



**BİLECİK ŞEYH EDEBALI ÜNİVERSİTESİ
BİLİMSEL ARAŞTIRMA PROJESİ
SONUÇ RAPORU**

**PROJE ADI
HİBRİD SOL-JEL SOLÜSYONUNUN UV KÜRELENDİRME
METODU İLE POLİSTİREN YÜZEYE KAPLANMASI VE
KAPLAMANIN YÜZEY ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİSİNİN
İNCELENMESİ**

PROJE NO: 2017-02.BŞEÜ.11-02

PROJE YÜRÜTÜCÜSÜ: Öğr.Grv. Dr. Şenay BALBAY

ARAŞTIRMACILAR: Prof.Dr. Çağlayan AÇIKGÖZ

BAŞLAMA TARİHİ :15.03.2018

BİTİŞ TARİHİ : 15.03.2019

**BİLECİK ŞEYH EDEBALI ÜNİVERSİTESİ
BİLECİK, 2018**

1.GİRİŞ

Bu proje çalışmasında ülke ekonomisine olumlu katkı sağlaması için polistiren (PS) yüzeyi üzerine UV kürlendirme metodu ile farklı inorganik bileşikler ve Tetrahidrofuran (THF) organik bileşiği ile hazırlanmış hibrit sol-jel kaplama yapılarak PS'nin kullanım ömrünün arttırılması amaçlanmıştır.

Günümüzde plastik malzemeler, otomotiv, bina, beyaz eşya ve ev aletleri endüstrisi tarafından benzer şekilde yaygın olarak kullanılmaktadır ve son yıllarda sürekli büyümeye devam etmektedir. İnşaat uygulamalarında plastiklerin kullanımı gelişmekte olan ülkelerde düşük maliyet ve geleneksel metal, cam, harç, odun gibi diğer malzemelerle karşılaştırıldığında plastikler, kullanım kolaylığı nedeniyle popülerdir. Polimer kullanmanın dezavantajlarından biri, yüksek sıcaklık koşullarında veya dış mekan uygulamalarında kullanıldıklarında bozunmasıdır. Dış ortam uygulamalarında polimerler kullanıldığında çevre ve kullanım ömrünü olumsuz olarak etkiler. Polimerin parçalanmasına, ısı (termal bozunma), ışık (fotobozunma), iyonlaştırıcı radyasyon (radyobozunma), mekanik bozunma veya mantarların, bakterilerin, mayaların, alglerin ve bunların enzimleri (biyolojik bozunma) neden olabilir.

Modern plastik endüstrisinden en önemli malzemelerden biri olan polistiren (PS), mükemmel fiziksel özellikleri ve düşük maliyeti nedeniyle tüm dünyada kullanılmaktadır. Polistiren atmosfer ortamında UV ışığına maruz bırakıldığında, hızlı bir sararma ve kademeli bir zayıflama meydana gelir.

Yüksek sıcaklıklara hassas plastikler (PMMA, PET, PS,..), 100 °C'nin altında kürlendiğinden UV kürlenme sistemleri ile kaplandığı belirtilmektedir. UV kürlenme teknolojisi, bir oligomer, bir monomer ve bir foto-başlatıcıdan oluşan kaplama bileşenlerini temel alır. UV ışımaya metodu ile kürlenme, vinil, epoksi ve akrilat grupları gibi fotopolimerize olabilen organik işlevleri taşıyan hibrid sol-jel prosesi kaplamalarının çalışıldığı rapor edilmiştir.

Genel olarak sol-jel sürecinde sistem sıvı fazdan(sol) katı faza (jel) geçiş yapar. Bu süreçte ana malzeme bir seri hidroliz ve polimerizasyon tepkimeleri ile 'sol'e dönüşür. Devam eden süreç sonunda da jel meydana gelir. Organik-inorganik nano-kompozitler, sol-jel tekniği ile çapraz bağlı inorganik yapının organik yapıya genellikle kovalent bağlarla bağlanmasıyla sentezlenmektedirler. Böylece organik ve anorganik hibrit malzemeler; organik polimerlerin esneklik, düşük yoğunluk gibi özellikleri ile anorganik malzemelerin çizilme dayanımı, sertlik ve termal kararlılık özelliklerini bir araya toplamaktadır. Sol-jel metodu ile alkoksili silanlardan hazırlanan kaplamaların metal ve plastik üzerine uygulamalarının çok başarılı olduğu; korozyon, aşınma ve çizilmeyi önlediği ve bu nedenle diğer tekniklerin yerine geçtiği bilinmektedir.

Hibrid malzemeler cam, metal, polimer gibi birçok yüzeye koruyucu kaplama malzemesi olarak hidrofobik, hidrofilik ve oleofobik kaplamalarda; inşaat sektöründe cam üzerine yapılan kaplamalarda; paketleme endüstrisinde koku ve gazlar için bariyer tabakası yapımında; dekoratif amaçlı olarak cam yüzeyine renkli kaplamalarda; otomotiv sektöründe korozyon önleyici kaplamalarda; kontak lenslerde, membranlarda, elyaf yapımında, yüksek

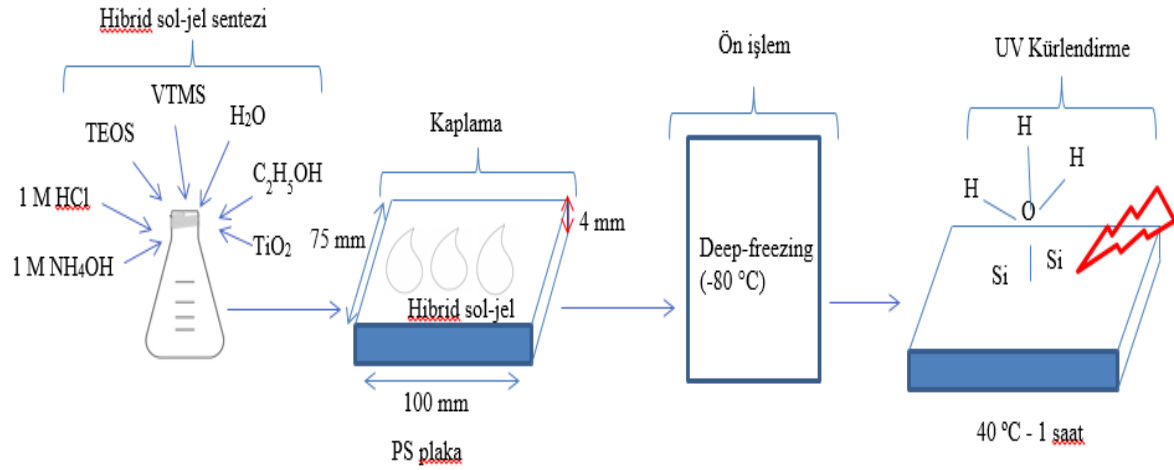
darbe direncine sahip yanma geciktirici ormocer kompozitlerde ve laminasyonda olmak üzere birçok alanda kullanılmaktadır.

Sol-jel, organik-inorganik hibrit esaslı kaplama malzemelerin hazırlanmasında yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. Organik-inorganik hibrit malzemeler, organik polimerlerin; esneklik, darbe direnci gibi avantajlarını, inorganik malzemenin; yüksek mekanik dayanıklılık, kimyasal direnç, termal kararlılık, optik özellikler gibi avantajları birleştirir. Sol-jel yöntemiyle elde edilen hibrit malzemelerin UV ışınlarıyla sertleştirilmesiyle elde edilen kaplamalar düşük maliyet, hızlı sertleşme, düşük viskozite ve uzun raf ömrüne sahiptir. UV ile sertleşebilen hibrit kaplamalar çevreye karşı duyarlı, iyi yapışma, sertlik, iyi mekanik ve kimyasal özelliklere sahiptir.

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Deneysel çalışmalarda 75×100× 4 mm ebatlarında polistiren plakalar kullanılmıştır. PS plakalar kaplama yapılmadan önce metilalkol ile temizlenmiştir. Hibrid sol-jel TEOS (tetraethylorthosilicate), VTMS(vinyltrimethoxysilane), çözücü olarak ethanol, hidroliz için saf su, katalizör olarak 1 M HCl, jelleştirici olarak 1 M NH₄OH ve UV kürlendirici olarak TiO₂ kimyasal maddeleri ile hazırlanmıştır. Hazırlanan karışım etüvde 3 saat 65 °C'de hidroliz edilmiştir ve 3 gün 40 °C'de jelleştirilmiştir. Hazırlanan bu hibrid sol-jel PS plakalar yüzeyine bir aplikatör yardımıyla kaplanmıştır. Kaplanan plakalara 24 saat -80 °C'de ön işlem yapılmıştır. Daha sonra kaplanan plakalar ATLAS UV test cihazında ((Osram, 300W) 1.55 W/m²/nm ışımaya, λ_{max} =340 nm, yüksek basınçlı civa UV lambası) 1 saat 40 °C'de sertleştirilmiştir. Kaplanan plakalara 26 saat sararma testi uygulanmıştır.

Deneysel çalışmalar atmosferik ortamda Şekil.1'de gösterildiği gibi farklı inorganik maddeler (Borik asit, Zirkonyum oksit, Gümüş nitrat, Antimon klorür, Fosfor pentaoksit, Çinko oksit, Alüminyum oksit, Kalay oksit) ve tetrahidrofuran (THF- C₄H₈O) organik maddesi ile hibrid sol-jel sentezlenmiştir. Sentezlenen hibrid sol jeller PS plakalar yüzeyine UV kürlendirme metoduyla kaplanmıştır. Kaplanan plakaların renk kontrolü, parlaklık ölçümü, FT-IR ve sertlik analizleri yapılmıştır. SEM(SEM-ZEISS Supra 40 VP) ve FT-IR (Perkin Elmer Spectrum 100 model FTIR spektrometre) analizleri Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarında (MARAL) gerçekleştirilmiştir. Renk (CM-2600d. Konica Minolta Optics Inc. Japan) ve parlaklık(Multi Gloss 268 Plus. Konica Minolta Optics Inc. Japan ölçümleri Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Meslek Yüksekokulu Metalurji ve Malzeme mühendisliğinde gerçekleştirilmiştir. Sertlik ölçümleri Tronic marka Hildebrand Shore D sertlik ölçüm cihazında yapılmıştır. TGA (TGA, SetaramLabsysevo model) analizleri Celal Bayar Üniversitesi Deneysel Fen Bilimleri Uygulama ve Araştırma Merkezinde (DEFAM) yapılmıştır. Selçuk Üniversitesi İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezinde AFM(AEP- Nanomap - 500LS) ve temas açısı(KSV CAM 200) analizleri gerçekleştirilmiştir.



Şekil .1 Deneysel akış diyagramı

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

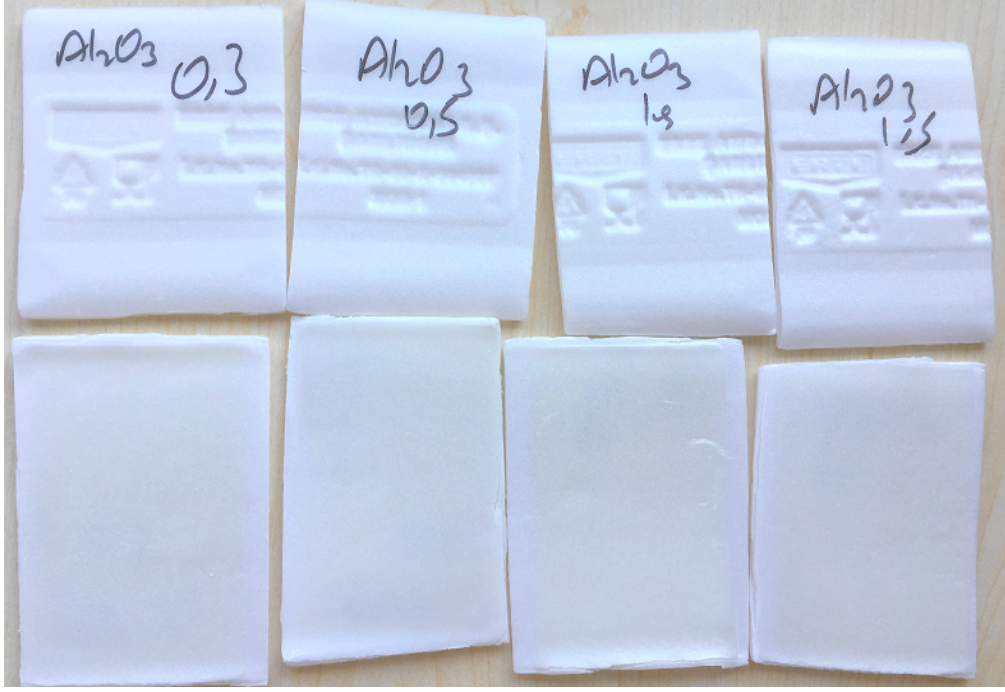
3.1. Kaplanmış Plakaların Görünümleri

Polistiren yüzeyi üzerine UV kürlendirme metodu ile kalay oksit inorganik bileşiği kullanılarak hazırlanan hibrit sol-jel kaplamanın sararma testi sonrası görünümü Şekil 2’de verilmiştir.



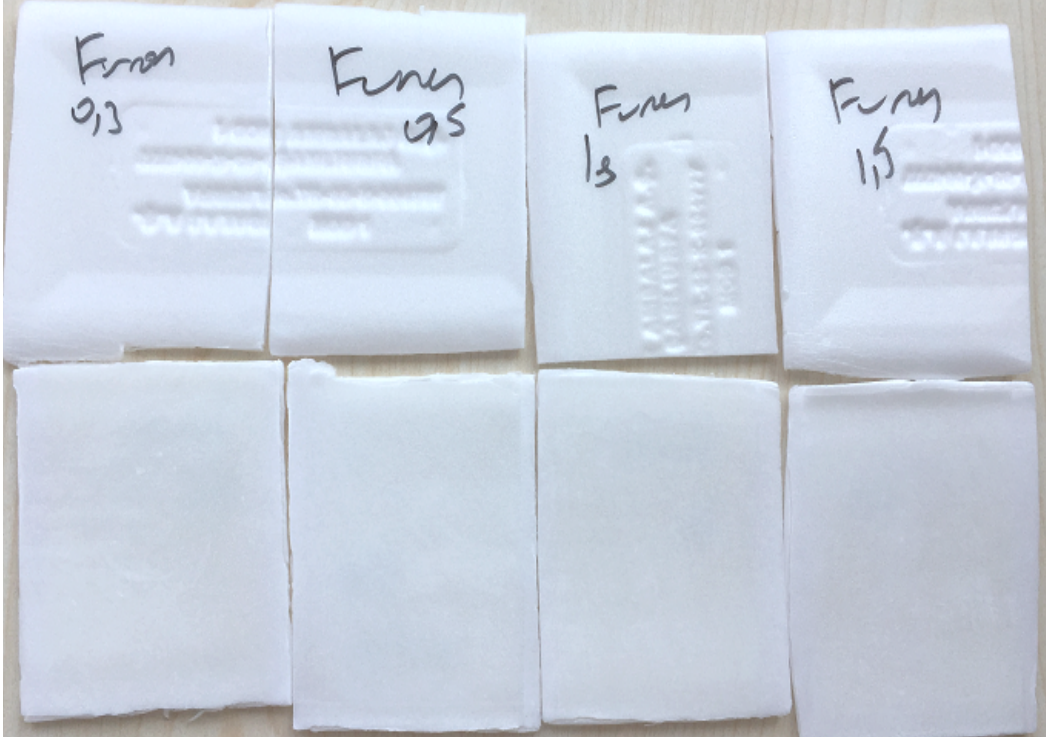
Şekil.2 Kalay oksit kaplanmış PS plakaların görünümleri

Polistiren yüzeyi üzerine UV kürlendirme metodu ile alüminyum oksit inorganik bileşiği kullanılarak hazırlanan hibrit sol-jel kaplamanın sararma testi sonrası görünümü Şekil 3’de verilmiştir.



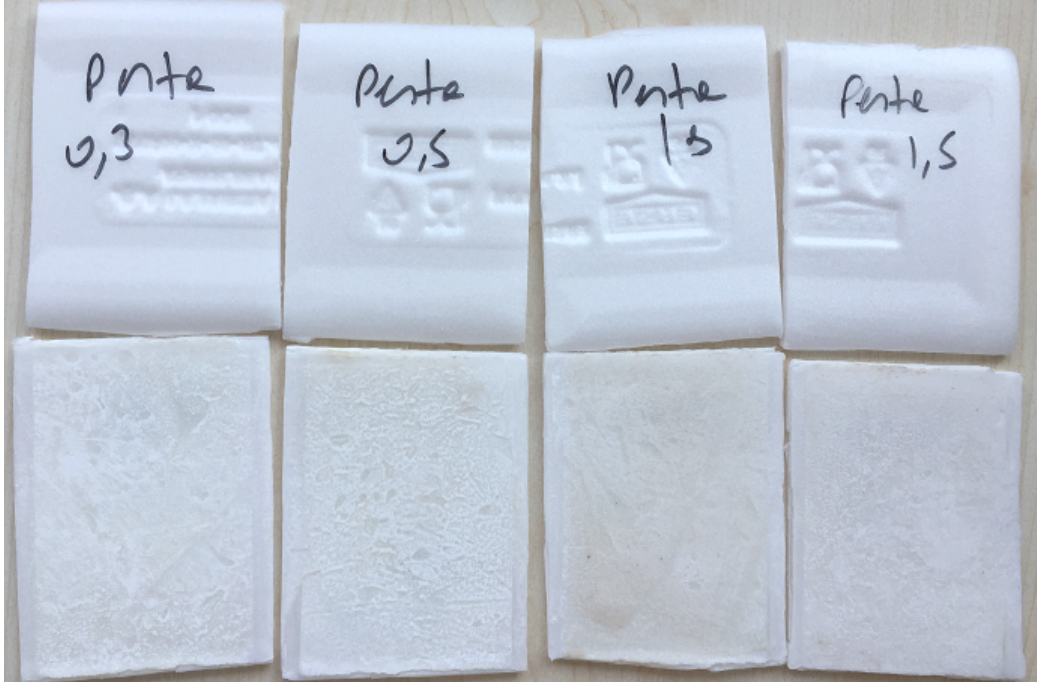
Şekil.3 Alüminyum oksit kaplanmış PS plakaların görünümleri

Polistiren yüzeyi üzerine UV kürlendirme metodu ile Tetrahidrofuran bileşiği kullanılarak hazırlanan hibrit sol-jel kaplamanın sararma testi sonrası görünümü Şekil 4'de verilmiştir.



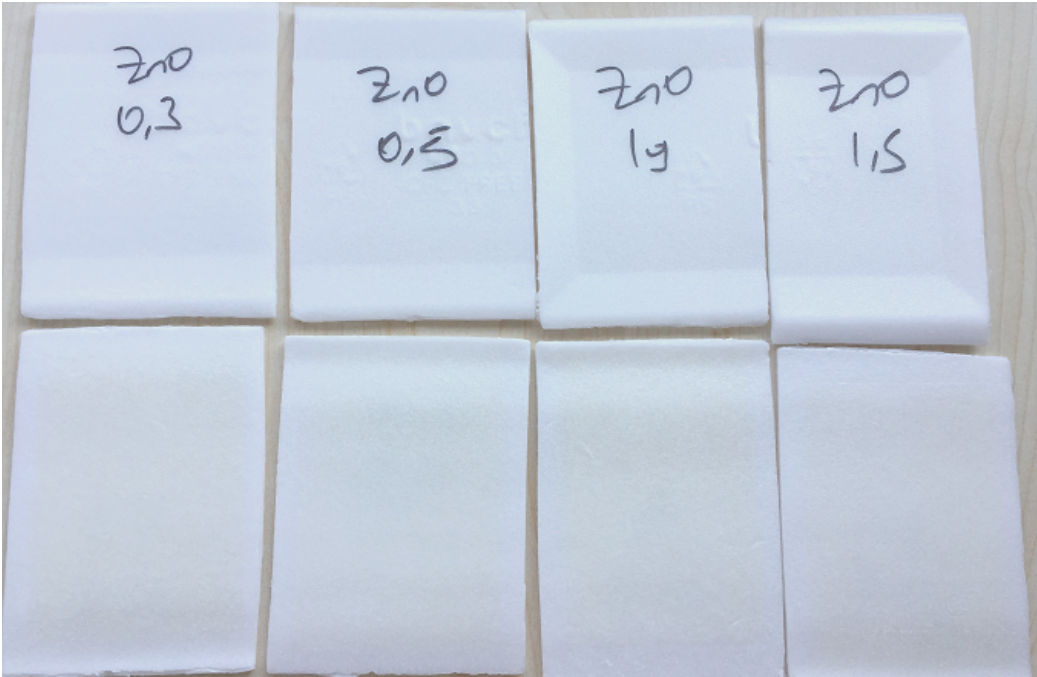
Şekil.4 Tetrahidrofuran kaplanmış PS plakaların görünümleri

Polistiren yüzeyi üzerine UV kürlendirme metodu ile Fosfor pentaoksit bileşiği kullanılarak hazırlanan hibrit sol-jel kaplamanın sararma testi sonrası görünümü Şekil 5'de verilmiştir ve UV kürlendirme işlemi sonrası heterojen bir kaplama yüzeyi elde edilmiştir.



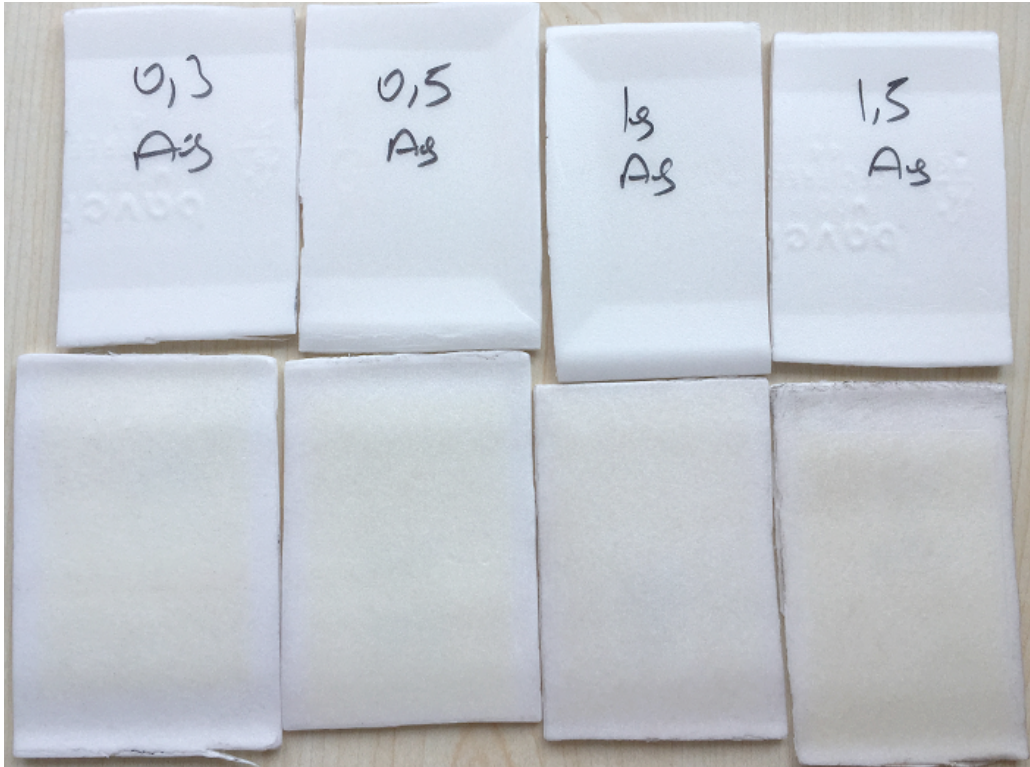
Şekil.5 Fosfor pentaoksit kaplanmış PS plakaların görünümü

Polistiren yüzeyi üzerine UV kürlendirme metodu ile çinko oksit inorganik bileşiği kullanılarak hazırlanan hibrit sol-jel kaplamanın sararma testi sonrası görünümü Şekil 6'da verilmiştir.



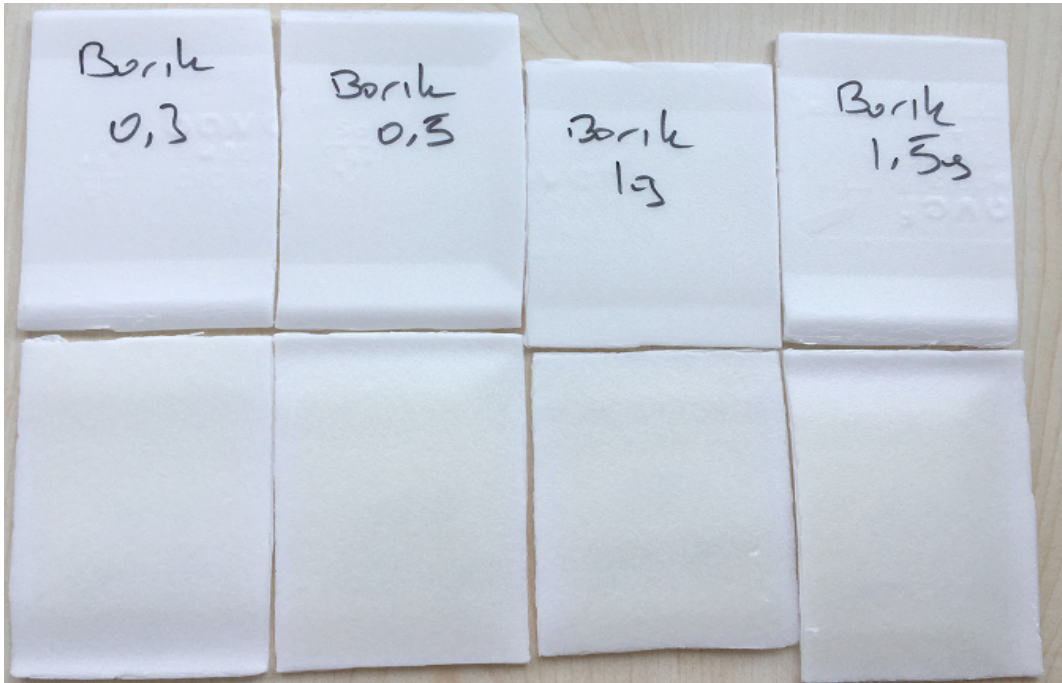
Şekil.6 Çinko oksit kaplanmış PS plakaların görünümü

Polistiren yüzeyi üzerine UV kürlendirme metodu ile gümüş nitrat inorganik bileşiği kullanılarak hazırlanan hibrit sol-jel kaplamanın sararma testi sonrası görünümü Şekil 7'de verilmiştir.



Şekil.7 Gümüş nitrat kaplanmış PS plakaların görünümleri

Polistiren yüzeyi üzerine UV kürlendirme metodu ile borik asit inorganik bileşiği kullanılarak hazırlanan hibrit sol-jel kaplamanın sararma testi sonrası görünümü Şekil 8'de verilmiştir.



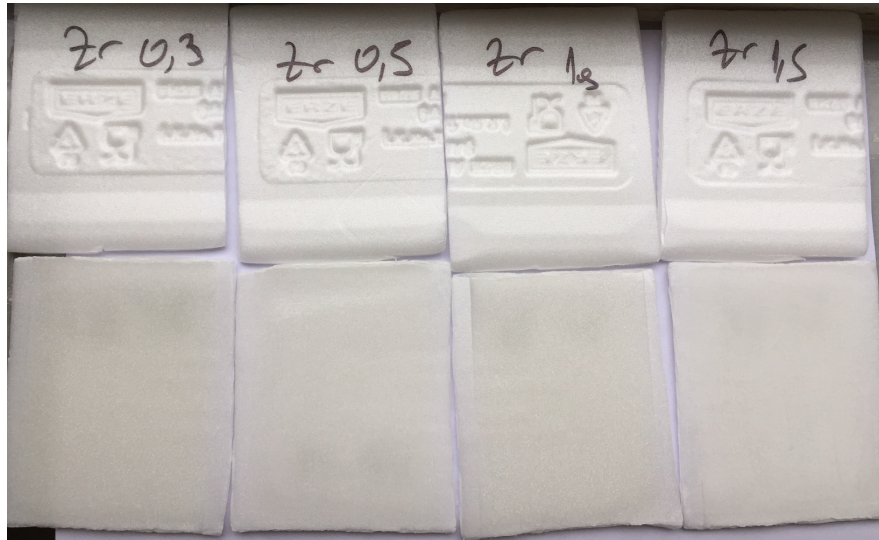
Şekil.8 Borik asit kaplanmış PS plakaların görünümleri

Polistiren yüzeyi üzerine UV kürlendirme metodu ile antimon klorür inorganik bileşiği kullanılarak hazırlanan hibrit sol-jel kaplamanın sararma testi sonrası görünümü Şekil 9'da verilmiştir ve 1,5 g antimon klorür bileşiği için UV kürlendirme işlemi sonrası heterojen bir kaplama yüzeyi elde edilmiştir.



Şekil.9 Antimon klorür kaplanmış PS plakaların görünümleri

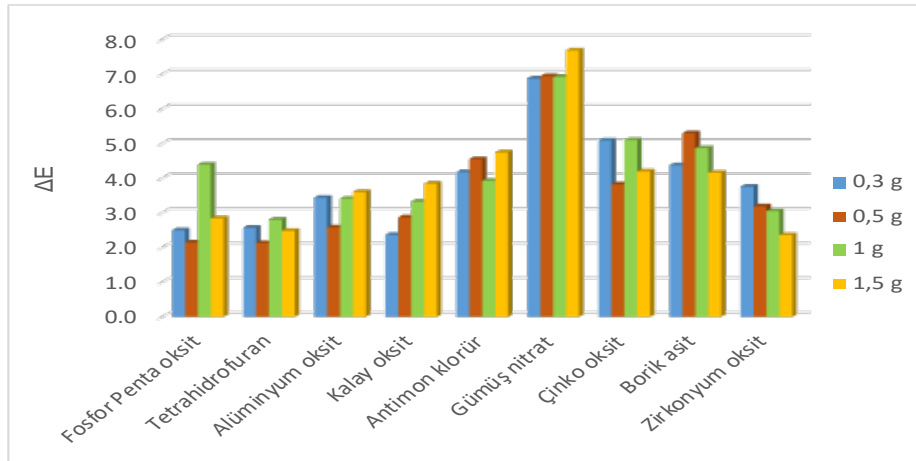
Polistiren yüzeyi üzerine UV kürlendirme metodu ile zirkonyum oksit inorganik bileşiği kullanılarak hazırlanan hibrit sol-jel kaplamanın sararma testi sonrası görünümü Şekil 10'da verilmiştir.



Şekil.10 Zirkonyum oksit kaplanmış PS plakaların görünümleri

3.2. Renk Kontrolü

Farklı inorganik maddeler kullanılarak sentezlenmiş hibrid sol-jeller ile kaplanmış PS plakaların sararma testi sonrası ΔE renk farklılıkları $\Delta E = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2}$ ($\Delta L^*=L_{ref}-L_{coated}$, $\Delta a^*=a_{ref}-a_{coated}$, $\Delta b^*=b_{ref}-b_{coated}$ (ref: orijinal numune and coated: kaplanmış numune)) formülü kullanılarak hesaplanmıştır. Renk düzleminde L parametresi renk açıklığıdır (siyah için L = 0 ve beyaz için L = 100), a yeşil (-) / kırmızı (+) eksen ve b mavi (-) / sarıdır (+) eksenidir. İki renk arasındaki farkın (veya uzaklığın) ölçümünü veren $\Delta E=0$ ise renk farkı yok, $\Delta E \leq 1$ çok küçük, $\Delta E \leq 2$ küçük, $\Delta E \leq 3$ orta, $\Delta E \leq 4$ büyük ve $\Delta E \leq 5$ ise çok büyüktür. Orijinal numune ve sararma testi yapılmış kaplama numunesi arasındaki renk yakınlık miktarını veren ΔE değerinin en düşük olduğu kaplamalar tetrahidrofuran, alüminyum oksit, kalay oksit ve zirkonyum oksit bileşiklerinin kullanıldığı kaplamalardır. Bu bileşiklerin kullandığı kaplamaların inorganik ve organik bileşik miktarları kendi içinde değerlendirildiğinde en uygun miktarların tetrahidrofuran için 0,5 g; alüminyum oksit için 0,5g; zirkonyum oksit için 1,5 g ve kalay oksit için 0,3 g olduğu belirlenmiştir (Şekil.10). Orijinal sararmış PS plakasının ΔE değeri 3.56'dır. Kaplanmış plakaların sararma testi sonrası sadece 0.5 g C₄H₈O kaplamasında ΔE değeri 2.13 ve diğer kaplamalar için ΔE değeri >2.5 olarak hesaplanmıştır.



Şekil.10 Farklı inorganik maddeler ve THF organik madde kullanılarak sentezlenmiş hibrid sol-jeller ile kaplanmış PS plakaların sararma testi sonrası ΔE renk farklılıkları

3.3. Parlaklık Ölçümü

Çok sayıda farklı endüstri (boya, plastik, metal, kağıt, seramik, mobilya, tekstil vb.) ISO2813 ve ASTM D523 standartlarında belirtilen 20/60/85° geometrilere göre Parlaklık ölçümlerini kullanırlar. Orta parlaklık seviyesine sahip ürün ve numuneler için 60° açısında ölçümler gerçekleştirilir. Orijinal PS plakalar ile farklı inorganik maddeler kullanılarak sentezlenmiş hibrid sol-jeller ile kaplanmış ve sararma testi yapılmış PS plakalarının parlaklık farkları Tablo.1'de verilmiştir. Genel olarak 0,3;0,5;1,0;1,5 g miktarlarında sentezlenmiş hibrid sol-jeller ile kaplanmış PS plakaların sararma testi sonrası parlaklık değerleri artmıştır.

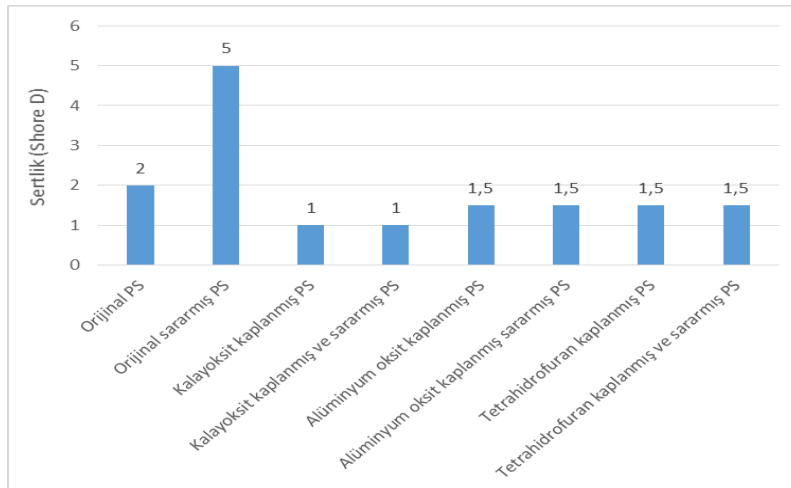
Tablo.1 Orijinal PS plakalar ile farklı inorganik maddeler ve THF organik maddesi kullanılarak sentezlenmiş hibrid sol-jeller ile kaplanmış ve sararma testi yapılmış PS plakalarının parlaklık farkları

	0,3g	0,5g	1g	1,5g
Fosfor pentaoksit (GU)	-19,36	-15,66	-21,14	-18,2
Tetrahidrofuran (GU)	-4,36	-1,72	-7,1	1,9
Alüminyum oksit (GU)	4,64	0,8	6,54	1,18
Kalay oksit (GU)	-0,36	3,16	4,64	6,68
Antimon klorür (GU)	-3,68	-3,86	-4,86	-6,425
Gümüş nitrat (GU)	-3,94	-3,5	-4,36	-4,26
Çinko oksit (GU)	-3,4	-4,3	-3,48	-4
Borik asit (GU)	-2,8	-1,32	-2,6	-3,3
Zirkonyum oksit (GU)	10,4	-6,84	5,7	-11,86

Farklı inorganik maddeler kullanılarak sentezlenmiş hibrid sol-jeller ile kaplanmış PS plakaların sararma testi sonrası plakaların renk ölçümlerine göre en iyi sonuçlar 0,5 g tetrahidrofuran, 0,5 g alüminyum hidroksit, 0,3 g kalayoksit hibrit sol jel kaplamalarında elde edildiğinden dolayı bu numunelere sertlik ölçümü, FT-IR, SEM analizleri yapılmıştır. TGA, AFM ve temas açısı analizleri için bu cihazlar üniversitemizde bulunmadığından dolayı proje bütçesi gereği bu analizler sadece 0,5 g tetrahidrofuran plakasına uygulanmıştır.

3.4. Sertlik ölçümü

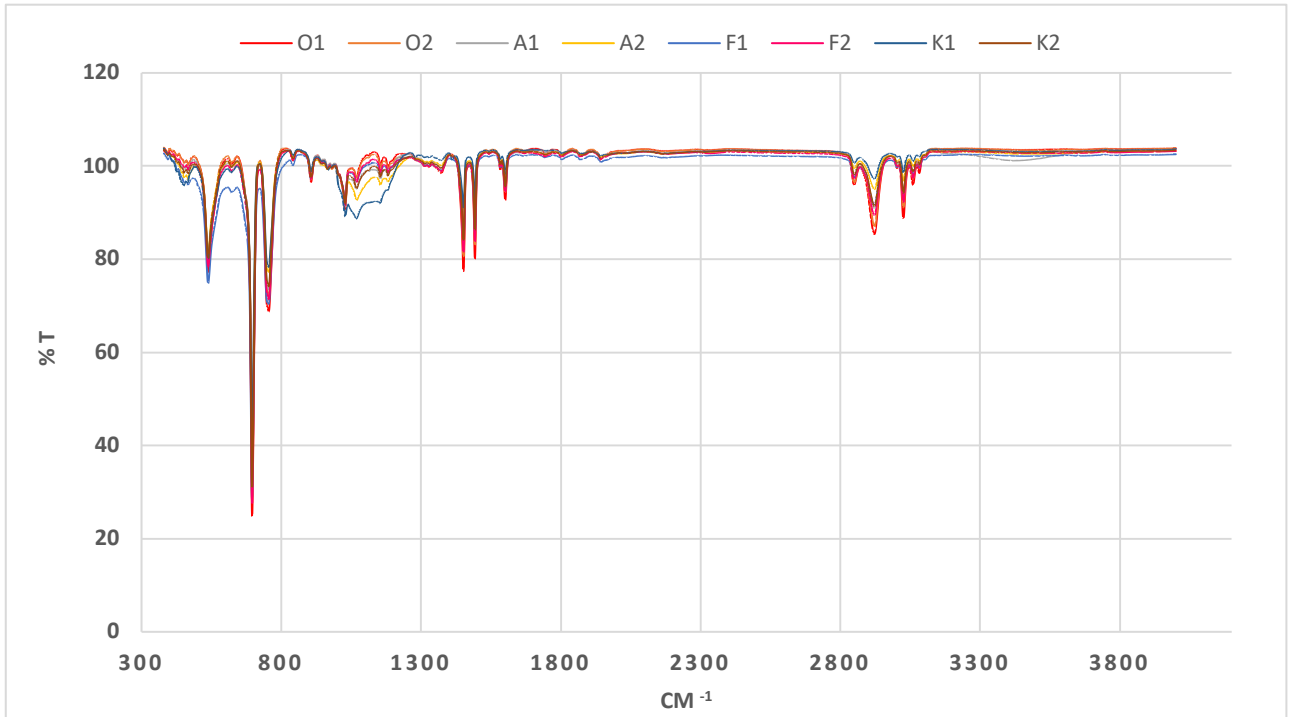
Al_2O_3 , SnO_2 ve C_4H_8O kullanılarak sentezlenmiş hibrid sol-jeller ile kaplanmış numuneler ve orijinal PS numunelerin sararma testi öncesi ve sonrası sertlik ölçüm sonuçları karşılaştırılmıştır (Şekil 11). Orijinal PS'nin sertliği 2 shore D'dir. Sararma testi sonrası aynı numunenin sertliği 5 shore D olarak belirlenmiştir. Al_2O_3 ve C_4H_8O kimyasal maddeleri kullanılarak kaplanmış sararma testi uygulanmış ve uygulanmamış numunelerin sertlik değerleri 1,5 Shore D, SnO_2 numuneleri için sertlik değeri 1 Shore D'dir. Kaplama işlemi sonrası numunelerin sertlik değerleri azalmıştır.



Şekil. 11 Orijinal PS plakalar ile kalayoksit, alüminyum oksit ve tetrahidrofuran kimyasal maddeleri kullanılarak sentezlenmiş hibrid sol-jeller ile kaplanmış ve sararma testi yapılmış PS plakalarının sertlik karşılaştırmaları

3.5. FT-IR Analizleri

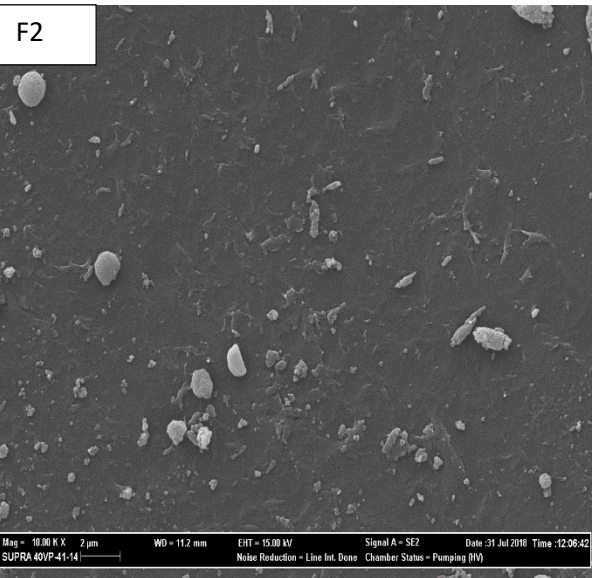
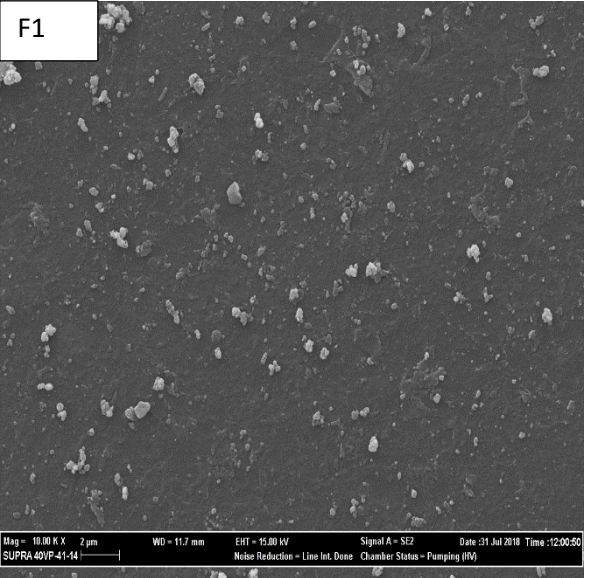
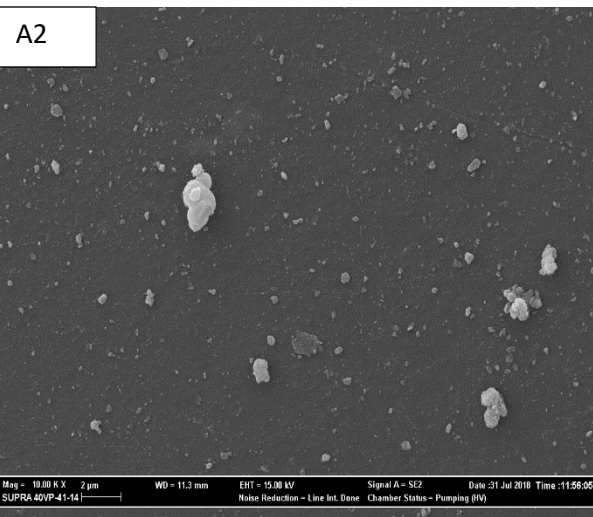
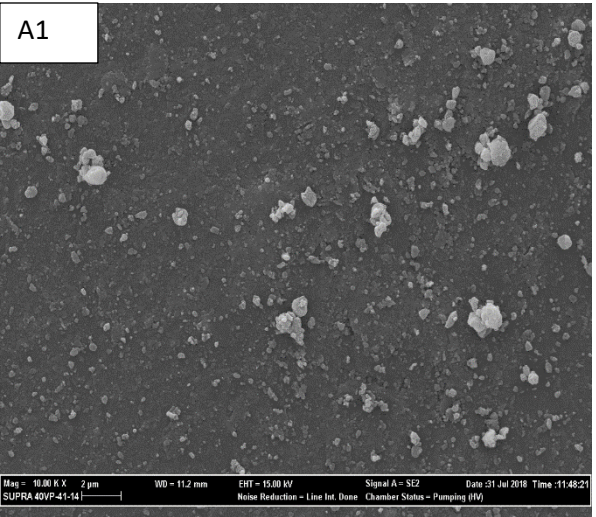
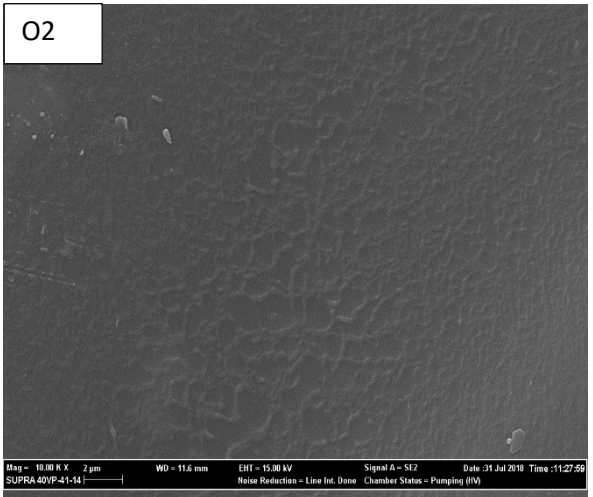
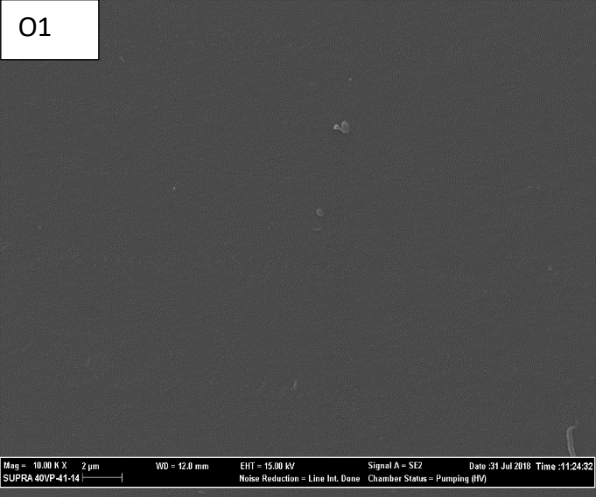
Farklı kimyasal maddeler kullanılarak sentezlenmiş hibrid sol-jeller ile kaplanmış PS plakaların sararma testi sonrası plakaların parlaklık ve renk ölçümlerine göre en iyi sonuçların elde edildiği kalayoksit, alüminyum oksit ve tetrahidrofuran kimyasal maddeleriyle sentezlenmiş hibrid sol-jeller ile kaplanmış numunelerin ve orijinal PS numunelerinin sararma testi öncesi ve sonrası FT-IR spektrum analiz sonuçları karşılaştırılmıştır (Şekil.12). THF ve SnO₂ kimyasal maddeleri kullanılarak hazırlanmış UV kürlendirilmiş hibrid sol-jeli kaplamalarında hibrit silika bağlarının kendiliğinden oluşarak çapraz bağlandığı FT-IR analizleri ile belirlenmiştir. Ayrıca PS plakalarının hem kaplama hemde kaplama ve sararma işlemlerinden sonra orijinal PS plakalarına göre intensitelerinin azaldığı görülmüştür.

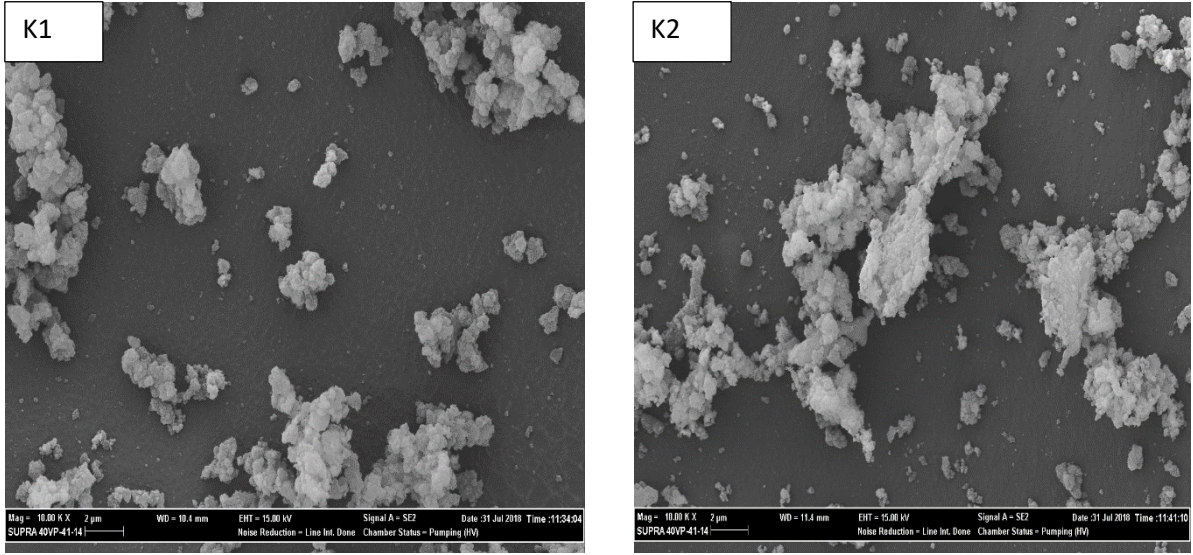


Şekil. 12 Orijinal PS plakalar ile kalayoksit, alüminyum oksit ve tetrahidrofuran kimyasal maddeleri kullanılarak sentezlenmiş hibrid sol-jeller ile kaplanmış numunelerin sararma testi öncesi ve sonrası FT-IR spektrumları (O1:orijinal PS, O2: sararmış PS, A1:Al₂O₃ kaplanmış PS, A2: sararmış Al₂O₃ kaplanmış PS, F1: tetrahidrofuran kaplanmış PS, F2: sararmış tetrahidrofuran kaplanmış PS, K1: SnO₂ kaplanmış PS, K2: sararmış SnO₂ kaplanmış PS)

3.6. SEM analizleri

Farklı kimyasal maddeler kullanılarak sentezlenmiş hibrid sol-jeller ile kaplanmış PS plakaların sararma testi sonrası plakaların parlaklık ve renk ölçümlerine göre en iyi sonuçların elde edildiği kalayoksit, alüminyum oksit ve tetrahidrofuran kimyasal maddeleriyle sentezlenmiş hibrid sol-jeller ile kaplanmış numunelerin ve orijinal PS numunelerinin sararma testi öncesi ve sonrası SEM analiz sonuçları karşılaştırılmıştır (Şekil.13). C₄H₈O hibrid sol-jeller ile kaplanmış ve hem sararma testi uygulanmış hemde uygulanmamış sol jel kaplı PS plaka yüzeyinin SEM analizlerinde heterojen bir yüzeye sahip olduğu gözlenmiştir. Çünkü titanyum alkoksitlerin genellikle silikon öncüllerinden daha fazla hidroliz reaktivitesine sahip olduğundan dolayı geleneksel sol jel prosesinin silika ağında TiO₂ aglomeratlar oluşmuştur.

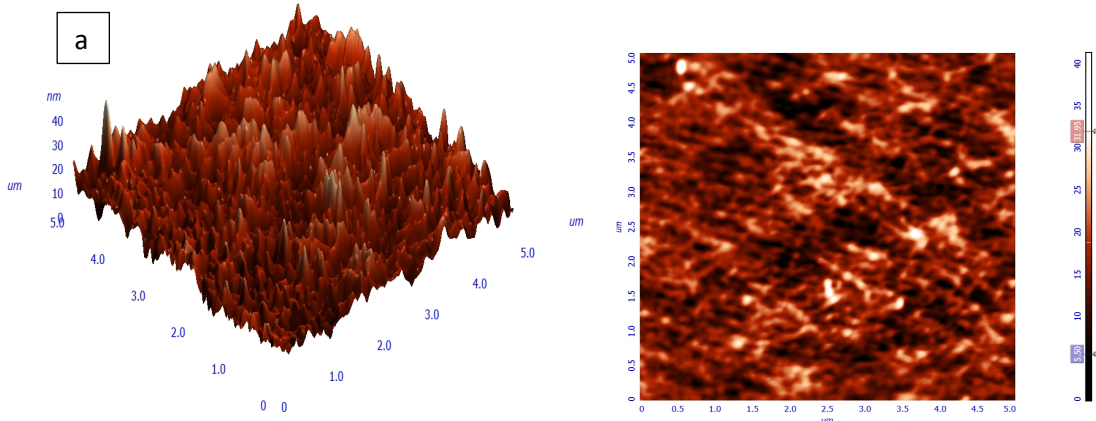


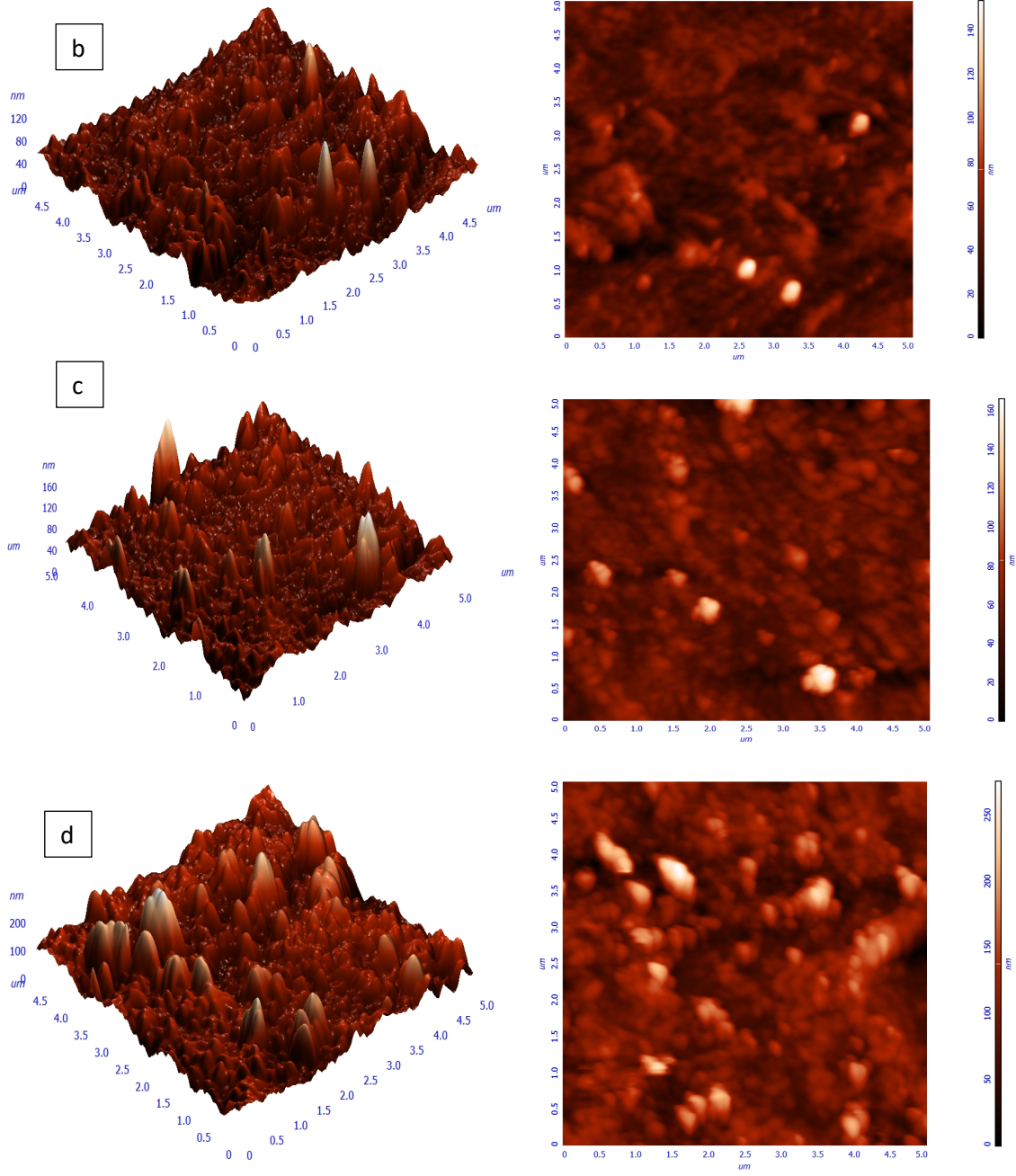


Şekil. 13 Orijinal PS plakalar ile kalayoksit, alüminyum oksit ve tetrahidrofuran kimyasal maddeleri kullanılarak sentezlenmiş hibrid sol-jeller ile kaplanmış numunelerin sararma testi öncesi ve sonrası SEM görüntüleri (10.000 büyütme)(O1:orijinal PS, O2: sararmış PS, A1:Al₂O₃ kaplanmış PS, A2: sararmış Al₂O₃ kaplanmış PS, F1: tetrahidrofuran kaplanmış PS, F2: sararmış tetrahidrofuran kaplanmış PS, K1: SnO₂ kaplanmış PS, K2: sararmış SnO₂ kaplanmış PS)

3.7 AFM analizleri

Orijinal PS plakalar ve THF kullanılarak sentezlenmiş hibrid sol-jeller ile kaplanmış numunelerin sararma testi öncesi ve sonrası için 2 boyutlu ve 3 boyutlu topografi görüntüleri (Şekil 14), max. yükseklik ve R_a pürüzlülük değerleri (Tablo 2) incelenmiştir. Yüzeyde gözlenen beyaz bölgeler film oluşumu sırasında atomların üst üste yığılması sonucunda oluşan aglomeratları göstermiştir. Yüzey üzerinde bulunan siyah bölgeler ise filmde süreksizliğin başladığı bölgelerdir. Orijinal PS plakalar ve THF hibrid sol-jeller ile kaplanmış PS plakaların sararma testinden sonra pürüzlüklerinin artmasına bağlı olarak maksimum yükseklik değerleri de artış göstermiştir. Ancak THF hibrid sol-jeller ile kaplanmış numunelerin sararma testi öncesi pürüzlülük ve maksimum yükseklik değerleri orijinal sararmış PS plakalarla yaklaşık olarak aynıdır. Sol jelin içerdiği silika ağı içindeki TiO₂ aglomeratların oluşumundan dolayı THF hibrid sol-jeller ile kaplanmış numunelerin pürüzlülük ve maksimum yükseklik değerleri, orijinal PS plaka değerlerinden daha yüksektir.





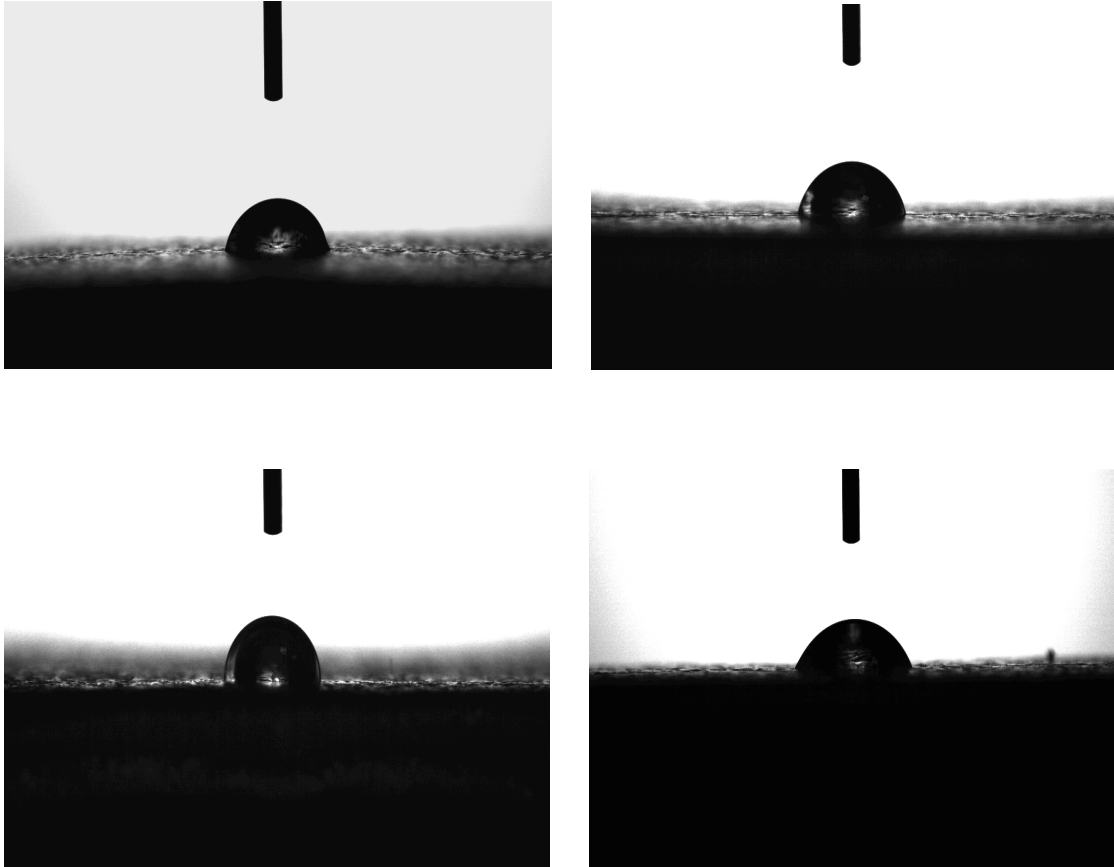
Şekil 14 Orijinal PS plakalar ve C_4H_8O kullanılarak sentezlenmiş hibrid sol-jeller ile kaplanmış numunelerin sararma testi öncesi ve sonrası 2 boyutlu ve 3 boyutlu topografi görüntüleri (a: orjinal PS, b: sararma testi sonrası orjinal PS, c: THF hibrit kaplama, d: sararma testi sonrası THF hibrit kaplama)

Tablo 2 Orijinal PS plakalar (OPS) ve C_4H_8O (THF_PS) kullanılarak sentezlenmiş hibrid sol-jeller ile kaplanmış numunelerin sararma testi öncesi ve sonrası max. yükseklik ve R_a pürüzlülük değerleri (SÖ: Sararma testi öncesi, SS: Sararma testi sonrası)

	OPS-SÖ	VPS-SS	THF_PS-SÖ	THF_PS-SS
Ra (nm)	3.57	9.95	10.63	24.19
Max. yükseklik (nm)	20.53	76.16	77.90	137.35

3.8. Temas Açısı analizleri

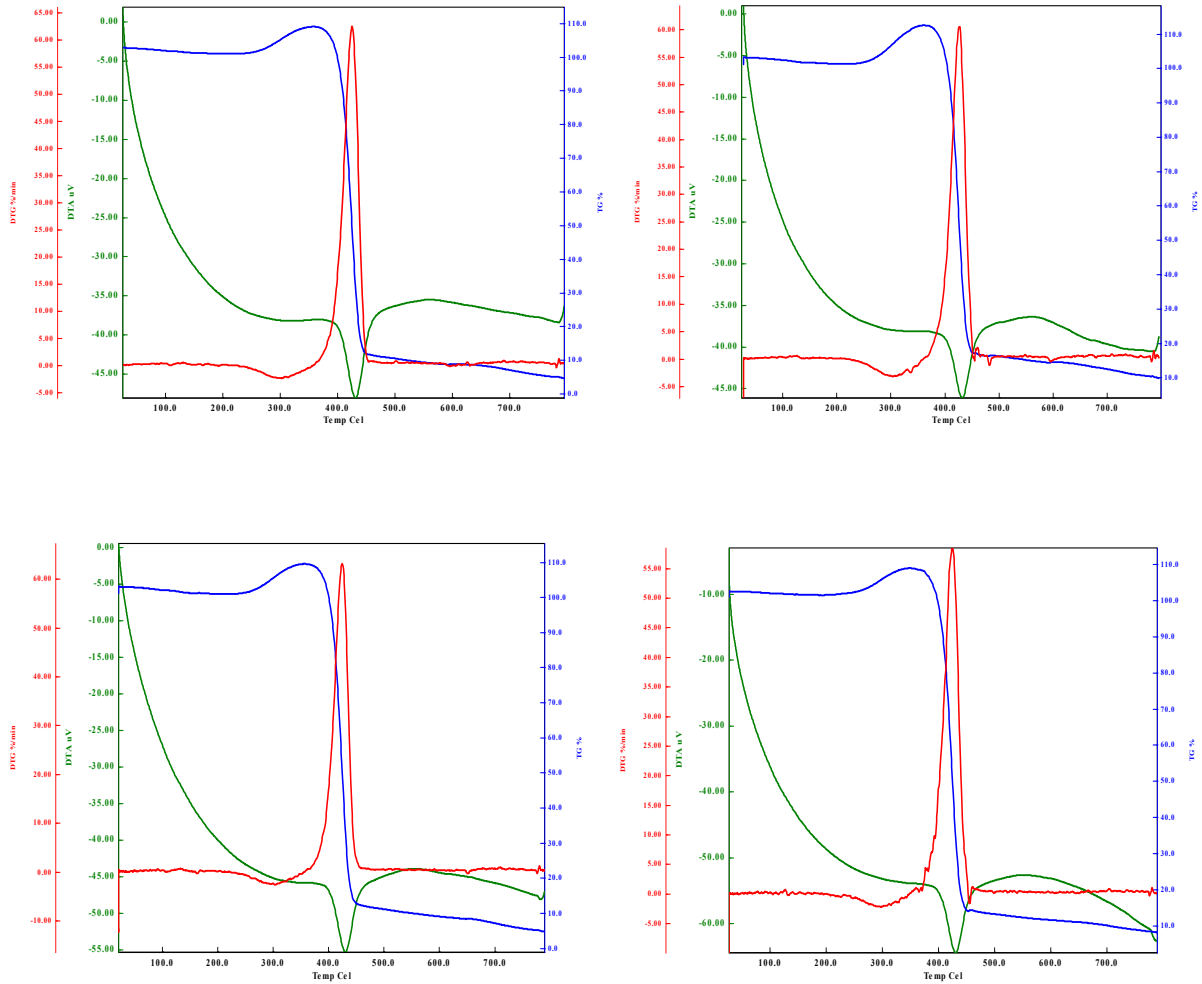
Kaplamaların özelliklerini tespit etmek amacıyla en sık kullanılan yöntemlerden biri de yüzeylerin farklı sıvılar ile (su dâhil) yaptıkları temas açılarını ölçme yöntemidir. Bu yöntem yardımı ile yüzeylerin ne tip kaplamaya veya karaktere sahip olduğu tespit edilebilirken, aynı zamanda yüzey kaplama kalitesi de değerlendirilebilmektedir. Bunların yanı sıra, farklı tipte yüzey kaplamaları ile birlikte nem tutmayan, iz bırakmayan/göstermeyen kaplamalar da yapılabilmektedir. Bir yüzeyin su ile yaptığı temas açısı, 0-90° arasında olduğunda hidrofilik ve 90-180° arasında ise hidrofobiktir. Orijinal PS plakalar ve C₄H₈O kullanılarak sentezlenmiş hibrid sol-jeller ile kaplanmış PS numunelerinin sararma testi öncesi ve sonrası hidrofiliklik özellikleri statik temas açısı ölçümleriyle belirlenmiştir. Orijinal PS plakaların sararma testi öncesi ve sonrası temas açısı değerleri sırasıyla 78.80° ve 76.20°'dir ve hidrofilik özelliktedir. C₄H₈O kullanılarak sentezlenmiş hibrid sol-jeller ile kaplanmış numunelerin sararma testi öncesi ve sonrası temas açısı değerleri de sırasıyla 87,5° ve 58,89° olarak belirlenmiştir. C₄H₈O kullanılarak kaplanmış PS plakaların temas açısı değerleri sararma testinden sonra azalmıştır(Şekil 15).



Şekil 15 Orijinal PS plakalar ve C₄H₈O kullanılarak sentezlenmiş hibrid sol-jeller ile kaplanmış numunelerin sararma testi öncesi ve sonrası su damlacığı mikrogörünümleri (Üst: orjinal PS ve Alt: C₄H₈O hibrit kaplama; Sol: Sararma testi öncesi, Sağ: Sararma testi sonrası)

3.9. TGA analizleri

Orijinal PS plakalar ve C₄H₈O kullanılarak sentezlenmiş hibrid sol-jeller ile kaplanmış numunelerin sararma testi öncesi ve sonrası ısı kararlılığını incelemek için termogravimetrik analizi (TGA) yapılmıştır. Şekil 3.16'da plakaların TGA/DTA eğrisinden, 100-280 ° C sıcaklık aralığında belirgin bir kütle kaybı gözlenmemiştir. Plakaların 375 °C'de parçalanmaya başladığı kaydedilmiştir. PS plakaların TGA/DTA profilinde yaklaşık 375 - 460° C sıcaklık aralıklarında % 90 ağırlık kaybı gerçekleşmiştir.



Şekil 16 Orijinal PS plakalar ve C₄H₈O kullanılarak sentezlenmiş hibrid sol-jeller ile kaplanmış numunelerin sararma testi öncesi ve sonrası TG-DTG analizleri (Üst: orjinal PS ve Alt: C₄H₈O hibrit kaplama; Sol: Sararma testi öncesi, Sağ: Sararma testi sonrası)

4. DENEYSEL SONUÇLAR

Işık, ısı, oksijen, nem, ozon, atmosferik kirlilik ve biyolojik etkiler, polimer yapısında kimyasal bozulmaya yol açarak PS yüzeyinde renk değişimi, kırılgenlik, yüzey çatlakları, ufalanma, koku gibi problemler oluşturmaktadır. Bu çalışmada kimyasal bozunma problemine karşı UV ile kürlenebilen hibrit sol jel kaplaması geliştirilerek polistirenin(PS) yüzey özellikleri önemli ölçüde iyileştirilmiştir.

Orijinal sararmış PS plakanın ΔE değeri 3.56'dır. Sararma testi uygulanmamış Al_2O_3 , SnO_2 ve C_4H_8O kaplamalarında ΔE renk farklılıkları <1 (çok küçük) gözlenmiştir. ZrO_2 ile kaplanmış PS plakalarının ΔE renk farklılıkları (1.5 g çalışması hariç) >1 (küçük) gözlenmiştir. Ancak sararma testi sonrası sadece 0.5 g C_4H_8O kaplamasında ΔE değeri 2.13 ve diğer kaplamalar için ΔE değeri >2.5 olarak hesaplanmıştır. Genel olarak hibrid sol-jeller ile kaplanmış PS plakaların sararma testi sonrası parlaklık değerleri artmıştır. Kaplama işlemi sonrası numunelerin sertlik değerleri ise azalmıştır. THF ve SnO_2 kimyasal maddeleri kullanılarak hazırlanmış UV kürlendirilmiş hibrid sol-jeli kaplamalarında hibrit silika bağlarının kendiliğinden oluşarak çapraz bağlandığı FT-IR analizleri ile belirlenmiştir. Ayrıca PS plakalarının hem kaplama hemde kaplama ve sararma işlemlerinden sonra orijinal PS plakalarına göre intensitelerinin azaldığı görülmüştür. C_4H_8O hibrid sol-jeller ile kaplanmış ve hem sararma testi uygulanmış hemde uygulanmamış sol jel kaplı PS plaka yüzeyinin SEM analizlerinde heterojen bir yüzeye sahip olduğu gözlenmiştir. Çünkü titanyum alkoksitlerin genellikle silikon öncüllerinden daha fazla hidroliz reaktivitesine sahip olduğundan dolayı geleneksel sol jel prosesinin silika ağında TiO_2 aglomeratlar oluşmuştur. Bu aglomeratlardan dolayı AFM analizlerinde THF hibrid sol-jeller ile kaplanmış numunelerin pürüzlülük ve maksimum yükseklik değerleri, orijinal PS plaka değerlerinden daha yüksektir. Orijinal PS plakalar ve THF hibrid sol-jeller ile kaplanmış PS numunelerinin sararma testi öncesi ve sonrası hidrofoliklik özelliğindedir. PS plakaların TGA/DTA profilinde yaklaşık 375–460 °C sıcaklık aralıklarında %90 ağırlık kaybı gözlenmiştir.

5. Destekleyen Diğer Kuruluşlarla Sürdürülen İşbirliği

Bulunmamaktadır.

6. Bilimsel Etkinlikler

Proje süresince herhangi bir bilimsel etkinliğe katılmamıştır.

Balbay, S., UV Kürlendirilmiş Hibrid Sol Jel Yöntemiyle Polistiren Yüzey Özelliklerinin İyileştirilmesi, Mühendislik Bilimleri ve Tasarım Dergisi, 2018, ID 481611, Kabul edildi

Acikgoz, C., Balbay, S., Anti-Yellowing UV-Curable Hybrid Coatings Prepared by the Sol-Gel Method on Polystyrene, Progress in Organic Coatings, POC_2019_225, hakem değerlendirmesinde

7. Mali Etkinlikler

Deneysel çalışmalar için TEOS, VTMS, THF, Sb_2O_3 , P_4O_{10} , ZnO , Al_2O_3 , SnO_2 , ZrO_2 , manyetik karıştırıcı gibi malzemelerin alım işlemleri yapılmıştır. Bütçenin 9238 TL'lik kısmı harcanmıştır. Geriye 2737 TL kalmıştır. Analizler ve ATLAS UV test cihazı bakım ve onarımı için 5947 TL ek bütçe alınmıştır. Bu bütçenin 2832 TL'si cihazı bakım ve onarımı için harcanmıştır. 677 TL'lik bölümü analizler için kullanılmıştır.

8. Sonuç

Proje çalışma takvimine uygun olarak ilerlemiş ve sonuçlandırılmıştır.

9. Ekler