

Alüminyum Tozu Katkılı Polipropilenin Ergiyik Akış İndeksi Özelliklerinin İncelenmesi

Abdulmecit GÜLDAŞ^{1*}, Servet TEMEL², Mehmet ALTUĞ³

¹Gazi Üniversitesi, Ankara 06560, Türkiye

²Özel Enka Anadolu Teknik Lisesi, Dilovası, Kocaeli, Türkiye

³İnönü Üniversitesi, Malatya 44100, Türkiye

(Geliş/Received : 21.02.2016 ; Kabul/Accepted: 25.09.2016)

ÖZ

Gerçekleştirilen bu çalışmada, üç farklı basınç, üç farklı sıcaklık, üç farklı katkı oranı ve üç farklı alüminyum tozu büyüklüğü kullanılarak polipropilen (PP) esaslı kompozit malzeme üretilmiş ve bunların Ergiyik Akış İndeksi (EAI) özellikleri incelenmiştir. Alüminyum (Al) tozlarını ilavesi sırasında PP ile uyum sağlanması için %0,2 oranında maleik anhidrit ve aynı oranda oksitlenmeyi önlemek için fenolik esaslı antioksidan (Songnox-1010) ilave edilmiştir. Çalışmanın deneysel sonuçlarına göre EAI değeri kayma hızı ve kayma gerilmesi, basınç ve sıcaklık artışına bağlı olarak artmış ancak katkı oranı ve Al tozu büyüklüğüne bağlı olarak azalmıştır. Bunun yanında, EAI ile kayma hızı arasında yüksek EAI değerleri elde edilen numunelerde basınç 1379 kPa, sıcaklık 250 °C katkı oranı %10 ve partikül boyutu olarak 44-100 µm olarak tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Polimer Kompozitler, Polipropilen, Al Tozu, Ergiyik Akış İndeksi.

Investigation of Melt Flow Index Properties of Polypropylene Reinforced Aluminum Powder

ABSTRACT

In this study, PP-based composite reinforced with three pressures, three temperatures, three reinforcement rates, and three reinforcement sizes were produced and their Melt Flow Index (MFI) properties were investigated. Moreover, 0.2% maleic anhydride and fenolic based antioksidant in order to prevent oxidation were also added during addition of aluminum powders. According to the results of the study, MFI values decrease with increasing viscosity. On the contrary, MFI values increase with increasing shear rate and shear stress. In addition, values of 1379 kPa, 250 C, 5%, 210-300 µm and 44-100 µm were determined as pressure, temperature, reinforcement ratio and particle size respectively for the samples having high MFI values.

Keywords: Polymer Composites, Polypropylene, Al Powder, Reinforcement, Melt Flow Index.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Polimer esaslı kompozitler, plastik sanayisinin en dinamik büyüme gösteren malzemeleri içerisinde özel bir yer tutmaktadır. Bu malzemeler özellikle otomotiv, yapı ürünleri, ambalaj malzemeleri başta olmak üzere diğer uygulamalarda da yoğunlukla tercih edilmektedir. Polimer esaslı kompozit üretiminde çeşitli katkı, dolgu ve takviye elemanları kullanılmaktadır. Plastik malzemelerin özelliklerini geliştirmek için çeşitli katkı ve dolgu maddesi ilavesi sonucu elde edilen kompozit malzemenin birçok özelliği gibi akış özellikleri de değişmektedir. Katkılı plastiklerin şekillendirilmelerinde bu akış özelliğinin bilinmesi üretim için oldukça önemlidir.

Endüstride plastik malzemelerin akış özelliklerinin belirlenmesinde en sık kullanılan yöntem Ergiyik Akış İndeksi (EAI-MFI) testidir [1]. EAI değerinin yanında ayrıca akış analizlerinde kullanılan ve en önemli parametrelerden bir olan viskozite değeri de

hesaplanmaktadır. MFI değeri, akışkanlık hakkında ön bilgi vermekte olup, birincil olarak malzemenin akış oranının düzenliliğinin bir göstergesi olarak kullanılmaktadır [2,3]. Polimerlerin kimyasal yapılarının çok çeşitli olması ve katkı maddelerine bağlı olarak da birçok özelliğinin değişmesi nedeniyle üretim sırasında reolojik özelliklerinin bilinmesi oldukça önemlidir. Özellikle endüstrideki farklı uygulamalar için polimerleri kimyasal yapısı bakımından sınıflandırmak ve polimer çeşitliliğini standartlaştırmak için reolojik özellikler oldukça önem taşımaktadır [4,5].

Kullanım yerlerine göre plastiklerin özelliklerini artırma veya üretim maliyetlerini düşürmek, çevreye en az zarar veren ürün üretebilmek vs gibi nedenlerden dolayı plastik malzemelere çeşitli katkı ve dolgu maddesi eklenerek kompozit malzeme üretilmektedir [1]. Bu bağlamda, ağaç lifi, düşük yoğunluğu, makine parçalarında tahribatsız kullanım, daha az aşındırıcı özelliği, düşük maliyetleri ve en önemlisi biyo-bozunurluk direnci gibi birçok avantajı sağlamaktadır [6-9]. Bu nedenle polimer içerisine çeşitli ağaç tozları katılarak katkı kompozitler üretilmektedir. Ağaç tozu katkı polimerlerin şekillendirilebilmeleri katkısız polimere göre daha farklı olacağından dolayı

*Sorumlu Yazar (Corresponding Author)

e-posta: aguldas@gazi.edu.tr

Digital Object Identifier (DOI) : 10.2339/2017.20.1 51-59

şekillendirmede akışkanlık özelliği büyük önem taşımaktadır.

Ghosh ve Maiti (1997) yapmış oldukları çalışmada % 0-5,6 oranlarında titanyum ile işleminden geçmiş gümüş tozunu polipropilen ile karıştırarak elde edilen kompozit malzemenin kayma hızı, kayma gerilmesi ve viskozitesi kılcal reometre ile incelenmiştir ayrıca aynı malzemenin elastikiyet özellikleri de incelenmiştir [10]. BU çalışmada, ergiyiğin viskozitesi katkı maddesinin % 4,1 oranına kadar azalmış bu değerden sonra artmıştır. Gümüş tozu takviyeli polipropilenin viskozite değeri takviyesiz polipropilenin değerinden daha düşük olduğu belirtilmektedir. Mamunya ve arkadaşları yapmış oldukları çalışmada ise, iletken polimer kompozitler de dolgu maddesi olarak bakır, nikel, demir tozlarının elektrik iletkenliği ve basınç üzerindeki etkisini araştırmışlardır [11]. PP içerisine katılan bakır, nikel, demir tozlarının büyüklüğü ve bu metal tozlarının yüzeyindeki oksit tabakasının kompozitin iletkenliğini etkilediği belirlenmiştir [11]. Rusu ve arkadaşları yapmış oldukları çalışmada yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE)/Çinko toz kompozitlerinin mekanik ve termal özelliklerini incelemişlerdir [12]. Bu çalışmaya göre, HDPE içerisine % 0-20 oranında çinko tozu katılmış olup kompozitin mekanik özellikleri takviyesiz HDPE'ne göre azaldığı tespit edilmiştir. Benzer şekilde, poli vinil klorür (PVC) içerisine alüminyum tozu takviye edilerek elde edilen kompozitin mekanik ve elektriksel özellikleri Bishay (2011) ve arkadaşları tarafından araştırılmıştır [13]. Chifor ve arkadaşları yaptıkları çalışmada alüminyum ve bakır tozu takviyeli HDPE kompozit malzemenin ısı, mekanik ve elektrik özelliklerini incelemişlerdir [14]. Chifor ve arkadaşları yaptıkları diğer bir çalışmada, bakır tozu takviyeli HDPE kompozit malzemenin ısı, mekanik ve elektrik özelliklerini incelemişlerdir [15]. %30 'a kadar farklı oranlarda takviye edilen ve 100 µm büyüklüğündeki toz partiküller 250 dev/dak hızla dönen metal toz karıştırıcı vasıtasıyla HDPE malzemesi içerisine karıştırılmış ve üretilen kompozitin bir özelliği deneysel olarak incelenmiştir. Benzer şekilde Nurazreena ve arkadaşları da yapmış oldukları çalışmada, alüminyum, bakır ve demir tozlarını HDPE içerisine katarak karışımlarının elektrik direnci ve gerilme dayanımları incelemişlerdir [16].

Tavman, H., yapmış olduğu çalışmalarda %0-%50 oranında alüminyum ve bakır tozlarını sırasıyla % 12 ve % 18 oranında ilave ederek katkılı HDPE esaslı kompozit üretmiş ve bu kompozitlerin termal iletkenlik ve mekanik özelliklerini incelemiştir [17,18]. Bu çalışmalara göre alüminyum tozlarının %12'ye kadar katılmasına bağlı olarak ısı iletkenliğinde önemli bir değişiklik olmadığı tespit edilmiştir. Ayrıca, alüminyum ve bakır takviye oranına bağlı olarak mekanik özelliklerde azalma olduğu belirlenmiştir. Ayrılmış ve arkadaşları çalışmalarında, polietilen alüminyum kompozitlerinin mekanik özelliklerini araştırmışlardır [19]. Polietilen alüminyum kompozitlere selülozik atıklarda elde edilen takviye malzemesi kullanmış ve bu şekilde mukavemet değerlerini arttırmıştır. Kim ve arkadaşları yaptıkları

çalışmada, epoksi içerisine % 10 oranında alüminyum tozu takviye ederek dökme yöntemi ile kompozit üretmiş ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir [20]. Literatürde yapılan diğer çalışmalara bakıldığında polimer içerisine çinko borat [21], gümüş [22], alüminyum [23], nikel [24] vs gibi birçok metal tozları ve grafit gibi malzemeler [25,26] katıldığı ve bu metal tozlarının takviye oranına bağlı olarak malzemenin elektrik ve ısı iletkenliğini önemli derecede artırdığı görülmektedir. Bunların yanında, alümina (alüminyum oksit), tenorit (bakır oksit) gibi metal oksitler de polimer esaslı kompozitlerin ısı iletkenlik değerlerini artırdığı da belirtilmiştir [27]. Termoplastik içerisine katılan elyaf takviyesi de kompozitin ısı iletkenliğini değiştirmektedir [28].

Karataş ve arkadaşları yapmış oldukları çalışmada 8,15 µm büyüklüğünde ve ağırlıkça %50 oranında sabun taşı tozunu HDPE ve beraberinde bağlayıcı olarak üç farklı balmumunun (parafin, arı balmumu ve carnauba balmumu) reolojik özellikleri nasıl etkilediğini incelemişlerdir [29]. Reolojik inceleme kılcal reometrede gerçekleştirilmiş olup 120-180 °C sıcaklık ve 12,3- 124,7 kPa basınç aralıklarında farklı değerlerde EAİ, viskozite, kayma hızı ve kayma gerilmeleri tespit edilmiştir. Güngör yapmış olduğu çalışmada hacimce % 5, 10 ve 15 oranlarında 50 µm boyutundaki demir tozlarını HDPE içerisine katarak kompozitin mekanik ve reolojik özellikleri belirlenmiştir [30]. Yapılan bu çalışmaya göre üretilen bu kompozitin EAİ değeri demir tozu takviye oranı artışına bağlı olarak artmıştır. Ergime sıcaklığı ise artan takviye oranına bağlı olarak %10 takviye oranına kadar artmış, %15 de ise tekrar düşmüştür.

Gerçekleştirilen bu çalışmada ise, PP içerisine değişik boyut ve oranlarda alüminyum tozları katılarak kompozit malzeme üretilmiştir. PP esaslı kompozit malzeme içerisine 44-100 µm, 101-210 µm, 210-300 µm olmak üzere üç farklı boyut aralığında ve ağırlıkça %5, %10, %15 olmak üzere üç farklı katkı oranında Al tozları eklenmiştir. Üretilen PP esaslı kompozitin reolojik özelliklerini belirlemek amacıyla ergiyik akış indeksi-EAİ değeri araştırılmıştır. Bunun için, üç farklı basınç (298,2 kPa; 689,5 kPa, ve 1379 kPa) ve üç farklı sıcaklık (210 °C, 230 °C, 250 °C) değeri kullanılmıştır. Reolojik özellikleri tespit etmek için yapılan EAİ testlerinde EAİ değerlerinin yanında viskozite, kayma hızı ve kayma gerilmeleri de belirlenmiştir. Böylece, EAİ değerinin kayma hızı, kayma gerilmesi ve viskozite değişimine bağlı olarak nasıl değiştiği tespit edilmiştir.

2. MATERYAL ve METOT (MATERIAL and METHOD)

2.1. Kompozitin Hazırlanması (Composites Preparation)

Bu çalışmada, polipropilen hammaddesine üç farklı katkı oranı (%5, %10, %15) ve 44-100 µm, 101-200 µm, 210-300 µm olmak üzere üç farklı boyut aralığındaki alüminyum tozları katılarak 3-4 mm büyüklüğündeki katkılı PP granülleri üretilmiştir. Alüminyum tozları standart elekler ile elenerek toz büyüklüğü 44-100 µm,

101-200 μm , 210-300 μm aralığında olması sağlanmıştır. Alüminyum tozlarının PP içerisine üniform olarak katılabilmesi için tane boyutu 850 μm olan toz PP kullanılmıştır. Ayrıca, alüminyum tozlarını ilavesi sırasında Al tozları ile PP malzemesinin uyum sağlaması için % 0,2 oranında maleik anhidrit ve aynı oranda oksitlenmeyi önlemek için fenolik esaslı antioksidan (Songnox-1010) ilave edilmiştir ilave edilmiştir. PP hammaddesi fırında 75 °C de 1 saat kurutularak muhtemel olabilecek nem bünyeden uzaklaştırılmıştır. Alüminyum tozlarının ilk önce kuru olarak PP tozlarına ilave edilmiş ve kuru şartlarda karıştırılmıştır. Al tozu katkılı granüller üretildikten sonra tozlarının üniform dağılabilmesi için granüller ikinci defa ekstruderden geçirilmiştir.

Al tozları ile PP granüllerini karıştırılabilmek için kullanılan ekstruder ünitesi ve kırıcı üniteleri 1,5 kW gücündeki iki farklı motor ile tahrik edilmekte olup elektronik kontrol ünitesi (dijital sürücü) ile kontrol edilmektedir. Vidalı mil çapı 20 mm ve boyu 600 mm olup boy/çap oranı 1/30 dur. Kovan üç farklı ısıtma bölgesinde ısıtılmakta olup her bir ısıtma ünitesi ayrı ayrı dijital olarak kontrol edilmektedir. Katkılı PP'nin üretimi için ekstrüzyonun meme kısmına/başlığına göre 30 mm kalınlığında özel kalıp tasarlanmış olup, kalıpta 4 mm çapında 3 adet silindirik delik bulunmaktadır. Kalıptan geçen malzeme soğutma bölgesinden soğuyarak kırıcı ünitesine gelmektedir. Kırıcı ünitesinin motorundan alınan dönme hareketi kesiciye kayış kasnak sistemi ile

aktarılmakta ve sabit devirle dönmektedir. Kırıcı ünitesi besleme merdaneleri ise dijital sürücü ile kontrol edilmekte olup, 0-50 dev/dak aralığında istenilen devirde ayarlanabilmektedir. Çift kauçuk merdane arasından geçen silindirik olarak çekilmiş plastik profil, kırıcı bıçağı ile istenilen büyüklüklerde kesilerek granül üretilmektedir. Granül üretilirken kullanılan ekstruder parametreleri Çizelge 1'de gösterilmektedir.

2.2. Ergiyik Akış İndeksi Testi (Melt Flow Index Testing)

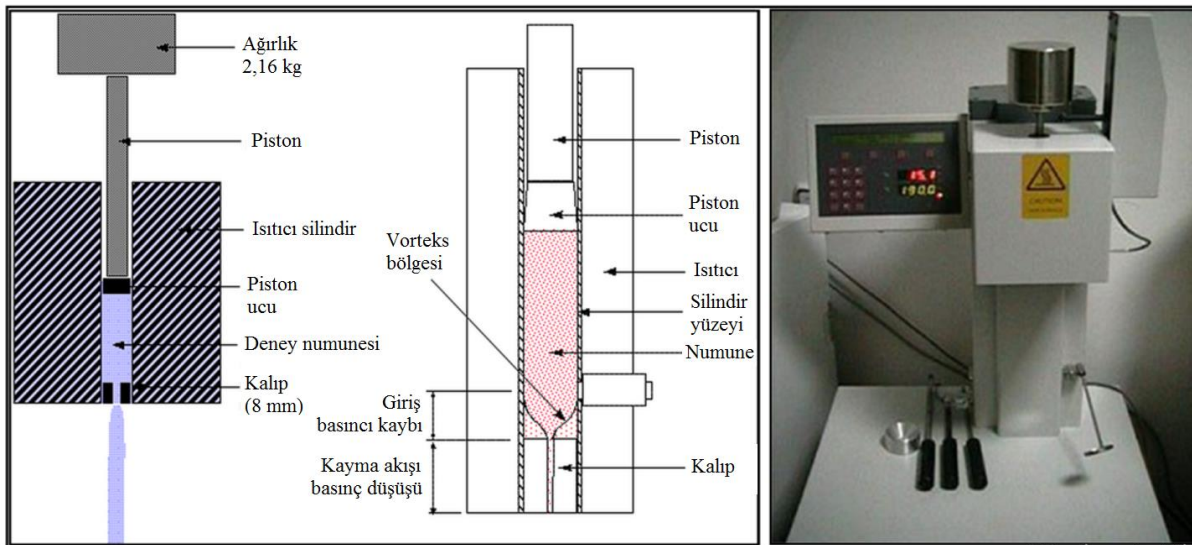
Malzemelerin EAİ değerlerinin tespit edilmesinde kullanılan deney cihazı standart EAİ deney cihazı olup Şekil 1'de görülmektedir. Deney çalışmasında kullanılan EAİ test cihazı, Davenport marka test cihazı olup, bilgisayar kontrollüdür. Cihazın ısıtıcı sistemi 0-400 °C aralığında çalışmakta olup, 0,1 °C hassasiyetindedir. Deneyler ASTM D1238 standardına göre yapılmıştır. EAİ sonuçları $\text{cm}^3/10 \text{ dak}$ ya da $\text{g}/10 \text{ dak}$ cinsinden elde edilmektedir. Yazılım her bir deneyde ün farklı deneyler okuyup aritmetik ortalamayı vermektedir. Her bir test üçer defa tekrarlanmıştır.

2.3. Deney Tasarımı (Experimental Setup)

Reolojik deneyler, üç farklı basınç (298,2 kPa, 689,5 kPa ve 1379 kPa), üç farklı sıcaklık (210 °C, 230 °C, 250 °C) üç farklı katkı oranı (%5, %10, %15) ve üç farklı alüminyum tozu boyutları (44-100 μm , 101-200 μm , 210-300 μm) kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 1. Granül üretimi için ekstrüzyon parametreleri (Extrusion parameters to manufacture of granule)

	Malzeme	I. ısıtma	II. ısıtma	III. ısıtma
Ekstruder ısıtma bölgesi (°C)	Al tozu (first	170	185	190
	Granül (second	200	220	230
Vidalı mil devri,		40		
Kırıcı ünite devri,				



Şekil 1. Ergiyik akış indeksi şeması (Schema of the Melt Flow Index)

Çizelge 2. Ekstruderde üretilen kompozit granüllerin toz boyutu ve katkı oranına göre deney kodları (Experimental code of manufacturing of composite granules using extruder according to powder size and reinforcement rate)

Granül kodu	Katkı oranı Rr (%)	Al toz boyutu Rs (µm)
A1	5	44 - 100
B1	10	
C1	15	
A2	5	100 - 210
B2	10	
C2	15	
A3	5	210 - 300
B3	10	
C3	15	
Katkısız PP	-	-

Ayrıca her bir katkı oranı ve her bir tane boyutuna göre hazırlanan numunelere kodlar verilmiştir (Çizelge 2). Deneyler sırasında her bir deney 3 defa tekrarlanmış ve her bir tekrar arasında standart gereği %15 den fazla fark olmaması sağlanmıştır.

Çalışmada Taguchi L₉ ortogonal deney tasarımı yöntemi kullanılmıştır. Deneylerde kullanılan parametreler ve seviyeleri Çizelge 3'de verilmiştir. EAİ için en büyük en iyi yöntemi kullanılmıştır (Eş. 1). Deney tasarımı, sonuçlar ve S/N oranları Çizelge 4'de verilmiştir.

En büyük en iyi;

$$S/N_L = -10 \log \left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{1}{y_i^2} \right) \quad (1)$$

Çizelge 3. Parametre ve seviyeler (Parameters and levels)

Parameter	Seviye		
	I	II	III
Basınç (kPa)	298,2	689,5	1379
Sıcaklık (°C)	210	230	250
Katkı oranı (%)	5	10	15
Al toz boyutu	44-100	101-200	201-300

Çizelge 4. L₉ ortogonal tasarım ve EAİ sonuçları [9] (L₉ orthogonal design and MFI results)

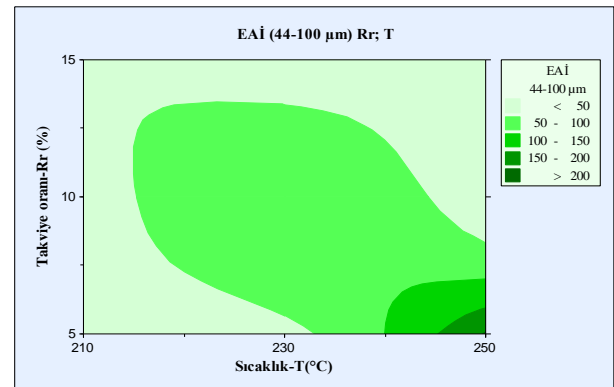
Deney No	T °C	P kPa	Rr %	Rs µm	EAİ cm ³ /10 dk	S/N
1	210	298,2	5	44	4,206	12,4774
2	210	689,5	10	100	16,029	24,0981
3	210	1379	15	210	77,99	37,8408
4	230	298,2	10	210	5,831	15,3149
5	230	689,5	15	44	18,748	25,4591
6	230	1379	5	100	93,472	39,4136
7	250	298,2	15	100	9,085	19,1665
8	250	689,5	5	210	47,368	33,5097
9	250	1379	10	44	147,573	43,3801

3. DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMA (EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSION)

Katkılı plastiklerin içerisine eklenen katkı elemanının oranına bağlı olarak akış özelliğinde azalma olmaktadır. Katkılı plastik üretimi sırasında akışkanlığı artırmak ve başarılı bir kalıplama işlemini gerçekleştirebilmek için kayma hızı artırılması yani akış özelliğinin iyileştirilmesi gerekmektedir. Akışkanlığı artırmak için sıcaklık veya basınç artırılmaktadır. Kompozit granüllerin enjeksiyonla kalıplama işlemleri sırasında granülün ergime sıcaklığı ve kalıp içerisindeki akışkanlığı, kalıbın dolması ve eksik baskı olmaması için oldukça önem taşımaktadır. Enjeksiyon sıcaklığının tek başına kalıp boşluğunun doldurulması için yeterli olmayabilir. Bu durumda kalıbın hatasız dolması için sıcaklığın yanında uygun enjeksiyon basınçlarına da ihtiyaç duyulmaktadır. Bu çalışmada Al partikülleri katılmış PP malzemelerin EAİ değerleri incelenmiş ve elde edilen değerler sıcaklık, basınç, katkı oranı ve partikül boyutuna göre analiz edilmiştir.

Enjeksiyonla kalıplama işleminde kullanılan enjeksiyon sıcaklığı PP moleküllerinin bağ yapısını zayıflatarak kalıp içerisine rahatça akmasını kolaylaştırmaktadır. Düşük sıcaklıklarda ise malzemenin moleküller arasındaki bağ yapısı gevşeyip ergiyik hale gelmediği için plastik malzeme akamaz. Ancak, plastik malzemenin akışkanlığını artırmak için sıcaklık gereğinden fazla artırıldığında ise molekül zincirleri deforme olur yani malzemenin kimyasal yapısı bozulur. Bundan dolayı kalıplama esnasında ideal sıcaklık değerlerinin kullanılması gerekmektedir.

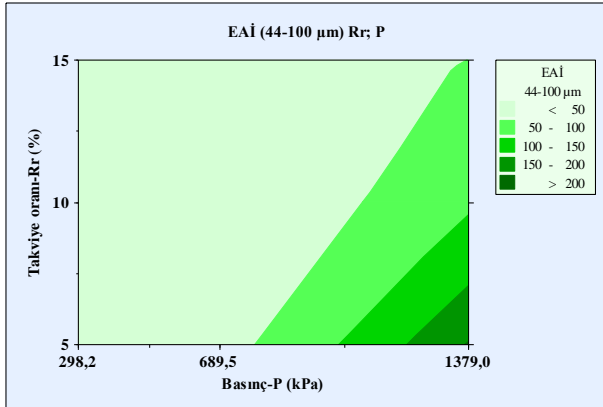
Şekil 2'de 44-100 µm büyüklüğünde Al partiküllerinin eklendiği numunelerde sıcaklık ile Al tozu katkı oranı ilişkisi incelenmiştir. Şekil 2'ye göre katkı oranına bağlı olarak en iyi EAİ değeri %10 katkı oranında elde edilmiştir. Ayrıca literatürdeki çalışmalara [28] paralel olarak sıcaklık değerlerindeki artış ile EAİ değerlerinde de artış gözlenmiştir.



Şekil 2. 44-100 µm partikül boyutunda sıcaklık katkı oranı grafiği (Temperature reinforcement ratio chart on 44-100 µm partikül size)

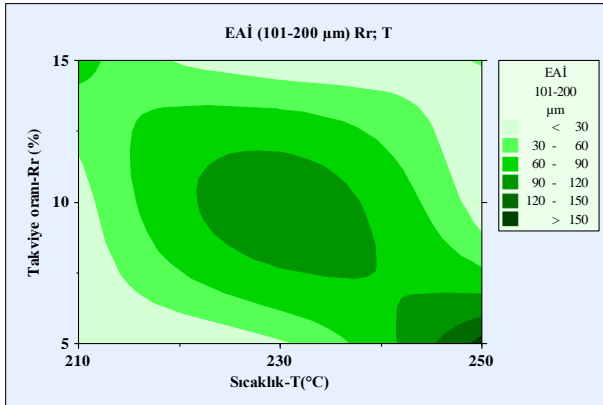
Şekil 3'de 44-100 µm büyüklüğünde Al partiküllerinin eklendiği numunelerde basınç-katkı oranı ilişkisi incelenmiştir. Şekil 3'e göre yüksek EAİ değerleri %5

katkı oranında elde edilmiştir. Katkı oranının artışı ile EAİ değerleri doğrusal olarak azalmaktadır. Ayrıca basınç değerlerindeki artış ile EAİ değerlerinde de artış gözlenmiştir.



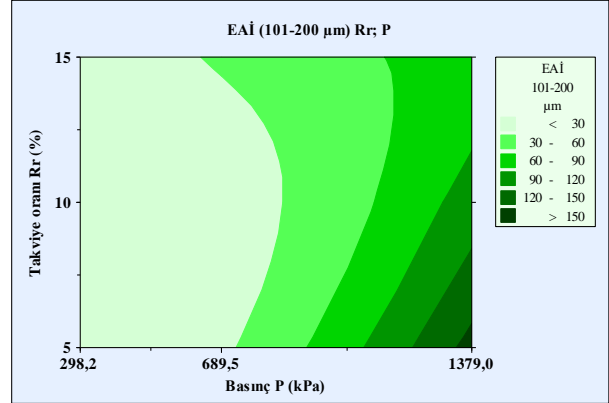
Şekil 3. 44-100 µm Partikül boyutunda basınç-katkı oranı grafiği (Pressure reinforcement ratio chart on 44-100 µm partikül size)

Şekil 4'de 101-200 µm büyüklüğünde Al partiküllerinin katıldığı numunelerde sıcaklık-katkı oranı ilişkisi incelenmiştir. Şekil 4'e göre yüksek EAİ değerleri 250 °C sıcaklık değerinde ve %5 katkı oranında elde edilmiştir. Ancak katkı oranı %10 olduğunda en yüksek EAİ değerlerini 230 °C elde edilmiştir.



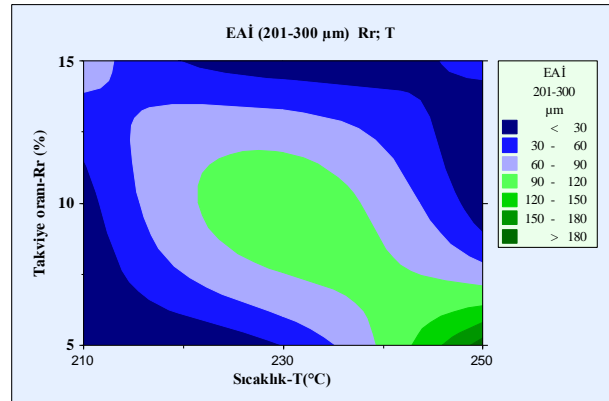
Şekil 4. 101-200 µm Partikül boyutunda sıcaklık-katkı oranı grafiği (Temperature reinforcement ratio chart on 101-200 µm partikül size)

Şekil 5'de 101-200 µm büyüklüğünde Al partiküllerinin katıldığı numunelerde basınç-katkı oranı ilişkisi incelenmiştir. Şekil 5'e göre %5 katkı oranında elde edilmiş yüksek EAİ değerleri verilmiş olup, katkı oranı arttıkça EAİ değerlerinde önemsiz miktarda bir artış olduğu gözlenmiştir. Ayrıca literatürdeki çalışmalara paralel olarak basınç değerlerindeki artış ile EAİ değerlerinde de artış gözlenmiştir.



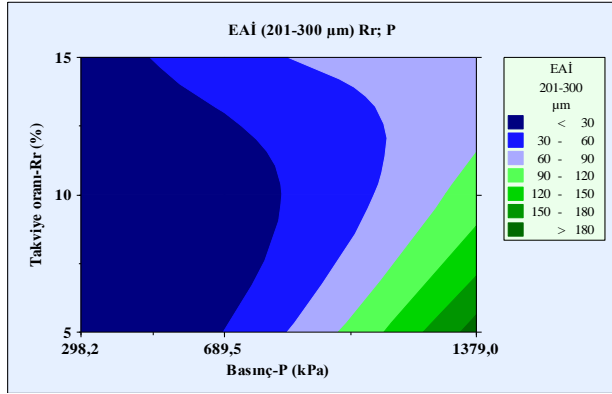
Şekil 5. 101-200 µm Partikül boyutunda basınç-katkı oranı grafiği (Pressure reinforcement ratio chart on 101-200 µm partikül size)

Şekil 6'de 210-300 µm büyüklüğünde Al partiküllerinin eklendiği numunelerde sıcaklık-katkı oranı ilişkisi incelenmiştir. Şekil 6'ya göre yüksek EAİ değerleri %5 katkı oranında elde edilmiştir. Ayrıca %5 ve %15 katkı oranlarında sıcaklık değişimleri EAİ değerleri üzerinde belirgin bir artış sağlayamamıştır.



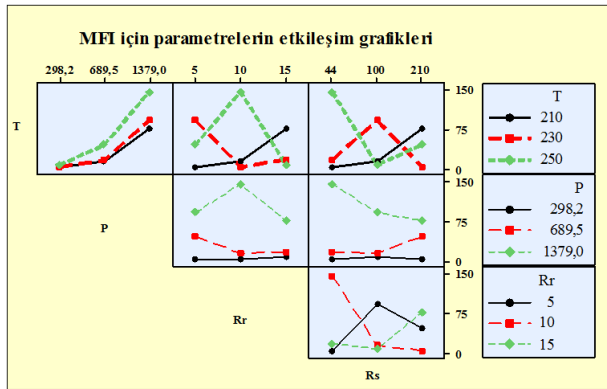
Şekil 6. 210-300 µm Partikül boyutunda sıcaklık-katkı oranı grafiği (Temperature reinforcement ratio chart on 210-300 µm partikül size)

Şekil 7'de 210-200 µm büyüklüğünde Al partiküllerinin eklendiği numunelerde basınç-katkı oranı ilişkisi incelenmiştir. Şekil 7'ye göre yüksek EAİ değerleri %5 katkı oranında ve 250 °C'de elde edilmiştir. Burada, 298,2 kPa basıçta tüm katkı oranlarında EAİ değerleri oldukça düşük çıkmıştır. EAİ değerlerinin artışı 689,5 kPa basınçtan sonra artış göstermiştir.

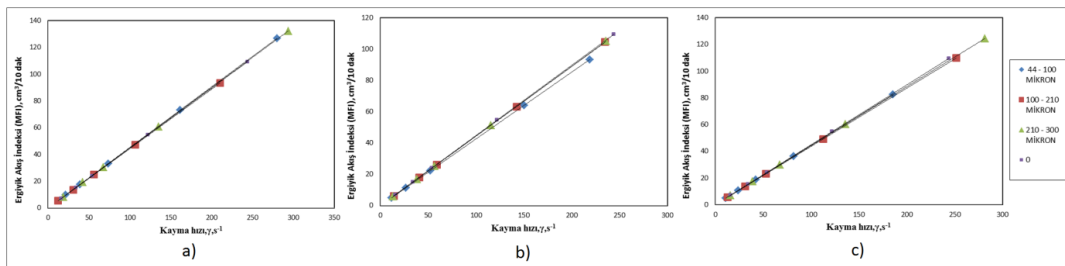


Şekil 7. 210-300 µm Partikül boyutunda basınç-katkı oranı grafiği (Pressure reinforcement ratio chart on 210-300 µm partikül size)

Şekil 8'e göre EAİ değerleri elde edilirken parametrelerin birbirleriyle etkileşim grafikleri verilmiştir. Burada sıcaklık ve basınç değerlerine göre 250 °C ve 1379 kPa'da EAİ değeri 147,573 cm³/ 10 dk gibi en yüksek değerine ulaşmıştır. Ancak partikül boyutunun (Rs) diğer parametrelerle etkileşimi incelendiğinde farklı sonuçlar elde edilmektedir. Partikül boyutuna göre en yüksek değerleri 250 °C'de 44-100 µm da elde edilirken, sıcaklık 230 °C olduğunda en yüksek EAİ değeri 101-200 µm elde ediliyor. Ayrıca katkı oranının %10 olduğu durumda en iyi EAİ değeri 44-100 µm da elde edilirken, katkı oranının %5 olduğu durumda en iyi EAİ değeri 101-200 µm'da elde edilmiştir. Genel bağlamda kompozit içerisindeki Al katkı miktarı arttıkça EAİ değerleri azalmaktadır. Bu sonuçlar benzer çalışmalarda da [2] elde edilmiştir.



Şekil 8. Parametrelerin EAİ üzerindeki etkileşim grafikleri (Interaction graphs parameters for MFI)



Şekil 9. 230 °C sabit sıcaklıkta EAİ-kayma hızı ilişkisi. a) % 5 Al/PP granül b) %10 Al/PP granül c) % 15 Al/PP granül. (MFI-Shear rate relationship at 230 °C constant temperature. a) % 5 Al/PP granüle, b) %10 Al/PP granüle, c) % 15 Al/PP granule)

3.1. EAİ – Kayma Hızı İlişkisi (MFI-Shear rate relationship)

EAİ cihazında elde edilen kayma hızı Eşitlik 2'de verilen denklemden bulunmaktadır.

$$\dot{\gamma}_g = \frac{4Q}{\pi R^3} \quad (1/s) \quad (2)$$

Burada $\dot{\gamma}_g$; görünür kayma hızını, Q ; debiyi ve R ise silindir yarıçapını temsil etmektedir. EAİ test cihazından elde edilen kayma hızı ve viskozite değerleri görünür kayma hızı ve görünür viskozite değerleridir. Kayma hızı, Eşitlik 3'de verilen Rabinowitsch eşitliği ile düzeltilmiştir. Kayma hızı ile kayma gerilmesi grafiğinde, secant doğrusu görünür viskoziteyi vermektedir. Kayma hızına karşı kayma geriliminin herhangi bir noktasında hesaplanacak viskozite ise bağlı viskozite olarak adlandırılır. Bağlı viskozite her zaman için görünür viskoziteden küçüktür. Bu nedenle EAİ cihazından elde edilen kayma hızı ve viskozite düzeltilerek kullanılmaktadır. Bu çalışmada da, düzeltilmiş kayma hızı kullanılarak görünür viskozite de Eşitlik 3 kullanılarak yeniden hesaplanmıştır.

$$\dot{\gamma} = \frac{\gamma_g}{4} \left(3 + \frac{d \log \gamma_g}{d \log \tau} \right) \quad (1/s) \quad (3)$$

Burada, $\dot{\gamma}_g$; görünür kayma hızını, τ ise silindir yüzeylerindeki kayma gerilmesini temsil etmektedir. Elde edilen düzeltilmiş kayma hızı kullanılarak viskozite değerleri de düzeltilmiştir

Şekil 9'daki grafiklerde görüldüğü gibi 230 °C sabit sıcaklıkta basıncın artmasıyla kayma hızı da artmaktadır. Kayma hızı arttığında ise doğal olarak ergiyiğin birim zamanda kesitten geçen akışkan miktarı (EAİ) artmaktadır. Dolayısıyla EAİ-kayma hızı arasındaki ilişki doğrusal olarak gerçekleşmiştir. Kayma hızının artması ile makromolekül zincir yapısına sahip olan ergimiş plastiklerin molekül zincirleri akış doğrultusunda yönlendirilmiştir. Uzun molekül zincirlerinin akış doğrultusunda yönlendirilmeleri ile akışkan tabakaları arasındaki sürtünme azalacak ve zincir yapısı akmaya karşı bariyer görevi görmeyecektir. Böylece, kayma hızının artması zincirlerin akış doğrultusunda yönlendirilmelerine yardımcı olduğu için kayma hızının artmasına bağlı olarak akmaya karşı gösterilen iç dirençte azalmaktadır. Kayma hızı da sıcaklık, basınç ve malzeme özelliklerine bağlı olarak değişim göstermektedir.

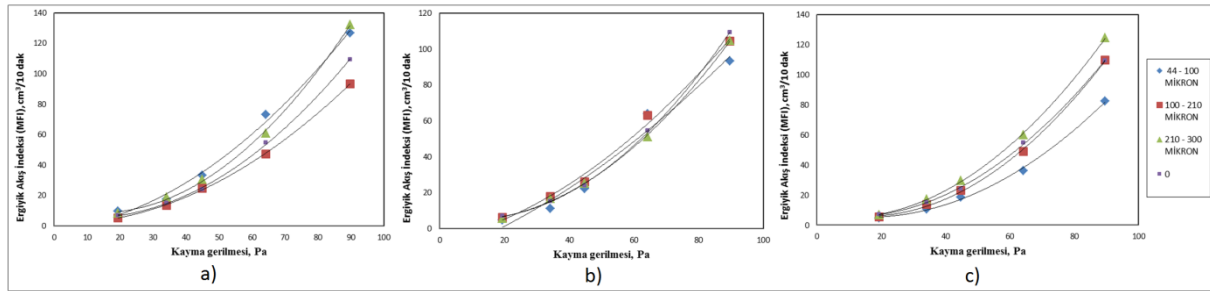
3.2. EAİ – Kayma Gerilmesi İlişkisi (MFI-Shear stress relationship)

EAİ cihazında elde edilen kayma gerilmesi (Eş. 4) reometrenin silindir yüzeylerinde oluşan gerilmeler olup, uygulanan kuvvet, silindir çapı ve silindir boyuna bağlı olarak elde hesaplanan bir parametredir. Ayrıca, pistonun yer değiştirmesi ve silindir çapına bağlı olarak elde edilen kayma hızına bağlı olarak bulunabilmektedir.

$$\tau_R = \frac{\Delta PR}{2L} \quad (\text{kPa}) \quad (4)$$

Burada, τ_R ; silindir yüzeyindeki gerilmeyi, P; pistonu uygulanan basıncı, L; piston boyunu, Q; debiyi, R; silindir yarıçapını temsil etmektedir.

Sıcaklığın molekül zincirlerini deforme etmesinin yanında sıcaklığın artırılması ayrıca maliyetleri de artırmaktadır. Benzer şekilde basınç da EAİ değerini artırmaktadır. Basıncın artması kayma hızını ve kayma gerilmesinin de artmasını beraberinde getirmektedir. Basıncın artması ile katkılı PP'nin üretilebilirliği kolaylaşmakta ancak bu da maliyetleri artırmakta ayrıca üretilen ürün üzerinde özdeş basınç dağılımı olmadığı zamanlarda üründe çarpımalara sebep olmaktadır. Ayrıca basıncın gereğinde çok artırılması ürünün ağırlığını da artıracığı için maliyetler etkilenenektir. Bu bağlamda, Al tozu katkı oranı ve toz büyüklüğü, basınç, sıcaklık parametrelerinin optimum değerlerinin



Şekil 10. 230 °C sabit sıcaklıkta EAİ-kayma gerilmesi ilişkisi. a) % 5 Al/PP granül b) %10 Al/PP granül c) % 15 Al/PP granül. (MFI-Shear stress relationship at 230 °C constant temperature. a) % 5 Al/PP granüle, b) %10 Al/PP granüle, c) % 15 Al/PP granüle)

Şekil 10'daki grafiklerde görüldüğü gibi 230 °C sabit sıcaklıkta basınç artışına bağlı olarak EAİ ile kayma gerilmesi arasındaki ilişkinin fonksiyonel olarak arttığı görülmektedir. Ayrıca en yüksek kayma gerilmesinde, EAİ değerinin 44-100 mikron ve %5 Al tozu katkı oranında olduğu görülmektedir. Ayrıca en düşük kayma gerilmesinin ise 44-100 mikron ve %15 Al tozu katkı oranında olduğu görülmektedir.

Alüminyum tozu katkılı PP granüllerinin üretimi ve EAİ özelliğinin incelendiği bu çalışmaya göre, Al tozu katkı oranı ve Al toz büyüklüğü arttıkça EAİ değerinde azalma olmaktadır. EAİ değerinin azalması ergiyik katkılı PP'nin akışkanlığının azalması demektir. Endüstride PP'nin kullanım alanını artırmak veya iyileştirmek amacıyla katılan katkı maddelerinde olan metal tozları özellikle Al tozu PP'nin ısı ve elektrik iletkenliğini artırdığı literatürden bilinmektedir. Bu çalışmada, PP'nin özelliğini geliştirmek için katılan Al tozlarının boyutu ve katkı oranının artmasının akışkanlığı azaltması katkılı PP'nin üretilebilirliğini / kalıplanabilirliğini azaltmaktadır. Bu iki parametrenin yanında basınç, sıcaklık ve kayma hızının artması ise EAİ değerini artırdığı tespit edilmiştir. Al tozu büyüklüğü ve katkı oranının artması ile düşen EAİ değeri sıcaklık ve basıncı artırılması ile tekrar artırılabilir. Ancak polimerlerin molekül yapılarının yüksek sıcaklık ile deforme olmaları bilindiğinde dolayı üretim sırasında sıcaklığın yükseltilmesi üretilebilirliği kolaylaştırırken plastiğin özelliğini kaybetmesine sebep olduğu için mecbur kalınmadıkça plastik üreticisi firmanın önerdiği sıcaklık değerinin üzerine çıkmaması oldukça önemlidir.

belirlenerek üretimin gerçekleştirilmesi hem ürün kalitesi hem de maliyetler açısından önemlidir.

4. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

Bu çalışmada, PP hammaddesine üç farklı katkı oranı (%5, %10, %15) ve üç farklı alüminyum partikül büyüklüğü (44-100 µm, 101-200 µm, 210-300 µm) katılarak katkılı polipropilen üretilmiştir. Reolojik deneyler, beş farklı basınç (298,2 kPa, 689,5 kPa ve 1379 kPa), beş farklı sıcaklıkta (210 °C, 230 °C, 250 °C) gerçekleştirilmiştir. Gerçekleştirilen bu çalışmaya göre;

- EAİ değeri sıcaklık ve basınç artışına bağlı olarak artmış, yüksek EAİ değerleri elde edilen numunelerde basınç 1379 kPa, sıcaklık 250 °C katkı oranı %10 ve partikül boyutu olarak 44-100 µm olarak tespit edilmiştir.
- Kayma hızı arttıkça EAİ doğrusal olarak artmaktadır.
- Kayma gerilmesi arttıkça EAİ değeri parabolik olarak artmaktadır.
- EAİ ve kayma gerilmesi fonksiyonel bir ilişki gerçekleşmiştir. En yüksek kayma gerilmesinde EAİ değerinin 44-100 mikron ve %5 Al tozu katkı oranında en yüksek olduğu görülmektedir. En düşük kayma gerilmesinin ise 44-100 mikron ve %15 Al tozu katkı oranında olduğu görülmektedir.

SEMBOLLER (NOTATIONS)

L	Piston boyu, m
P	Basınç (kPa)
R	Silindir yarıçapı, m
R _r	Katkı oranı (%)
R _s	Al toz boyutu (µm)
T	Sıcaklık (°C)
τ	Kayma gerilmesi, N/m ²
τ _R	Silindir yüzeyindeki gerilme, N/m ²
γ _g	Görünür kayma hızı, 1/s
Q	Debi, m ³ /s

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGEMENTS)

Bu çalışma, 07/2009-17 numarası ile Gazi Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri tarafından desteklenmiştir.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- Güldaş, A., Temel, S. "Alüminyum Tozu Takviyeli Polipropilenin Takviye Oranına Göre Mekanik Özellikleri", *1st International Symposium on Plastic and Rubber Technologies and Exhibition*, Ankara, (2013).
- Kim, Y.S., Chung, C.I., Lai, S.Y., Hyun, K.S., "Melt rheological and thermodynamic properties of polyethylene homopolymers and poly(ethylene/α-olefin) copolymers with respect to molecular composition and structure" *J. Appl. Polym. Sci.*, 59: 125 (1996).
- Zuidema, H., Peters, G.W.M., Meijer, H.E.H., "Influence of cooling rate on PVT-data of semicrystalline polymers" *J. Appl. Polym. Sci.*, 82: 1170 (2001).
- Spinace, M.A.S., Feroseli, K.K.G., De Paoli, M.A., "Recycled polypropylene reinforced with curaua fibers by extrusion" *J. Appl. Polym. Sci.*, 112: 3686 (2009).
- Lai, S.M., Yeh, F.C., Wang, Y., Chan, H.C., Shen, H.F., "Comparative study of maleated polyolefins as compatibilizers for polyethylene/wood flour composites" *J. Appl. Polym. Sci.*, 87: 487 (2003).
- Sobczak, L., Lang, R.W., Haider, A., "Polypropylene composites with natural fibers and wood—General mechanical property profiles". *Composites Science and Technology*, 72: 550 (2012).
- Ichazo, M.N., Albano, C., Gonzalez, J., Perera, R., Candal, M.V., "Polypropylene/wood flour composites: treatments and properties" *Comp. Structures*, 54: 207 (2001).
- Harper, D., Wolcott, M., "Interaction between coupling agent and lubricants in wood–polypropylene composites" *Composites: Part A*, 35: 385 (2004).
- Temel, S., "The Determination Of Rheological And Mechanical Properties Of Aluminum Powder Reinforced Polypropylene", *Ms.C. Thesis, Gazi University, Graduate School of Natural And Applied Sciences*, Ankara, (2014).
- Ghosh, K., Maiti, S.N., "Melt Rheological Properties of Silver-Powder-Filled Polypropylene Composites", *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 36 (5): 703-722, (1997).
- Mamunya, Y.P., Zois, H., Apekis, L., Lebedev, E.V., "Influence of pressure on the electrical conductivity of metal powders used as fillers in polymer composites", *Powder Technology*, 140: 49-55 (2004).
- Rusu M., Sofian N., Rusu D., Mechanical and thermal properties of zinc powder filled high density polyethylene composites, *Polymer Testing*, 20: 409-417, (2001).
- Bishay, I.K., Abd-El-Messieh, S.L., Mansour, S.H., "Electrical, Mechanical and Thermal Properties of Polyvinyl Chloride Composites Filled with Aluminum Powder", *Material and Design*, 32: 62–68, (2011).
- Chifor, V., Tekiner, Z., Türker, M., Orban, R., "An Experimental Investigation of Properties of polyethylene Reinforced with Al Powders", *Journal of Zhejiang University-SCIENCE A -Applied Physics Engineering*, 1-5, (2010).
- Chifor, V., Orban, R., Tekiner, Z., Turker, M., "Thermal mechanical, and electrical properties of high density polyethylene composites reinforced with copper powder", *Materials Science Forum*, 672: 191-194, (2011).
- Nurazreena, L. Hussain, B., Ismail, H., Mariatti, M., Metal Filled High Density Polyethylene Composites – Electrical and Tensile Properties, *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 19: 413-425, (2006).
- Tavman, I. H., "Thermal and Mechanical Properties of Aluminum Powder-Filled High-Density Polyethylene Composites", *Journal of Applied Polymer Science*, 62: 2161-2167, (1996).
- Tavman, I. H., "Thermal and mechanical properties of copper powder filled poly (ethylene) composites", *Powder Technology*, 91: 63-67, (1997).
- Ayrılmış, N., Kaymakçı, A., Akbulut, T., Elmas, G.M., Mechanical performance of composites based on wastes of polyethylene aluminum and ligno cellulose, *Composites: Part B*, 47: 150-154, (2013).
- Kim, H.J., Jung, D.H., Jung, I.H., Cifuentes, J.I., Rhee, K.Y., Hui, D., "Enhancement of mechanical properties of aluminium/epoxy composites with silane functionalization of aluminium powder", *Composites: Part B*, 43: 1743–1748, (2012).
- Güldaş, A., Çankaya, A., Güllü, A., Gürü, M., "Çinko borat katkılı polipropilenin reolojik özelliklerinin belirlenmesi", *Gazi Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 29:2, 227-234, (2014).
- Rybak, A., Boiteux, G., Melis, F., Seytre, G., "Conductive Polymer Composites Based on Metallic Nanofiller as Smart Materials for Current Limiting Devices", *Composites Science and Technology*, 70: 410–416, (2010).
- Carson, J.K., "Measurement and modelling of the thermal conductivity of dispersed aluminium composites", *International Communications in Heat and Mass Transfer*, 38: 1024–1028, (2011).
- Lebedev, S.M., Gefle, O.S., Tkachenko, S.N., "Metal-Polymer Pvd/Nickel Composites and Evaluation of Their Dielectric and Thermal Properties", *Journal of Electrostatics*, 68: 122–127, (2010).
- Azeem, S., Abdein, M.Z., "Investigation of thermal conductivity enhancement in bakelite–graphite particulate filled polymeric composite", *International Journal of Engineering Science*, 52: 30–40, (2012).

26. Wang, S., Qiu, J., “Enhancing thermal conductivity of glass fiber/polymer composites through carbon nanotubes incorporation”, *Composites: Part B*, 41: 533–536, (2010).
27. Moreira, D.C., Sphaier, L.A., Reis, J.M.L., Nunes, L.C.S., “Experimental Investigation of Heat Conduction in Polyester–Al₂O₃ and Polyester–CuO Nanocomposites”, *Experimental Thermal and Fluid Science*, 35: 1458–1462, (2011).
28. Bigg, D., “Thermal conductivity of heterophase polymer compositions”, *Advances in Polymer Science*, 119: 1–30, (1995).
29. Karatas, C., Kocer, A., Ünal, H. I., Saritas, S., “Rheological properties of feedstocks prepared with steatite powder polyethylene based thermoplastic binders”, *Journal of Materials Processing Technology*, 152 (1): 77-83, (2004).
30. Güngör, A., The Physical and Mechanical Properties of Polymer Composites Filled with Fe Powder, *Journal of Applied Polymer Science*, 99: 2438-2442, (2005).