

Aluminyum Tozu Takviyeli Polipropilenin Viskozite Değerlerinin İncelenmesi

Abdilmecit GÜLDAŞ¹, Mehmet ALTUĞ^{2,*}, Servet TEMEL³

¹Gazi Üniversitesi, 06500, Beşevler, Ankara, Turkey

²İnönü Üniversitesi, 44100, Malatya, Turkey

³Özel Enka Mesleki ve Teknik Anadolu Lisesi, Kocaeli, Turkey

Başvuru: 17/05/2016 Düzeltme: 09/06/2016 Kabul: 26/07/2016

ÖZ

Gerçekleştirilen bu çalışmada alüminyum (Al) tozu takviyeli polipropilen (PP) esaslı kompozit malzeme üretilmiş ve bunların akış özelliğini belirlemek amacıyla viskozite değişimleri incelenmiştir. Deneyel çalışmada beş farklı basınç (298,2 kPa; 524 kPa, 689,5 kPa; 987,4 kPa, 1379 kPa), beş farklı sıcaklık (210 °C, 220 °C, 230 °C, 240 °C, 250 °C) üç farklı alüminyum tozu takviye oranı (%5, %10, %15) ve üç farklı alüminyum tozu büyüklüğü (44-100 µm, 100-210 µm, 210-300 µm) kullanılmıştır. Ayrıca, Al tozu katkılı kompozit granüllerinin üretimi sırasında oksitlenmeyi önlemek için % 0,2 oranında antioksidan ilave edilmiştir. Gerçekleştirilen bu çalışmaya göre, viskozite değeri artan sıcaklık, basınç ve kayma hızına bağlı olarak azaldığı ancak alüminyum tozu partikül büyüklüğü ve takviye oranına bağlı olarak ise arttığı belirlenmiştir. Çalışmanın sonuçlarına göre en düşük viskozite değerleri basıncın 1379 kPa, sıcaklığın 250 °C, takviye oranının ağırlıkça %5 ve partikül boyutunun ise 210-300 µm ve 44-100 µm olduğu deneylerde elde edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Polipropilen, Alüminyum tozu, PP esaslı kompozit, Viskozite

The Investigation of viscosity values of Aluminum Powder Reinforced Polypropylene.

ABSTRACT

In this study, aluminum (Al) powder reinforced polypropylene based composites were produced and viscosity changes were investigated for the determination of flow properties of composites. Experiments have been carried out using five different pressures (298.2 kPa, 524 kPa, 689.5 kPa, 987.4 kPa, 1379 kPa) and five different temperatures (210 °C, 220 °C, 230 °C, 240 °C, 250 °C), three different Al powder additive rates (5%, 10%, 15%), and three different Al powder particle sizes (44-100 µm, 100-210 µm, 210-300 µm). Also, antioxidant was added by 0.2% to prevent oxidation during the production of Al powder reinforced composite granules. The experimental results indicate that viscosity values have reduced when temperature, pressure and shear rate have increased. On the contrary, viscosity values have increased by the increasing Al powder particle sizes and additive rates. According to the results of this study, the lowest viscosity values were determined in experiments where the pressure is 1379 kPa and the temperature is 250 °C and additive rate is 5%, and particle sizes are 210-300 µm and 44-100 µm.

Keywords: Polypropylene, Aluminum powder, PP based composite, Viscosity

*İletişim yazarı, e-mail: mehmet.altug@inonu.edu.tr

1.GİRİŞ

Plastikler mekanik, ısı, elektrik, sürtünme ve aşınma boyutsal kararlılık vb. gibi özelliklerinin artırılması için metal tozu ile takviyelendirilmektedir [1,2]. Literatürde birçok metal tozu değişik plastik malzemelere eklenerek yeni kompozit yapı elde edilmektedir. Fakat hangi metal tozunun hangi plastik malzemeye hangi oranlarda eklenmesi konusunda literatürde bazı çalışmalar yapılmış olsa da, her bir karışım oranlarında farklı özellikler elde edildiğinden araştırmacıların yoğunlaştığı alanlardan biri olmuştur. Metal tozu ile takviyelendirilmiş polimer esaslı kompozitlerin akış özelliği, mekanik, ısı, elektrik vb. gibi birçok özelliği değişmektedir. Bu özellikler, polimer içerisine katılan metal tozunun katkı oranı, boyutu ve yapı içerisindeki dağılımına ve üretim şekline bağlı olarak değişmektedir. Metal tozu katkılı plastiklerin kalıplanması ya da şekillendirilmesi sırasında akış özelliklerinin önceden bilinmesi son derece önemlidir.

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 ergiyik malzemenin viskozitesi ve ergiyiğin elastikiyeti kılcal reometre ile incelenmiştir [3]. 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 da belirtilmektedir. Mamunya ve arkadaşları yapmış oldukları çalışmada iletken polimer kompozitlerde dolgu maddesi olarak kullandıkları metal tozlarının (Bakır, nikel, demir) elektrik iletkenliği ve basıncın etkisini araştırmışlardır. PP içerisine katılan metal tozlarının büyüklüğü ve metal tozların yüzeyindeki oksit tabakasının iletkenliği etkilediği belirlemişlerdir [4]. Rusu ve arkadaşları yapmış oldukları çalışmada HDPE/Çinko toz kompozitlerinin mekanik ve termal özelliklerini incelemişlerdir [5]. Bu çalışmaya göre, HDPE içerisine % 0-20 oranında çinko tozu katılmış olup kompozitin mekanik özellikleri çinko tozunun katılması ile takviyesiz YYPE'ne göre azaldığı tespit edilmiştir. PVC içerisine alüminyum tozu takviye edilerek elde edilen kompozitin mekanik ve elektriksel özellikleri Bishay (2011) ve arkadaşları tarafından araştırılmıştır [6]. Chifor ve arkadaşları yaptıkları çalışmada alüminyum ve bakır tozu takviyeli YYPE kompozit malzemenin ısı, mekanik ve elektrik özelliklerini incelemişlerdir [7,8]. Chifor ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, bakır tozu takviyeli YYPE kompozit malzemenin ısı, mekanik ve elektrik özelliklerini incelemişlerdir [7]. %30 'a kadar farklı oranlarda takviye edilen ve 100 mikron büyüklüğündeki toz partiküller 250 dev/dak hızla dönen metal toz karıştırıcı vasıtasıyla YYPE malzemesi içerisine karıştırılmış ve üretilen kompozitin özelliği deneysel olarak incelenmiştir. Benzer şekilde Nurazreena ve arkadaşları da yapmış oldukları çalışmada, alüminyum (Al), bakır (Cu) ve demir (Fe) tozlarını HDPE içerisine katarak karışımlarının elektrik direnci ve gerilme dayanımları incelemişlerdir [8].

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 [9,10]. 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 [11]. 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 [12]. Literatürde yapılan diğer çalışmalara bakıldığında polimer içerisine alüminyum [13,14], gümüş [15], nikel [16] vs gibi birçok metal tozları ve grafit gibi malzemeler [17,18] 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 [19]. Termoplastik içerisine katılan elyaf takviyesi de kompozitin ısı iletkenliğini değiştirmektedir [20].

Karataş ve arkadaşları yapmış oldukları çalışmada 8,15 µm büyüklüğünde ve ağırlıkça %50 oranında sabun taşı tozunu HDPE ve beraberinde bağlayıcı olarak üç farklı balmumuna (parafin, arı balmumu ve carnauba balmumu) katarak reolojik özelliklerini incelemişlerdir [21]. Reolojik inceleme kılcal reometrede gerçekleştirilmiş olup 120-180 °C sıcaklık aralığında ve 12,3- 124,7 kPa basınç aralıklarında farklı değerlerde melt flow index, 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 incelemiştir [22]. Yapılan bu çalışmaya göre üretilen bu kompozitin MFI 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.

Literatür çalışmalarına bakıldığında polimer içerisine metal tozu takviyesi yapılarak elde edilen kompozitlerin birçok fiziksel özelliklerinin araştırıldığı çalışmaya rastlanmaktadır. Bu çalışmalara göre genel olarak metal tozlarının kompozitin mekanik özelliklerini biraz azalttığı ancak ısı ve elektriksel özelliklerini artırdığı görülmektedir. Bu kompozitlerin şekillendirilmesinde önemli olan akış özelliklerinin daha az araştırıldığı görülmektedir. Plastiklerin özelliklerini istenilen şekilde değiştirebilmek için literatürde görüldüğü gibi birçok katkı maddesi katılmaktadır. Ancak katılan bu katkı maddelerinin plastiğin akış özelliklerini nasıl değiştirdiğinin bilinmesi kalıplanabilirlik ya da üretilebilirlik açısından oldukça önemlidir.

Gerçekleştirilen bu çalışmada ise, sıcaklık, basınç, kayma hızı, toz partikül büyüklüğü ve toz takviye oranının viskozite üzerine etkileri incelenmiştir. Beş farklı basınç (298,2 kPa; 524 kPa; 689,5 kPa; 987,4 kPa ve 1379 kPa), beş farklı sıcaklık (210 °C, 220 °C, 230 °C, 240 °C, 250 °C), ağırlıkça üç farklı takviye oranı (%5, %10, %15) ve üç farklı alüminyum tozu büyüklüğü (44-100 µm, 100-210 µm, 210-300 µm) takviyeli PP esaslı kompozit üretilmiş ve bunların viskozite özellikleri incelenmiştir. Bu çalışmaya göre artan sıcaklık, basınç ve kayma hızı viskozite değerini düşürürken artan takviye oranı ve partikül boyutu viskozite değerini artırdığı tespit edilmiştir.

2. MATERYAL VE METHOD

Bu çalışmada, Al tozu takviyeli PP üretmek için değişik boyutlarda ve ağırlıkça farklı takviye oranlarında Al tozu takviye edilmiştir. Polipropilen içerisine %5, %10, %15 olmak üzere ağırlıkça üç farklı takviye oranı ve üç farklı alüminyum tozu büyüklüğü (44-100 µm, 100-200 µm, 210-300 µm) katılarak takviyelendirilmiş polipropilen granülleri üretilmiştir. Düzensiz şekilli olan alüminyum tozları standart elekler ile elenerek toz büyüklüğü 44-100 µm, 101-200 µm, 210-300 µm aralığında olması sağlanmıştır. Alüminyum tozlarının PP içerisine özdeş olarak katılabilmesi için tane boyutu 850 µm olan toz PP kullanılmıştır. Ayrıca, alüminyum tozlarını ilavesi sırasında takviye elemanı ile PP arasında uyumu sağlamak için %0,2 oranında maleik anhidrit (C₄H₂O₃) ve Songnox-1010 fenolik esaslı antioksidan 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. Daha sonra 1,5 kW gücünde, üç ısıtma bölgesine sahip, vidalı mil çapı 20 mm ve vida boyu 600 mm olan tek vidalı Mekatron marka ekstruder kullanılarak takviyelendirilmiş PP granülleri üretilmiştir. Alüminyum tozlarının özdeş dağılılabilmesi için granüller ikinci defa ekstruderden geçirilmiştir. Çalışmada kullanılan parametreler ve seviyeleri Tablo 1'de verilmiştir. Çalışmada her bir parametrenin diğer parametreler ile etkileşimi full faktöriyel olarak incelenmiştir.

Tablo 1. Deney parametreleri ve seviyeleri

Parametre	Parametre ve Seviyeler				
	I	II	III	IV	V
Basınç , P (kPa)	298,2	524	689,5	987,4	1379
Sıcaklık, T (°C)	210	220	230	240	250
Takviye oranı, Rr (%)	0	5	10	15	
Al tozu partikül boyutu, Rs (µm)	44-100	101-210	210-300		

Viskozitenin basınç, sıcaklık, kayma hızı, Al tozu takviye oranı ve Al toz partikül büyüklüğü ile değişimini belirleyebilmek için Davenport marka ergiyik akış indeksi cihazı kullanılmış ve reolojik deneyler TS-1675 ve ASTM D 1238 standardına göre gerçekleştirilmiştir. Deneyler sırasında her bir deney 3 defa tekrarlanmış ve her bir tekrar arasında standart gereği %15 den fazla fark olmaması sağlanmıştır. Reolojik deneyler için, beş farklı basınç (298,2 kPa; 524 kPa; 689,5 kPa, 987,4 kPa ve 1379 kPa) ve beş farklı sıcaklık (210 °C, 220 °C, 230 °C, 240 °C, 250 °C) kullanılmıştır. Ayrıca Tablo 2'de görüldüğü gibi her bir takviye oranı ve her bir tane boyutuna göre hazırlanan numunelere kodlar verilmiştir.

Tablo 2. Ekstruderde üretilen kompozitlerin takviye oranı ve partikül boyutuna göre deneysel kodları

Granül Kodu	Takviye oranı, Rr (%)	Alüminyum tozu partikül boyutu, Rs (µm)
A1	5	
B1	10	44 – 100
C1	15	
A2	5	
B2	10	100 – 210
C2	15	
A3	5	210 – 300
B3	10	
C3	15	
Saf PP	-	-

3. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Viskozite, bir akışkanın yüzey gerilimi altında deforme olmaya yani akmaya karşı gösterdiği dirençtir. Viskozite akış simülasyonunda kullanılan en önemli parametrelerden biridir. Polimer içerisine katkı elemanı eklendiği zaman elde edilen kompozit malzemenin viskozite özellikleri de önemli oranda değişmektedir. Özellikle kalıplanarak şekillendirilen kompozitlerin kalıp tasarımı aşamasında yapılan simülasyon ve plastik parça üretimi sırasında ise işleme parametrelerinin belirlenmesi oldukça zordur. Bu bağlamda Al tozu takviye edilmiş PP'nin akış özelliği temsil eden ve deneysel olarak elde edilen viskozite değerleri son derece önem arz etmektedir.

Tablo 3. Deneylerde elde edilen viskozite değerleri

°C	Kod	Basınc (KPa)				
		298,2	524	689,5	987,4	1379
210 °C	A1	2051,22	1295,49	1115,18	815,92	526,92
	B1	2798,91	2399,65	1501,10	1041,61	655,84
	C1	3182,1	1906,8	1724,5	1215,9	795,6
	A2	2554,68	1657,91	1408,18	991,49	675,36
	B2	2136,20	1421,88	1250,76	852,09	580,43
	C2	2383,0	1631,6	1316,3	914,2	545,8
	A3	1582,85	1428,62	1018,82	693,24	489,55
	B3	2132,3	1627,3	1192,9	815,8	558,2
	C3	1976,834	1419,872	1108,894	852,482	511,383
220 °C	Saf PP	2515,105	1639,403	1308,956	865,873	581,221
	A1	1521,73	785,52	846,63	613,54	381,34
	B1	2232,82	1570,03	1154,58	884,04	530,26
	C1	2064,2	1878,7	1318,6	905,4	620,8
	A2	1953,79	1380,20	1093,70	786,20	567,42
	B2	1632,70	1139,67	916,45	589,17	437,65
	C2	1948,1	1001,7	879,8	700,4	457,9
	A3	1462,70	933,94	731,99	548,77	369,63
	B3	1753,9	1099,0	886,2	615,3	455,5
230 °C	C3	1278,772	1100,417	883,529	603,356	408,906
	Saf PP	1835,115	1268,936	962,656	684,526	423,066
	A1	900,51	868,43	610,75	397,25	320,49
	B1	1673,26	1269,22	858,02	427,09	409,79
	C1	1821,2	1425,4	1061,8	785,8	483,1
	A2	1596,37	1111,33	798,52	602,53	426,41
	B2	1374,19	839,21	761,81	451,04	381,85
	C2	1547,8	1089,4	852,2	570,4	356,7
	A3	1040,52	800,38	662,44	475,54	305,30
240 °C	B3	1478,6	893,6	788,8	556,3	380,2
	C3	1254,117	875,573	665,150	472,144	318,358
	Saf PP	1223,762	1000,496	834,359	526,349	367,784
	A1	847,64	577,29	494,99	347,92	245,60
	B1	1395,10	980,02	795,75	421,22	401,62
	C1	1366,9	963,2	796,6	492,2	380,9
	A2	1179,23	848,86	601,06	452,17	312,63
	B2	1053,06	721,67	604,18	437,85	329,52
	C2	1120,0	823,1	668,4	498,4	358,3
250 °C	A3	922,89	596,39	531,30	357,55	245,82
	B3	1137,3	737,0	613,0	410,5	193,2
	C3	1031,806	680,218	506,960	324,556	233,615
	Saf PP	1192,177	702,573	562,855	401,099	308,328
	A1	616,76	549,89	415,53	312,27	200,05
	B1	961,84	703,16	554,02	399,10	272,46
	C1	1083,7	801,7	642,2	463,9	300,4
	A2	927,51	699,73	556,59	377,15	246,84
	B2	720,49	638,17	483,46	358,47	240,27
250 °C	C2	956,1	712,6	593,3	407,6	272,0
	A3	676,92	490,72	430,72	307,70	210,00
	B3	892,3	587,6	469,4	335,0	228,3
	C3	849,780	528,787	409,388	292,448	208,447
	Saf PP	1039,190	697,670	549,773	375,429	251,347

Yapılan deneysel çalışmada görünür viskozite, görünür kayma hızı ve kayma gerilmesi değerleri elde edilmiştir. Her bir şart için elde edilen kayma hızı-kayma gerilmesi değişiminden Eşitlik 1'de verilen bağıntı ile akış indeksi (n) değerleri elde edilmiştir. Bu değerler kullanılarak Eşitlik 2'de verilen Rabinowitsch düzeltme yöntemiyle görünür viskozite düzeltilmiştir.

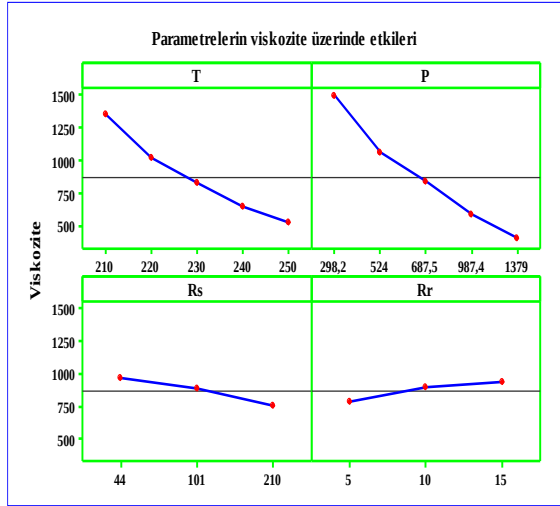
$$n = \frac{d \log \tau}{d \log \dot{\gamma}} \quad (1)$$

$$\dot{\gamma}_d = \frac{\dot{\gamma}_g}{4} \left(3 + \frac{1}{n} \right) \quad (2)$$

Buna göre takviyelendirilmiş ve saf granülün viskozite değerleri, sıcaklık, basınç, takviye oranı ve partikül boyutuna göre değişimi tespit edilmiştir (Tablo 3).

Şekil. 1'de parametrelerin viskozite üzerindeki etkilerinin ortalama değerleri verilmiştir. Grafiğe göre

sıcaklık, basınç ve takviye boyutunun değerlerindeki artışlar vizkozide değerlerinin düşüşüne neden olmaktadır. Ancak takviye oranındaki değerlerin artışına bağlı olarak viskozite değerlerinde genel bir artış gözlenmiştir.

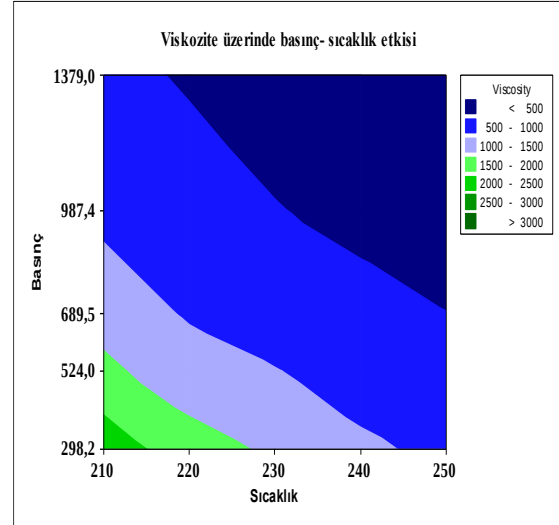


Şekil 1. Parametrelerin viskozite üzerindeki etkileri

3.1. Basıncın viskozite üzerindeki etkisi

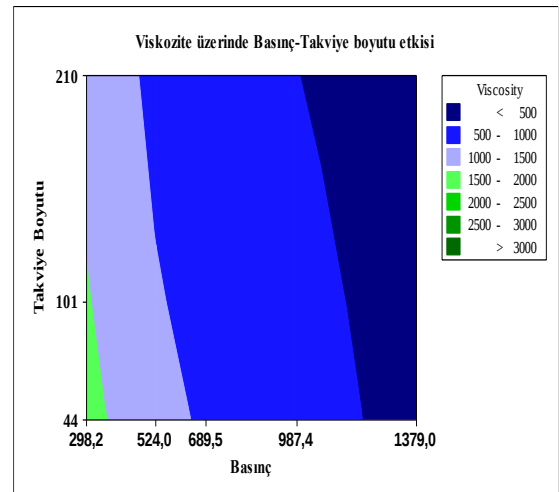
Makro molekül yapısına sahip polimerlerin akış yoluyla deforme edilmesi, akışkana belli bir basınç uygulanması ile mümkündür. Basınç, viskozite üzerindeki etkisi oldukça önemli parametredir. Bu nedenle artan basınca bağlı olarak moleküller arası doğrusal zincirlerin akış doğrultusunda yönlendirilmeleri akışı kolaylaştırdığı için viskozite değerleri de düşmektedir. Uygulanan basıncın etkisi ile birbirinden bağımsız olan polimer zincirleri birbiri üzerinde kaymaya çalışmakta ancak bu deformasyona karşı bir iç dirençte oluşmaktadır. Isı enerjisi ile artan aktivasyon enerjisinin de etkisi ile deformasyon kolaylaşırken iç direncin yanında takviye edilen alüminyum tozları da akmayı zorlaştırmaktadır. Alüminyum parçacıkları yapı içerisinde akış doğrultusunda bariyer görevi görerek molekül zincirlerinin deformasyonu sınırlandıran bir etki oluşturmaktadır.

Şekil 2'ye göre hem basıncın hem de sıcaklığın viskozite üzerindeki etkisi gösterilmektedir. Burada her iki parametre değerinin artışına bağlı olarak viskozite değerinde doğrusal bir düşüş görülmüştür.



Şekil. 2 Basınç ve sıcaklığın viskozite üzerine etkisi

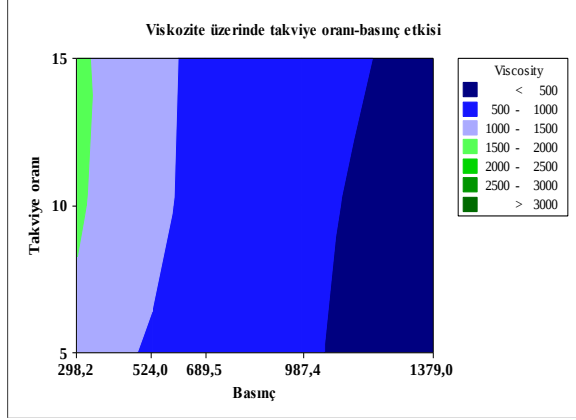
Şekil 3'e göre basıncın artmasına paralel olarak aynı zamanda partikül boyutunun artması ile viskozite değerleri de azalmaktadır. Ancak Şekil 3'e göre sıcaklık ve takviye boyutunun viskozite üzerindeki etkisi incelendiğinde partikül boyutunun artışı ile viskozite değerlerindeki azalma basınçtan kaynaklı azalmaya göre daha az etkili olmuştur.



Şekil 3. Basınç ve takviye boyutunun viskozite üzerine etkisi

Molekül zincirlerinin hareket edebilmesi deformasyonu doğal olarak uygulanan kuvvete yani basınca bağlıdır. Şekil 4'e göre basıncın artmasına bağlı olarak viskozite değerlerinde bir azalma olmasına rağmen takviye oranının artışı ile akış yavaşlamış dolayısıyla viskozite değerlerinde bir artış gözlenmiştir. Polimer moleküllerinin momentumu ile alüminyum tozlarının üzerine iletilen kuvvet etkisi ile oluşan momentumun farklı olmasından dolayı molekül zincirleri ile

alüminyum parçacıklarının aynı oranda hareket etmediği düşünülmektedir.

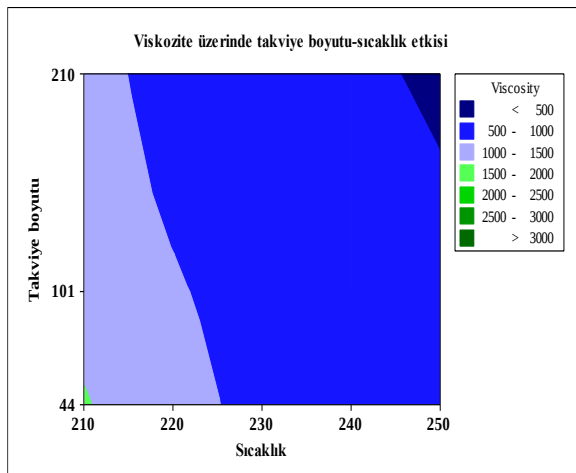


Şekil 4. Takviye oranı ve basıncın viskozite üzerine etkisi

3.2. Sıcaklığın viskozite üzerindeki etkisi

Polimer malzemelerin sıcaklığa karşı göstermiş oldukları duyarlılık onun daha iyi işlenebilmesini mümkün kılmaktadır. Bu nedenle polimer bir malzemeye sürekli bir ısı verilirse, polimer malzemede ısıya bağlı olarak bozunma başlar. Bu yüzden ısıya duyarlı polimer malzemelerin işlenmesi sırasında optimum sıcaklık dağılımlarının seçilmesi ve eriyik sıcaklığının sürekli izlenmesi gerekmektedir.

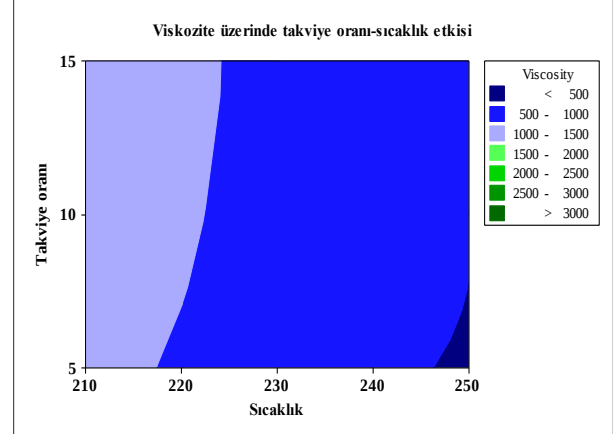
Bu çalışmada sıcaklık değerlerinin artmasına bağlı olarak da tüm numunelerin viskozite değerlerinde genel bir azalma görülmüştür (Şekil 2). Ancak Şekil 5'de sıcaklık ve takviye boyutunun viskozite üzerindeki etkisi incelendiğinde takviye boyutunun artışı ile viskozite değerlerindeki azalma, sıcaklıktan kaynaklı azalmaya göre daha düşük olmuştur.



Şekil 5. Takviye boyutu ve sıcaklığın viskozite üzerine etkisi

Şekil 6'da sıcaklık ve takviye oranı ilişkisinin viskozite üzerindeki etkisi verilmiştir. Grafiğe göre sıcaklığın artmasına bağlı olarak viskozite değerlerinde bir azalma görülmesine karşın takviye oranının artışı ile viskozite

değerlerinde, 220 °C ve 250 °C'deki küçük değişimlerin dışında önemli bir değişim gerçekleşmemiştir.



Şekil 6. Takviye oranı ve sıcaklığın viskozite üzerine etkisi

3.3. Viskozitenin takviye oranı partikül boyutuna bağlı olarak değişimi

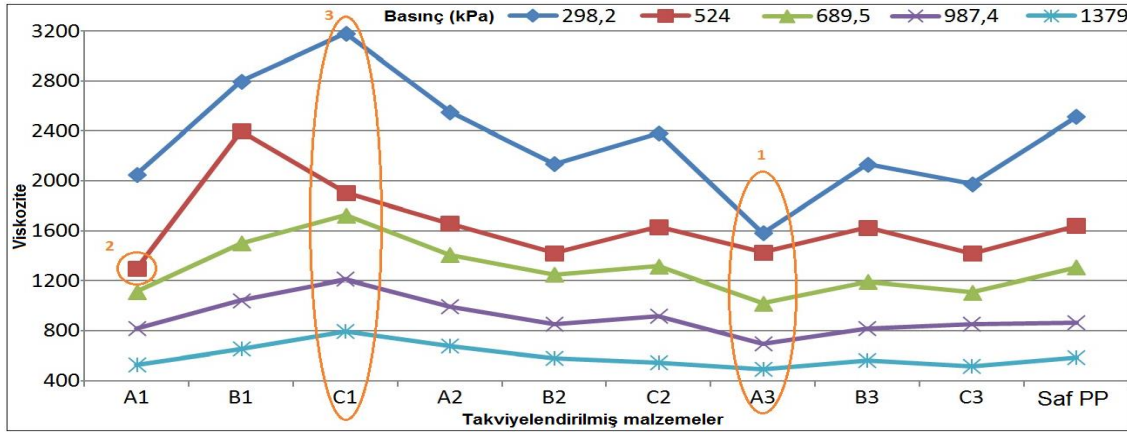
Takviyelendirilmiş kompozit malzemelerin reolojik özellikleri ile ilgili çalışmalarda kompozit içerisindeki takviye miktarının artışına bağlı olarak reolojik parametrelerde artışlar gözlenmiştir. Takviye artış miktarına bağlı olarak elastik kayma modül (G') ve kompleks viskozite (η^*) değerleri artmıştır [23,24]. Bu çalışmada da Kompozit içindeki Al katkı miktarı arttıkça reolojik parametrelerde ve viskozite değerlerinde de bir artış gözlenmiştir. Al katkı miktarına bağlı olarak viskozite değerlerindeki artış, kompozit içindeki Al katkı miktarının %5'den %10'a kadar önemli orandadır ancak Al katkı oranı %10'dan %15'e çıktığında viskozite değerlerinde kayda değer bir artış olmamıştır (Şekil 1). Ayrıca takviye oranının artmasına bağlı olarak viskozite değerlerinin de artması beklenen bir durumdur. Aksi durumların gerçekleşmesi kompozitin içerisindeki partiküllerin daha özdeş dağılmadığından kaynaklanabileceği ile açıklanabilir. Bu bağlamda viskozitedeki bu tarz artışlar yüksek sıcaklık ve yüksek basınç ile düşürülebilmektedir (Şekil 2).

Şekil 7-11'de Al takviyelendirilmiş ve saf PP malzemelerin sabit sıcaklık altında farklı basınçlarda elde edilen viskozite grafikleri verilmiştir. Grafiklere göre sabit bir sıcaklıkta basınç değerlerinin artmasına bağlı olarak tüm numunelerin viskozite değerlerinde genel bir azalma söz konusudur. Ancak partikül boyutu ve takviye oranına göre viskozite değerlerinde bazı farklılıklar gözlenmiştir.

Şekil 7'de 210°C de farklı basınçlarda, Al takviyelendirilmiş numunelerin ve saf PP malzemesinin viskozite değişim grafikleri verilmiştir. Grafik incelendiğinde her bir basınç değerinin kendi içerisinde en düşük viskozite değerleri 1. bölgede gösterilen A3 kodlu numunede elde edilmiştir. Ancak 524 kPa basınçta en düşük viskozite değeri 2. bölgede gösterilen A1 kodlu numunede az bir farkla elde edilmiştir. En yüksek viskozite değerlerine genel olarak 3. bölgede

gösterilen C1 kodlu numunelerde rastlanmıştır. Bu bağlamda 210 °C'de tüm basınç değerlerinde en düşük viskozite değerleri 210-300 µm partikül boyutu, %5 takviye oranına sahip numunede elde edilmiştir. Bazı araştırmacılar da partikül boyutunun polimer matrisli kompozitlerin viskozitesi üzerinde önemli etkiye sahip

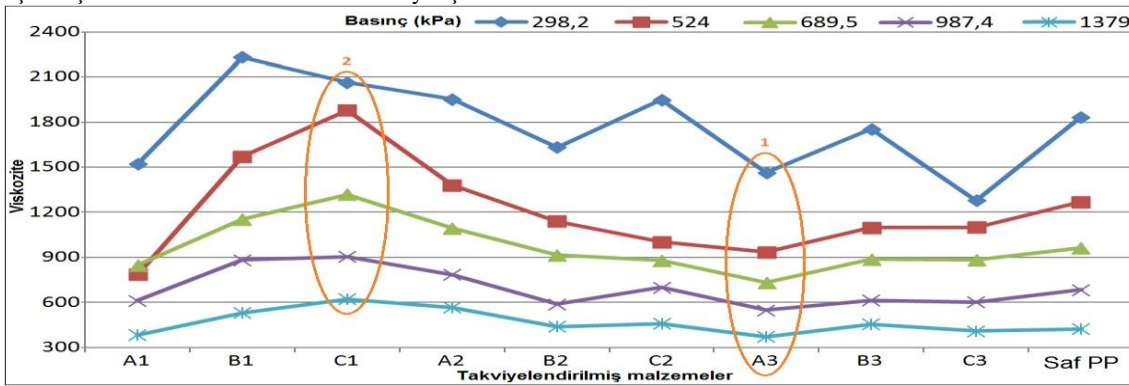
olduğunu belirtmişlerdir. Burada elde edilen sonuçlara paralel olarak Osman ve Atallah (2005 ve 2006) ve Supaphol ve Harnsiri (2006) çalışmalarında partikül boyutunun artması ile topaklanmaya bağlı olarak viskozite değerlerinde artış olduğunu belirtmişlerdir [25-27].



Şekil 7. 210 °C sabit sıcaklıkta takviyelendirilmiş polipropilenin farklı basınçlardaki viskozite değerleri

Şekil 8'de 220 °C de farklı basınçlarda, A1 takviyelendirilmiş numunelerin ve saf PP malzemesinin viskozite değişim grafikleri verilmiştir. Grafik incelendiğinde her bir basınç değerinin kendi içerisinde en düşük viskozite değerleri 1. bölgede gösterilen A3 kodlu numunede elde edilmiştir. Ancak 524 kPa basınçta en düşük viskozite değeri A1 kodlu numunede, 44-100 µm partikül boyutu ve %5 takviye oranında ölçülmüştür. 210 °C ve 220 °C'de ortaya çıkan bu

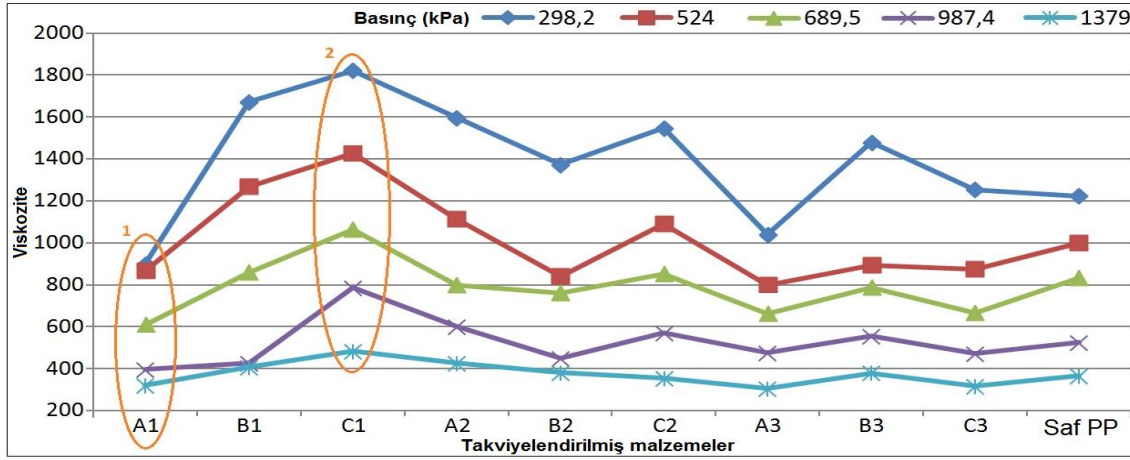
farklılığın temel nedeni olarak söz konu sıcaklıklarda özdeş karışımların 524 kPa basınçta elde edilmiş olabileceğidir. En yüksek viskozite değerlerine genel olarak 2. bölgede gösterilen C1 kodlu numunelerde rastlanmıştır. Bu bağlamda 220 °C'de tüm basınç değerlerinde en düşük viskozite değerleri 210-300 µm partikül boyutu, %5 takviye oranına sahip numunede elde edilmiştir.



Şekil 8. 220 °C sabit sıcaklıkta takviyelendirilmiş polipropilenin farklı basınçlardaki viskozite değerleri

Şekil 9'da 230 °C'de farklı basınçlarda, A1 takviyelendirilmiş numunelerin ve saf PP malzemesinin viskozite değişim grafikleri verilmiştir. Grafik incelendiğinde her bir basınç değerinin kendi içerisinde en düşük viskozite değerleri 1. bölgede gösterilen A1 kodlu numunede elde edilmiştir. Ancak 524 kPa basınçta en düşük viskozite değeri A3 kodlu numunede, 210-300 µm partikül boyutu ve %5 takviye oranında

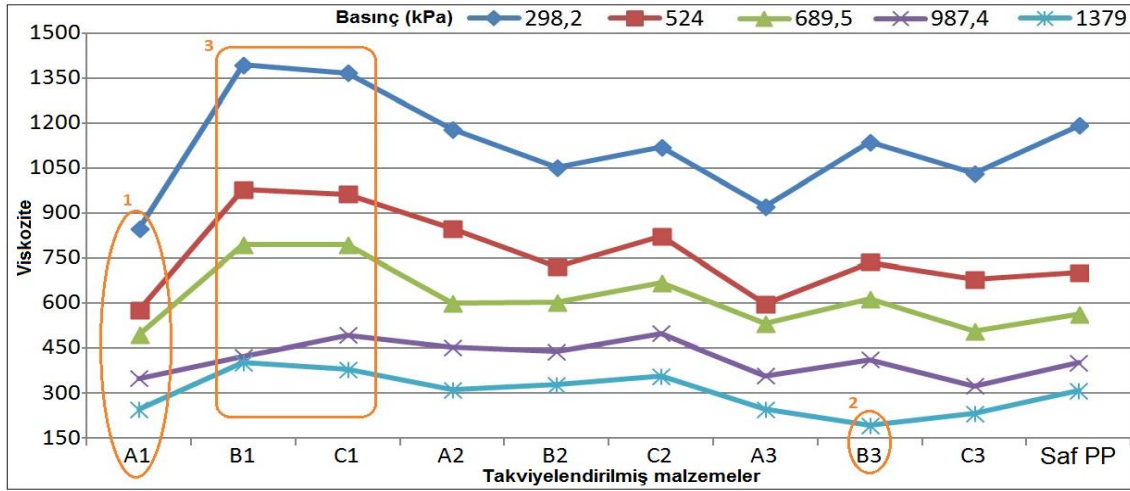
ölçülmüştür. Ortaya çıkan bu farklılığın temel nedeni, söz konu sıcaklıkta uniform karışımların 524 kPa basınçta elde edilmiş olabileceğidir. En yüksek viskozite değerlerine genel olarak 2. bölgede gösterilen C1 kodlu numunelerde rastlanmıştır. Bu bağlamda 230 °C'de tüm basınç değerlerinde en düşük viskozite değerleri 44-100 µm partikül boyutu, %5 takviye oranına sahip numunede elde edilmiştir.



Şekil 9. 230 °C sabit sıcaklıkta takviyelendirilmiş polipropilenin farklı basınçlardaki viskozite değerleri

Şekil 10'de 240 °C'de farklı basınçlarda, A1 takviyelendirilmiş numunelerin ve saf PP malzemesinin viskozite değişim grafikleri verilmiştir. Grafik incelendiğinde her bir basınç değerinin kendi içerisinde en düşük viskozite değerleri 1. bölgede gösterilen A1 kodlu numunede elde edilmiştir. Ancak 1379 kPa basınçta en düşük viskozite değeri 2. bölgede gösterilen B3 kodlu numunede, 210-300 µm partikül boyutu ve

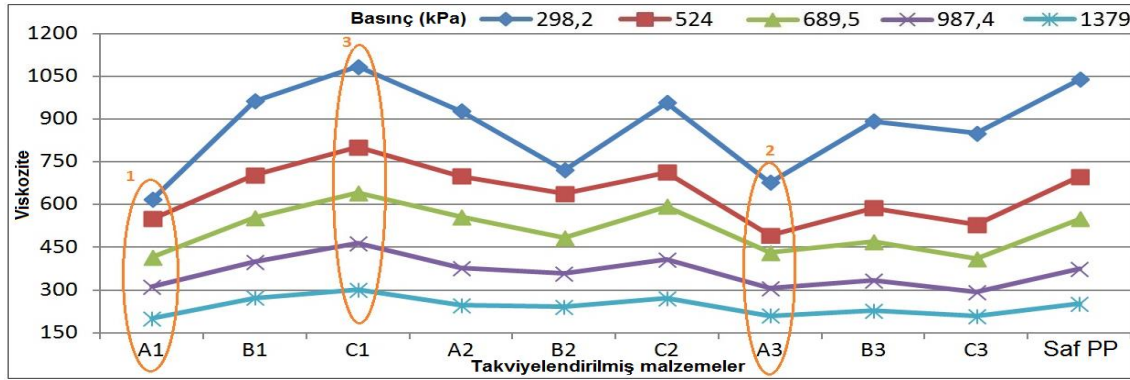
%10 takviye oranında ölçülmüştür. En yüksek viskozite değerlerine genel olarak 3. bölgede gösterilen ve aralarında kayda değer bir farklılık bulunmayan B1 ve C1 kodlu numunelerde rastlanmıştır. Bu bağlamda 240 °C'de tüm basınç değerlerinde en düşük viskozite değerleri 44-100 µm partikül boyutu, %5 takviye oranına sahip numunede elde edilmiştir.



Şekil 10. 240 °C sabit sıcaklıkta takviyelendirilmiş polipropilenin farklı basınçlardaki viskozite değerleri

Şekil 11'de 250 °C'de farklı basınçlarda, A1 takviyelendirilmiş numunelerin ve saf PP malzemesinin viskozite değişim grafikleri verilmiştir. Grafik incelendiğinde en düşük viskozite değerleri genel olarak 1. ve 2. bölgede gösterilen A1 ve A3 kodlu numunelerde elde edilmiştir. Ancak tüm basınç değerlerinin ortalamasına göre en düşük viskozite A1 kodlu numunede elde edilmiştir. Buradaki bu farklılığın temel nedenin partikül boyutu olduğu düşünülmektedir. En yüksek viskozite değerlerine genel olarak 3. bölgede

gösterilen C1 kodlu numunede rastlanmıştır. Bu bağlamda 250 °C'de tüm basınç değerlerinde en düşük viskozite değerleri 44-100 µm partikül boyutu, %5 takviye oranına sahip numunede elde edilmiştir. Literatürdeki çalışmalara uygun olan bu durum artan partikül boyutu ve artan takviye oranına bağlı olarak viskozitenin de arttığını göstermektedir. Ancak 210-300 µm partikül boyutuna sahip numunelerde elde edilecek düşük viskozite değerleri de basınca göre değişiklik gösterebilecektir.



Şekil 11. 250 °C sabit sıcaklıkta takviyelendirilmiş polipropilenin farklı basınçlardaki viskozite değerleri

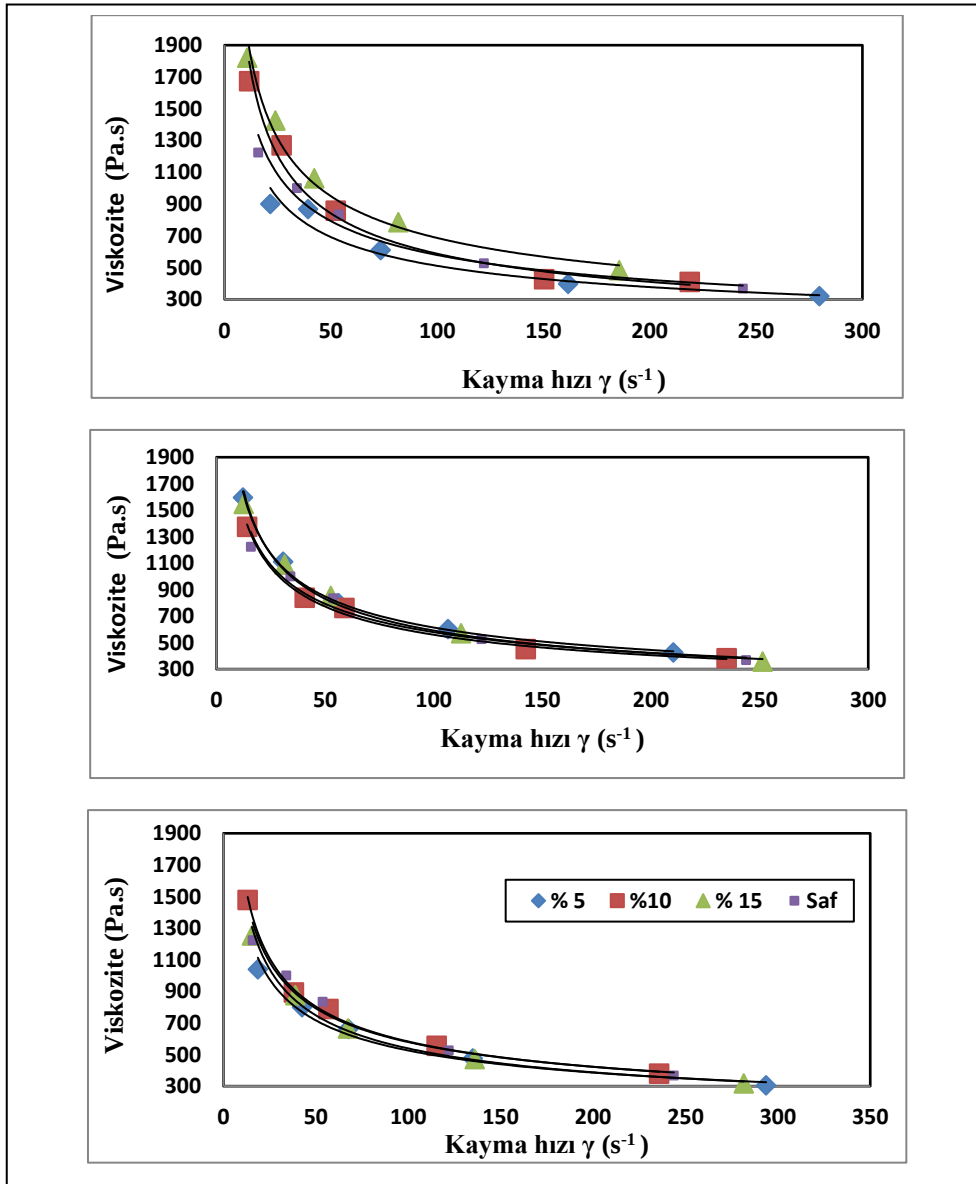
Bu bağlamda, sıcaklık ve basıncın yanı sıra takviye oranı ve partikül boyutunun da viskozite üzerinde etkisinin önemli olduğu belirlenmiştir. Şekil 7-11'e göre sabit bir sıcaklık değerinde basınç değerleri yükseldikçe viskozite değerleri düşmektedir. Grafiklere göre artan takviye oranına bağlı olarak viskozitenin arttığı görülmektedir. Düşük viskozite değerleri elde edilen numunelerde takviye oranı %5 olarak tespit edilmiştir. Benzer bir çalışmada Kısasöz tarafından 2010 yılında yapılmış olup, takviye oranının artışına bağlı olarak viskozite değerlerinin de arttığı belirtilmiştir [28].

210 °C ve 220 °C'de elde edilen en düşük viskozite değerleri A3 kodlu numunelerde iken 230 °C, 240 °C ve 250 °C'de en düşük viskozite değerleri %5 takviye oranına sahip numunelerde elde edilmiştir. Yani en düşük viskozite değeri takviye oranı %5 iken ve partikül boyutu 44-100 µm ile 210-300 µm değerlerine sahip numunelerde tespit edilmiştir. Böylece viskozite değerleri önemli ölçüde partikül boyutuna bağlı olarak

farklılık gösterdiği tespit edilmiştir. Ayrıca basınçtan sonra sıcaklığın da viskozite üzerindeki etkisinin takviye oranı ve partikül boyutuna nazaran daha baskın olarak gerçekleştiği düşünülmektedir. Bir diğer farklılık nedeni ise, söz konusu basınç ve sıcaklıklarda takviye oranı ve partikül boyutlarının PP ile en özdeş karışımı sağladıkları düşünülmektedir. Ayrıca 100-210 µm partikül boyutuna sahip numunelerde takviye oranına bakılmaksızın, tüm basınç değerlerinde düşük viskozite değerleri elde edilememiştir. 100-210 µm partikül boyutuna sahip olan numunelerde viskozitenin yüksek olması üretilebilirliği olumsuz etkileyecektir.

3.4. Viskozitenin kayma hızı ile değişimi

Şekil 12-a,b,c deki grafiklerde görüldüğü gibi 230 °C sabit sıcaklıkta 44-100 mikron boyutundaki takviyeli granüllerin kayma hızı viskozite ilişkisi incelendiğinde %5 oranındaki alüminyum toz takviyesinin kayma hızını arttırdığı ve katkı oranı arttıkça kayma hızının da azaldığı görülmektedir (Şekil 12-a).



Şekil 12. Viskozite kayma hızı ilişkisi a) 44-100 μm b) 101-200 μm c) 210-300 μm

100-210 mikron boyutunda alüminyum tozu takviye edildiğinde ise kayma hızı ile viskozite arasındaki ilişkiye yüzde katkı oranının pek fazla etki etmediği görülmektedir (Şekil 12-b). 210-300 mikron boyutunda alüminyum tozu takviyeli granülün %5'lik katkı oranında kayma hızının en yüksek olduğu tespit edilmiştir (Şekil 12-c). Grafiklerde görüldüğü gibi viskozitenin en fazla olduğu C1 grubunda kayma hızı en düşüktür. A1 grubunda ise kayma hızı bütün gruplara göre en yüksektir.

3.5. Varyans Analizi (ANOVA)

Tablo 4'de verilen varyans analizi sonuçlarına göre tüm parametrelerin P değeri 0,000 ($<0,05$) olarak tespit edilmiştir. Bu sonuçlara göre her bir parametre viskozite

üzerinde, birbirlerinden bağımsız bir şekilde anlamlı bir etkiye sahiptir.

Tablo 4. Varyans analizi

kaynak	DF	SS	F	P
T- Sıcaklık	4	19287472	108,80	0,000
P- Basınç	4	32769263	184,85	0,000
Rs- Takviye boyutu	2	1636466	18,46	0,000
Rr- Takviye oranı	2	910086	10,27	0,000
Error	212	9395593		
Total	224	63998879		

4. SONUÇLAR

Bu çalışmada, PP hammaddesine üç farklı takviye oranı (%5, %10, %15) ve üç farklı alüminyum partikül büyüklüğü (44-100 µm, 100-200 µm, 210-300 µm) katılarak takviyelendirilmiş polipropilen üretilmiştir. Reolojik deneyler, beş farklı basınç (298,2 kPa; 524 kPa; 689,5 kPa; 987,4 kPa ve 1379 kPa), beş farklı sıcaklıkta (210 °C, 220 °C, 230 °C, 240 °C, 250 °C) gerçekleştirilmiştir. Gerçekleştirilen bu çalışmaya göre;

- Basınç ve sıcaklık artışına bağlı olarak viskozite değerlerinde bir azalma tespit edilmiştir.
- Tüm basınç ve sıcaklık değerlerinde takviyelendirilmiş PP malzemelerinin viskozite değerleri saf PP'nin viskozite değerlerinden daha düşük olarak elde edilmiştir.
- Basınç ve Sıcaklığın yanı sıra takviye oranı ve partikül boyutunun da Viskozite üzerinde etkili olduğu belirlenmiştir.
- Artan takviye oranına bağlı olarak genel anlamda viskozitenin değerinin arttığı, düşük viskozite değerleri elde edilen numunelerde takviye oranı %5 olarak tespit edilmiştir.
- 210 °C ve 220 °C'de elde edilen en düşük viskozite değerleri A3 kodlu numunelerde iken 230 °C, 240 °C ve 250 °C'de en düşük viskozite değerleri A1 kodlu numunelerde elde edilmiştir. Her iki numunede takviye oranı %5 iken partikül boyutu 44-100 µm ve 210-300 µm olarak tespit edilmiştir.
- 100-210 µm partikül boyutuna sahip numunelerde takviye oranına bakılmaksızın tüm basınç değerlerinde diğer numunelere göre düşük viskozite değerleri elde edilememiştir.

TEŞEKKÜR

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

KAYNAKLAR

- [1] Servet, T., "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
- [2] A. GÜLDAŞ, S. Temel, "Alüminyum Tozu Takviyeli Polipropilenin Takviye Oranına Göre Mekanik Özellikleri" , **1st International Symposium on Plastic and Rubber Technologies and Exhibition**, Ankara, 2013
- [3] Ghosh, K., Maiti, S.N., "Melt Rheological Properties of Silver-Powder-Filled Polypropylene Composites", **Polymer-Plastics Technology and Engineering**, 36 (5), 703-722, 1997.

- [4] Mamunya, Y.P., Zois, H., Apekis, L., Lebedev, E.V., "Influence of Basınç on the electrical conductivity of metal powders used as fillers in polymer composites", **Powder Technology**, 140-49-55 2004.
- [5] Rusu M., Sofian N., Rusu D., Mechanical and thermal properties of zinc powder filled high density polyethylene composites, **Polymer Testing**, 20,409-417, 2001.
- [6] 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.
- [7] 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.
- [8] 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.
- [9] Nurazreena, L. Hussain, B., Ismail, H., Mariatti, M., Metal Filled High Density Polyethylene Composites – Electrical and Tensile Properties, **Journal of Thermoplastic Composite Materials**, Cilt19, Sayfa 413-425, 2006.
- [10] Tavman, I. H., "Thermal and Mechanical Properties of Aluminum Powder-Filled High-Density Polyethylene Composites", **Journal of Applied Polymer Science**, 62, 2161-2167, 1996.
- [11] Tavman, I. H., "Thermal and mechanical properties of copper powder filled poly (ethylene) composites", **Powder Technology**, 91, 63-67, 1997.
- [12] 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.
- [13] 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.
- [14] 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.
- [15] 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.

- [16] Lebedev, S.M., Gefle, O.S., Tkachenko, S.N., "Metal-Polymer PvdF/Nickel Composites and Evaluation of Their Dielectric and Thermal Properties", **Journal of Electrostatics**, 68, 122–127, 2010.
- [17] 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.
- [18] Wang, S., Qiu, J., "Enhancing thermal conductivity of glass fiber/polymer composites through carbon nanotubes incorporation", **Composites: Part B**, 41, 533–536, 2010.
- [19] 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.
- [20] Bigg, D., "Thermal conductivity of heterophase polymer compositions", **Advances in Polymer Science**, 119, 1–30, 1995.
- [21] 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.
- [22] Güngör, A., The Physical and Mechanical Properties of Polymer Composites Filled with Fe Powder, **Journal of Applied Polymer Science**, 99, 2438-2442, 2005
- [23] Goad M. A., Pötschke P., Zhou D., Mark J. H., Heinrich G. (2007). Preparation and Rheological Characterization of Polymer Nanocomposites Based on Expanded Graphite, **Journal of Macromolecular Science, Part A: Pure and Applied Chemistry** (2007) 44, 591–598.
- [24] Baş, A.B. Investigation of Rheological Properties of Graphite Filled Polypropylene, **Ms.C. Thesis, Istanbul Technical University, Graduate School of Natural And Applied Sciences**, İstanbul, 2012
- [25] Osman, M.A., Atallah, A., Interparticle and particle–matrix interactions in polyethylene reinforcement and viscoelasticity, **Polymer**, 46: 9476-9488, 2005.
- [26] Osman, M.A., Atallah, A., Effect of the particle size on the viscoelastic properties of filled polyethylene, **Polymer**, 47: 2357-2368, 2006.
- [27] Supaphol P., Harnsiri W., 2006, Rheological and Isothermal Crystallization Characteristics of Saf and Calcium Carbonate-Filled Syndiotactic Polypropylene. **J. Appl. Polymer Science**, 100: 4515-4525.
- [28] Kısasöz, E. Rheological Properties of Calcite Filled Polypropylene Random Copolymer Composites, **Ms.C. Thesis, Istanbul Technical**

University, Graduate School of Natural And Applied Sciences, İstanbul, 2010.