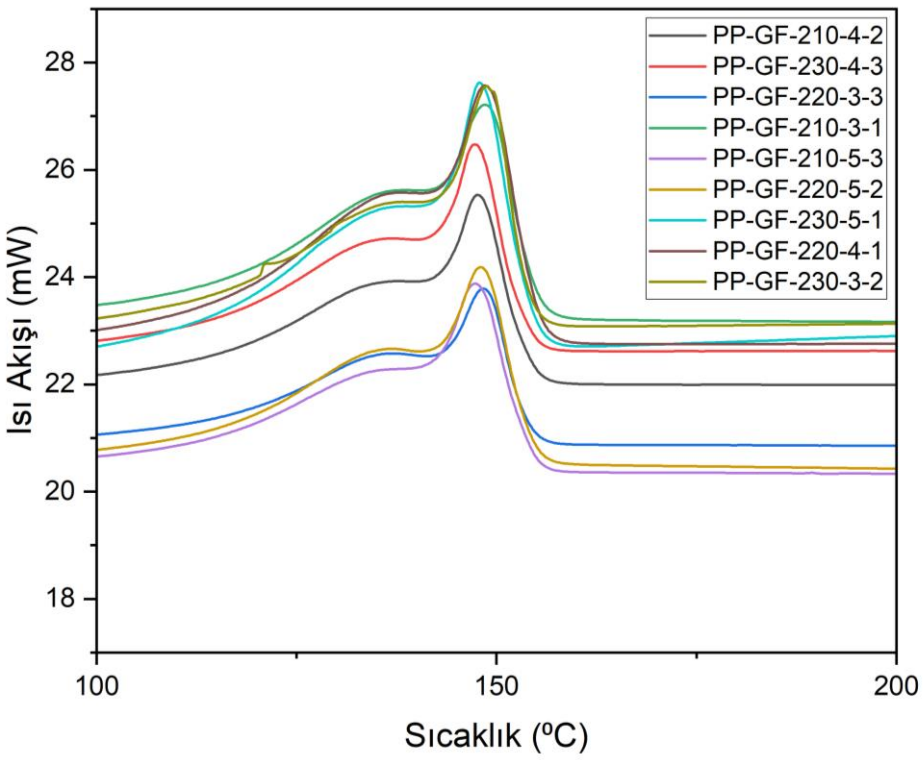
Numune Kodu	1. Isıtma			Soğutma		2. Isıtma		
	T_m (°C)	Entalpi değeri; ΔH_m (J/g)	X_c(%)	T_c (°C)	Entalpi değeri; ΔH_c (J/g)	T_m (°C)	Entalpi değeri; ΔH_m (J/g)	X_c (%)
PP	141.03	61.35	44.45	113.55	-61.35	134.4	62.57	45.34
PP-GF-210-4-2	146.74	23.79	25.36	113.21	-26.49	147.66	26.10	27.82
PP-GF-230-4-3	150.89	30.05	32.02	113.39	-33.60	147.58	32.80	34.96
PP-GF-220-3-3	145.87	28.28	30.14	113.39	-31.65	149.06	30.84	32.86
PP-GF-210-3-1	145.46	26.35	18.72	111.48	-28.64	148.31	28.17	20.01
PP-GF-210-5-3	144.15	31.37	33.43	112.77	-34.38	147.38	33.62	35.83
PP-GF-220-5-2	144.99	32.58	23.15	113.50	-35.50	148.59	34.95	24.83
PP-GF-230-5-1	145.46	40.03	42.66	113.01	-44.46	147.91	43.14	45.97
PP-GF-220-4-1	146.12	40.89	43.58	113.14	-44.81	148.08	43.70	46.57
PP-GF-230-3-2	144.85	29.61	31.55	113.00	-31.87	147.91	31.14	33.19



Şekil 5.34 CFR-GF PP filamanların 1. Isıtma grafiği



Şekil 5.35 CFR-GF PP filamanların soğutma grafiği

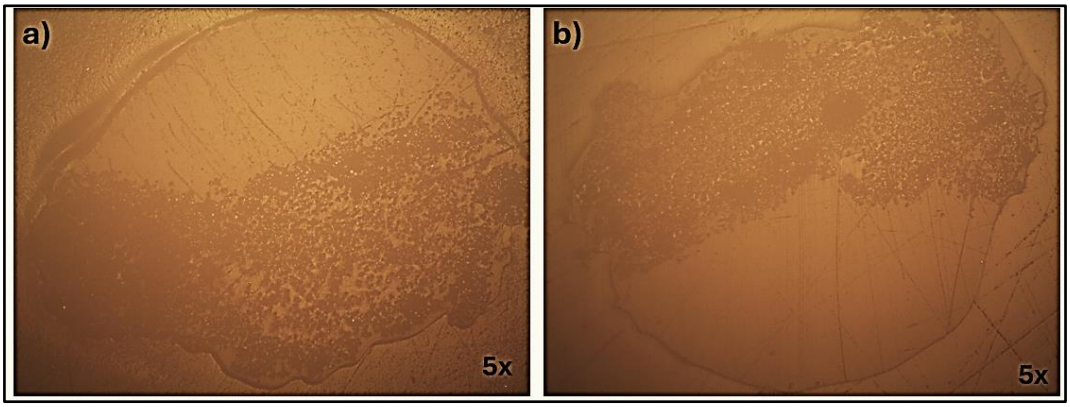


Şekil 5.36 CFR-GF PP filamanların 2. Isıtma grafiği

5.4.5 CFR-GF PP Filamanların Mikroskop Analizi

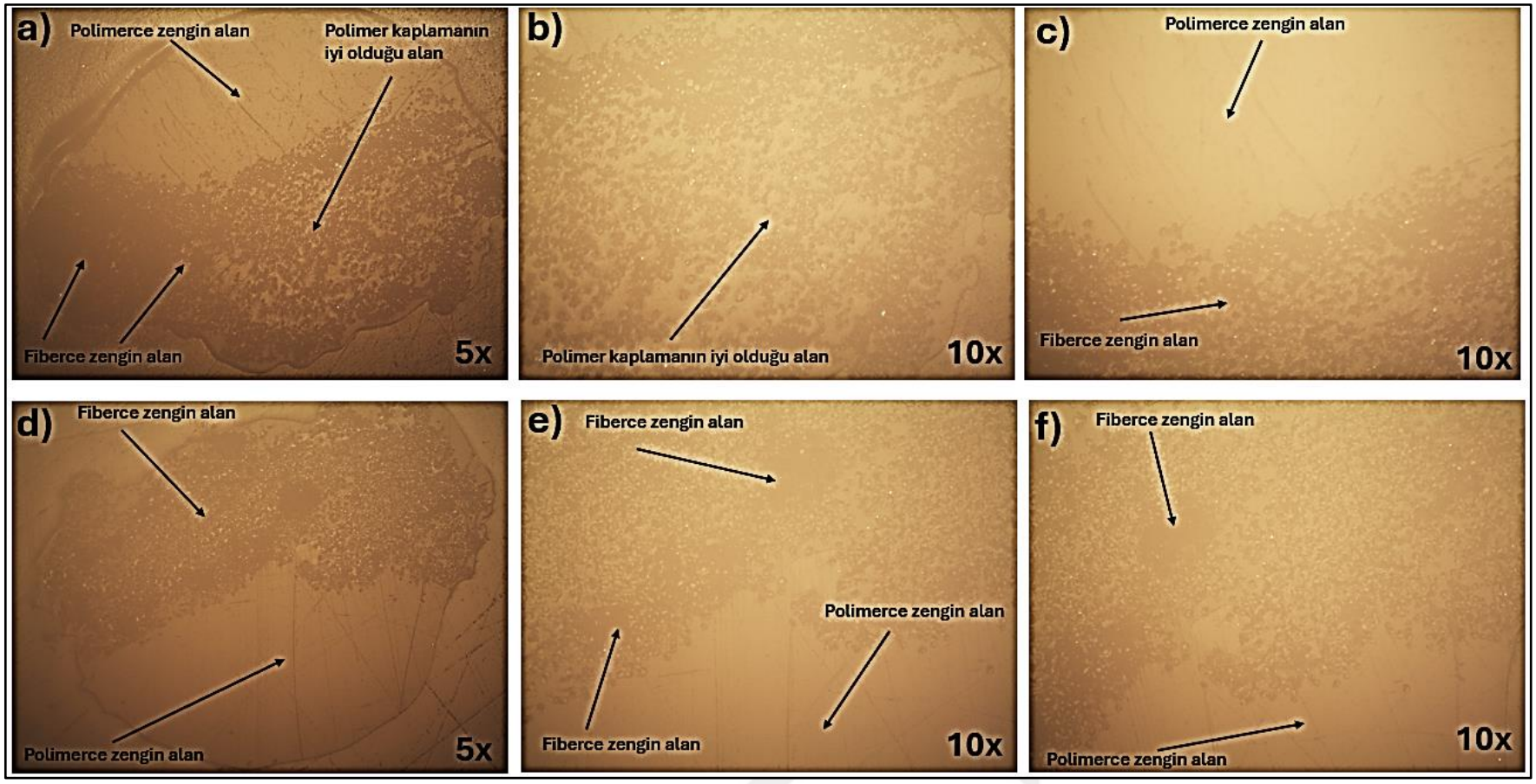
Üretilen CFR-GF PP filamanların kesit alanlarının ve fiber-polimer dağılımını görmek amacıyla mikroskop analizi gerçekleştirilmiştir. Mekanik özelliklerin geliştirilmesi fiberlerin filaman içerisinde homojen bir şekilde dağılması ve iyi bir şekilde polimer ile kaplanmasıyla sağlanmaktadır. Üretilen filamanlardaki fiber dağılımını ve fiberlerin polimer ile kaplanmasını gözlemlemek amacıyla filamanlar optik mikroskop yardımıyla incelenmiştir.

Şekil 5.37'de görülebileceği gibi, GF'lerinin filaman kesiti boyunca dağılımı homojen değildir, tek bir tarafa yığılma göstermiştir. Fiberler, filamanın bir bölgesine kümelenmişken, polimer açısından zengin bölge mevcuttur (Şekil 5.38). Bu durum emdirme kalıbı içerisinde yetersiz basınç veya 2400tex GF kullanılması nedeniyle yayılmanın düzgün olmamasına ve fiberlerin kümelenmesine neden olmuş olabilir. Fiberin polimer içerisinde homojen bir şekilde dağılmaması, polimer ve fiber açısından zengin bölgelerin oluşmasına neden olur [139].



Şekil 5.37 CFR-GF PP filamanların optik mikroskop görüntüleri; (a) PP-GF-210-4-2'in enine kesit görünümü, (b) PP-GF-210-5-3'ün enine kesit görünümü

PP-GF-210-5-3 numunesinin mikroskop görüntüsünde, polimerce zengin olan alanın daha fazla olduğu görülmüştür ve fiberler daha uç kısımda kümelenmiştir. Bu durum emdirme kalıbı içerisinde pimlerden geçerken fiberlerin homojen bir şekilde dağılmamasından kaynaklanmış olabilir. PP-GF-210-4-2 numunesinde ise nispeten fiberlerin yayıldığı ve polimer ile kaplandığı alanlar bulunmaktadır. Polimerce zengin alan PP-GF-210-5-3 numunesine göre daha azdır ve bu durum nispeten daha iyi mekanik dayanımı göstermesine neden olmuştur.



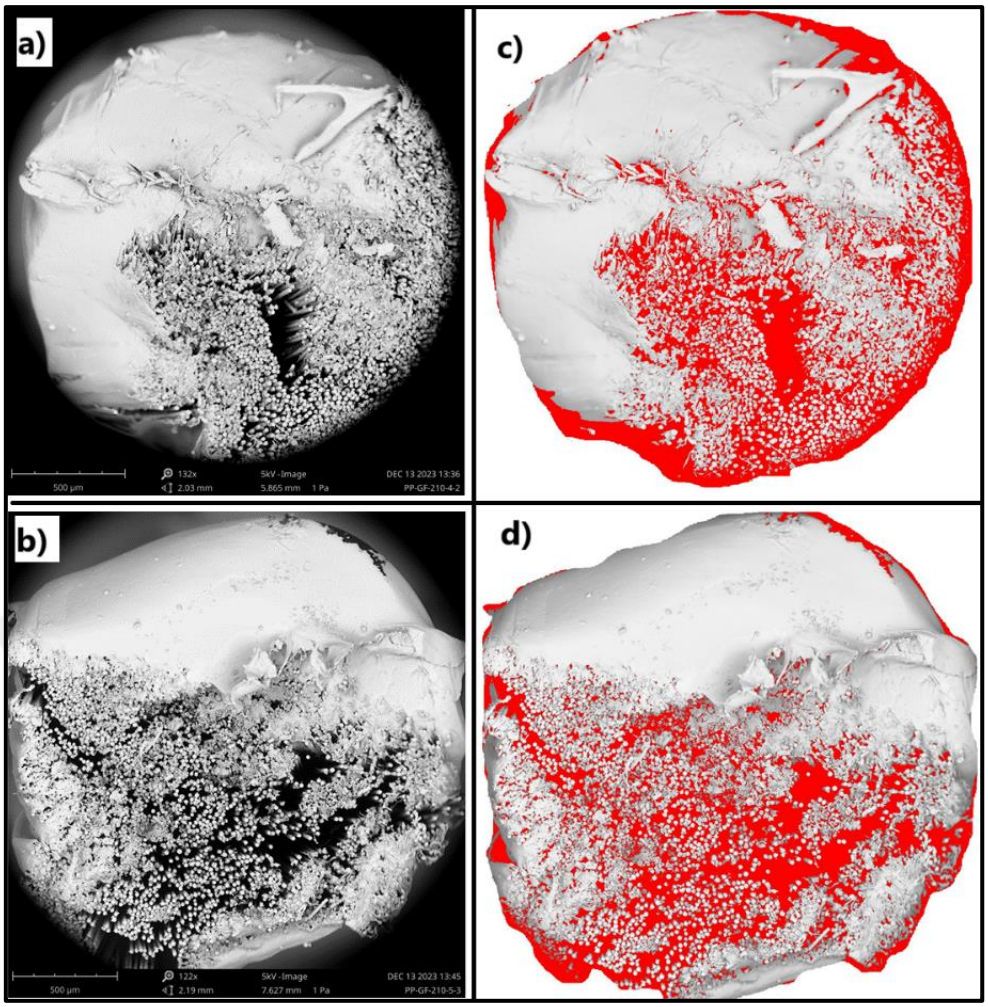
Şekil 5.38 CFR-GF PP filamanların iç yapıları; (a)-(c) PP-GF-210-4-2, (d)-(f) PP-GF-210-5-3

5.4.6 CFR-GF PP Filamanların SEM Analizi

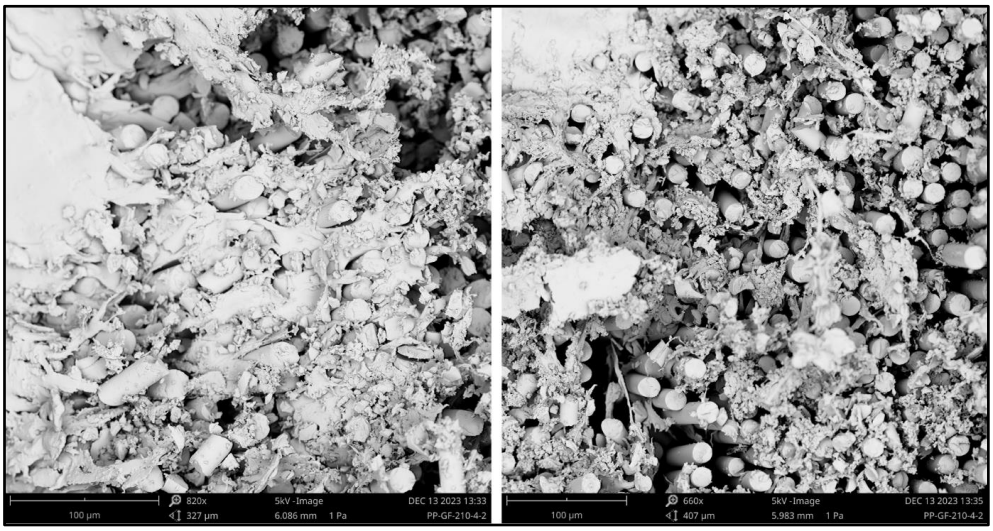
Takviye malzemelerin matris içerisindeki dağılımını ve yapısal özelliklerini incelemek amacıyla SEM kullanılmaktadır. PP ile kaplanmış GF numunelerin kesit alanına ait SEM görüntüleri Şekil 6.39'da verilmiştir. Fiber dağılım analizi SEM görüntüleri üzerinde Image J yazılımı kullanılarak gerçekleştirilmiştir (Şekil 5.39c-d). CFR-GF PP filaman numunelerinde GF'lerin belirli bölgelerde yoğunlaştığı tüm bölgelere homojen dağılmadığı görülmüştür. Şekil 5.39c-d'de görülebileceği gibi, çalışmada üretilen filamanların kenarları düzgün silindir özelliklerini sergilememiştir. Bu durum, ekstra bir nozul kullanılarak ekipman eklenmesi ile giderilebilir. Ayrıca, PP-GF-210-4-2 filamanında polimer daha iç kısımlara ilerlemiştir. En iyi çekme dayanımı sonuçlarına sahip olan PP-GF-210-4-2 numunesinin 100 μm'deki SEM görüntüleri Şekil 5.40'ta verilmiştir.

Şekil 5.41, filaman numunelerinde fiberlerin gözenekli alanlarını, kümelenmiş fiber alanlarını ve polimer emdirilmemiş alanlarını göstermektedir. Yüksek oranda fiber demeti içermesi, fiberlerin polimer ile ıslanmamasına neden olmuştur. Islanmamış fiberler daha büyük gözenekli alanlar oluşturmuştur. PP-GF-210-5-3 numunesinde daha fazla gözeneklilik ve polimer emdirilmemiş fiberlerin bulunduğu gözlenmiştir. Bu durum, PP-GF-210-5-3 numunesinde en düşük çekme değerinin elde edilmesine neden olmuş olabilir. Ayrıca, mekanik değerlerde deneysel ve ROM sonuçları arasındaki farkın nedeninin gözeneklilik ve polimer emdirilmemiş alanların varlığından dolayı olduğu düşünülmektedir. Numunelerin gözenekliliği ImageJ kullanılarak hesaplanmıştır. Bu hesaplamalar sonucunda PP-GF-210-4-2 ve PP-GF-210-5-3'ün gözenekliliğinin sırasıyla %3.521 ve %10.172 olduğunu gözlenmiştir. Yapılan hesaplamaların görüntüleri Şekil 5.42'de sunulmaktadır.

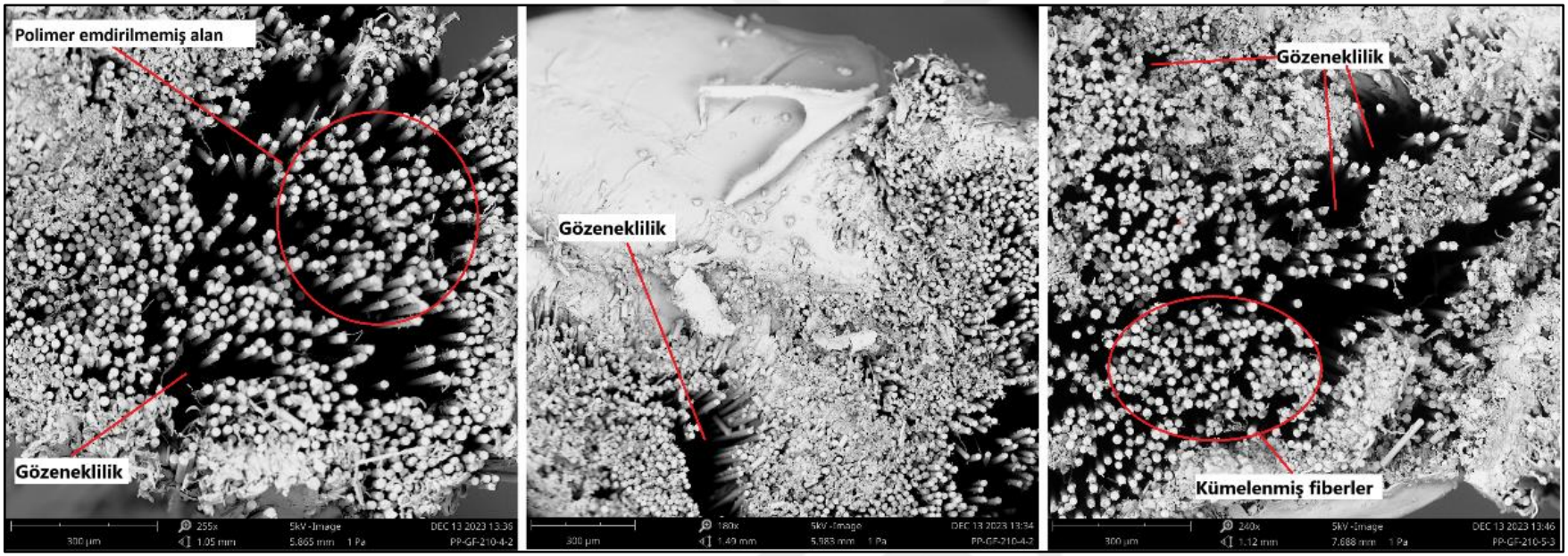
Çalışmamızda en yüksek çekme dayanımı 4 numaralı yayıcı pimi ile elde edilmiştir (PP-GF-210-4-2). Kullanılan PP ve GF malzemeler ve proses koşulları altında emdirme için optimum basıncı sağlayan pim açısının 70° olduğu düşünülmektedir.



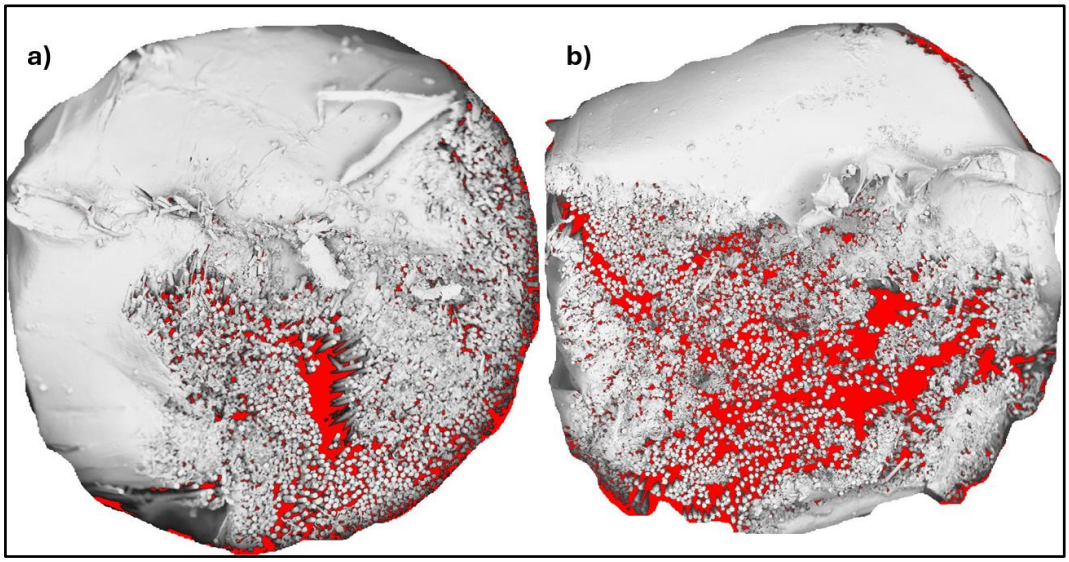
Şekil 5.39 CFR-GF PP filamanların 500 µm SEM görüntüleri ile kesitlerinin incelenmesi; (a) PP-GF-210-4-2'ün kesiti, (b) PP-GF-210-5-3'ün kesiti, (c) PP-GF-210-4-2'in fiber dağılımı, (d) PP-GF-210-5-3'ün fiber dağılımı



Şekil 5.40 PP-GF-210-4-2 numunesinin 100 µm SEM görüntüleri



Şekil 5.41 CFR-GF PP filamanlarının gözeneklilik, kümelenmiş fiber alanlarının ve polimer emdirilmemiş alanlarının görüldüğü 300 µm SEM görüntüleri



Şekil 5.42 CFR-GF PP filamanlarının ImageJ ile gözeneklilik hesabı görüntüleri; (a) PP-GF-210-4-2 ve (b) PP-GF-210-5-3

5.4.7 CFR-GF PP Filamanların Varyans Analizi (ANOVA)

Yapılan çalışmada, CFR-GF PP filamanlar için emprenye kalıbı sıcaklığı, yayıcı pim konumu ve çekiş hızı olmak üzere üç faktör ve her faktör üç seviyede incelenmiştir. Minitab istatistiksel tasarım yazılım kullanılarak Taguchi deney tasarımı yöntemine göre oluşturulan deneysel parametreler Tablo 4.4'te verilmiştir.

Yapılan çalışmada sonuç değerleri olan çekme dayanımı ve çekme modülü değerleri maksimum değer elde etmek için S/N oranları 'en yüksek-en iyidir' olarak hedeflenmiştir. Minitab istatistiksel tasarım yazılımı kullanılarak en yüksek-en iyidir tipi kullanılarak çekme dayanımı için elde edilen sinyal-gürültü (S/N) oranı sonuç tablosu Tablo 5.23'te ve ortalamalar için sonuç tablosu Tablo 5.24'da verilmiştir.

Minitab istatistiksel tasarım yazılımı kullanılarak en yüksek-en iyidir tipi kullanılarak çekme modülü için elde edilen Sinyal-Gürültü (S/N) oranı sonuç tablosu Tablo 5.25'de ve ortalamalar oranı sonuç tablosu Tablo 5.26'de verilmiştir.

Tablo 5.23 CFR-GF PP filamanların çekme dayanımı için elde edilen S/N oranı sonuç tablosu (en yüksek-en iyi)

Seviye	Emdirme Kalıbı Sıcaklığı (ºC)	Yayıcı Pim Konumu	Çekiş Hızı (m/dk)
1	45.76	46.26	46.13
2	45.83	45.94	45.87
3	45.57	44.98	45.16
Delta	0.26	1.26	0.98
Sıra	3	1	2

Tablo 5.24 CFR-GF PP filamanların çekme dayanımı için elde edilen ortalamalar oranı sonuç tablosu (en yüksek-en iyi)

Seviye	Emdirme Kalıbı Sıcaklığı (ºC)	Yayıcı Pim Konumu	Çekiş Hızı (m/dk)
1	196.4	205.4	202.8
2	196	198.9	197.3
3	190	178.3	182.4
Delta	6.4	27.1	20.3
Sıra	3	1	2

Tablo 5.25 CFR-GF PP filamanların çekme modülü için elde edilen S/N oranı sonuç tablosu (en yüksek-en iyi)

Seviye	Emdirme Kalıbı Sıcaklığı (ºC)	Yayıcı Pim Konumu	Çekiş Hızı (m/dk)
1	23.81	25.51	23.02
2	22.24	21.52	22.39
3	23.37	22.39	24.01
Delta	1.57	3.99	1.62
Sıra	3	1	2

Tablo 5.26 CFR-GF PP filamanların çekme modülü için elde edilen ortalamalar oranı sonuç tablosu (en yüksek-en iyi)

Seviye	Emdirme Kalıbı Sıcaklığı (°C)	Yayıcı Pim Konumu	Çekiş Hızı (m/dk)
1	15.89	18.96	14.85
2	13.57	12.04	13.35
3	14.78	13.24	16.05
Delta	2.32	6.92	2.70
Sıra	3	1	2

ANOVA analizinde P-değeri anlamlılık düzeyi olarak adlandırılmaktadır. Yapılan analizde %95 güven aralığı için 0.05 anlamlılık düzeyi eşik değeri seçilmiştir. P-değeri belirtilen anlamlılık düzeyinden küçük olduğu durumda grup ortalamaları arasında anlamlı bir fark olduğunu anlamına gelmektedir. Bununla birlikte, P-değeri belirtilen anlamlılık düzeyinden büyükse grup ortalamaları arasında anlamlı bir fark olmadığı anlamına gelmektedir. Çekme dayanımı ve modülü için ANOVA analiz tabloları sırasıyla Tablo 5.27 ve Tablo 5.28'da verilmiştir.

Tablo 5.27 CFR-GF PP filamanların çekme dayanımı için elde edilen ANOVA analiz değerleri

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Yüzde Katkı (%)	Kareler Ort.	F-değeri	P-değeri
Emdirme Kalıbı Sıcaklığı	2	76.43	2.43	38.21	0.06	0.941
Yayıcı Pim Konumu	2	1200.80	38.11	600.40	0.99	0.502
Çekiş Hızı	2	662.65	21.03	331.32	0.55	0.646
Hata	2	1210.69	38.43	605.35		
Toplam	8		100			

Tablo 5.28 CFR-GF PP filamanların çekme modülü için elde edilen ANOVA analiz değerleri

Kaynak	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Yüzde Katkı (%)	Kareler Ort.	F-değeri	P-değeri
Emdirme Kalıbı Sıcaklığı	2	8.07	7.51	4.03	1.28	0.44
Yayıcı Pim Konumu	2	82.02	76.39	41.01	13.06	0.07
Çekiş Hızı	2	11.00	10.25	5.50	1.75	0.36
Hata	2	6.28	5.85	3.14		
Toplam	8		100			

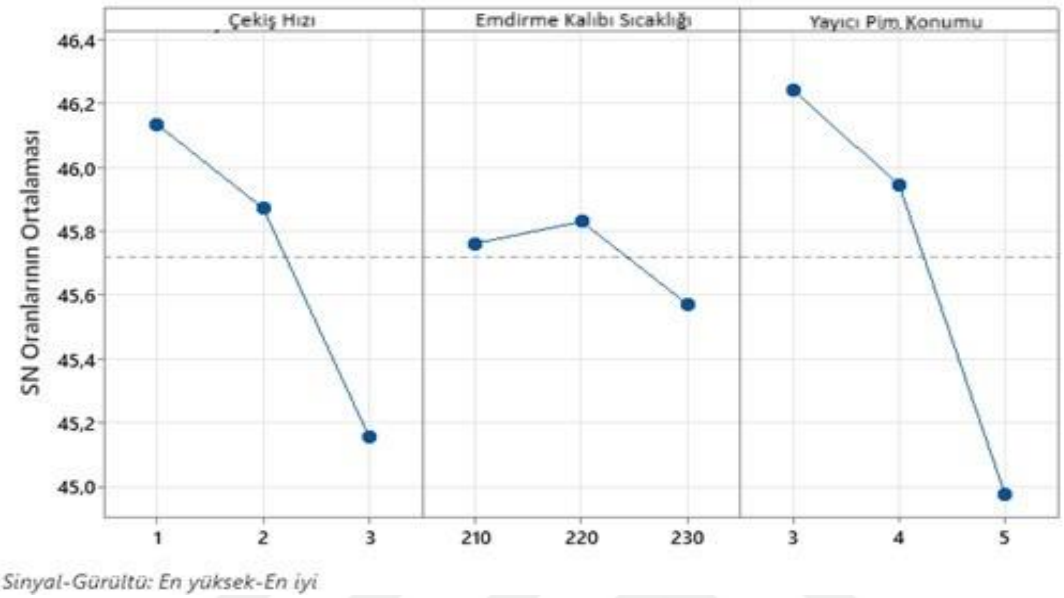
Tablo 5.27 ve Tablo 5.28 incelendiğinde hem çekme dayanımı hem de çekme modülü için p-değeri tüm parametreler için 0.05'ten büyük olduğu görülmektedir. Bu da çekme dayanımı ve çekme modülü için tüm grup ortalamaları arasında anlamlı bir fark olmadığını göstermektedir.

Çekme dayanımı için proses üzerindeki faktörlerin etki oranları incelendiğinde en etkili faktörün %38.11 katkı ile yayıcı pim konumunun olduğu görülmüştür. İkinci sırada %21.03 katkı ile çekiş hızı, üçüncü sırada ise %2.43 katkı ile emdirme kalıbı sıcaklığı yer almaktadır. Çekme modülü için proses üzerindeki faktörlerin etki oranları incelendiğinde birinci sırada %76.39 katkı ile yayıcı pim konumu, ikinci sırada %10.25 katkı ile çekiş hızı ve üçüncü sırada %7.51 katkı ile emdirme kalıbı sıcaklığı etki etmektedir.

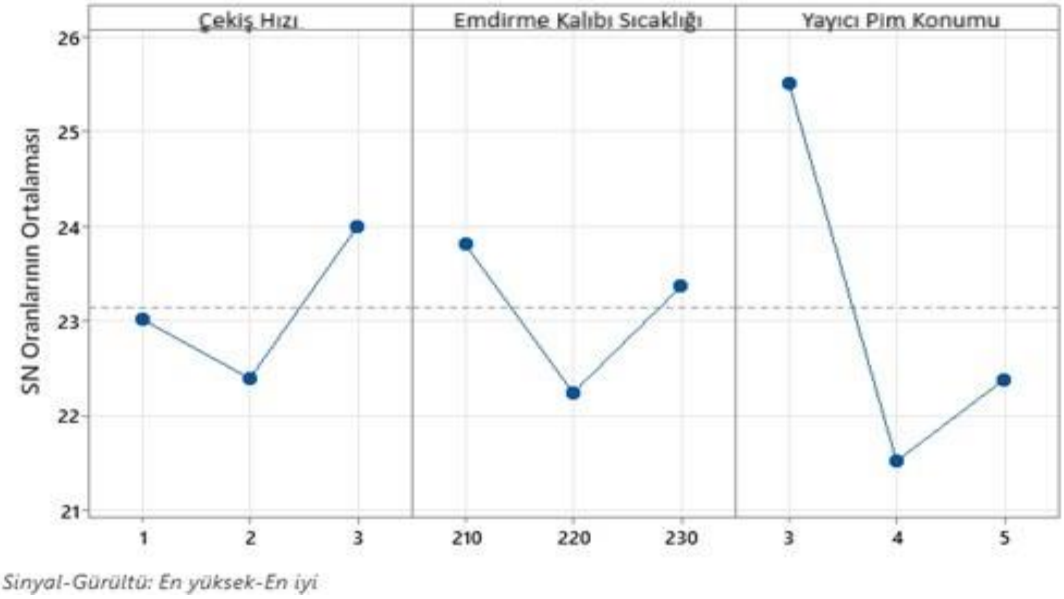
Kontrol faktörlerinin yanıt üzerindeki etkisini incelemek amacıyla ana etki grafikleri de kullanılmaktadır. Grafikte yer alan yatay çizginin düz olduğu durumda, kontrol faktörle yanıtta değişiklik olmadığını gösterir. Ancak grafikteki yatay çizginin dik bir eğimi olduğu durumda, faktörün yanıtı önemli ölçüde etkilediğini belirtmektedir. Çekme dayanımı ve çekme modülü yanıtlarının SN oranları için ana etki grafikleri sırasıyla Şekil 5.43 ve Şekil 5.44'de verilmiştir.

Şekil 5.43'teki ana etki grafiği incelendiğinde, çekme dayanımı için maksimum etki alanının 1 m/dk çekiş hızı, 220 ºC emdirme kalıbı sıcaklığı ve 3. yayıcı pim

konumunda elde edildiği görülebilmektedir. Şekil 5.44'teki ana etki grafiği incelendiğinde ise çekme modülü için maksimum etki alanı çekme dayanımı ile aynı şekilde 3 m/dk çekiş hızı, 210 ºC emdirme kalıbı sıcaklığı ve 3. yayıcı pim konumunda elde edilmiştir.



Şekil 5.43 CFR-GF PP filamanların çekme dayanımında SN oranları için ana etki grafiği



Şekil 5.44 CFR-GF PP filamanların çekme modülünde SN oranları için ana etki grafiği

Çekiş hızı-yayıcı pim konumu, çekiş hızı-emdirme kalıbı sıcaklığı, yayıcı pim konumu-emdirme kalıbı sıcaklığı olarak eşleştirilmiş parametre gruplarının çekme dayanımı ve çekme modülü üzerindeki etkisini incelemek için 3D yüzey grafikleri oluşturulmuştur. 3D yüzey grafikleri oluşturulurken, incelenen değişkenler x ve y eksenlerine eklenirken çekme dayanımı ve modülü değerleri ise z eksenine yerleştirilmiştir (x ve y ağ sayıları: 35). Kontrol faktörlerinin çekme dayanımı üzerine 3D'lu etki grafikleri Şekil 5.45'te ve çekme modülü üzerine 3D'lu etki grafikleri ise Şekil 5.46'da verilmiştir.

Şekil 5.45'te çekme dayanımı üzerine kontrol faktörlerinin etkisini gösteren üç boyutlu yüzey grafikleri incelenmiştir. Şekil 5.45-a'da çekiş hızı ve emdirme kalıbı sıcaklığının çekme dayanımı üzerindeki etkisi gösterilmiştir. Burada, çekiş hızının artışı çekme dayanımını olumsuz yönde etkilediği görülmüştür. Emdirme kalıbı sıcaklığının bir noktaya kadar artışı çekme dayanımı üzerinde olumlu etki etkilerken, bundan sonra azaldığı gözlenmiştir. Şekil 5.45-b'de çekiş hızı ve yayıcı pim konumunun çekme dayanımı üzerindeki etkisi gösterilmiştir. Burada, yayıcı pim konumunun (pim açısı) ve çekiş hızının artışının çekme dayanımı üzerinde olumsuz etkisi olduğu gözlenmiştir. Şekil 5.45-c'de ise emdirme kalıbı sıcaklığı ve yayıcı pim konumunun çekme dayanımı üzerindeki etkisi gösterilmiştir. Burada, emdirme kalıbı sıcaklığının artışının çekme dayanımını olumlu etkisi olduğu görülmüştür. Yayıcı pim konumunun (pim açısı) belirli bir noktaya kadar artışı çekme dayanımı üzerinde olumlu etkisi olurken, bundan sonra azaldığı gözlenmiştir.

Şekil 5.46'da çekme modülü üzerine kontrol faktörlerinin etkisini gösteren üç boyutlu yüzey grafikleri incelenmiştir. Şekil 5.46-a'da çekiş hızı ve emdirme kalıbı sıcaklığının çekme modülü üzerindeki etkisi gösterilmiştir. Burada, çekiş hızının belirli bir noktaya kadar artışı ile çekme dayanımı üzerinde olumlu etki elde edilirken, sonraki çekiş hızı değerlerinde azalış görülmüştür. Emdirme kalıbı sıcaklığının belirli bir noktaya kadar artışı çekme dayanımı üzerinde olumsuz etki oluştururken, bundan sonra artış gözlenmiştir. Şekil 5.46-b'de çekiş hızı ve yayıcı pim konumunun çekme modülü üzerindeki etkisi gösterilmiştir. Burada hem çekiş hızındaki hem de yayıcı pim konumundaki (pim açısı) artışın belirli bir noktaya kadar olumsuz etki ettiği, buradan sonra arttığı görülmüştür. Şekil 5.46-c'de ise

emdirme kalıbı sıcaklığı ve yayıcı pim konumunun çekme modülü üzerindeki etkisi gösterilmiştir. Burada, emdirme kalıbı sıcaklığının bir noktaya kadar artışı çekme modülünde azalmaya neden olurken, bundan sonra arttığı görülmüştür. Yayıcı pim konumunda (pim açısı) da benzer şekilde belirli bir noktaya kadar olan artış ile çekme modülü üzerinde azalış etkisi olurken, bu değerden sonra artış gözlenmiştir.

Regresyon analizi kullanılarak bağımlı değişkendeki değişimi bağımsız değişkenlerle açıklamak için matematiksel bir model oluşturulmuştur. Çekme dayanımı (σ) için birinci dereceden regresyon analizi denklemi (5.12) eşitliğinde verilmiştir.

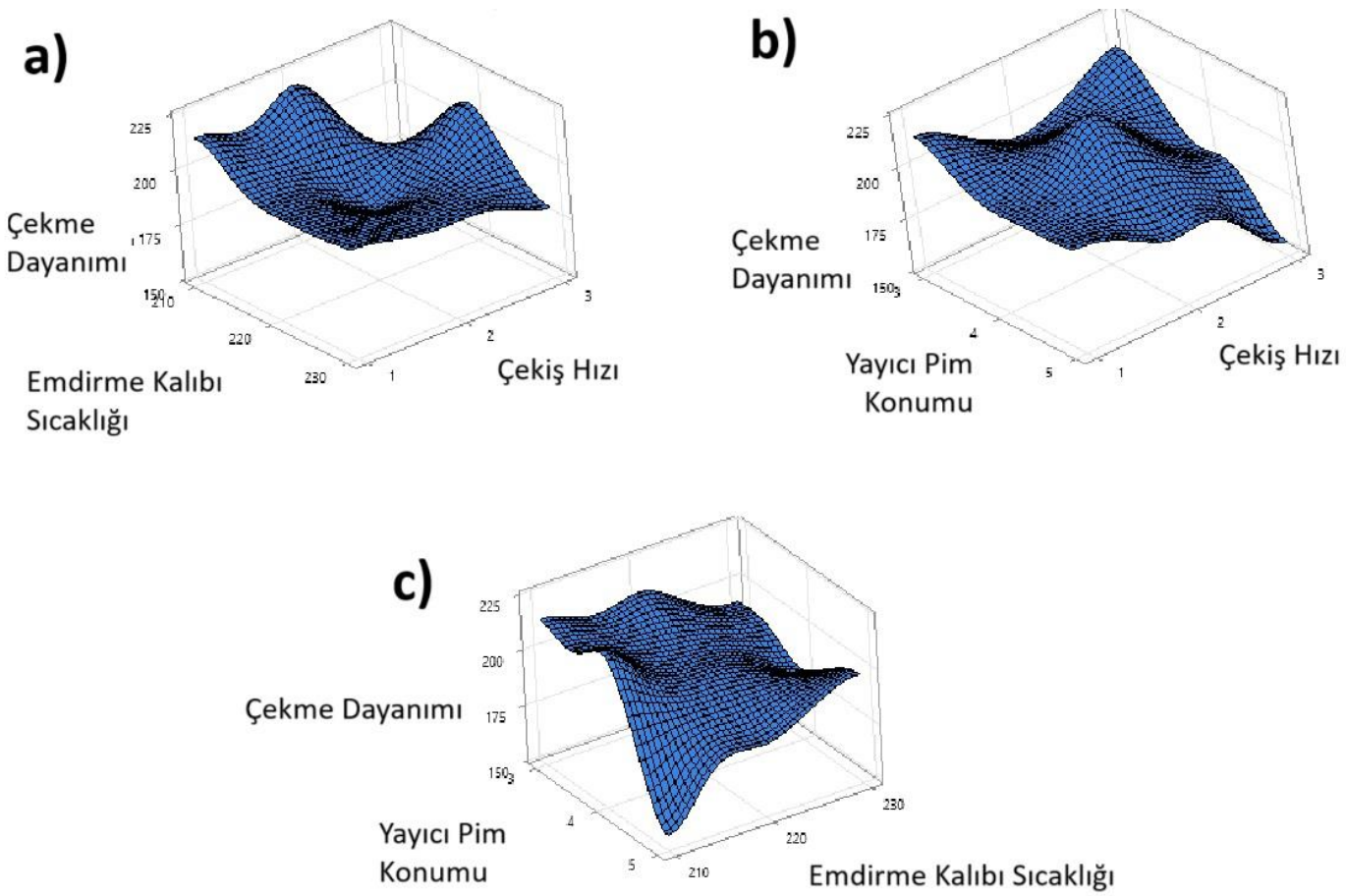
$$\sigma = 194.16 + 8.6\upsilon_1 + 3.1\upsilon_2 - 11.7\upsilon_3 + 2.2T_1 + 1.9T_2 - 4.1T_3 + 11.2P_1 + 4.7P_2 - 15.9P_3 \quad (5.12)$$

Çekme modülü için birinci dereceden regresyon analizi denklemi (5.13) eşitliğinde verilmiştir.

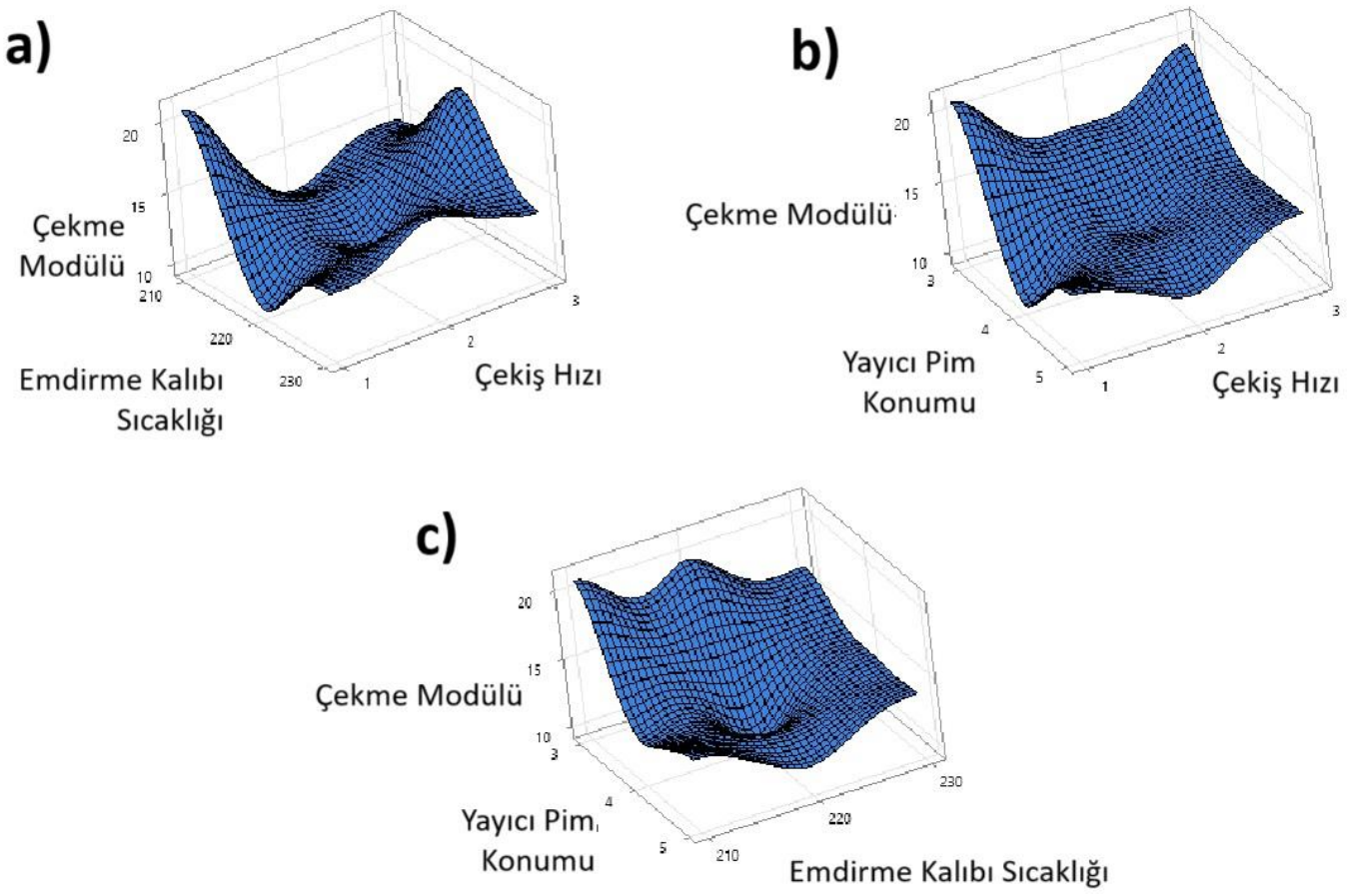
$$E = 14.748 + 0.099\upsilon_1 - 1.401\upsilon_2 + 1.302\upsilon_3 + 1.145T_1 - 1.173T_2 + 0.028T_3 + 4.213P_1 - 2.703P_2 - 1.510P_3 \quad (5.13)$$

Burada υ_1 1 m/dk, υ_2 2 m/dk, υ_3 3 m/dk, T_1 210ºC, T_2 220ºC, T_3 230ºC, P_1 3. pim, P_2 4. pim ve P_3 5. pimi göstermektedir. Eşitlik (5.12) ve (5.13)'e göre hesaplanan çekme dayanımı ve çekme modülü değerleri Tablo 5.29'de verilmiştir.

Çekme dayanımı ve modülü için yapılan regresyon analizinde elde edilen R^2 değerleri sırasıyla %61.57 ve %94.15'tir. Daha büyük bir veri seti kullanılarak modelin genelleme yeteneği geliştirilebilir ve R^2 değeri artırılabilir.



Şekil 5.45 CFR-GF PP filamanların kontrol faktörlerinin çekme dayanımı üzerine 3D'lu etki grafikleri; a) çekiş hızı ve emdirme kalıbı sıcaklığı, b) çekiş hızı ve yayıcı pim konumu ve c) emdirme kalıbı sıcaklığı ve yayıcı pim konumu



Şekil 5.46 CFR-GF PP filamanların kontrol faktörlerinin çekme modülü üzerine 3D'lu etki grafikleri; a) çekiş hızı ve emdirme kalıbı sıcaklığı, b) çekiş hızı ve yayıcı pim konumu ve c) emdirme kalıbı sıcaklığı ve yayıcı pim konumu

Tablo 5.29 CFR-GF PP filamanların (5.12) ve (5.13) eşitliklerine göre çekme dayanımı ve çekme modülü değerleri

Numune Adı	Çekme Dayanımı (MPa)	Çekme Modülü (GPa)
PP-GF-210-4-1	209.66	13.29
PP-GF-210-4-3	189.36	14.49
PP-GF-210-3-2	210.66	18.71
PP-GF-210-3-3	195.86	21.41
PP-GF-210-5-1	189.06	14.48
PP-GF-210-5-2	183.56	12.98
PP-GF-220-3-1	215.86	17.89
PP-GF-220-3-2	210.36	16.39
PP-GF-220-4-2	203.86	9.47
PP-GF-220-4-3	189.06	12.17
PP-GF-220-5-1	188.76	12.16
PP-GF-220-5-3	168.46	13.37
PP-GF-230-3-1	209.86	19.09
PP-GF-230-3-3	189.56	20.29
PP-GF-230-4-1	203.36	12.17
PP-GF-230-4-2	197.86	10.67
PP-GF-230-5-2	177.26	11.87
PP-GF-230-5-3	162.46	14.57

5.5 CFR-CF PPS Filamanların Karakterizasyon Sonuçları

Çalışmada CFR-CF PPS filaman üretimi gerçekleştirilmiştir ve üretilen filamanların özelliklerini tayin etmek amacıyla yoğunluk, DSC, çekme testi, fiber içeriği, SEM ve mikroskop görüntü analizi gerçekleştirilmiştir.

5.5.1 CFR-CF PPS Filamanların Yoğunluk Analizi

CFR-CF PPS filamanlarının yoğunluk ölçümü gerçekleştirilmiştir. PPS-CF-350-3-1, PPS-CF-350-4-1 ve PPS-CF-350-5-1 numunelerinin yoğunluk ölçümü gerçekleştirilmiştir. PPS-CF-350-3-1, PPS-CF-350-4-1 ve PPS-CF-350-5-1 filamanlarının yoğunluk değerleri sırasıyla 1.371, 1.372 ve 1.362 g/cm³'tür. Ayrıca CFR-CF PPS filamanların çap değerleri sırasıyla 1.79 mm, 1.68 mm ve 1.92 mm olarak elde edilmiştir.

5.5.2 CFR-CF PPS Filamanların Fiber İçeriği Analizi

CFR-CF PPS filamanların fiber içeriği gerçekleştirilmiştir. Test için çözücü olarak sülfürik asit kullanılmıştır. Numuneler 100 mm uzunluğunda kesilmiştir. Testten sonra, fiber hacim oranı ve boşluk oranı hesaplanması için sırasıyla (5.1) ve (5.2) eşitlikleri kullanılmıştır. Ayrıca (5.5) eşitliği kullanılarak matematiksel olarak fiber hacim oranı hesaplanmıştır. Her iki yöntem ile elde edilen fiber içeriği analizi sonuçları Tablo 5.30'da verilmiştir.

Tablo 5.30 CFR-CF PPS filamanların fiber içeriği analizi sonuçları

Numune Adı	**Deneysel Analiz ile Fiber İçeriği Analizi Sonucu**		
	W_f (%)	**V_f (%)**	**Boşluk Oranı (%)**
PPS-CF-350-3-1	27.56	20.99	3.18
PPS-CF-350-4-1	27.40	20.88	3.08
PPS-CF-350-5-1	25.62	19.00	3.28

Deneysel yöntem ile elde edilen fiber hacim oranı %19 bulunurken, matematiksel olarak hesaplanan fiber hacim oranı %14.71 olarak bulunmuştur. Sonuçlardaki tutarsızlığın, polimerin ekstrüzyon kalıbından çıkarken gösterdiği davranıştan kaynaklandığı düşünülmektedir. Eriyik haldeki polimer, ekstrüde edilmiş ağ benzeri yapıda kırılmadan önemli ölçüde esnemelidir. Boyun verme, çekme işlemi sırasında polimer genişliğinin yanal olarak azalması anlamına gelir ve ekstrüzyon kaplamada önemli bir faktördür [140]. Boyun verme, son ürünlerin kenarlarında kalınlığın artmasına yol açabilir. Bu durum, filamanın nozul çapından daha küçük olmasına neden olur. Bu nedenle, matematiksel hesaplamalarda yalnızca nozul çapını dikkate almanın doğru sonuçlar için yeterli olmadığını sonucu elde edilmiştir. Matematiksel yaklaşım kullanılarak yapılan hesaplamada, boşluk oranının sıfır olduğu, nozuldan tam akış gerçekleştiği ve nozul çıkışında boyun verme varsayımı olmadığı görülmektedir.

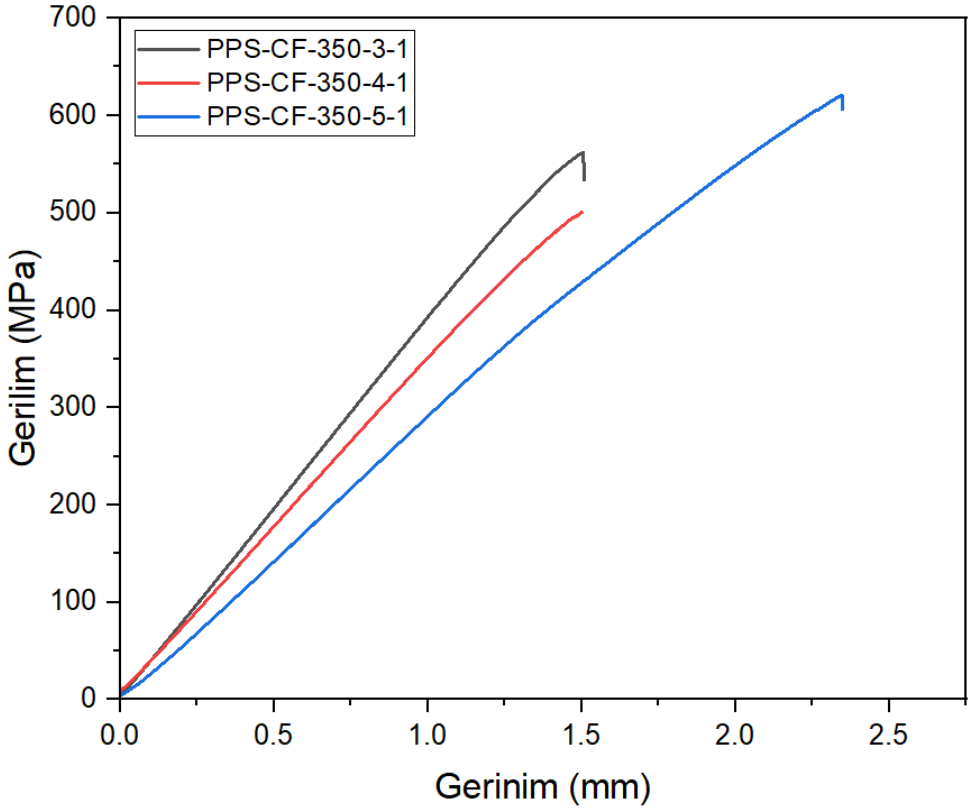
5.5.3 CFR-CF PPS Filamanların Mekanik Analizi

CFR-CF PPS filamanların mekanik özelliklerini test etmek çekme analizi gerçekleştirilmiştir. Çalışmada ayrıca CFR-CF PPS filamanların çekme dayanımı ve çekme modülü eşitlik (5.7) ve (5.8) kullanılarak matematiksel olarak hesaplanmıştır. Çekme testi analizi sonucunda elde edilen sonuçlar ve gerinim-gerilim grafiği sırasıyla Tablo 5.31 ve Şekil 5.47'de verilmiştir. En yüksek çekme dayanımı 5 numaralı yayıcı pimden geçirilen numunede (PPS-CF-350-5-1) elde edilmiştir. PPS-CF-350-5-1 numunesi için elde edilen çekme dayanımı ve modül değerleri sırasıyla 612.95 MPa ve 34.56 GPa'dır. Saf PPS'nin çekme dayanımı değerinin yaklaşık 80 MPa olduğu bildirilmiştir [43]. PPS-CF-350-5-1 numunesinin çekme dayanımı bu saf PPS malzemesine göre yaklaşık 6 kat artmıştır. Kullanılan PPS'in TDS'inde belirtilen çekme dayanımı değerine (65 MPa) kıyasla, PPS-CF-350-5-1 numunesinde yaklaşık 9.43 katlık bir artış elde edilmiştir. CFR filaman malzemeler kullanılarak üstün mekanik özellikler elde edilmesine rağmen, bu malzemelerle üretilen parçaların mekanik özelliklerindeki sınırlamalar iç yapıdaki boşluklar ve zayıf katmanlar arası yapışma gibi faktörlerden kaynaklanmaktadır [141]. Mikroskobik analizde gözlemlendiği üzere, fiberlerin daha homojen yayılması çekme dayanımının artmasına neden olmuştur.

PPS-CF-350-4-1 numunesinin SEM görüntüleri incelendiğinde, fiberlerin belirli bölgelerde kümelendiği gözlemlenmiştir. Bu kümelenme, bu numune için en düşük çekme mukavemeti değerine neden olduğu düşünülmektedir. Karışım kuralı modeline göre hesaplanan tüm numunelerin çekme dayanımı ve çekme modülü değerleri Tablo 5.31'de verilmiştir. Deneysel veriler ile karışım kuralına göre elde edilen değerler arasındaki farkın filamanlardaki boşluk içeriğinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Fiber içeriği analiziyle gösterildiği gibi filamanlarda tespit edilen boşluk oranı bunu desteklemektedir. Ayrıca, SEM görüntülerinde belirlenen emdirilmemiş fiberlerin deneysel ve ROM mekanik sonuçları arasında gözlemlenen farklılıklara katkıda bulunduğu düşünülmektedir.

Tablo 5.31 CFR-CF PPS filamanların mekanik analiz sonuçları

Numune Adı	Test Sonuçları		ROM	
	Çekme Dayanımı (MPa)	Çekme Modülü (GPa)	Çekme Dayanımı (MPa)	Çekme Modülü (GPa)
PPS-CF-350-3-1	560.67	35.62	1080.03	51.05
PPS-CF-350-4-1	515.61	35.90	1074.69	50.80
PPS-CF-350-5-1	612.95	34.56	1002.41	47.41



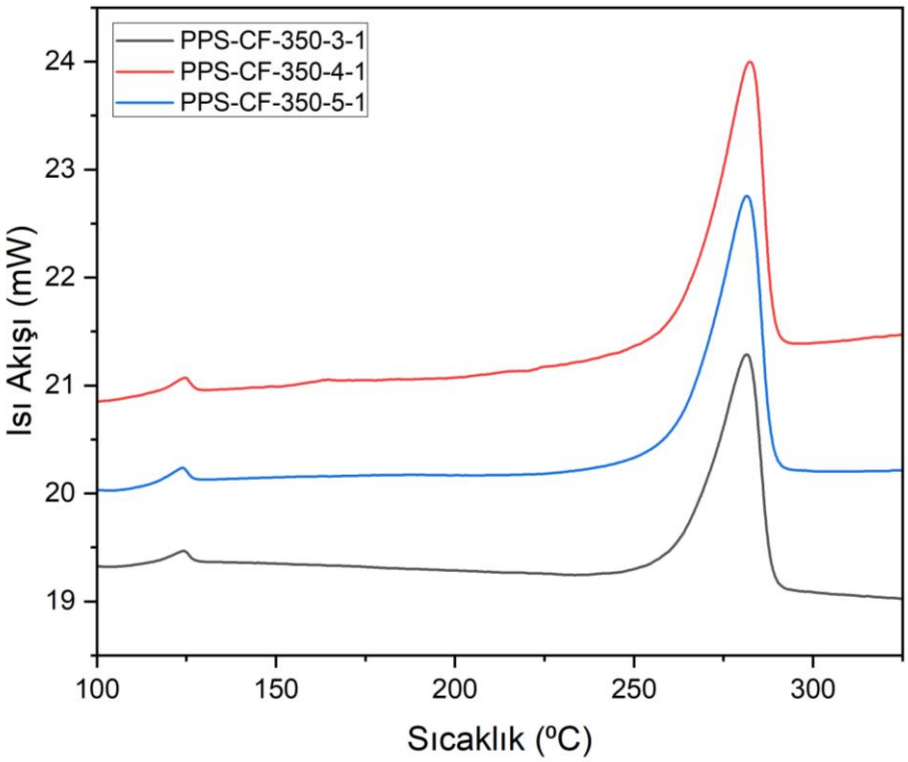
Şekil 5.47 CFR-CF PPS filamanların gerinim-gerilim grafiği

5.5.4 CFR-CF PPS Filamanların DSC Analizi

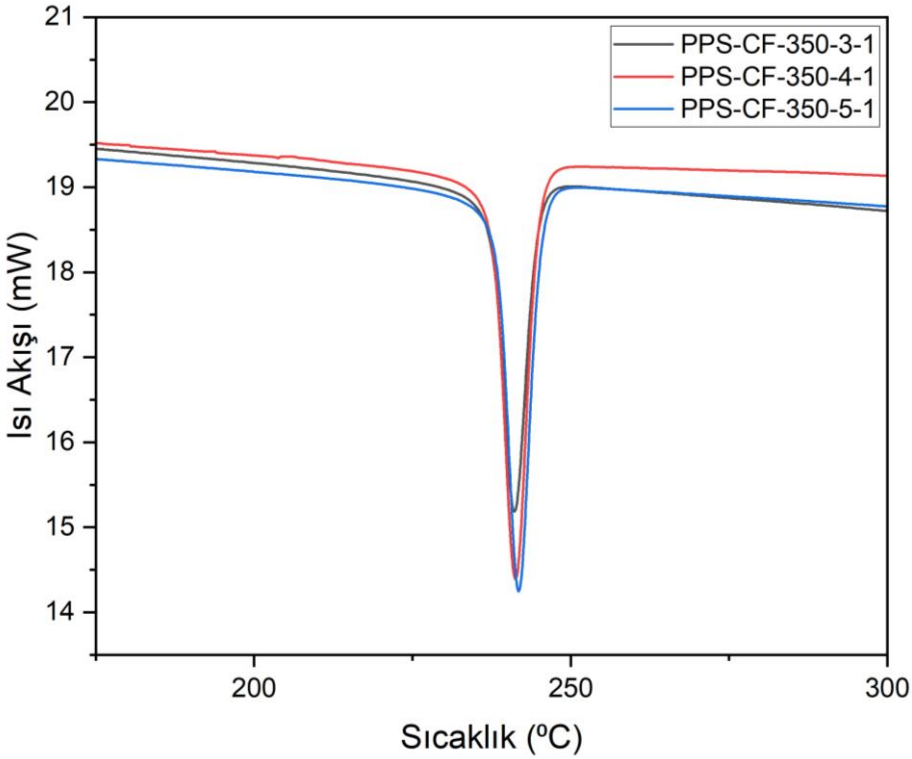
CFR-CF PPS filamanlara DSC analizi gerçekleştirilmiştir. DSC analizinde ikinci ısıtma çevriminde elde edilen entalpi değerleri baz alınarak (5.9) eşitliğine göre numunelerin % kristalinite değeri hesaplanmıştır [125]. $\Delta H_{m(crys)}$ değeri PPS için 80 J/g olarak alınmıştır [142]. Çalışmada üretilen CFR-CF PPS filaman numunelerine DSC analizi gerçekleştirilmiştir. Bu numunelere ait elde edilen test sonuçları Tablo 5.32'de verilmiştir. Birinci ısıtma, soğutma ve ikinci ısıtma DSC grafikleri sırasıyla Şekil 5.48, Şekil 5.49 ve Şekil 5.50'de verilmiştir. En yüksek çekme dayanımı elde edilen PPS-CF-350-4-1 numuneye ait T_m ve kristalinite değeri sırasıyla 282.41ºC ve %49.72'dir. Bu numunenin kristalinite değeri saf PPS malzemeye göre %4.56 oranında artmıştır. En yüksek kritalinite değeri PPS-CF-350-5-1 numunesi için %51.14 olarak hesaplanmıştır. CFR-CF PPS filamanların DSC analizi sonucunda tüm numunelerde yaklaşık aynı T_m, entalpi ve kristalinite değerleri görülmüştür. Bu durumda pim açısı parametresinin kristalinite üzerinde etkisi olmadığı gözlenmiştir.

Tablo 5.32 CFR-CF PPS filamanların DSC analizi sonucu

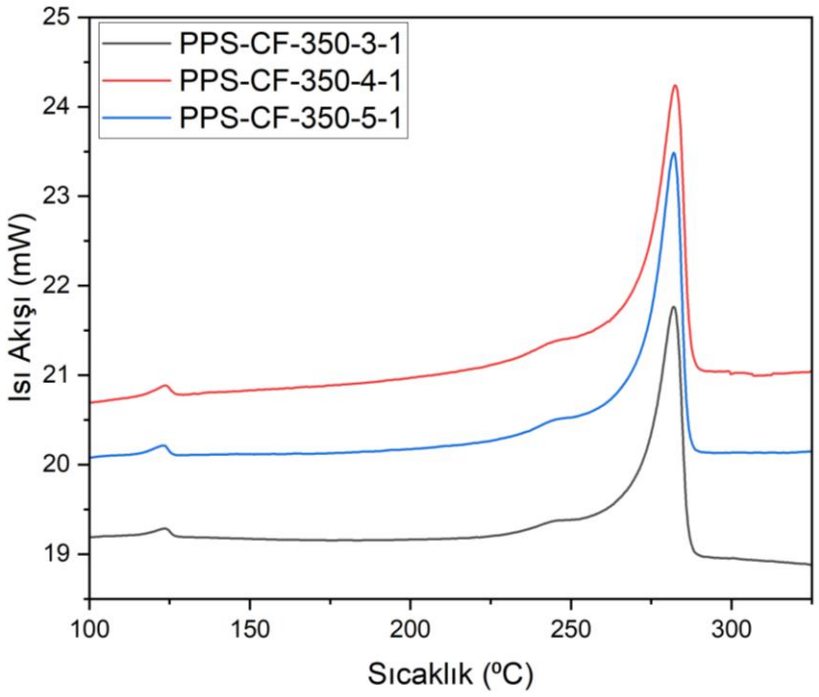
Numune Kodu	1. Isıtma			Soğutma		2. Isıtma		
	T_m (°C)	Entalpi değeri; ΔH_m (J/g)	X_c (%)	T_c (°C)	Entalpi değeri; ΔH_c (J/g)	T_m (°C)	Entalpi değeri; ΔH_m (J/g)	X_c (%)
PPS-CF-350-3-1	281.45	23.06	39.48	241.26	-31.17	282.03	29.67	50.80
PPS-CF-350-4-1	281.71	24.44	41.86	241.30	-33.75	282.41	29.04	49.72
PPS-CF-350-5-1	281.46	24.90	41.49	241.73	-34.45	282.01	30.68	51.14



Şekil 5.48 CFR-CF PPS filamanların 1. Isıtma grafiği



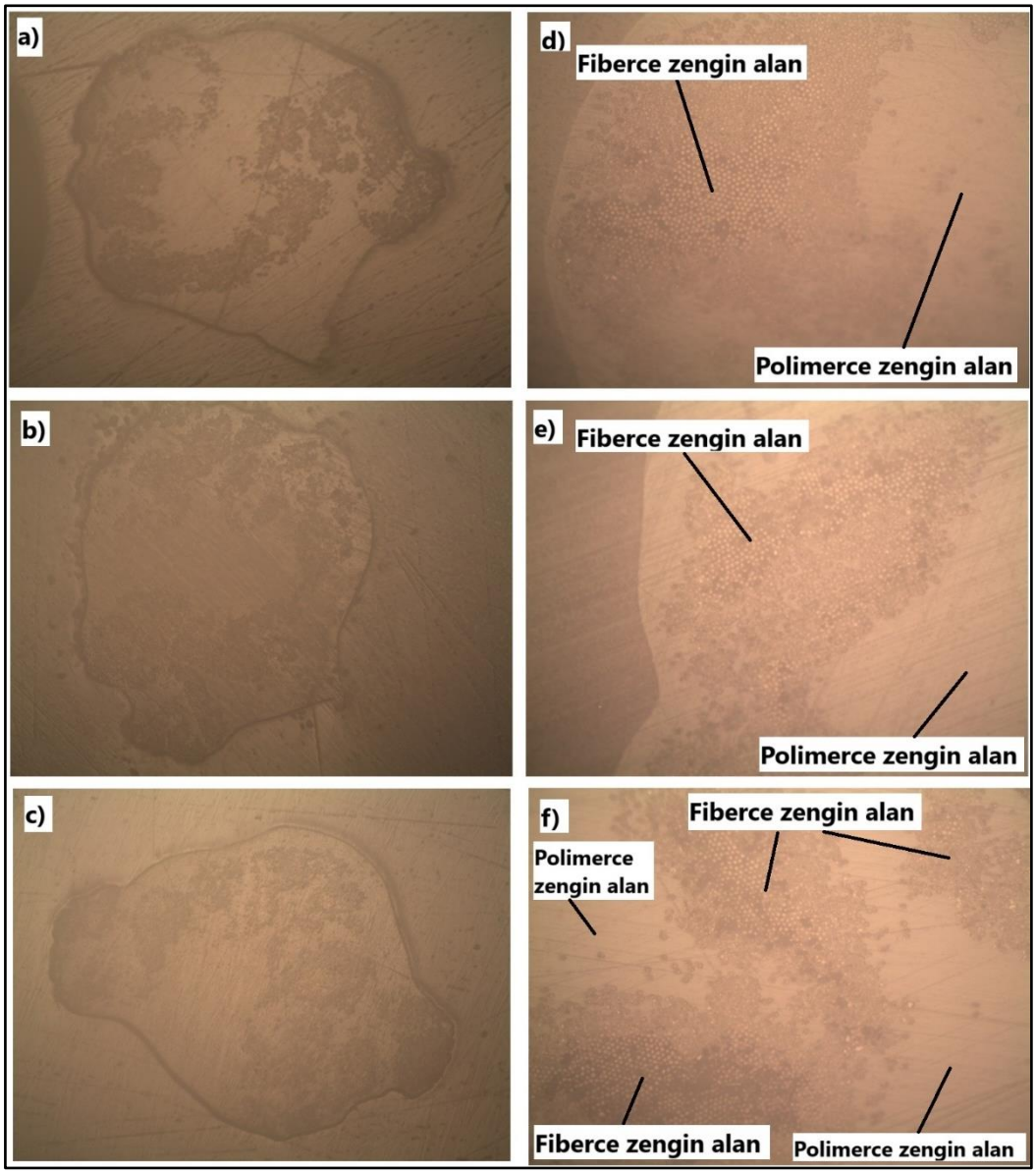
Şekil 5.49 CFR-CF PPS filamanların soğutma grafiği



Şekil 5.50 CFR-CF PPS filamanların 2. Isıtma grafiği

5.5.5 CFR-CF PPS Filamanların Mikroskop Analizi

Üretilen CFR-CF PPS filamanların kesit alanlarının ve fiber-polimer dağılımını görmek amacıyla mikroskop analizi gerçekleştirilmiştir. Fiberlerin içindeki polimerin homojen dağılımı, mekanik özelliklerin artırılmasında önemli bir faktördür. Üretilen ürünlerin kalitesi, iyi emdirilmiş filamanların oluşturulmasına bağlıdır. Bu nedenle, üretilen filamanlardaki fiber dağılımı optik mikroskop yardımıyla incelenmiştir. Tüm filamanlar eriyik emdirme özelliği göstermektedir. Şekil 5.51a-c'de görülebileceği gibi, CF'lerinin filaman kesiti boyunca dağılımı tekdüze değildir. Fiberler, filamanın belirli bölgelerinde kümelenme eğilimindedir ve polimer açısından zengin bölgeler mevcuttur (Şekil 5.51d-f). CFR filamanlarda, yetersiz basınç veya yetersiz fiber yayılması nedeniyle fiber açısından zengin ve polimer açısından zengin alanlar gözlemlenebilir [121, 143]. PPS-CF-350-3-1 numunesinin mikroskop görüntüsünde, fiberlerin kümelendiği daha büyük bir alan olduğu görülmüştür. Pim açısının artmasıyla, fiberlerin kümelenmesinin dağıldığı görülmüştür. PPS-CF-350-5-1 numunesinde daha iyi bir dağılım gözlemlenmiştir. Sonuç olarak bu numunenin mekanik dayanımının da daha iyi olduğu görülmüştür.



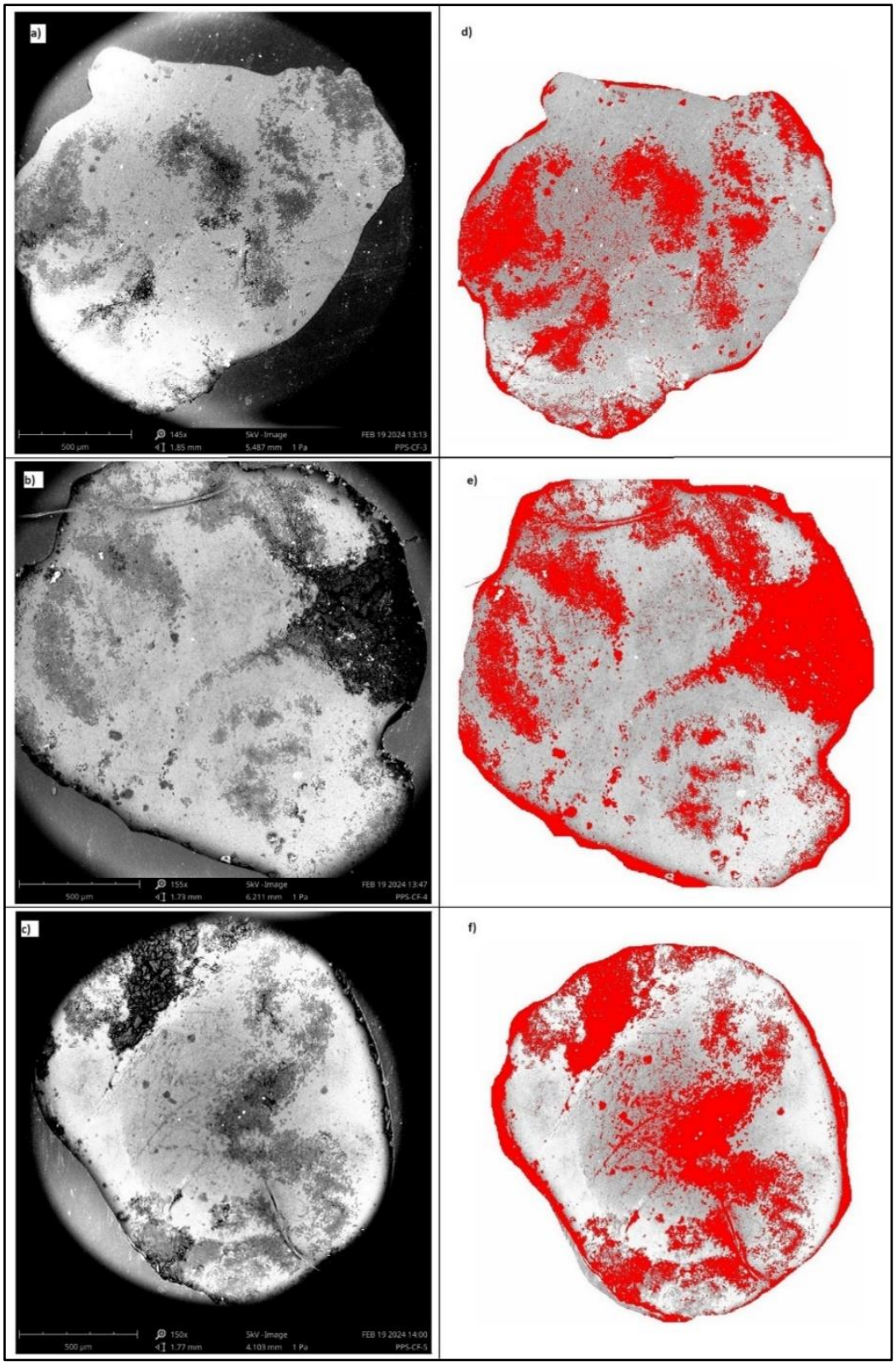
Şekil 5.51 CFR-CF PPS filamanların optik mikroskop görüntüleri; (a) PPS-CF-350-3-1'ün enine kesiti, (b) PPS-CF-350-4-1'ün enine kesiti, (c) PPS-CF-350-5-1'in enine kesiti, (d) PPS-CF-350-3-1'ün iç yapısı, e) PPS-CF-350-4-1'ün iç yapısı ve d) PPS-CF-350-5-1'in iç yapısı

5.5.6 CFR-CF PPS Filamanların SEM Analizi

Bu çalışmada üretilen CFR-CF PPS filamanlarda fiber ve matris arasındaki morfolojik yapı ve ıslanma durumunu değerlendirmek için numunenin kesit yüzeyine SEM analizi gerçekleştirilmiştir.

PPS ile kaplanmış CF numunelerin kesit alanına ait SEM görüntüleri Şekil 5.52a-c'de verilmiştir. Fiber dağılım analizi SEM görüntüleri üzerinde Image J yazılımı kullanılarak gerçekleştirilmiştir (Şekil 5.52d-f). CFR-CF PPS filaman numunelerinde CF ile polimerik matris arasında makul derecede iyileştirilmiş bir entegrasyon açıkça görülmektedir. Fiberlerin yüzeylerinin polimer ile kaplandığı görülmektedir. Eriyik emdirme yöntemi ile üretilen CFR filamanlarda yeterli emdirme görülmektedir [144]. Ayrıca, fiberler filamanın yaklaşık olarak tüm bölgelerine dağılmıştır. Sonuç olarak, çekme testinde yüksek çekme mukavemeti değerleri elde edilmiştir. Şekil 5.52a-c'de görülebileceği gibi, çalışmada üretilen filamanlar eliptik özellikler sergilemiştir. Bu durum, ekstra bir nozul kullanılarak ekipman eklenmesi ile giderilebilir. PPS-CF-350-5-1 filamanının dış kısımları daha pürüzsüz bir yapıya sahiptir. Ayrıca, en iyi çekme dayanımı sonuçlarına sahip olan PPS-CF-350-5-1 numunesinin 100 µm ve 30 µm'deki SEM görüntüleri Şekil 5.53a ve Şekil 5.53b'de verilmiştir.

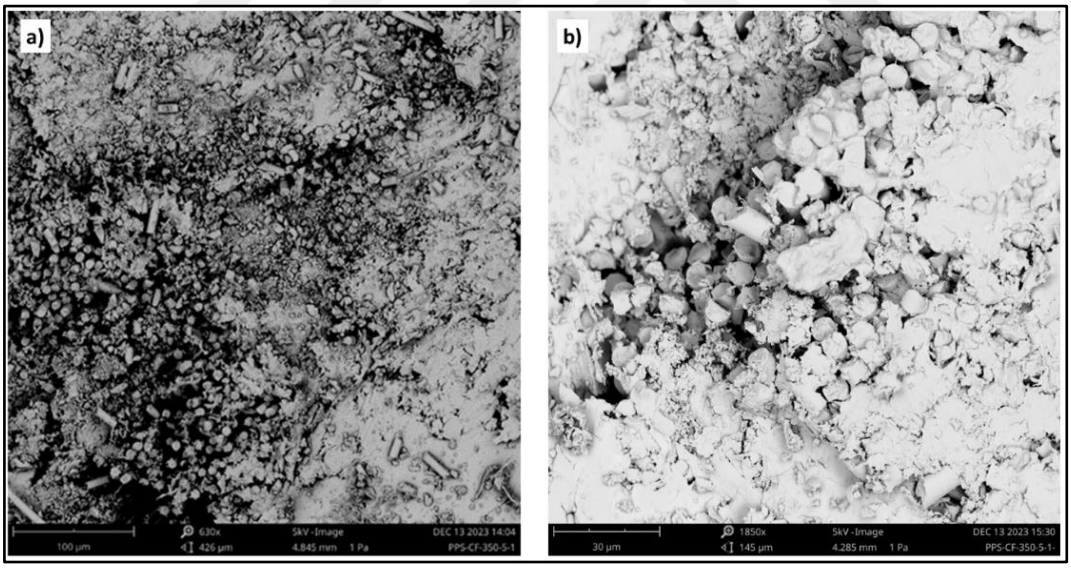
Şekil 5.54, filaman numunelerinde fiberlerin gözenekli olduğu alanlar, kümelenmiş fiber alanları ve emdirilmemiş alanları göstermektedir. Ayrıca, daha yüksek fiber hacim oranı, fiberlerin bazı filaman bölgelerinde polimerle ıslanmasını önleyerek daha büyük gözenekli alanlar oluştururken, daha düşük fiber hacim oranına sahip numuneler çok daha küçük gözeneklilikler göstermiştir. PPS-CF-350-4-1 numunesinde, daha yüksek fiber hacim oranı daha fazla gözenekli alanla sonuçlanmıştır. Ayrıca, PPS-CF-350-4-1 numunesinde fiberlerin filamanın dış kısımlarında yoğunlaştığı gözlenmiştir. Bu, PPS-CF-350-4-1 numunesinde en düşük çekme değerinin elde edilmesine neden olmuş olabilir. Ayrıca, mekanik değerlerde deneysel ve ROM sonuçları arasındaki farkın nedeninin gözeneklilik ve emdirilmemiş alanların var olmasından dolayı olduğu düşünülmektedir. Numunelerin gözenekliliği ImageJ kullanılarak hesaplanmıştır. Bu hesaplamalar sonucunda PPS-CF-350-3-1, PPS-CF-350-4-1 ve PPS-CF-350-5-1'in gözenekliliğinin sırasıyla %2.60, %4.36 ve %3.29 olduğunu gözlenmiştir. Yapılan hesaplamaların görüntüleri Şekil 5.55a-c'de sunulmaktadır.



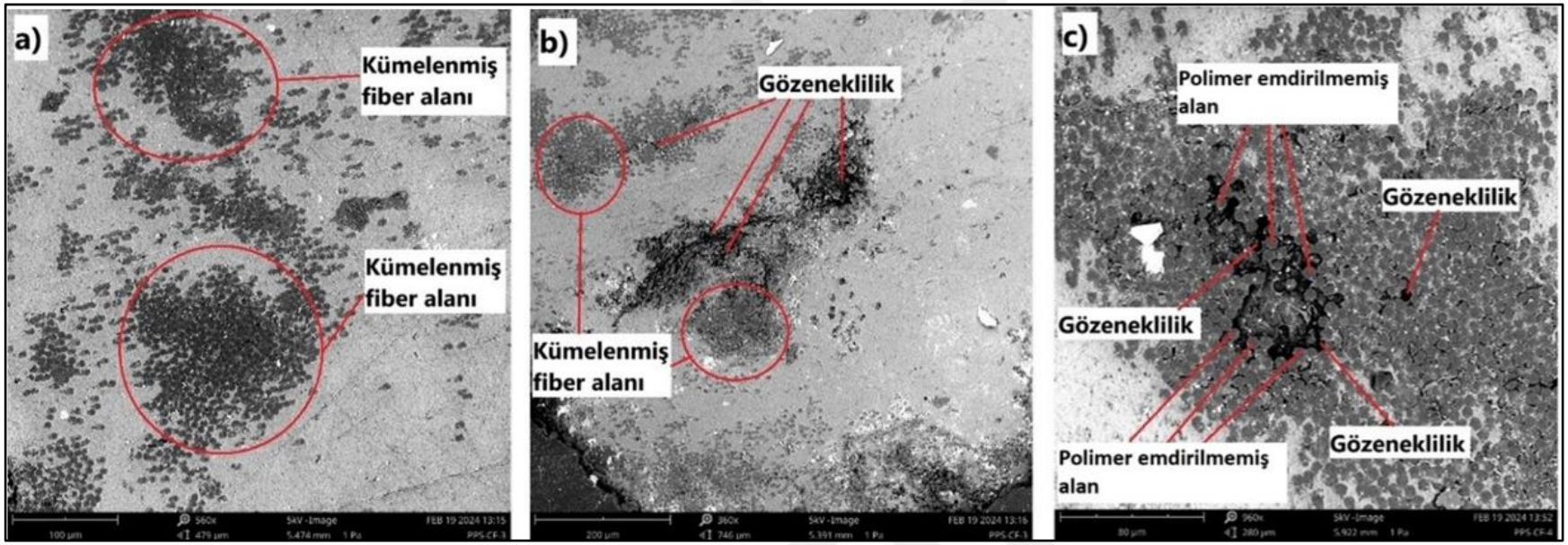
Şekil 5.52 CFR-CF PPS filamanların 500 µm SEM görüntüleri ile kesitinin incelenmesi; (a) PPS-CF-350-3-1'ün kesiti, (b) PPS-CF-350-4-1'ün kesiti, (c) PPS-CF-350-5-1'in kesiti, (d) PPS-CF-350-3-1'ün fiber dağılımı, (e) PPS-CF-350-4-1'ün fiber dağılımı, (c) PPS-CF-350-5-1'in fiber dağılımı

Darcy yasasına göre, geçirgenlik katsayısı, gözeneklilik, fiber genişliği, emdirme silindirlerinin çapları, silindirler arasındaki mesafe, çekme hızı ve polimer viskozitesi gibi çeşitli parametreler emdirme işlemini etkiler. Fiberlerin emdirme pimleriyle temas ettiği bölgede normal basınç oluşur. Fiberler çekilip hareket ettirildikçe, mekanik basınç, kılcal basınç ve atmosfer basıncının birleşik etkileri nedeniyle polimer malzeme fiberler nüfuz eder [57]. Çalışmamızda en yüksek çekme dayanımı en yüksek yayıcı pimi açısı ile elde edilmiştir. Kullanılan malzemeler ve proses koşulları altında emdirme için optimum basıncın 82° olduğu düşünülmektedir.

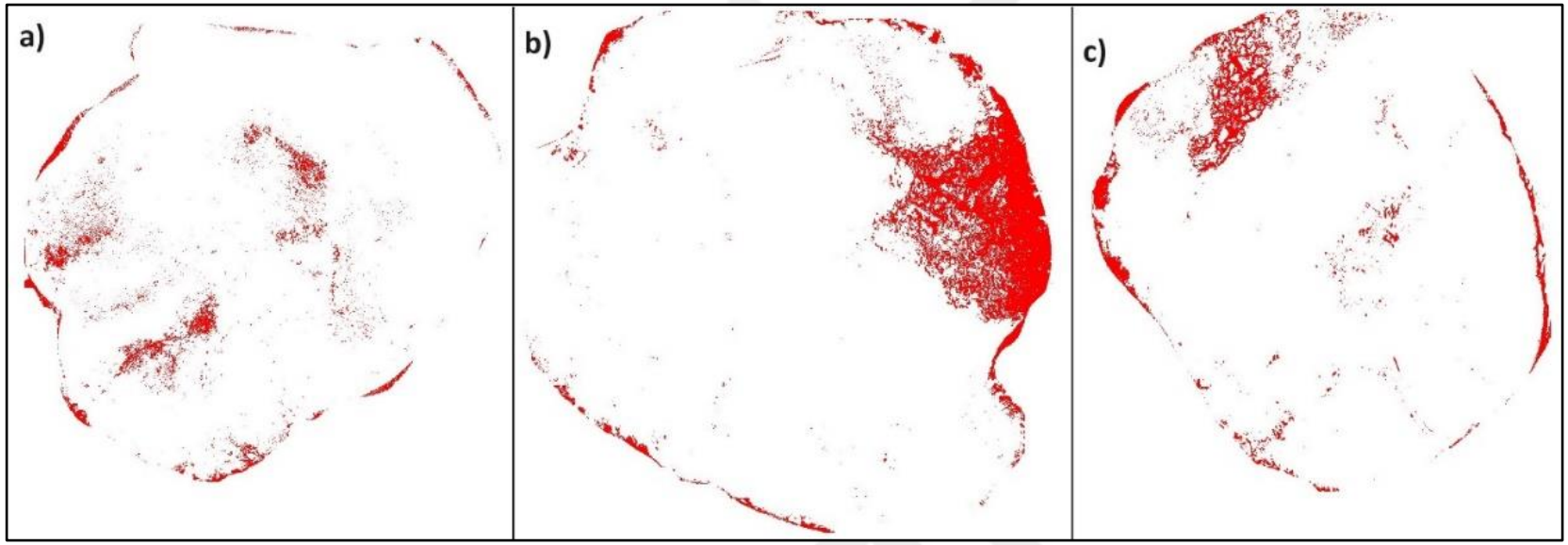
CFR-CF PPS filamanların SEM görselleri ve mekanik değerlerin ROM değerine yaklaşması incelendiğinde iyi bir emdirme gösterdiği görülmüştür. Yapılan bir çalışmada PPS'in eklenmesi ise polimer ve CF arasındaki arayüz etkileşimine çok az da olsa olumlu etkisi olduğu belirtilmiştir. Bu PPS'teki benzen halkası ve kükürt atomundan kaynaklı olabilir [145]. Bu da PPS'in emdirme kalitesinin daha iyi olmasını sağlamış olabilir.



Şekil 5.53 PPS-CF-350-5-1 numunesinin SEM görüntüleri; a) 100 µm ve b) 30 µm



Şekil 5.54 CFR-CF PPS filamanlarının gözeneklilik, kümelenmiş fiber alanlarının ve polimer emdirilmemiş alanlarının görüldüğü SEM görüntüleri; a) 100 µm, b) 200 µm ve c) 80 µm



Şekil 5.55 CFR-CF PPS filamanlarının gözeneklilik hesabı gerçekleştirilen 500 µm SEM kesit alan görüntüleri; a) PPS-CF-350-3-1 numunesinin gözenekliliği, b) PPS-CF-350-4-1 numunesinin gözenekliliği ve c) PPS-CF-350-5-1 numunesinin gözenekliliği

6
SONUÇ

Bu tez çalışmasında, katmanlı imalat teknolojilerinde kullanılmak üzere karbon fiber (CF) ve cam fiber (GF) ile takviye edilmiş polipropilen (PP) ve polifenilen sülfid (PPS) esaslı filamanların üretimi gerçekleştirilmiştir. Filamanların üretiminde ekstrüzyon ile kaplama yöntemi tercih edilmiştir. Üretilen filamanlar sırasıyla CFR-CF PP, CFR-GF PP ve CFR-CF PPS olarak sınıflandırılmıştır. Yapılan çalışmalar ve elde edilen bulgular, sırasıyla aşağıda özetlenmiştir.

1) Emdirme Kalıbı ve Proses Tasarımı: Fiberlerin polimer ile etkin biçimde emdirilmesini sağlamak amacıyla, özgün bir emdirme kalıbı tasarlanmış ve proses hattı geliştirilmiştir. Kalıp tasarımında, fiberlerin 5 adet yayıcı pime temas edecek şekilde ilerlemesi sağlanmış; yayıcı pimlerin açıları değiştirilerek üç farklı parametre seti oluşturulmuştur. Bu yapı sayesinde, yayıcı pim açılarının fiber-polimer etkileşimi üzerindeki etkileri analiz edilmiştir.

Tasarımı yapılan emdirme kalıbının üretiminden önce, uygun boyutların belirlenebilmesi amacıyla fiber giriş alanı ve emdirme bölgesinin boyutları değiştirilerek Ansys-Polyflow programında polimer akış analizleri gerçekleştirilmiştir. Yapılan optimizasyon analizleri sonucunda, fiber giriş alanı için 15 mm, emdirme bölgesi için ise 100 mm uzunluk değerleri optimum olarak belirlenmiştir. Bu ölçüler, emdirme alanında yeterli polimer birikimini sağlarken, fiber girişinde polimer geri çıkışını önlemektedir.

2) Filaman Üretimi için Deneysel Tasarım Uygulanması: CFR-CF PP ve CFR-GF PP filamanlarının üretiminde üç değişken (emdirme kalıbı sıcaklığı: 210, 220, 230 °C; yayıcı pim konumu: 3, 4, 5; çekiş hızı: 1, 2, 3 m/dk) esas alınarak deneyler gerçekleştirilmiştir. Deneysel tasarımda Taguchi yöntemi kullanılmıştır.

CFR-CF PPS filamanlarının üretiminde emdirme kalıbı sıcaklığı sabit tutulmuş (350 °C) ve çekiş hızı 1 m/dk olarak belirlenmiştir. Bu grupta sadece yayıcı pim konumu (3, 4, 5) değişken olarak ele alınmıştır.

Üretilen tüm filamanların karakterizasyonu için yoğunluk, diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC), çekme testi, fiber içeriği, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve optik mikroskop analizleri yapılmıştır.

3) Üretilen Filamanların Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi: CFR-CF PP, CFR-GF PP ve CFR-CF PPS filamanlarının en iyi mekanik özelliklere sahip numunelerine ait veriler Tablo 6.1'de karşılaştırmalı olarak sunulmuştur.

Tablo 6.1 CFR-CF PP, CFR-GF PP ve CFR-CF PPS filamanların mekanik özelliklerinin karşılaştırılması

Mekanik Özellikler	**PP**	**PPS**	**PP-CF-220-5-2**	**PP-GF-210-4-2**	**PPS-CF-350-5-1**
V_f (%)	-	-	18.91	39.15	19
Boşluk Oranı (%)	-	-	3.54	1.94	3.28
X_c (%)	-	-	52.71	27.82	51.14
Çekme Dayanımı (MPa)	35	65	294.71	219.35	612.95
Çekme Modülü (GPa)	1.7	3.5	10.69	12.35	34.56
ROM değerine yaklaşma (%; Çekme Dayanımı için)	-	-	30.86	24.85	61.15

CFR-CF PP ve CFR-GF PP filamanlarında en yüksek çekme dayanımları sırasıyla 294.71 MPa (PP-CF-220-5-2) ve 219.35 MPa (PP-GF-210-4-2) olarak belirlenmiş; kullanılan katkısız PP'ye göre sırasıyla 8.42 ve 6.27 katlık artışlar elde edilmiştir.

Üretilen kompozit filamanların mekanik performanslarının karşılaştırmalı olarak verildiği Tablo 6.1'e göre, en yüksek çekme dayanımı CFR-CF PPS filaman

grubunda yer alan PPS-CF-350-5-1 numunesine aittir (612.95 MPa). Bu değer, kullanılan katkısız PPS'e göre yaklaşık 9.43 katlık bir artışa işaret etmektedir. Ayrıca, bu numune %61.15 oranında ROM (Rule of Mixtures) değerine yaklaşarak en yüksek verimliliği göstermiştir.

Tüm numuneler karşılaştırıldığında, çekme dayanımı açısından ROM değerine en çok yaklaşan numunenin PPS-CF-350-5-1 olduğu tespit edilmiştir. Bu durum, ilgili numunede emdirme işleminin daha homojen bir şekilde gerçekleşmiş olmasıyla açıklanabilir. Ayrıca, malzemenin yüksek kayma hızı altındaki mekanik davranışının, PPS'nin homojen emdirme kalitesi üzerinde etkili olduğu değerlendirilmektedir.

4) Üretilen Filamanların Mikroyapısal İncelemeleri:

Optik Mikroskop Analizi: Yayıcı pimin etkisini belirlemek amacıyla, CFR-CF PP filamanları hem yayıcı pim kullanılmadan hem de yayıcı pimli olarak üretilmiş ve kesitleri mikroskopla incelenmiştir. Yayıcı pimsiz üretimde fiberlerin kümelendiği, gözenekliliğin fazla olduğu ve homojen emdirmenin sağlanamadığı görülmüştür. Buna karşın, yayıcı pimli üretimlerde fiberlerin daha homojen dağıldığı ve gözenekliliğin azaldığı gözlemlenmiştir.

Tüm filaman gruplarında çekme dayanımı düşük numunelerde yoğun fiber kümelenmeleri ve artmış gözeneklilik görülürken; çekme dayanımı yüksek numunelerde daha homojen fiber dağılımı ve azalmış gözeneklilik gözlenmiştir. Bu durum, mikroyapısal homojenliğin mekanik özellikler üzerindeki olumlu etkisini göstermektedir.

CFR-CF PPS filamanlarında yayıcı pim açısının artmasıyla fiber kümelenmelerinin azaldığı tespit edilmiştir.

SEM Analizi: SEM analizleri sonucunda, CFR-CF PP filamanlarında karbon fiberlerin (CF) yüzeylerinin polimerle kaplandığı ve yapıya homojen olarak dağıldığı belirlenmiştir.

En yüksek çekme dayanımına sahip PP-CF-220-5-2 numunesi, daha düzgün dış yüzeye ve daha az gözenekli yapıya sahipken; en düşük çekme dayanımına sahip PP-CF-230-4-3 numunesinde fiberlerin dışta yoğunlaştığı gözlemlenmiştir.

CFR-GF PP filamanlarında cam fiberlerin (GF) tüm bölgelere eşit dağılmadığı, belirli alanlarda yoğunlaştığı ve özellikle en düşük çekme değerine sahip PP-GF-210-5-3 numunesinde yüksek gözeneklilik ile polimerin fiberleri yeterince sarmadığı anlaşılmıştır.

En iyi çekme dayanımına sahip PP-GF-210-4-2 numunesinde ise polimerin fiber aralarına daha iyi penetre olduğu görülmüştür.

Filamanların geometrik yapısı değerlendirildiğinde, CF ve GF katkılı PP filamanlarının kenarlarının düzgün silindirik yapı göstermediği gözlenmiştir.

CFR-CF PP numunelerinde optimum emdirme basıncının 5 numaralı yayıcı pim (82°), CFR-GF PP numunelerinde ise 4 numaralı yayıcı pim (70°) ile sağlandığı belirlenmiştir.

CFR-CF PPS filamanlarında ise fiberlerin polimerle kaplandığı ve yapının eliptik kesitli olduğu görülmüştür. PPS-CF-350-4-1 numunesi, yüksek fiber hacmine sahip olmasına rağmen artan gözeneklilik nedeniyle daha düşük çekme dayanımı göstermiştir.

Tüm filamanlar karşılaştırıldığında PPS içeren numunelerde nispeten daha iyi emdirme olduğu gözlenmiştir. PPS'in yapısında bulunan benzen halkaları ve kükürt atomları sayesinde CF ile daha iyi etkileşime girdiği ve bu durumun emdirme verimini artırdığı düşünülmektedir. Ayrıca, PP'nin apolar yapısının ıslanabilirliği sınırladığı anlaşılmaktadır.

5) ANOVA ve Regresyon Analizi: CFR-CF ve CFR-GF PP filamanlarına yönelik olarak üç faktörlü (emdirme kalıbı sıcaklığı, yayıcı pim konumu ve çekiş hızı) üçer seviyede ANOVA analizi gerçekleştirilmiştir.

CFR-CF PP filamanlarında çekme dayanımı üzerindeki etki oranları sırasıyla: yayıcı pim konumu %49.77, emdirme kalıbı sıcaklığı %31.11 ve çekiş hızı %14.34 olarak bulunmuştur.

CFR-GF PP filamanlarda çekme dayanımı için proses üzerindeki faktörlerin etki oranları incelendiğinde ilk sırada %38.11 katkı ile yayıcı pim konumunun, ikinci sırada %21.03 katkı ile çekiş hızı ve üçüncü sırada ise %2.43 katkı ile emdirme kalıbı sıcaklığı yer almaktadır.

Optimum proses koşulları ise:

- CFR-CF PP: 2 m/dk çekiş hızı, 220 °C kalıp sıcaklığı, 5. yayıcı pim konumu,
- CFR-GF PP: 1 m/dk çekiş hızı, 220 °C kalıp sıcaklığı, 3. yayıcı pim konumu

olarak belirlenmiştir.

CFR-CF PP filamanlarında çekiş hızının belirli bir noktaya kadar artması dayanımı olumlu etkilerken, daha fazla artışın etkisi sınırlı kalmıştır. Emdirme kalıp sıcaklığının artışı ise genel olarak çekme dayanımını artırmıştır.

CFR-GF PP filamanlarında, artan çekiş hızının çekme dayanımını düşürdüğü; emdirme kalıp sıcaklığının ise optimum bir değere kadar dayanımı artırdığı, bu değerin aşılması durumunda ise olumsuz etki yarattığı tespit edilmiştir. Çalışmada emdirme kalıp sıcaklığının optimum değeri 220ºC olarak elde edilmiştir.

Her iki fiber katkılı PP filamanlar için regresyon analizi kullanılarak bağımlı değişkendeki değişimi bağımsız değişkenler ile açıklamak için matematiksel modeller oluşturulmuştur. CFR-CF PP ve CFR-GF PP filamanları için oluşturulan çekme dayanımına (σ) ait matematiksel modeller sırasıyla eşitlik (5.10 ve 5.12)'de verilmiştir.

$$\sigma = 225.27 - 8.39v_1 + 16.16v_2 - 7.77v_3 - 7.77T_1 + 23.37T_2 - 15.60T_3 - 17.13P_1 - 12.87P_2 + 30P_3 \quad (5.10)$$

$$\sigma = 194.16 + 8.6v_1 + 3.1v_2 - 11.7v_3 + 2.2T_1 + 1.9T_2 - 4.1T_3 + 11.2P_1 + 4.7P_2 - 15.9P_3 \quad (5.12)$$

Regresyon analizinde CFR-CF PP ve CFR-GF PP filamanlarının çekme dayanımı için elde edilen R^2 değerleri sırasıyla %95.23 ve %61.57 olarak tespit edilmiştir.

6) Sonuç olarak, üretilen CFR-CF PP, CFR-GF PP ve CFR-CF PPS filamanlarda en yüksek çekme dayanımları sırasıyla:

- CFR-CF PP için PP-CF-220-5-2
- CFR-GF PP için PP-GF-210-4-2
- CFR-CF PPS için PPS-CF-350-5-1

numunelerinde elde edilmiştir.

Proses parametrelerinin etki oranları değerlendirildiğinde, çekme dayanımı üzerinde en belirleyici faktörün yayıcı pim konumu olduğu anlaşılmıştır.

7) Bundan sonraki çalışmalarda ise aşağıda sıralanan öneriler değerlendirilebilir:

- Polimer bozunmasını en aza indirmek amacıyla daha dar kesitli emdirme kalıplarının tasarlanması
- Filaman geometrisinin kontrolü için üretim hattına şekillendirici kalıpların entegre edilmesi
- Fiber-polimer arayüzey etkileşimini artıracak kimyasal yüzey modifikasyon yöntemlerinin uygulanması
- Polimer reolojisinin farklı matris sistemleri üzerindeki etkisi araştırılarak optimum üretim parametrelerinin belirlenmesi
- Farklı matriks polimerleri ile CFR filaman üretiminin gerçekleştirilmesi

KAYNAKÇA

[1] D. Dubey, S. P. Singh, and B. K. J. J. o. M. S. Behera, "additive manufacturing of fiber-reinforced composites," vol. 59, no. 27, pp. 12219-12256, 2024.

[2] M. A. Islam *et al.*, "Additive manufacturing in polymer research: Advances, synthesis, and applications," p. 108364, 2024.

[3] Y. Hu *et al.*, "Additive manufacturing of carbon fiber-reinforced composites: a review," vol. 31, no. 2, pp. 353-398, 2024.

[4] V. Shanmugam *et al.*, "The thermal properties of FDM printed polymeric materials: A review," p. 110902, 2024.

[5] A. Memarzadeh, B. Safaei, A. Tabak, S. Sahmani, and C. J. M. T. C. Kizilors, "Advancements in additive manufacturing of polymer matrix composites: a systematic review of techniques and properties," vol. 36, p. 106449, 2023.

[6] M. Bhong *et al.*, "Review of composite materials and applications," 2023.

[7] A. Karimi, D. Rahmatabadi, and M. J. P. Baghani, "Various FDM mechanisms used in the fabrication of continuous-fiber reinforced composites: a review," vol. 16, no. 6, p. 831, 2024.

[8] R. Wagmare, R. Harshe, J. Pednekar, and T. U. J. P. i. A. M. Patro, "Additive manufacturing of continuous fiber-reinforced polymer composites: Current trend and future directions," pp. 1-28, 2024.

[9] P. Cheng, Y. Peng, K. Wang, A. Le Duigou, and S. J. P. f. A. T. Ahzi, "3D printing continuous natural fiber reinforced polymer composites: A review," vol. 35, no. 1, p. e6242, 2024.

[10] M. Khosroupour Arabi, N. J. P.-P. T. Kordani, and Materials, "3D-printing of Continuous Fiber: A review of processes, materials and properties," vol. 62, no. 12, pp. 1525-1559, 2023.

[11] S. Wickramasinghe, T. Do, and P. J. P. Tran, "FDM-based 3D printing of polymer and associated composite: A review on mechanical properties, defects and treatments," vol. 12, no. 7, p. 1529, 2020.

[12] P. Zhuo, S. Li, I. A. Ashcroft, and A. I. J. C. P. B. E. Jones, "Material extrusion additive manufacturing of continuous fibre reinforced polymer matrix composites: A review and outlook," vol. 224, p. 109143, 2021.

[13] G. D. Goh *et al.*, "Characterization of mechanical properties and fracture mode of additively manufactured carbon fiber and glass fiber reinforced thermoplastics," vol. 137, pp. 79-89, 2018.

[14] A. D. Valino, J. R. C. Dizon, A. H. Espera Jr, Q. Chen, J. Messman, and R. C. J. P. i. P. S. Advincula, "Advances in 3D printing of thermoplastic polymer composites and nanocomposites," vol. 98, p. 101162, 2019.

[15] J. Chacón *et al.*, "Additive manufacturing of continuous fibre reinforced thermoplastic composites using fused deposition modelling: Effect of process parameters on mechanical properties," vol. 181, p. 107688, 2019.

[16] S. C. Daminabo, S. Goel, S. A. Grammatikos, H. Y. Nezhad, and V. K. J. M. t. c. Thakur, "Fused deposition modeling-based additive manufacturing (3D printing): techniques for polymer material systems," vol. 16, p. 100248, 2020.

[17] N. Van de Werken, H. Tekinalp, P. Khanbolouki, S. Ozcan, A. Williams, and M. J. A. M. Tehrani, "Additively manufactured carbon fiber-reinforced composites: State of the art and perspective," vol. 31, p. 100962, 2020.

[18] A. N. Dickson, J. N. Barry, K. A. McDonnell, and D. P. J. A. M. Dowling, "Fabrication of continuous carbon, glass and Kevlar fibre reinforced polymer composites using additive manufacturing," vol. 16, pp. 146-152, 2017.

[19] H. Wu *et al.*, "Recent developments in polymers/polymer nanocomposites for additive manufacturing," vol. 111, p. 100638, 2020.

[20] M. Heidari-Rarani, M. Rafiee-Afarani, and A. J. C. P. B. E. Zahedi, "Mechanical characterization of FDM 3D printing of continuous carbon fiber reinforced PLA composites," vol. 175, p. 107147, 2019.

[21] V. Shanmugam *et al.*, "The mechanical testing and performance analysis of polymer-fibre composites prepared through the additive manufacturing," vol. 93, p. 106925, 2021.

[22] N. Guo and M. C. J. F. o. m. e. Leu, "Additive manufacturing: technology, applications and research needs," vol. 8, pp. 215-243, 2013.

[23] A. Rodríguez-Panes, J. Claver, and A. M. J. M. Camacho, "The influence of manufacturing parameters on the mechanical behaviour of PLA and ABS pieces manufactured by FDM: A comparative analysis," vol. 11, no. 8, p. 1333, 2018.

[24] B. Brenken, E. Barocio, A. Favaloro, V. Kunc, and R. B. J. A. M. Pipes, "Fused filament fabrication of fiber-reinforced polymers: A review," vol. 21, pp. 1-16, 2018.

[25] J. Wang, H. Xie, Z. Weng, T. Senthil, L. J. M. Wu, and Design, "A novel approach to improve mechanical properties of parts fabricated by fused deposition modeling," vol. 105, pp. 152-159, 2016.

[26] G. D. Goh *et al.*, "Process–structure–properties in polymer additive manufacturing via material extrusion: A review," vol. 45, no. 2, pp. 113-133, 2020.

[27] F. Calignano *et al.*, "Overview on additive manufacturing technologies," vol. 105, no. 4, pp. 593-612, 2017.

[28] Y. An, J. H. Myung, J. Yoon, and W.-R. J. A. M. Yu, "Three-dimensional printing of continuous carbon fiber-reinforced polymer composites via in-situ pin-assisted melt impregnation," vol. 55, p. 102860, 2022.

[29] J. Li, Y. Durandet, X. Huang, G. Sun, D. J. J. o. M. S. Ruan, and Technology, "Additively manufactured fiber-reinforced composites: A

review of mechanical behavior and opportunities," vol. 119, pp. 219-244, 2022.

[30] J. Naranjo-Lozada, H. Ahuett-Garza, P. Orta-Castañón, W. M. Verbeeten, and D. J. A. M. Sáiz-González, "Tensile properties and failure behavior of chopped and continuous carbon fiber composites produced by additive manufacturing," vol. 26, pp. 227-241, 2019.

[31] T. D. Ngo, A. Kashani, G. Imbalzano, K. T. Nguyen, and D. J. C. P. B. E. Hui, "Additive manufacturing (3D printing): A review of materials, methods, applications and challenges," vol. 143, pp. 172-196, 2018.

[32] M. Mohammadizadeh, A. Imeri, I. Fidan, and M. J. C. P. B. E. Elkelany, "3D printed fiber reinforced polymer composites-Structural analysis," vol. 175, p. 107112, 2019.

[33] M. Iragi, C. Pascual-González, A. Esnaola, C. Lopes, and L. J. A. M. Aretxabaleta, "Ply and interlaminar behaviours of 3D printed continuous carbon fibre-reinforced thermoplastic laminates; effects of processing conditions and microstructure," vol. 30, p. 100884, 2019.

[34] W. Xu *et al.*, "3D printing-enabled nanoparticle alignment: a review of mechanisms and applications," vol. 17, no. 45, p. 2100817, 2021.

[35] S. H. R. Sanei and D. J. J. o. C. S. Popescu, "3D-printed carbon fiber reinforced polymer composites: a systematic review," vol. 4, no. 3, p. 98, 2020.

[36] Q. He, H. Wang, K. Fu, L. J. C. s. Ye, and technology, "3D printed continuous CF/PA6 composites: Effect of microscopic voids on mechanical performance," vol. 191, p. 108077, 2020.

[37] K. R. Bayu, F. Imaduddin, A. Fitrian, U. Dody, and Z. J. O. E. Arifin, "A review on the fused deposition modeling (FDM) 3D printing: Filament processing, materials, and printing parameters," vol. 11, no. 1, pp. 639-649, 2021.

[38] J. Ribeiro *et al.*, "New trends of additive manufacturing to use based-on natural fibers and minerals materials: a systematic review," 2025.

[39] S. Palanisamy *et al.*, "Effect of Process Parameters and Material Selection on the Quality of 3D Printed Products by Fused Deposition Modeling (FDM): A Review," vol. 2024, no. 1, p. 3480281, 2024.

[40] S. Ali, I. Deiab, and S. J. T. I. J. o. A. M. T. Pervaiz, "State-of-the-art review on fused deposition modeling (FDM) for 3D printing of polymer blends and composites: Innovations, challenges, and applications," pp. 1-29, 2024.

[41] A. Sapkota, S. K. Ghimire, and S. J. J. o. I. T. Adanur, "A review on fused deposition modeling (FDM)-based additive manufacturing (AM) methods, materials and applications for flexible fabric structures," vol. 54, p. 15280837241282110, 2024.

[42] P. Anerao, A. Kulkarni, and Y. J. R. P. J. Munde, "A review on exploration of the mechanical characteristics of 3D-printed biocomposites fabricated by fused deposition modelling (FDM)," vol. 30, no. 3, pp. 430-440, 2024.

[43] M. Q. Ansari, M. J. Bortner, and D. G. J. A. M. Baird, "Generation of polyphenylene sulfide reinforced with a thermotropic liquid crystalline polymer for application in fused filament fabrication," vol. 29, p. 100814, 2019.

[44] S. Berretta, R. Davies, Y. Shyng, Y. Wang, and O. J. P. T. Ghita, "Fused Deposition Modelling of high temperature polymers: Exploring CNT PEEK composites," vol. 63, pp. 251-262, 2017.

[45] G. Cicala *et al.*, "Engineering thermoplastics for additive manufacturing: A critical perspective with experimental evidence to support functional applications," vol. 15, no. 1, pp. 10-18, 2017.

[46] S. Dul, L. Fambri, and A. J. N. Pegoretti, "Filaments production and fused deposition modelling of ABS/carbon nanotubes composites," vol. 8, no. 1, p. 49, 2018.

[47] O. Kaynan, A. Yildiz, Y. E. Bozkurt, E. Ozden Yenigun, and H. Cebeci, "Development of multifunctional CNTs reinforced PEI filaments for fused deposition modeling," in *AIAA Scitech 2019 Forum*, 2019, p. 0406.

[48] N. Li, Y. Li, and S. J. J. o. M. P. T. Liu, "Rapid prototyping of continuous carbon fiber reinforced polylactic acid composites by 3D printing," vol. 238, pp. 218-225, 2016.

[49] R. Matsuzaki *et al.*, "Three-dimensional printing of continuous-fiber composites by in-nozzle impregnation," vol. 6, no. 1, p. 23058, 2016.

[50] M. Rimašauskas, T. Kuncius, R. J. M. Rimašauskienė, and M. Processes, "Processing of carbon fiber for 3D printed continuous composite structures," vol. 34, no. 13, pp. 1528-1536, 2019.

[51] Q. Hu, Y. Duan, H. Zhang, D. Liu, B. Yan, and F. J. J. o. m. s. Peng, "Manufacturing and 3D printing of continuous carbon fiber prepreg filament," vol. 53, pp. 1887-1898, 2018.

[52] A. Le Duigou, A. Barbé, E. Guillou, M. J. M. Castro, and Design, "3D printing of continuous flax fibre reinforced biocomposites for structural applications," vol. 180, p. 107884, 2019.

[53] T. Liu, X. Tian, Y. Zhang, Y. Cao, D. J. C. P. A. A. S. Li, and Manufacturing, "High-pressure interfacial impregnation by micro-screw in-situ extrusion for 3D printed continuous carbon fiber reinforced nylon composites," vol. 130, p. 105770, 2020.

[54] C. Budiyantoro, H. S. Rochardjo, and G. J. P. Nugroho, "Effects of processing variables of extrusion–pultrusion method on the impregnation quality of thermoplastic composite filaments," vol. 12, no. 12, p. 2833, 2020.

[55] C. Budiyantoro, H. S. Rochardjo, and G. J. M. Nugroho, "Design, manufacture, and performance testing of extrusion–pultrusion machine for fiber-reinforced thermoplastic pellet production," vol. 9, no. 2, p. 42, 2021.

[56] A. Uşun and R. J. A. M. Gümrük, "The mechanical performance of the 3D printed composites produced with continuous carbon fiber reinforced filaments obtained via melt impregnation," vol. 46, p. 102112, 2021.

[57] L. Yu, K. Chen, P. Xue, Y. Cui, and M. J. P. C. Jia, "Impregnation modeling and preparation optimization of continuous glass fiber reinforced polylactic acid filament for 3D printing," vol. 42, no. 11, pp. 5731-5742, 2021.

[58] S. Erden and K. Ho, "Fiber reinforced composites," in *Fiber technology for fiber-reinforced composites*: Elsevier, 2017, pp. 51-79.

[59] E. Çanti, "Üç boyutlu yazıcılar için polimer nanokompozit filamentlerin üretimi ve karakterizasyonu," Fen Bilimleri Enstitüsü.

[60] V. V. Vasiliev and E. V. Morozov, *Advanced mechanics of composite materials and structural elements*. Newnes, 2013.

[61] A. Kausar, "Physical properties of hybrid polymer/clay composites," in *Hybrid polymer composite materials*: Elsevier, 2017, pp. 115-132.

[62] K. J. Jomboh *et al.*, "Properties and applications of natural, synthetic and hybrid fiber reinforced polymer composite: A review," vol. 11, no. 4, pp. 774-801, 2024.

[63] H. F. A. Alnahdi, "Manufacturing and Characterization of Fiber Reinforced Polyamide Composites for Aerospace Applications," 2021.

[64] M. AlMaadeed, M. Ouederni, P. N. J. M. Khanam, and Design, "Effect of chain structure on the properties of Glass fibre/polyethylene composites," vol. 47, pp. 725-730, 2013.

[65] I. Gibson *et al.*, *Additive manufacturing technologies*. Springer, 2021.

[66] D. J. C. P. B. E. Chung, "A review of multifunctional polymer-matrix structural composites," vol. 160, pp. 644-660, 2019.

[67] M. R. J. P. R. Kessler, "Polymer matrix composites: A perspective for a special issue of polymer reviews," vol. 52, no. 3, pp. 229-233, 2012.

[68] N. Mohd Nurazzi *et al.*, "A Review: Fibres, Polymer Matrices and Composites," vol. 25, no. 4, 2017.

[69] I. Chang and J. J. J. o. t. c. m. Lees, "Recent development in thermoplastic composites: a review of matrix systems and processing methods," vol. 1, no. 3, pp. 277-296, 1988.

[70] E. J. T. M. S. E. S. Larson and U. Technology Books, 364s, "An overview of thermoplastic materials," pp. 97-143, 2015.

[71] E. A. Campo, "Polymeric Materials and Properties," *Selection of Polymeric Materials,* vol. 1, p. 39, 2008.

[72] P. Peças, H. Carvalho, H. Salman, and M. J. J. o. c. s. Leite, "Natural fibre composites and their applications: a review," vol. 2, no. 4, p. 66, 2018.

[73] T. Hassan *et al.*, "Factors affecting acoustic properties of natural-fiber-based materials and composites: a review," vol. 1, no. 1, pp. 55-85, 2021.

[74] S. mahboubizadeh, A. Sadeq, Z. Arzaqi, O. Ashkani, and M. J. D. M. Samadoghli, "Advancements in fiber-reinforced polymer (FRP) composites: an extensive review," vol. 4, no. 1, p. 22, 2024.

[75] R. Ali, S. Iannace, L. J. C. s. Nicolais, and technology, "Effects of processing conditions on the impregnation of glass fibre mat in

extrusion/calendering and film stacking operations," vol. 63, no. 15, pp. 2217-2222, 2003.

[76] S.-S. Yao, F.-L. Jin, K. Y. Rhee, D. Hui, and S.-J. J. C. P. B. E. Park, "Recent advances in carbon-fiber-reinforced thermoplastic composites: A review," vol. 142, pp. 241-250, 2018.

[77] S. Ogin, P. Brøndsted, and J. Zangenberg, "Composite materials: Constituents, architecture, and generic damage," in *Modeling damage, fatigue and failure of composite materials*: Elsevier, 2016, pp. 3-23.

[78] K. Van Rijswijk, H. J. C. P. A. A. S. Bersee, and Manufacturing, "Reactive processing of textile fiber-reinforced thermoplastic composites–An overview," vol. 38, no. 3, pp. 666-681, 2007.

[79] Y. Qiao, L. D. Fring, M. R. Pallaka, and K. L. J. P. C. Simmons, "A review of the fabrication methods and mechanical behavior of continuous thermoplastic polymer fiber–thermoplastic polymer matrix composites," vol. 44, no. 2, pp. 694-733, 2023.

[80] S. M. Sapuan, *Composite materials: Concurrent engineering approach*. Butterworth-Heinemann, 2017.

[81] M. Loos, *Carbon nanotube reinforced composites: CNT Polymer Science and Technology*. Elsevier, 2014.

[82] B. Fei, "High-performance fibers for textiles," in *Engineering of High-Performance Textiles*: Elsevier, 2018, pp. 27-58.

[83] G. Mittal, K. Y. Rhee, V. Mišković-Stanković, and D. J. C. P. B. E. Hui, "Reinforcements in multi-scale polymer composites: Processing, properties, and applications," vol. 138, pp. 122-139, 2018.

[84] T. Liu *et al.*, "Interfacial performance and fracture patterns of 3D printed continuous carbon fiber with sizing reinforced PA6 composites," vol. 114, pp. 368-376, 2018.

[85] N. G. Karsli, A. J. M. Aytac, and Design, "Effects of maleated polypropylene on the morphology, thermal and mechanical properties of short carbon fiber reinforced polypropylene composites," vol. 32, no. 7, pp. 4069-4073, 2011.

[86] A. M. Almushaikeh *et al.*, "Manufacturing of carbon fiber reinforced thermoplastics and its recovery of carbon fiber: A review," vol. 122, p. 108029, 2023.

[87] H. Luo, Y. Tan, F. Zhang, J. Zhang, Y. Tu, and K. J. M. Cui, "Selectively enhanced 3D printing process and performance analysis of continuous carbon fiber composite material," vol. 12, no. 21, p. 3529, 2019.

[88] U. K. Vaidya and K. J. I. M. R. Chawla, "Processing of fibre reinforced thermoplastic composites," vol. 53, no. 4, pp. 185-218, 2008.

[89] H. Zhao, X. Liu, W. Zhao, G. Wang, and B. Liu, "An overview of research on FDM 3D printing process of continuous fiber reinforced composites," in *Journal of Physics: Conference Series*, 2019, vol. 1213, no. 5, p. 052037: IOP Publishing.

[90] X. Tian *et al.*, "3D printing of continuous fiber reinforced polymer composites: development, application, and prospective," vol. 1, no. 1, p. 100016, 2022.

[91] J. H. Shin, D. Kim, T. Centea, S. R. J. C. P. A. A. S. Nutt, and Manufacturing, "Thermoplastic prepreg with partially polymerized matrix: Material and process development for efficient part manufacturing," vol. 119, pp. 154-164, 2019.

[92] P. Bates and X. J. I. P. P. Zou, "Polymer Melt Impregnation of Glass Roving: Modelling and Experimental," vol. 17, no. 4, pp. 376-386, 2002.

[93] S. I. Ngo, Y.-I. Lim, M.-H. Hahn, J. Jung, Y.-H. J. C. Bang, and C. Engineering, "Multi-scale computational fluid dynamics of impregnation die for thermoplastic carbon fiber prepreg production," vol. 103, pp. 58-68, 2017.

[94] T. Köhler, T. Röding, T. Gries, and G. J. K. E. M. Seide, "An overview of impregnation methods for carbon fibre reinforced thermoplastics," vol. 742, pp. 473-481, 2017.

[95] A. Lutz and T. J. P. A. A. R. Harmia, "Impregnation techniques for fiber bundles or tows," pp. 301-306, 1999.

[96] A. Gibson and J.-A. J. C. m. Månson, "Impregnation technology for thermoplastic matrix composites," vol. 3, no. 4, pp. 223-233, 1992.

[97] X. Gao, Z. Huang, H. Zhou, D. Li, Y. Li, and Y. J. P. C. Wang, "Higher mechanical performances of CF/PEEK composite laminates via reducing interlayer porosity based on the affinity of functional s-PEEK," vol. 40, no. 9, pp. 3749-3757, 2019.

[98] G. Xian, H.-T. Pu, X.-S. Yi, and Y. J. J. o. c. m. Pan, "Parametric optmisation of pin-assisted-melt impregnation of glass fiber/polypropylene by Taguchi method," vol. 40, no. 23, pp. 2087-2097, 2006.

[99] J. Garofalo, D. J. C. P. A. A. S. Walczyk, and Manufacturing, "In situ impregnation of continuous thermoplastic composite prepreg for additive manufacturing and automated fiber placement," vol. 147, p. 106446, 2021.

[100] D. Kaczmarek, D. Walczyk, J. Garofalo, and M. J. J. o. M. P. Sobkowicz-Kline, "An investigation of in situ impregnation for additive manufacturing of thermoplastic composites," vol. 64, pp. 972-981, 2021.

[101] A. P. D. Weustink, "Development of a rapid thermoplastic impregnation device," 2007.

[102] C. Hopmann, E. Wilms, C. Beste, D. Schneider, K. Fischer, and S. J. J. o. T. C. M. Stender, "Investigation of the influence of melt-impregnation parameters on the morphology of thermoplastic UD-tapes and a method for quantifying the same," vol. 34, no. 9, pp. 1299-1312, 2021.

[103] P. Peltonen, K. Lahteenkorva, E. Paakkonen, P. Jarvela, and P. J. J. o. T. C. M. Tormala, "The influence of melt impregnation parameters on the degree of impregnation of a polypropylene/glass fibre prepreg," vol. 5, no. 4, pp. 318-343, 1992.

[104] H. Bijsterbosch and R. J. J. C. M. Gaymans, "Impregnation of glass rovings with a polyamide melt. Part 1: Impregnation bath," vol. 4, no. 2, pp. 85-92, 1993.

[105] R.-g. Wang, F. Yang, L.-f. Hao, G. Du, W.-c. J. J. o. R. P. Jiao, and Composites, "Optimizing processing parameters of pin-assisted-melt impregnation of fiber-reinforced plastics by numerical simulation," vol. 31, no. 11, pp. 731-737, 2012.

[106] T. Czigány, J. J. H. o. T. P. H. Karger-Kocsis, Copolymers, Blends,, and Composites, "Textile Fabric-Reinforced Thermoplastic Polyester Composites: Sections 4–5," pp. 1144-1171, 2002.

[107] P. Nygard and C.-G. J. J. o. T. C. M. Gustafson, "Continuous glass fiber–polypropylene composites made by melt impregnation: Influence of processing method," vol. 17, no. 2, pp. 167-184, 2004.

[108] W. Van De Steene, J. Verstockt, J. Degrieck, K. Ragaert, L. J. P. E. Cardon, and Science, "An evaluation of three different techniques for melt impregnation of glass fiber bundles with polyamide 12," vol. 58, no. 4, pp. 601-608, 2018.

[109] A. C. D.-o. P. S. D. 70.01, "Standard test methods for density and specific gravity (relative density) of plastics by displacement," 1991: American Society for Testing and Materials.

[110] *DIN EN 2559: Aerospace series - Carbon fibre preimpregnates - Determination of the resin and fibre content and the mass of fibre per unit area*, 1997.

[111] *Textile glass fibre preimpregnates. Test method for the determination of the resin and fibre content and mass of fibre per unit area*, 1993.

[112] A. C. D.-o. C. Materials, *Standard test method for tensile properties of polymer matrix composite materials*. ASTM international, 2008.

[113] K. Baynal and İ. J. S. U. J. o. S. Gencel, "Taguchi yönteminin gıda sektöründe çok yanıtlı problemin eniyilemesinde uygulanması," vol. 19, no. 1, pp. 107-121, 2015.

[114] A. J. I. Ü. S. B. D. Erdil, "Deney Tasarımının Ürün ve Süreçlerin Geliştirilmesinde Önemi: Otomobil Endüstrisindeki Bir Fabrikada Uygulaması," no. 24, pp. 527-558, 2020.

[115] D. C. Montgomery, *Introduction to statistical quality control*. John wiley & sons, 2020.

[116] F. Erdemir and M. T. J. P. D. Özkan, "Application of Taguchi Method for Optimization of Design Parameters in Enhancement The Robust of “C” Type Snap-fits," vol. 25, no. 3, pp. 1385-1395, 2022.

[117] Ansys, "Ansys Meshing User's Guide," Ansys, Ed., ed, 2010.

[118] K. Gök and A. J. P. D. Gök, "Östemperleme işleminin CBN kesici takım gerilmeleri üzerindeki etkisinin nümerik simülasyonu," 2019.

[119] A. B. Bas, O. Yilmaz, A. Ibis, M. Dogu, K. Kirkkopru, and F. S. J. J. o. C. M. Guner, "Melt flow properties of graphite nanoplatelets-filled polypropylene," vol. 51, no. 19, pp. 2793-2804, 2017.

[120] G. Shambilova, E. Pavlyuchkova, V. Govorov, I. Gumennyi, A. Taltenov, and A. Y. J. P. S. Malkin, Series A, "Rheology of polysulfone and its solutions," vol. 61, pp. 208-214, 2019.

[121] B. B. Vatandaş *et al.*, "Additive manufacturing of PEEK-based continuous fiber reinforced thermoplastic composites with high mechanical properties," vol. 167, p. 107434, 2023.

[122] M. W. Tham *et al.*, "Tensile properties prediction of natural fibre composites using rule of mixtures: A review," vol. 38, no. 5, pp. 211-248, 2019.

[123] X. Yu, J. Zheng, Y. Chen, C. Fan, W. Song, and Z. J. P. C. Shan, "Melt-impregnation and sizing optimization for the fabrication of high-performance 3D printed continuous carbon fiber-reinforced polyetheretherketone filaments," 2025.

[124] Filameon. (08.05.2025, 08.05.2025). *PP Filament*.

[125] S.-Y. Lee, S.-J. Chun, G.-H. Doh, I.-A. Kang, S. Lee, and K.-H. J. J. o. C. M. Paik, "Influence of chemical modification and filler loading on fundamental properties of bamboo fibers reinforced polypropylene composites," vol. 43, no. 15, pp. 1639-1657, 2009.

[126] H. Tian, S. Zhang, X. Ge, A. J. J. o. T. A. Xiang, and Calorimetry, "Crystallization behaviors and mechanical properties of carbon fiber-reinforced polypropylene composites," vol. 128, pp. 1495-1504, 2017.

[127] S. Houshyar, R. Shanks, and A. J. J. o. a. p. s. Hodzic, "The effect of fiber concentration on mechanical and thermal properties of fiber-reinforced polypropylene composites," vol. 96, no. 6, pp. 2260-2272, 2005.

[128] S. F. Kabir, K. Mathur, and A.-F. M. J. C. S. Seyam, "A critical review on 3D printed continuous fiber-reinforced composites: History, mechanism, materials and properties," vol. 232, p. 111476, 2020.

[129] K. Saeed *et al.*, "Characterization of continuous carbon fibre reinforced 3D printed polymer composites with varying fibre volume fractions," vol. 282, p. 115033, 2022.

[130] P. Nygård, K. Grundke, E. Mäder, C. J. J. o. a. s. Bellmann, and technology, "Wetting kinetics and adhesion strength between polypropylene melt and glass fibre: influence of chemical reactivity and fibre roughness," vol. 16, no. 13, pp. 1781-1808, 2002.

[131] G. S. Ahmed, S. S. H. Quadri, and M. S. J. M. T. P. Mohiuddin, "Optimization of feed and radial force in turning process by using Taguchi design approach," vol. 2, no. 4-5, pp. 3277-3285, 2015.

[132] M. Hikmat, S. Rostam, and Y. M. J. R. i. E. Ahmed, "Investigation of tensile property-based Taguchi method of PLA parts fabricated by FDM 3D printing technology," vol. 11, p. 100264, 2021.

[133] U. Devadiga and P. J. H. Fernandes, "Taguchi analysis for sliding wear characteristics of carbon nanotube-flyash reinforced aluminium nanocomposites," vol. 7, no. 2, 2021.

[134] A. J. J. A.-K. E. J. Haleel, "Optimization drilling parameters of aluminum alloy based on taguchi method," vol. 14, no. 2, pp. 14-21, 2018.

[135] H. Madhusudhana *et al.*, "Analysis of the effect of parameters on fracture toughness of hemp fiber reinforced hybrid composites using the ANOVA method," vol. 13, no. 17, p. 3013, 2021.

[136] A. N. Mustapha *et al.*, "Taguchi and ANOVA analysis for the optimization of the microencapsulation of a volatile phase change material," vol. 11, pp. 667-680, 2021.

[137] A. C. Mitra, M. Jawarkar, T. Soni, and G. J. P. E. Kiranchand, "Implementation of Taguchi method for robust suspension design," vol. 144, pp. 77-84, 2016.

[138] A. Hassan, N. M. Salleh, R. Yahya, M. J. J. o. R. P. Sheikh, and Composites, "Fiber length, thermal, mechanical, and dynamic mechanical properties of injection-molded glass-fiber/polyamide 6, 6: plasticization effect," vol. 30, no. 6, pp. 488-498, 2011.

[139] G. Chabaud, M. Castro, C. Denoual, and A. J. A. M. Le Duigou, "Hygromechanical properties of 3D printed continuous carbon and glass fibre reinforced polyamide composite for outdoor structural applications," vol. 26, pp. 94-105, 2019.

[140] S. J. P. E. Kouda and Science, "Prediction of processability at extrusion coating for low-density polyethylene," vol. 48, no. 6, pp. 1094-1102, 2008.

[141] B. B. Vatandaş, R. Gümrük, A. Uşun, and N. J. O. J. o. N. Yıldız, "The effect of heat treatments applied to continuous fiber reinforced thermoplastic composites on mechanical properties," vol. 7, no. 1, pp. 10-17, 2022.

[142] N. L. Batista, P. Olivier, G. Bernhart, M. C. Rezende, and E. C. J. M. R. Botelho, "Correlation between degree of crystallinity, morphology and mechanical properties of PPS/carbon fiber laminates," vol. 19, no. 1, pp. 195-201, 2016.

[143] H. J. O'Connor and D. P. J. P. C. Dowling, "Low-pressure additive manufacturing of continuous fiber-reinforced polymer composites," vol. 40, no. 11, pp. 4329-4339, 2019.

[144] B. Akhoundi, A. H. Behravesh, and A. J. P. o. t. I. o. M. E. Bagheri Saed, Part B: Journal of Engineering Manufacture, "An innovative design approach in three-dimensional printing of continuous fiber–reinforced thermoplastic composites via fused deposition modeling process: in-melt simultaneous impregnation," vol. 234, no. 1-2, pp. 243-259, 2020.

[145] J. Wang *et al.*, "Kinetic and thermodynamics analysis of water absorption in unidirectional fiber reinforced composites by polyethersulphone and polyphenylence sulfide," vol. 377, no. 1-3, pp. 330-335, 2011.

EK-A
ÜRETİM KODLARI

Tablo A1.1 CFR-CF PP filaman üretim kodları

Numune Kodu	Emprenye Kalıbı Sıcaklığı(°C)	Yayıcı Pim Konumu	Çekici Hızı (m/dk)
PP-CF-210-3-1	210	3	1
PP-CF-210-3-2			2
PP-CF-210-3-3			3
PP-CF-220-3-1	220	3	1
PP-CF-220-3-2			2
PP-CF-220-3-3			3
PP-CF-230-3-1	230	3	1
PP-CF-230-3-2			2
PP-CF-230-3-3			3
PP-CF-210-4-1	210	4	1
PP-CF-210-4-2			2
PP-CF-210-4-3			3
PP-CF-220-4-1	220	4	1
PP-CF-220-4-2			2
PP-CF-220-4-3			3
PP-CF-230-4-1	230	4	1
PP-CF-230-4-2			2
PP-CF-230-4-3			3
PP-CF-210-5-1	210	5	1
PP-CF-210-5-2			2
PP-CF-210-5-3			3
PP-CF-220-5-1	220	5	1
PP-CF-220-5-2			2
PP-CF-220-5-3			3
PP-CF-230-5-1	230	5	1
PP-CF-230-5-2			2
PP-CF-230-5-3			3

Tablo A1.2 CFR-GF PP filamanların üretim kodları

Numune Kodu	Emprenye Kalıbı Sıcaklığı(°C)	Yayıcı Pim Konumu	Çekici Hızı (m/dk)
PP-GF-210-3-1	210	3	1
PP-GF-210-3-2			2
PP-GF-210-3-3			3
PP-GF-220-3-1	220	3	1
PP-GF-220-3-2			2
PP-GF-220-3-3			3
PP-GF-230-3-1	230	3	1
PP-GF-230-3-2			2
PP-GF-230-3-3			3
PP-GF-210-4-1	210	4	1
PP-GF-210-4-2			2
PP-GF-210-4-3			3
PP-GF-220-4-1	220	4	1
PP-GF-220-4-2			2
PP-GF-220-4-3			3
PP-GF-230-4-1	230	4	1
PP-GF-230-4-2			2
PP-GF-230-4-3			3
PP-GF-210-5-1	210	5	1
PP-GF-210-5-2			2
PP-GF-210-5-3			3
PP-GF-220-5-1	220	5	1
PP-GF-220-5-2			2
PP-GF-220-5-3			3
PP-GF-230-5-1	230	5	1
PP-GF-230-5-2			2
PP-GF-230-5-3			3

Tablo A1.3 CFR-CF PPS filamanların üretim kodları

Numune Kodu	Emprenye Kalıbı Sıcaklığı (°C)	Yayıcı Pim Konumu	Çekiş Hızı (m/dk)
PPS-CF-350-3-1	350	3	1
PPS-CF-350-4-1		4	
PPS-CF-350-5-1		5	

TEZDEN ÜRETİLMİŞ YAYINLAR

Konferans Bildirileri

1. Sidim, G., Dogu, M., and Ozbek, B., "Manufacturing and Characterization of Continuous Glass Fiber Filament For Additive Manufacturing Applications" 2nd International Congress on Engineering and Sciences, 16-17 December 2023, Guven Plus Group Inc.,Istanbul, Turkiye, pp. 729.

Makaleler

1. Sidim, G., Dogu, M., and Ozbek, B., "Manufacturing and characterization of continuous carbon fiber reinforced polyphenylene sulfide filaments via melt impregnation method," *Polymer Composites*, pp. 749-760, August 2024. doi:10.1002/pc.29021

Projeler

1. "Polimer Matrisli İleri Kompozit Malzemeler ve Üretim Teknolojilerinin Geliştirilmesi Alanında Doktoralı Personelin Disiplinler Arası Yetiştirilmesi" TÜBİTAK, BİDEB-2244 Üniversite-Sanayi İşbirliği Modeli kapsamında Yıldız Teknik Üniversitesi - Mir Araştırma ve Geliştirme A.Ş. iş birliğinde 118C073 Nolu Proje, Proje Başlangıç/Bitiş Tarihleri: 15.02.2019 - 15.02.2026.

2. Katmanlı İmalat Teknolojilerine Yönelik Özellikleri İyileştirilmiş Fitil/Filaman Geliştirilmesi, Doktora Araştırma Projesi, Yıldız Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi, FDK-2022-5175.