

**T.C.
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**UÇUCU KÜL İÇEREN POLİÜRETAN ESASLI KOMPOZİT
MALZEMELERİN MEKANİK VE TERMAL ÖZELLİKLERİNİN
İNCELENMESİ**

DOKTORA TEZİ

RECEP YURTSEVEN

DENİZLİ, HAZİRAN - 2014

**T.C.
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**



**UÇUCU KÜL İÇEREN POLİÜRETAN ESASLI KOMPOZİT
MALZEMELERİN MEKANİK VE TERMAL ÖZELLİKLERİNİN
İNCELENMESİ**

DOKTORA TEZİ

RECEP YURTSEVEN

DENİZLİ, HAZİRAN - 2014

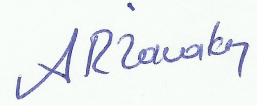
DOKTORA TEZ ONAY FORMU

Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü 081609003 nolu öğrencisi Recep YURTSEVEN tarafından hazırlanan “Uçucu Kül İçeren Poliüretan Esaslı Kompozit Malzemelerin Mekanik ve Termal Özelliklerinin İncelenmesi” başlıklı tez tarafımızdan okunmuş, kapsamı ve niteliği açısından bir Doktora tezi olarak kabul edilmiştir.

Tez Danışmanı : Prof. Dr. Muzaffer TOPÇU (PAÜ)
(Jüri Başkanı)



Eş Danışman : Doç Dr. Ali Rıza TARAKCILAR (PAÜ)



Jüri Üyesi : Prof. Dr. Nazım USTA (PAÜ)



Jüri Üyesi : Doç. Dr. Hasalettin DELİGÖZ (PAÜ)



Jüri Üyesi Prof. Dr. Osman ASİ (UÜ)



Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun
16.07.2014. tarih ve ..30/08.... sayılı kararıyla onaylanmıştır.



Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü
Prof. Dr. Orhan KARABULUT

Bu tezin tasarımı, hazırlanması, yürütülmesi, arařtırmalarının yapılması ve bulgularının analizlerinde bilimsel etięe ve akademik kurallara özenle riayet edildiđini; bu alıřmanın dođrudan birincil ürünü olmayan bulguların, verilerin ve materyallerin bilimsel etięe uygun olarak kaynak gösterildiđini ve alıntı yapılan alıřmalara atfedildiđine beyan ederim.

İmza



Öđrenci Adı Soyadı : Recep YURTSEVEN

ÖNSÖZ

Bu çalışma ile önemli bir malzeme grubu olan poliüretan malzemeler ile değişik kompozit malzemeler üretilerek daha üstün özellikli ve ekonomik malzemeler geliştirilmeye ve bu malzemelerin termal ve mekanik özellikleri tespit edilmeye çalışılmıştır. Böylece ülke ekonomisi ve çevre için faydalı veriler ortaya çıkarıldığı düşüncesindeyim.

Bu çalışmada, her türlü tecrübe ve bilgisinden faydalandığım tez danışmanım Prof. Dr. Muzaffer TOPÇU'ya, üstün dikkati ile çalışmamıza değer katan eş danışmanım Doç Dr. Ali Rıza TARAKCILAR'a teşekkürü borç bilirim. Değerli tavsiyeleri ile çalışmamıza katkıda bulunan Prof. Dr. Nazım USTA ve Doç. Dr. Hasalettin DELİGÖZ'e teşekkürlerimi sunarım.

108T246 numaralı "Otomotiv ve Isı Yalıtım Endüstrileri İçin Yeni Yanmaya Dirençli Poliüretan Esaslı Malzeme Geliştirilmesi ve Bu Malzemelerin Isıl Bozulma ve Yanma Davranışlarının Deneysel ve Teorik İncelenmesi" başlıklı proje ile destek sağlayan TÜBİTAK'a teşekkür ederim.

Ayrıca çalışmam süresince, maddi ve manevi destek olan eşim ve çocuklarıma da minnetdarım.

Haziran 2014

Recep Yurtseven

(Makine Yüksek Mühendisi)

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	xii
SUMMARY	xiii
1. GİRİŞ	1
1.1 Tezin Amacı.....	3
2. GENEL BİLGİLER VE LİTERATÜR ÇALIŞMASI	4
2.1 Poliüretan (PU).....	4
2.1.1 Sert (rijit) poliüretan köpükler	7
2.1.2 Esnek poliüretan köpükler	8
2.1.3 RIM (Reaction Injection Moulding) poliüretanlar	9
2.1.4 İntegral poliüretan köpükler.....	10
2.1.5 Elastomer poliüretanlar.....	11
2.2 Uçucu Kül (UK).....	12
2.3 Literatür Bilgisi.....	14
3. MALZEMELER VE DENEYSEL YÖNTEMLER	23
3.1 Malzemeler	24
3.1.1 Poliüretan hammaddeler	24
3.1.2 Dolgu ve katkı maddeleri.....	25
3.1.2.1 Uçucu küller	25
3.1.2.2 Diğer dolgu ve katkı maddeleri	30
3.2 Poliüretan Esaslı Kompozit Malzemelerin Üretilmesi.....	30
3.2.1 Mekanik karıştırıcı kullanarak poliüretan köpük malzeme üretimi	30
3.2.2 Plastik enjeksiyon makinesi kullanarak TPU malzeme üretimi.....	34
3.3 Numunelerin Hazırlanması ve Şartlandırılması.....	36
3.4 Yapısal, Mekanik ve Termal Deneyler.....	38
3.4.1 Yoğunluk.....	38
3.4.2 Hücre yapısı	38
3.4.3 Malzeme morfolojisi.....	39
3.4.4 Basma deneyi	40
3.4.5 Çekme deneyi.....	43
3.4.5.1 Termoplastik PU malzemeler için çekme deneyi.....	43
3.4.5.2 Esnek ve integral PU köpük malzemeler için çekme deneyi	44
3.4.6 Yırtılma deneyi.....	46
3.4.6.1 Termoplastik PU malzemeler için yırtılma deneyi.....	46
3.4.6.2 Esnek ve integral PU köpük malzemeler için yırtılma deneyi.....	47
3.4.7 Izod çentik darbe deneyi.....	49
3.4.8 Sertlik deneyi	50
3.4.9 Sabit deformasyon basma deneyi.....	50
3.4.10 Isı iletim katsayısı.....	52
3.4.11 Termogravimetrik analiz (TGA)	53
3.4.12 UL94 yanma deneyi.....	54
4. DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMA	55
4.1 Sert Poliüretan Köpük (SPK) Esaslı Kompozitlerin Test Sonuçları.....	55
4.1.1 SPK esaslı kompozitlerin ısı iletim katsayısı sonuçları.....	56

4.1.2 SPK esaslı kompozitlerin basma deneyi sonuçları.....	60
4.1.3 SPK esaslı kompozitlerin UL94 deneyi sonuçları.....	64
4.1.4 SPK esaslı kompozitlerin hücre yapısı incelemeleri	67
4.1.5 SPK esaslı kompozitlerin termogravimetrik (TG) analiz sonuçları	68
4.2 Esnek Poliüretan Köpük (EPK) Esaslı Kompozitlerin Test Sonuçları.....	74
4.2.1 EPK esaslı kompozitlerin çekme deneyi sonuçları	75
4.2.2 EPK esaslı kompozitlerin yırtılma deneyi sonuçları	79
4.2.3 EPK esaslı kompozitlerin sabit deformasyon basma deneyi sonuçları	82
4.2.4 EPK esaslı kompozitlerin TG analiz sonuçları	85
4.3 İntegral Poliüretan Köpük (IPK) Esaslı Kompozitlerin Test Sonuçları	90
4.3.1 IPK esaslı kompozitlerin çekme deneyi sonuçları	91
4.3.2 IPK esaslı kompozitlerin yırtılma deneyi sonuçları	95
4.3.3 IPK esaslı kompozitlerin sabit deformasyon basma deneyi sonuçları	98
4.3.4 IPK esaslı kompozitlerin TG analiz sonuçları	101
4.4 Termoplastik Poliüretan(TPU) Esaslı Kompozitlerin Test Sonuçları.....	106
4.4.1 TPU esaslı kompozitlerin çekme deneyi sonuçları	106
4.4.2 TPU esaslı kompozitlerin yırtılma deneyi sonuçları	111
4.4.3 TPU kompozitlerin morfolojik incelemeleri.....	114
4.4.4 TPU esaslı kompozitlerin izod çentik darbe deneyi sonuçları.....	118
4.4.5 TPU esaslı kompozitlerin sertlik değerleri	119
4.4.6 TPU esaslı kompozitlerin TGA sonuçları.....	119
5. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ VE ÖNERİLER	125
KAYNAKLAR.....	131

KISALTMALAR

APP	: Amonyum polifosfat
ASTM	: Amerikan test ve malzeme topluluğu
ATH	: Alüminyum trihidrat
CS	: Basma dayanımı
DMA	: Dinamik mekanik analiz
DSC	: Diferansiyel taramalı kalorimetre
DTG	: Diferansiyel termal gravimetri
EG	: Genleştirilmiş grafit
EPK	: Esnek (flexible) poliüretan
GF	: Cam fiber
HGM	: Mikro cam küre
HDPE	: Yüksek yoğunluklu polietilen
KAG	: Kabaran alev geciktirici
MCA	: Melamin siyanürat
MDI	: Metilen difenil diizosiyanat
MEGO	: Mikrodalgada inceltmiş grafit oksit
Mg(OH)₂	: Magnezyum hidroksit
PAU1	: Proje ekibinin hazırladığı özel karışım
PER	: Pentaeritritol
PP	: Polipropilen
PU	: Poliüretan
IPK	: İntegral (yarı sert) poliüretan
SPK	: Sert (rijit) poliüretan köpük
REC	: Rektorit kil
RH	: Pirinç kabuğu
RIM	: Reaksiyon enjeksiyon kalıplama
R-RIM	: Takviyeli reaksiyon enjeksiyon kalıplama
SEM	: Taramalı elektron mikroskop
S-RIM	: Yapısal enjeksiyon kalıplama
TDI	: Toulen diizosiyanat
TGA	: Termogravimetrik analiz
TPU	: Termoplastik poliüretan
TS	: Termik santral
TÜBİTAK	: Türkiye bilimsel ve teknolojik araştırma kurumu
UK	: Uçucu kül
UV	: Ultraviyole

TABLO LİSTESİ

Tablolar

3.1 : Rijit poliüretan hammaddelerinin özellikleri.	24
3.2 : Esnek poliüretan hammaddelerin özellikleri.....	24
3.3 : İntegral poliüretan köpük hammaddelerin özellikleri.	24
3.4 : Kullanılan termik santral uçucu küllerinin kimyasal kompozisyonları.	25
3.5 : Termik santral uçucu kül kodları.....	27
3.6 : Enjeksiyon makinesinin özellikleri.	35
3.7 : SPK malzemeler için basma dayanım değer seviyeleri.	42
4.1 : Üretilen SPK esaslı kompozit malzeme tablosu.....	55
4.2 : Üretilen EPK esaslı kompozit malzeme tablosu.	74
4.3 : Üretilen IPK esaslı kompozit malzeme tablosu.	90
4.4 : TPU esaslı kompozit malzeme üretim tablosu.....	106
4.5 : TPU malzemelerin izod çentik darbe sonuçları.	118
4.6 : TPU esaslı malzemelerin sertlik değerleri.	119

ŞEKİL LİSTESİ

Şekiller

2.1 : Poliüretan sentezi	4
2.2 : Poliüretan atom modeli.	5
2.3 : İzosiyanat modelleri.	5
2.4 : SPK'ün aynı yalıtım için diğer malzemeler ile karşılaştırılması.	7
2.5 : Poliüretan malzemelerin yalıtım sektörü uygulama örnekleri.	8
2.6 : Esnek poliüretan köpük malzemeler için kullanım örnekleri.	9
2.7 : RIM poliüretan malzemelerden üretilmiş parça örnekleri.	9
2.8 : İntegral poliüretan köpük malzemelere kullanım örnekleri.	10
2.9 : Poliüretan elastomerlerin kullanım örnekleri.	11
2.10 : Depolarda yükselmiş uçucu kül yığınları.	12
2.11 : Küresel yapıdaki uçucu kül partikülleri.	13
3.1 : Planet sistemli öğütücü ve uçucu külün öğütülmesi.	26
3.2 : Yeniköy UK'ü öğütme öncesi ve sonrası parçacık boyut dağılımı.	27
3.3 : Soma UK'ü öğütme öncesi ve sonrası parçacık boyut dağılımı.	28
3.4 : Kemerköy UK'ü öğütme öncesi ve sonrası parçacık boyut dağılımı.	28
3.5 : Çayırhan UK'ü öğütme öncesi ve sonrası parçacık boyut dağılımı.	29
3.6 : Öğütülmüş uçucu küllerin parçacık boyutu dağılımları.	29
3.7 : Karışım için kullanılacak hammaddelerin hassas terazi ile tartılması.	31
3.8 : Poliole ilave edilen maddelerin homojenize edilmesi.	31
3.9 : Kalıba kalıp ayırıcı sürülmesi.	32
3.10 : Poliol sistem ile izosiyanatın mekanik karıştırıcıda karıştırılması.	32
3.11 : Karışımının kalıba boşaltılması.	33
3.12 : Kalıbın kapatılması, prese konulması ve numunenin çıkarılması.	33
3.13 : Plastik enjeksiyon makinesi.	34
3.14 : Plastik enjeksiyon kalıbı.	34
3.15 : TPU ve PP karışımı ile doğu maddelerinin karıştırılması.	35
3.16 : Kalıptan çıkartılmış TPU deney numunesi.	36
3.17 : Numunelerin şerit testerede kesilip hazırlanması.	37
3.18 : Şartlandırıcı ünitesi.	37
3.19 : SPK malzemenin yüzeyinin (a) kesimi ve (b) boyanması.	39
3.20 : Stereo mikroskop.	39
3.21 : SEM cihazı.	40
3.22 : %5 APP içeren TPU-PP karışımı.	40
3.23 : Instron 8801 universal çekme deney cihazı.	41
3.24 : SPK malzemelerin basma deneyi eğrileri.	42
3.25 : Tinius Olsen H10KT çekme deney cihazı.	43
3.26 : TPU çekme deney numunesi ölçüleri.	44
3.27 : TPU numunenin çekme deneyi.	44
3.28 : EPK ve IPK çekme deney numunesi ölçüleri.	45
3.29 : Esnek poliüretan köpük çekme deneyi.	45
3.30 : TPU yırtılma deney numunesi ölçüleri.	46

3.31 : TPU (a) numunenin kesilerek hazırlanması ve (b) bağlanması.....	47
3.32 : EPK ve IPK yırtılma deney numunesi ölçüleri.....	48
3.33 : Esnek poliüretan köpük yırtılma deneyi.....	48
3.34 : Izod çentik darbe deneyi numuneleri (a) çentikli, (b) çentiksiz.....	49
3.35 : CEAST marka Izod çentik darbe cihazı.....	50
3.36 : Sertlik ölçme cihazı (JIS) ve sertlik ölçümü.....	50
3.37 : Sabit deformasyon basma deney numunesi boyutları.....	51
3.38 : Sabit deformasyon basma deneyi.....	51
3.39 : QTM-500 ısı iletim katsayısı ölçüm cihazı.....	52
3.40 : Isı iletim katsayısı ölçümü.....	53
3.41 : Termogravimetrik analiz cihazı.....	53
3.42 : UL94 deney cihazı.....	54
3.43 : UL94 deney düzeneği.....	54
4.1 : KE1 UK'ünün ısı iletim katsayısına etkisi.....	57
4.2 : SO1 UK'ünün ısı iletim katsayısına etkisi.....	57
4.3 : YE1 UK'ünün ısı iletim katsayısına etkisi.....	58
4.4 : CAY1 UK'ünün ısı iletim katsayısına etkisi.....	58
4.5 : CAT1 UK'ünün ısı iletim katsayısına etkisi.....	59
4.6 : UK'ün SPK malzemelerin ısı iletim katsayısına etkisi.....	59
4.7 : KE1 UK'nün SPK malzemenin basma dayanımına etkisi.....	61
4.8 : SO1 UK'ünün SPK malzemenin basma dayanımına etkisi.....	61
4.9 : YE1 UK'ünün SPK malzemenin basma dayanımına etkisi.....	62
4.10 : CAY1 UK'ünün SPK malzemenin basma dayanımına etkisi.....	62
4.11 : CAT1 UK'ünün SPK malzemenin basma dayanımına etkisi.....	63
4.12 : UK'ün SPK malzemenin basma dayanımına etkisi.....	63
4.13 : SO1 UK dolgulu SPK malzemenin UL94 sonuçları.....	65
4.14 : YE1 UK dolgulu SPK malzemenin UL94 sonuçları.....	65
4.15 : CAT1 UK dolgulu SPK malzemenin UL94 sonuçları.....	66
4.16 : CAY1 UK dolgulu SPK malzemenin UL94 sonuçları.....	66
4.17 : KE1 UK dolgulu SPK malzemenin UL94 sonuçları.....	67
4.18 : KEM1 UK dolgulu SPK Malzemenin SEM görüntüleri.....	68
4.19 : KE1 UK eklenmiş SPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.....	69
4.20 : YE1 UK eklenmiş SPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.....	70
4.21 : SO1 UK eklenmiş SPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.....	71
4.22 : CAY1 UK eklenmiş SPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.....	72
4.23 : CAT1 UK eklenmiş SPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.....	73
4.24 : KE1 UK'nün EPK malzemenin çekme dayanımı özelliklerine etkisi.....	75
4.25 : SO1 UK'nün EPK malzemenin çekme dayanımı özelliklerine etkisi.....	76
4.26 : YE1 UK'nün EPK malzemenin çekme dayanımı özelliklerine etkisi.....	76
4.27 : CAY1 UK'nün EPK malzemenin çekme dayanımı özelliklerine etkisi.....	77
4.28 : CAT1 UK'nün EPK malzemenin çekme dayanımı özelliklerine etkisi.....	77
4.29 : UK'ün EPK malzemenin çekme dayanımına etkisi.....	78
4.30 : UK'ün EPK malzemenin kopma uzmasına etkisi.....	78
4.31 : KE1 UK'nün EPK malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.....	79
4.32 : SO1 UK'nün EPK malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.....	79
4.33 : YE1 UK'nün EPK malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.....	80
4.34 : CAY1 UK'nün EPK malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.....	80
4.35 : CAT1 UK'nün EPK malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.....	81
4.36 : UK'ün EPK malzemelerin yırtılma dayanımına etkisi.....	81
4.37 : KE1 UK'nün EPK malzemenin %C _t değerine etkisi.....	82

4.38 : SO1 UK'nün EPK malzemenin %C _t değerine etkisi.	82
4.39 : YE1 UK'nün EPK malzemenin yırtılma %C _t değerine etkisi.	83
4.40 : CAY UK'nün EPK malzemenin %C _t değerine etkisi.	83
4.41 : CAT1 UK'nün EPK malzemenin %C _t değerine etkisi.	84
4.42 : UK'ün EPK malzemelerin %C _t değerine etkisi.	84
4.43 : KE1 UK eklenmiş EPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.	85
4.44 : SO1 UK eklenmiş EPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.	86
4.45 : YE1 UK eklenmiş EPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.	87
4.46 : CAY1 UK eklenmiş EPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.	88
4.47 : CAT1 UK eklenmiş EPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.	89
4.48 : KE1 UK'ünün IPK malzemenin çekme dayanımı özelliklerine etkisi. ...	91
4.49 : YE1 UK'ünün IPK malzemenin çekme dayanımı özelliklerine etkisi. ...	92
4.50 : SO1 UK'ünün IPK malzemenin çekme dayanımı özelliklerine etkisi.	92
4.51 : CAY1 UK'ünün IPK malzemenin çekme dayanımı özelliklerine etkisi.	93
4.52 : CAT1 UK'ünün IPK malzemenin çekme dayanımı özelliklerine etkisi.	93
4.53 : UK'ün IPK malzemenin çekme dayanımına etkisi.	94
4.54 : UK'ün IPK malzemenin kopma uzamasına etkisi.	94
4.55 : KE1 UK'ünün IPK malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.	95
4.56 : YE1 UK'ünün IPK malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.	95
4.57 : SO1 UK'ünün IPK malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.	96
4.58 : CAY1 UK'ünün IPK malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.	96
4.59 : CAT1 UK'ünün IPK malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.	97
4.60 : UK'ün IPK malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.	97
4.61 : KE1 UK'ünün IPK malzemenin %C _t değerine etkisi.	98
4.62 : YE1 UK'ünün IPK malzemenin %C _t değerine etkisi.	98
4.63 : SO1 UK'ünün IPK malzemenin %C _t değerine etkisi.	99
4.64 : CAY1 UK'ünün IPK malzemenin %C _t değerine etkisi.	99
4.65 : CAT1 UK'ünün IPK malzemenin %C _t değerine etkisi.	100
4.66 : UK'ün IPK malzemenin yırtılma %C _t değerine etkisi.	100
4.67 : KE1 UK eklenmiş IPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.	101
4.68 : SO1 UK eklenmiş IPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.	102
4.69 : YE1 UK eklenmiş IPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.	103
4.70 : CAY1 UK eklenmiş IPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.	104
4.71 : CAT UK eklenmiş IPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.	105
4.72 : CAT1 UK'ünün TPU'nın çekme dayanımı özelliklerine etkisi.	107
4.73 : SO1 UK'ünün TPU'nın çekme dayanımı özelliklerine etkisi.	108
4.74 : CAY1 UK'ünün TPU'nın çekme dayanımı özelliklerine etkisi.	108
4.75 : KE1 UK'ünün TPU'nın çekme dayanımı özelliklerine etkisi.	109
4.76 : YE1 UK'ünün TPU'nın çekme dayanımı özelliklerine etkisi.	109
4.77 : UK'ün TPU'nın çekme dayanımına etkisi.	110
4.78 : UK'ün TPU'nın kopma uzamasına etkisi.	110
4.79 : CAT1 UK'ünün TPU malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.	111
4.80 : SO1 UK'ünün TPU malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.	112
4.81 : CAY1 UK'ünün TPU malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.	112
4.82 : KE1 UK'ünün TPU malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.	113
4.83 : YE1 UK'ünün TPU malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.	113
4.84 : UK'ün TPU malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.	114
4.85 : Ham TPU malzemenin SEM görüntüleri.	114
4.86 : %5 PP içeren TPU esaslı malzemenin SEM görüntüleri.	115
4.87 : %5 UK içeren TPU esaslı kompozitin SEM görüntüleri.	115

4.88 : %10 UK içeren TPU esaslı kompozitin SEM görüntüleri.....	116
4.89 : %10 APP içeren TPU esaslı kompozitin SEM görüntüleri.	116
4.90 : %5 UK ve %5 APP içeren TPU esaslı kompozitin SEM görüntüleri. ...	117
4.91 : KE1 UK içeren TPU malzemenin TGA ve DTG eğrileri.	120
4.92 : SO1 UK içeren TPU malzemenin TGA ve DTG eğrileri.....	121
4.93 : YE1 UK içeren TPU malzemenin TGA ve DTG eğrileri.	122
4.94 : CAY1 UK içeren TPU malzemenin TGA ve DTG eğrileri.	123
4.95 : CAT1 UK içeren TPU malzemenin TGA ve DTG eğrileri.....	124

ÖZET

UÇUCU KÜL İÇEREN POLİÜRETAN ESASLI KOMPOZİT MALZEMELERİN MEKANİK VE TERMAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Son yıllarda poliüretan esaslı kompozit malzemeler otomotiv, inşaat, elektronik, mobilya, medikal ve paketleme gibi farklı endüstrilerde yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu malzemelerin mekanik ve ısı özelliklerini iyileştirmek ve üretim maliyetlerini azaltmak için poliüretan ana elemanlarına ek olarak farklı dolgu ve katkı maddeleri kullanılmaktadır. Mineral maddeler, kömür kullanan termik santrallerin yan ürünü olan uçucu küller vb., bu malzemelerin üretimlerinde dolgu maddesi olarak kullanılabilir.

Bu çalışmada, farklı kimyasal yapıya sahip beş uçucu kül, termoset köpük ve termoplastik poliüretan malzemelere ilave edilmiş ve uçucu kül ilavesinin mekanik ve ısı özelliklere etkileri incelenmiştir. Aynı zamanda, sinerjik etki oluşumunu incelemek için farklı alev geciktiriciler, uçucu küller ile birlikte kullanılmıştır. Mekanik özelliklerdeki değişimi belirlemek için malzemelerin çekme, yırtılma ve basma dayanımları ölçülmüştür. Bunlara ek olarak, kompozit malzemelerin yapıları da taramalı elektron mikroskobu ile incelenmiştir. Ayrıca, ısı yalıtımında kullanılan rijit poliüretan malzemelerin ısı iletim katsayıları da belirlenmiştir. Malzemelerin ısı bozunma davranışı termogravimetrik analiz (TG/DTA) ile tespit edilirken, malzemelerin yanma direnci UL94 yanma testi ile belirlenmiştir.

Deneysel sonuçlar poliüretan esaslı kompozit malzemelere uçucu kül ilavesinin mekanik özelliklerde iyileşmeye sebep olmamasına rağmen, özellikle bazı alev geciktiricilerin de ilavesi ile ısı özellikler ve yanma direncinde iyileşmeler olduğunugöstermiştir. Sonuç olarak, bu tez kapsamında yapılan çalışmalar ile çevre kirliliğine sebep olabilen uçucu küllerin, farklı poliüretan esaslı kompozit malzemelerin üretimlerinde kullanılabileceği ortaya konulmuştur.

Anahtar Kelimeler: Poliüretan, Uçucu Kül, mekanik özellikler, ısı özellikler, yanma direnci.

SUMMARY

INVESTIGATIONS OF MECHANICAL AND THERMAL PROPERTIES OF POLYURETHANE-BASED COMPOSITE MATERIALS INCLUDING FLY ASH

Polyurethane based composite materials have been widely used in different industries as such as automotive, building, electronics, furnishing, medical and packaging in recent years. In addition to main components of polyurethanes, different fillers and additives have been used in the production of these materials to enhance the mechanical and thermal properties and decrease the production costs. As well as mineral matters, fly ashes which are by-products of coal fired thermal power plants, can be utilized as a filler in the production of these materials.

In this study, five fly ashes having different chemical compositions were added to thermoset foams and thermoplastic polyurethane materials and effects of fly ash additions on the mechanical and thermal properties were investigated. Meanwhile, some flame retardant materials were also used with fly ashes to investigate synergistic effects of flame retardants and fly ashes. Tensile, tear and compressive strengths of the materials were measured to determine the changes of mechanical properties. In addition, the morphology of the composite materials were studied by using scanning electron microscopy. Also, the thermal conductivity coefficients of the rigid polyurethane materials used for thermal insulation are determined. Thermogravimetric analysis (TG/DTA) were performed to investigate the thermal decomposition of the materials, while the fire resistance of the materials were found by using UL 94 burning test.

Experimental results indicated that although the incorporation of fly ash into the polyurethane based composite materials does not enhance the mechanical properties, the thermal properties and fire resistances of the materials were improved, especially with additions of some flame retardants. As a result of the studies performed in the thesis, it can be put down to the fact that fly ashes which may cause environmental pollution can be used as fillers in the production of different kinds of polyurethane based composite materials.

Key Words: Polyurethane, Fly Ash, mechanical properties, thermal properties, fire resistance.

1. GİRİŞ

Temelde izosiyanat ve poliöl olarak iki ana bileşenden oluşan poliüretan malzemeler, düşük ısı iletim katsayısı, hafiflik gibi üstün özellikleri ve pratik üretim metodu gibi avantajları sebebiyle günümüzde yalıtım, otomotiv, mobilya, tıp vb. pek çok sektörde yoğun olarak kullanılmaktadır.

Poliüretan malzemelere, gerek ısı ve yanma dayanımlarını, gerekse mekanik özelliklerini iyileştirmek için, çok çeşitli dolgu ve katkı maddeleri eklenmektedir (Eaves, 2004). Poliüretan malzemelerin kullanılacağı yere uygun olarak ilave edilen katkı maddeleri ile daha dayanıklı ve ekonomik üretimler gerçekleştirilebilmektedir.

Poliüretan malzeme ürünlerine, değişik dolgu veya katkı maddesi kullanımının araştırılması, güncel çalışma konularını oluşturmaktadır. Dolgu malzemesi olarak uçucu küllerin kullanılması bir çok polimer malzemede çalışılmış ve malzeme özelliklerinde değişimlere sebep olduğu gösterilmiştir.

Poliüretan malzemelerde kullanılan dolgu maddesi oranı ve diğer dolgu maddesi özellikleri (dolgu maddesi parçacık boyutu ve kimyasal bileşimi gibi) konusunda yönlendirici çalışmalar yapılması gereklidir. Böylece tasarlanacak poliüretan esaslı kompozit malzemelerin özellikleri daha doğru bir şekilde tahmin edilebilecektir.

Enerjinin ekonomik, aynı zamanda çevreye duyarlı üretilmesi ve verimli kullanılması, her geçen gün daha da önem kazanmaktadır. Türkiye'nin, özellikle milli kaynaklardan enerji ihtiyacını karşılamak için yatırımları, her geçen gün artmaktadır. Bu kaynakların önemli bir kısmını linyit kömürleri oluşturmaktadır. Linyit kömürleri, genellikle termik santrallerde elektrik üretimi için kullanılmaktadır. Kömür, termik santrallerde kullanıldıktan sonra, bazı atık maddeler (kül, uçucu kül, cüruf gibi) oluşmaktadır. Bu atıklar, çevreye zarar vermeyecek şekilde değerlendirilmeli veya depo edilmelidir.

Çevreye zararlı atık maddelerin çeşitli sektörlerde değerlendirilerek tekrar ekonomiye kazandırılması ve çevrenin bu atıklardan temizlenmesi son zamanlarda araştırmacıların önem verdiği bir çalışma alanını oluşturmaktadır.

Uçucu küller, mikron boyutları ve küresel tanecik yapıları ile değerlendirilmeleri gereken endüstriyel atıklardır. Genellikle, inşaat sektöründe yaygın olarak kullanılmaktadır (Aruntaş, 2006; Chaipanich ve diğ., 2010). Bunun yanında polimer (Gürü ve diğ., 2009) ve metal (Itskos ve diğ., 2012) matrisli kompozit üretimlerinde de değerlendirilmeye çalışılmaktadır.

Türkiye’de termik santrallerde kullanılan kömürler farklı bölge ve yataklardan sağlandığından, geride bıraktıkları küller de farklı kimyasal yapıdadır. Bu küller, değişik alanlarda kullanılarak hem kullanıldığı sektöre hammadde sağlanmış, hem de çevre zararlı atıklardan temizlenmiş olacaktır.

Bu çalışmada, poliüretan malzeme türlerinden, termoset poliüretan (sert, esnek ve integral poliüretan köpük) ve termoplastik poliüretan gruplarından, sanayide kullanılan ürünlerden birer çeşit hammadde tespit edilerek bu ürün türlerinde numune üretimleri gerçekleştirilmiştir. Seçilen malzemelerin türlerine uygun ve kullanıldıkları yerlerde kendilerinden istenen özellikler için ilgili standartlar araştırılarak uygulanması gereken testler değerlendirilerek üretilen numunelere uygulanmış ve sonuçları karşılaştırılmıştır.

Poliüretan malzemelerde kullanılan ek maddeler, genel olarak dolgu veya katkı maddesi olarak adlandırılmıştır. Aynı yoğunlukta üretim için değişik oranlarda farklı madde eklenmesi ve poliüretan hammaddenin azaltılması ile gerçekleştirilen üretimlerdekine dolgu maddesi, eklenen maddelerin malzeme yoğunluğunu arttırdığı uygulamalardakine ise katkı maddesi denilmiştir. Uygulamalarda kullanılan uçucu küller, dolgu maddesi olarak katılmıştır. Bunun yanında uçucu kül ile birlikte malzeme performansını arttırmak amacı ile eklenen maddeler ise katkı maddesi olarak değerlendirilmiştir. Sadece sert poliüretan köpük malzemelerde, yoğunluk artışı ile ısı iletim katsayısının olumsuz etkilenmesinden dolayı tüm eklenen maddeler dolgu maddesi olarak değerlendirilmiştir.

Termoset köpük poliüretan numune üretimlerinde, malzeme içine eklenen maddeler polioli içerisine eklenmiş ve homojenizatör kullanılarak karışım olabildiğince homojen hale getirilmiştir. Böylece, eklenen maddelerin üretim esnasında malzeme içinde daha düzgün dağılması temin edilmeye çalışılmıştır. Poliole eklenen maddeler polioli viskozitesini arttırmaktadır. Bu durum, özellikle poliüretan enjeksiyon makinesi kullanımını güçleştirdiğinden, üretimler mekanik karıştırıcı ile yapılmıştır.

Uçucu kül, dolgu maddesi olarak kullanılırken özellikle köpük malzeme türlerinde parçacık boyutunun belirli bir büyüklüğün altında olması gerektiği, bundan önceki çalışmalarda gösterilmiştir. Herhangi bir eleme veya öğütme işleminden geçmemiş uçucu küller kullanıldığında bilhassa mekanik özelliklerde ani ve yüksek oranda düşmeler gözlemlenmiştir (Tarakçılar, 2011). Bu sebeple kullanılacak uçucu küller bir öğütme işleminden geçirilerek ve/veya bir eleme yöntemi ile tasnif edilerek üretimde gerekli boyutlara göre kullanılmalıdır.

Bu tez kapsamında, ülkemizdeki termik santrallerden farklı kimyasal kompozisyonlara sahip 5 çeşit uçucu kül (Kemerköy, Yeniköy, Soma, Çayırhan ve Çatalağzı termik santrali uçucu külü) ile üretilen, poliüretan esaslı kompozit malzemeler, karşılaştırmalı olarak değerlendirilmiştir. Çalışmamızda kullandığımız uçucu küller planet sistemli öğütücü kullanılarak parçacık boyutları uygun büyüklüklere indirilerek ve olabildiğince birbirine yakın boyutlarda kullanılmıştır.

Tez çalışmasının, birinci bölümünde konu ile ilgili genel bilgilerin yanısıra yapılacak çalışma içeriği verilmiştir. İkinci bölümde, poliüretan malzemeler ve uçucu küller hakkında genel bilgiler verilerek ilgili literatür çalışmaları değerlendirilmiştir. Üçüncü bölümde, çalışmada kullanılan malzemeler ve test yöntemleri ayrıntılı bir şekilde açıklanmıştır. Dördüncü bölümde, deneysel çalışmalar sonucunda elde edilen sonuçlar sunulmuş ve beşinci bölümde bu sonuçlar değerlendirilmiştir.

1.1 Tezin Amacı

Bu çalışmanın amacı, uçucu külleri, çeşitli poliüretan malzemelerde kullanarak (değişik oran ve ek katkı maddeleri ile) oluşturulan kompozit malzemelerin özelliklerini tespit ederek, daha üstün özellikli ve düşük maliyetli malzemeler üretmektir. Böylece hem çevresel atıklar değerlendirilecek, hem de dolgu maddesi üretiminde kullanılacak olan enerji maliyetinden tasarruf edilmesi sağlanacaktır.

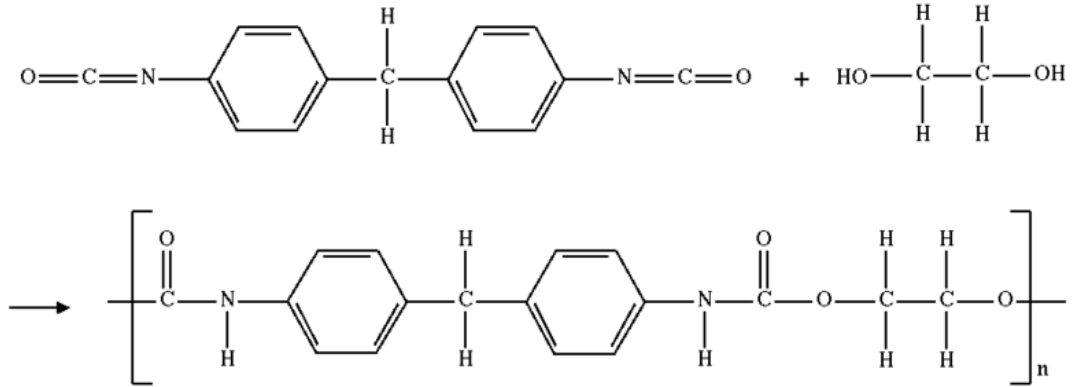
Günümüzde kullanımı gittikçe artan polimer esaslı malzemelerden olan ve hammaddesi diğer polimer malzemelere göre nispeten pahalı ve genellikle dışa bağımlı olan poliüretan ürünlerde maliyet düşürülerek ülke ekonomisine de katkı sağlaması tezin diğer önemli amacını oluşturmaktadır.

2. GENEL BİLGİLER VE LİTERATÜR ÇALIŞMASI

2.1 Poliüretan (PU)

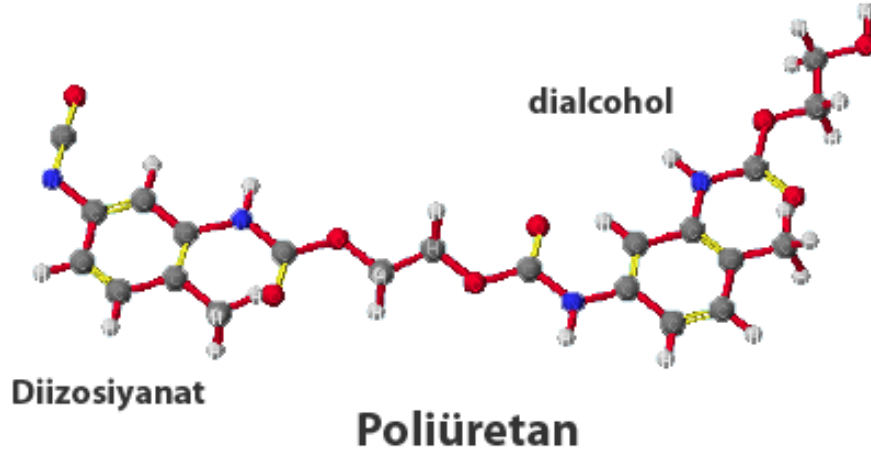
Poliüretan, ilk olarak kauçuk yerine kullanılmak üzere yeni bir ürün bulma çalışmaları yapan ünlü bilim adamı Otto Bayer ve arkadaşları tarafından 1937 yılında keşfedilmiştir. Laboratuvar çalışmalarının hemen ardından İkinci Dünya Savaşı boyunca fiber ve esnek köpük olarak sınırlı uygulama alanlarında kullanılmaya başlanmıştır. 1950 yıllarında esnek sünger endüstrisinde, sonraki yıllarda ucuz maliyetli poliollerin bulunması ile birlikte otomotiv endüstrisinde büyük çapta kullanım alanı bulmuştur. O yıllardan bu yana sürekli geliştirilen poliüretan formülasyonları sayesinde, artık günlük yaşantımızda bir çok alanda poliüretan kullanılan ürünler yer almaktadır (Url-1, Url-2).

Poliüretanlar, NCO grubuna sahip izosiyanatlar ile OH grubuna sahip poliollerin karıştırılması ile başlayan ekzotermik polimerizasyon reaksiyonları sonucu oluşan polimerlerdir (Şekil 2.1-2.2).

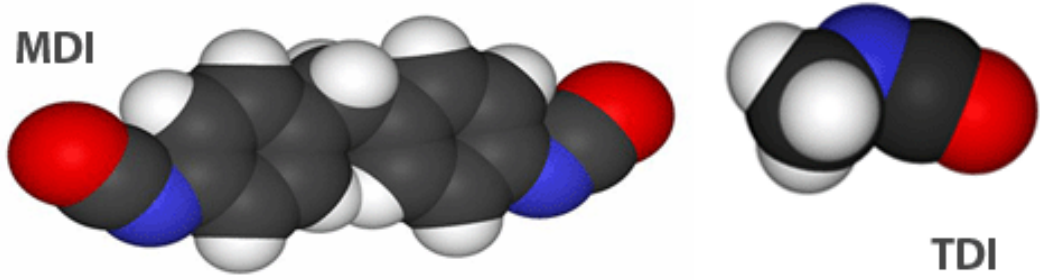


Şekil 2.1 : Poliüretan sentezi (Url-1)

İzosiyanatlar, NCO içeriğine göre adlandırılmaktadır. Şekil 2.3'de en çok kullanılan izosiyanatlar olan difenilmetandiizosiyanat (MDI, NCO %31,5) ve toluendiizosiyanat (TDI, NCO %48,2) modelleri görülmektedir.



Şekil 2.2 : Poliüretan atom modeli (Url-3).



Şekil 2.3 : İzosiyanat modelleri (Url-3).

Polioller, serbest OH (hidroksil) sayısına veya molekül ağırlıklarına göre tanımlanmaktadır. Poliollerde hidroksil sayısı molekül ağırlığı ile ters orantılıdır. Polieter ve poliester olmak üzere iki çeşit polioller mevcuttur. En çok kullanılan polioller polieterlerdir.

Poliüretanlara, izosiyanat ve poliolden başka üretilecek malzemede istenilen özelliklere göre katalizörler, kabartma ajanları, bağ yapıcı ve zincir uzatıcı ajanlar, alev geciktiriciler, köpük stabilizatörleri, UV stabilizatörleri, oksidasyon inhibitörleri, hidroliz stabilizatörleri gibi maddeler de ilave edilebilmektedir. Ekleneyecek katkıları genellikle polioller ile karıştırılarak, polioller sistemleri oluşturulmakta ve daha sonra izosiyanatlar ile karıştırılarak reçine haline getirilmektedir.

Poliüretan üretim prosesinde alçak basınçlı ve yüksek basınçlı olmak üzere iki çeşit poliüretan enjeksiyon makinesi kullanılmaktadır. Alçak basınçlı makinelerde, karışım kafasına ayrı yollardan gelen sıvılar bir karıştırıcı mekanizmasından geçerek kalıba veya kullanılacak alana boşaltılmaktadır. Yüksek basınçlı makinelerde ise reçine, sıvıların kafa içerisine yüksek basınçta püskürtülerek çarpıştırılması ile oluşturulmaktadır. Üretilen malzemenin özelliğine ve üretim miktarına göre en uygun ve ekonomik sistem seçilerek üretime geçilir.

Poliüretanların kullanım alanları oldukça geniş ve çeşitlidir. Poliüretan malzemeler, termoset (sert, esnek poliüretan köpük vb) ve termoplastik olarak üretilir. Termoset poliüretan malzemeler kalıplandıktan sonra tekrar şekil değiştiremez ve dönüştürülemezler. Termoplastik poliüretan malzemeler, granül halinde elde edildikten sonra enjeksiyon makinelerinde kalıplanarak, ekstrüzyon veya termal şekil verme yöntemleri ile son ürün haline getirilebilirler (Url-4).

Poliüretan malzemeler, çok çeşitli sektörlerde yaygın olarak kullanılmaktadırlar.

Mobilya sektöründe genellikle sünger olarak bilinen esnek köpük ve oyma parça görünümü sergileyen ahşap taklidi olarak bilinen yüksek yoğunluklu poliüretan malzeme olarak kullanılmaktadır.

Otomotiv ve ulaşım araçları sektöründe, koltuk süngeri esnek köpük, direksiyon simidi ve filtrelerin sızdırmazlık kısımlarında integral poliüretan köpük, kaput-arac altı-tavan-kapı ses ve ısı izolasyonları sert poliüretan köpük, kapı-pencere fitilleri, amortisör takozları, tampon gibi birçok araç aksamında da farklı poliüretan malzemeler kullanılmaktadır.

Yalıtım sektöründe sert poliüretan köpük malzemeler, binalarda (özellikle fabrika, havaalanı, fuar binaları), çatı-cephe-soğuk hava deposu panellerinde, yer altı sıcak su nakil boruları, iklimlendirilmiş araç kasaları, güneş kolektörleri, sıcak su kazanları yalıtımlarında kullanılmaktadır.

Tıp ve sağlık sektörlerinde, biomalzeme (örneğin kalp kapakçığı), kulak tıkacı, protez (kol, bacak vb), spor ekipmanları olarak poliüretandan yapılmış ürünleri görmek mümkündür.

Tekstil sektöründe, esnek lif üretimi, dalgıç ve yüzücü kıyafetleri, halı altlıkları olarak kullanılmaktadır.

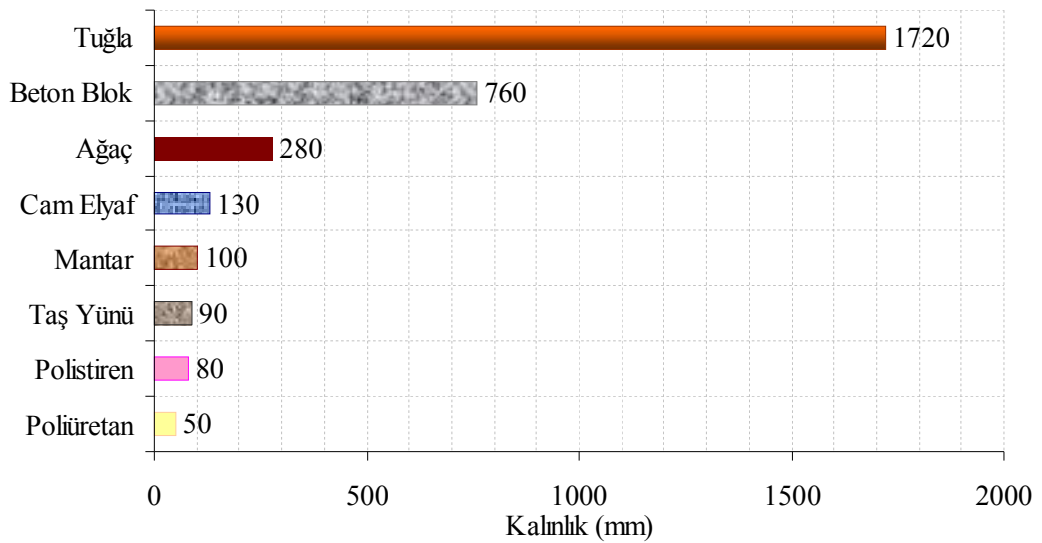
Çok geniş uygulama alanına sahip olan poliüretan malzemeler, kimyasal olarak aynı mekanizma ile oluşmakla birlikte, kullanılan izosiyanata, poliöl cinsine ve katılan diğer katkı maddeleri ile birlikte kullanım yerine göre özel ürünler oluşturulmaktadır.

Genel olarak poliüretan malzemeler; sert poliüretan köpükler, esnek poliüretan köpükler, RIM poliüretanlar, integral poliüretan köpükler, elastomer poliüretanlar olarak sınıflandırılabilir.

2.1.1 Sert (rijit) poliüretan köpükler

Sert poliüretan köpük, yüksek oranda kapalı hücre yapısına sahip, düşük yoğunluklu bir izolasyon ve yapı malzemesidir. Bu malzemeler yüksek boşluk oranı (tüm hacmin yaklaşık %4,5'i poliüretan malzemedir), özellikle hücrelerin içerisinde kalan şişirme ajanının düşük ısı iletim katsayısı ile yalıtım sektöründe tercih edilen malzemelerdendir. Sert poliüretan köpük malzemeler, diğer yapı malzemeleri ile karşılaştırıldığında, aynı izolasyonu sağlayan en düşük kalınlıktaki malzemelerdir (Şekil 2.4). Bunun yanında hafifliği ve uzun ömürlülüğü de avantajları olarak sıralanabilir. Yalıtım amaçlı sert poliüretan köpükler, yaklaşık 40-45 kg/m³ yoğunlukta ve izolasyon şartlarına göre seçilen uygun kalınlıklarda, sürekli veya kapalı kalıplama yöntemleri ile üretilebilir.

Bunların yanında sprey olarak (eksiz ve inşaat yerinde montaj gerekmeden) ve düşük sıcaklıklarda uygulama yapılabilmesi de bu malzemelerin diğer avantajlarını oluşturmaktadır. Yalıtım sektöründe uygulama örnekleri Şekil 2.5' de görülmektedir.



Şekil 2.4 : SPK'ün aynı yalıtım için diğer malzemeler ile karşılaştırılması (Akdoğan, 2011).



Şekil 2.5 : Poliüretan malzemelerin yalıtım sektörü uygulama örnekleri (Url-2).

2.1.2 Esnek poliüretan köpükler

Esnek poliüretan köpükler, sınırlı boyutta esneme ve geri şekil alma özelliğine sahip genellikle açık hücre yapılı malzemelerdir. Daha çok sünger olarak bilinirler. Genel olarak düşük yoğunluklu esnek poliüretan köpükler ($13-40 \text{ kg/m}^3$) genellikle sürekli üretim teknolojisiyle, yüksek yoğunluklu poliüretan köpükler ($40-80 \text{ kg/m}^3$) ise kalıplama yöntemiyle üretilmektedir.

Bununla birlikte yarı esnek yapılı veya çok esnek viskoelastik yapılı (hafızalı) süngerler bu gruba girerler. Günümüzde gelişen teknoloji ve ihtiyaçlara bağlı olarak istenilen elastikiyet, sertlik ve yoğunlukta esnek poliüretan köpük malzemeler üretmek mümkündür. Esnek poliüretan köpük malzemelerin kullanım örnekleri Şekil 2.6'da görülmektedir.



Şekil 2.6 : Esnek poliüretan köpük malzemeler için kullanım örnekleri (Url-3, Url-4).

2.1.3 RIM (Reaction Injection Moulding) poliüretanlar

RIM poliüretan malzemeler, üstün kalıp doldurma kabiliyetleri ile yüksek yoğunluklu, sert, darbeye karşı dayanıklı yapıları sebebiyle tercih edilmektedirler. Özel hazırlanmış iki komponentli poliüretan sistemlerin, yüksek basınçlı makineler ile kalıba enjeksiyonu sonucunda üretilmektedirler. Genellikle taşıtların dış parçaları (tampon, çamurluk vb), bilgisayar ve iletişim ekipmanlarının muhafazaları, konutlarda elektrik panelleri RIM poliüretan malzemelerden üretilmektedir. RIM poliüretan malzemelerden üretilmiş parça örnekleri Şekil 2.7’de görülmektedir.



Şekil 2.7 : RIM poliüretan malzemelerden üretilmiş parça örnekleri (Url-3, Url-6, Url-7).

2.1.4 İntegral poliüretan köpükler

İç yapısı esnek ve açık hücreli, kabuk kısmı sert ve kısmen esneyebilen köpüklere integral poliüretan köpük malzemeler denilmektedir. İntegral poliüretanlar yarı sert köpükler olarak da adlandırılabilirler. Bu malzemelerin en önemli özellikleri darbeleri sönmeleridir. Bu nedenle daha çok otomotiv ve mobilya sektöründe, titreşim önleyici, gürültü ve ses izolasyonu amacıyla da kullanılmaktadırlar.

İntegral poliüretan köpükler ve RIM poliüretan parçalar kapalı kalıplama yöntemi ile kullanılacakları şekilleri ile üretilmelidirler. Bu nedenle hammadde, kalıp ve makine ayakları tam olarak uyumlu olmalıdır. Kalıptan çıkan parçalar uygun toleranslarda olmazsa kullanılamamaktadır.

İntegral poliüretan köpük malzemeler yoğun olarak otomotiv sektörü ve ofis mobilyaları sektöründe kullanılmaktadır. Kullanım yerlerine örnekler Şekil 2.7'de görülmektedir.



Şekil 2.8 : İntegral poliüretan köpük malzemelere kullanım örnekleri (Url-3, Url-5, Url-8, Url-9, Url-10).

2.1.5 Elastomer poliüretanlar

Çekme kuvveti altında çok yüksek oranda uzama gösteren ve kuvvet kaldırıldığında anında ilk uzunluğuna dönen sentetik kauçuklara elastomer denilmektedir. Kauçuk malzemeler sadece ağaç özünden elde edilen doğal kauçukla sınırlı değildir. Farklı formülasyonlara sahip sentetik kauçuklar yaklaşık yüz yıldır sentezlenmektedir. Elastomerlerin özelliği, tamamen molekül yapılarının içerdiği, düşük çapraz bağ yoğunluğuna sahip ağsı yapıdan kaynaklanmaktadır. En sık kullanılan ve bilinen elastomerler *poliizopiren* (doğal kauçuk), *polibütadiyen*, *poliizobütilen*, ve *poliüretan*dır (Url-11, Url-12).

Elastomerlerin gösterdikleri iyi düzeyde ve çok yönlü fiziksel özellikler, otomotiv, zemin kaplamaları ve ayakkabı sektörlerinde geniş bir kullanım imkanı sağlamaktadır.

Poliüretan elastomerler, yapıları itibariyle sert ve yüksek yoğunluklu, darbe sönümleme özelliğine sahip malzemelerdir. Sürtünmeye ve aşınmaya karşı dirençli, yüksek uzama oranları, belli miktarda sıcaklığa dayanabilmeleri de gösterdikleri üstün özelliklerdendir. Şekil 2.8’de poliüretan elastomer örnekleri görülmektedir.



Şekil 2.9 : Poliüretan elastomerlerin kullanım örnekleri (Url-3, Url-13).

2.2 Uçucu Kül (UK)

Uçucu kül termik santrallerde baca gazı filtrasyonu sonucunda elde edilen, temel yapısını hafif metal oksitlerin oluşturduğu bir endüstriyel atıktır. Özellikle termik santrallerde büyük miktarlarda elde edilmektedir (Gao ve diğ., 2005).

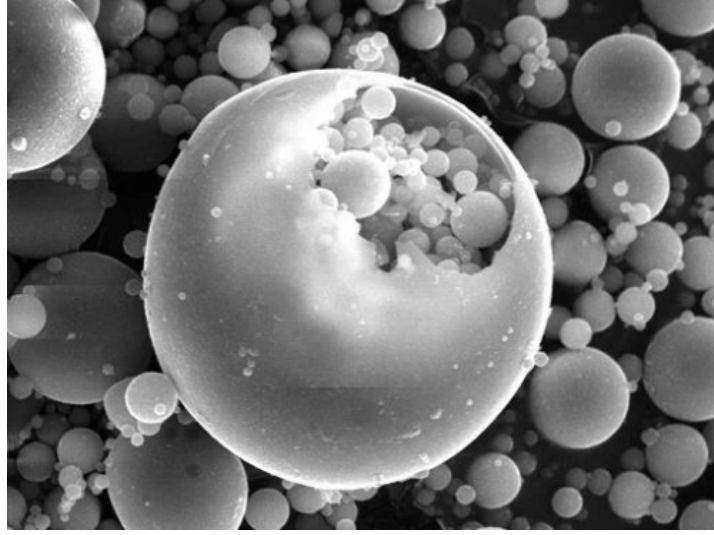
Dünya’da ortaya çıkan uçucu kül miktarı yılda 600 milyon ton civarında olduğu belirtilmektedir. Ülkemizde ise bu miktar, 13-15 milyon ton civarındadır. Dünyada üretilen toplam uçucu külün %25’inden daha azı değerlendirilebilmektedir. Ülkelere göre uçucu kül değerlendirme oranları farklılık göstermektedir. Almanya, Hollanda ve Belçika’da üretilen toplam uçucu külün %95’inden fazlası, İngiltere’de ise yaklaşık %50’si kullanılmaktadır. Büyük miktarda uçucu kül üreten ABD’de uçucu külün %32’si, Çin’de ise %40’ı değerlendirilmektedir. Ülkemizde ise uçucu küllerin çimento ve beton üretiminde, ayrıca agrega yerine farklı alanlarda kullanım oranı yaklaşık %5-6 civarındadır (Url-14, Url-15). Diğer sektörlerde, özellikle polimer esaslı malzemelerde kullanımı ile ilgili araştırmaların artırılması, bu kullanım oranını yükseltebilecektir.

Ülkemizde son yıllarda artan enerji ihtiyacı, termik santrallerin yaygınlaşmasını ve toz kömür kullanan termik santrallerin oldukça yüksek kapasitede çalıştırılmasını zorunlu hale getirmiştir. Türkiye’de 2020 yılına kadar yılda 50 milyon ton atık külün ortaya çıkması beklenmektedir. Şimdiden termik santrallerin depolama alanlarında uçucu kül yığınları yükselmiş ve depolama sorunları baş göstermeye başlamıştır (Şekil 2.10). Termik santrallerden açığa çıkan atıkların, önemli çevre sorunları oluşturduğu bilinmektedir. Ortaya çıkacak uçucu kül miktarı çok fazla olduğundan, yeni kullanım alanlarının uygulamaya geçirilmesi son derece önemlidir (Url-14).



Şekil 2.10 : Depolarda yükselmiş uçucu kül yığınları (Url-14).

Uçucu külün hafifliği, mikro tane boyutu, amorf yapısı ve ucuzluğu kompozit malzemelerde kullanılmasını oldukça elverişli hale getirmektedir. Partikülleri genellikle küresel yapıdadır (Şekil 2.11). Bu yapının yapay olarak üretilmesi, çok pahalı bir proses gerektirmektedir (Türker ve Erdoğan, 2004).



Şekil 2.11 : Küresel yapıdaki uçucu kül partikülleri (Url-17).

Genel olarak uçucu küller, taş kömürü veya linyit kömürü uçucu külleri olarak ikiye ayrılmaktadır.

Bununla birlikte, uçucu küller kimyasal içerik olarak 4 sınıfa ayrılabilir:

- 1) *Silikat-Alümina esaslı uçucu küller*: Bunlar genellikle taş kömürü uçucu külleridir. Yapılarının büyük miktarı SiO_2 ve bir miktarı Al_2O_3 'ten oluşmaktadır.
- 2) *Silikat-Kalsit esaslı uçucu küller*: Yapılarındaki temel oksitler SiO_2 ve CaCO_3 'tür.
- 3) *Sülfür-Kalsit esaslı uçucu küller*: Yapılarının büyük bir bölümünü SO_3 ve CaCO_3 'tan meydana gelmiştir. Linyit kömürü uçucu külleri genellikle bu sınıfta yer almaktadır.
- 4) *Sınıflandırılmayan uçucu küller*: Yanma sisteminin homojen olmamasından ve kullanılan kömür kaynaklarının kimyasal içerikleri değiştiğinden dolayı kimyasal yapıları sürekli değişen uçucu küllerdir (Url-18).

Uçucu küllerin endüstride kullanımının çevreye sağladığı faydalar şu şekilde değerlendirilebilir:

1) *Stoklama Alanı Azalması*: Uçucu külün sanayide kullanımıyla stok sahasına gidecek olan kül miktarı düşecek ve böylece stoklama sahası problemleri de azalacaktır. Yeni stok sahası açılmasına gerek kalmayacak, böylelikle tarım ya da orman arazileri korunabilecektir.

2) *Su Kaynakları Temizliği*: Stoklanan külün yağan yağmur ile içerisindeki kimyasalların çözünerek yer altı suyunu kirletme riski bulunmakta ve kirlenen yer altı suyunun içme ya da sulama suyu olarak kullanımı neticesinde istenmeyen zararlı kimyasallar besin zincirine girebilmektedir. Bu küller değerlendirilerek bu zararlar da en aza indirilebilecektir.

3) *Hava Kirliliğinin Önlenmesi*: Stok sahasındaki özellikle çapı mikron düzeyinde olan uçucu kül partikülleri, atmosferik hareket ile çevredeki tarım arazilerine ve yerleşim yerlerine dağılmaktadır. Böylece çöken tozlar besin zincirine ve doğrudan solunan hava ile vücuda istenmeyen kimyasalların girişini sebep olarak, insan sağlığına zarar verebilmektedir. Bu küller değerlendirildiğinde, oluşan hava kirliliği de azalmış olacaktır (Url-16).

2.3 Literatür Bilgisi

Bu kısımda çeşitli dolgu maddelerinin poliüretan malzemelerde kullanımı, uçucu küllerin poliüretan ve diğer polimer malzemelerde kullanılabilirliği ile ilgili bilgiler sunulmaktadır.

Poliüretan Malzemelerde Dolgu Maddesi Kullanımı:

Literatürde, poliüretan ve diğer polimer malzemelerde kullanılan dolgu ve katkı maddelerinin, bu malzemelerin mekanik ve termal özelliklerini olumlu veya olumsuz şekillerde etkiledikleri belirtilmektedir. Dolgu ve katkı maddeleri farklı polimerlerde değişik etkiler gösterebilmektedir. Bununla birlikte, benzer özellik gösteren polimer malzemeler ve katkı maddeleri de bulunmaktadır (Ionescu, 2005; Thomson, 2005; Klempner ve Frisch, 2001; Singh, 2002; Ashida, 2007; Michel ve diğ., 2006; Sadowska ve Czupryński, 2006; Xu ve diğ., 2007).

Bütün plastik malzemelerde olduğu gibi poliüretan malzemelerde de termal ve mekanik özelliklerini iyileştirmek, maliyeti düşürmek, yangın standartlarına uygun hale getirmek için çok değişik katkı maddeleri kullanılmaktadır (Usta ve diğ., 2011; Mouritz ve Gibson, 2006; Klempner ve Frisch, 2001; Bashirzadeh ve Gharehbaghi,

2010). Ayrıca katkı maddeleri tek başlarına katıldıklarında etkileri oldukları gibi, birden fazla maddenin birbirlerine göre farklı oranlarda katılması ile sinerjik etki oluşturarak daha etkili olabilmektedirler. (Usta, 2012; Akdoğan, 2011).

Poliüretan malzemelerde kullanılacak katkı maddeleri, poliüretan türüne ve üretim yöntemine uygunluk göstermelidir (Levchik ve Weil, 2004; Sahai ve diğ., 2006; Jayakumar ve diğ., 2006). Örneğin, kabarak hüresel yapı oluşturan bazı polimer köpük malzemelerde kullanılan farklı katkı maddeleri, kabarmayı olumsuz etkileyebilmekte veya oluşan yapının homojenliğini bozabilmektedir.

Dolgu ve katkı maddelerinin poliüretan malzeme içine eklendiklerinde malzeme özelliklerini belirlemek amacı ile tüm testleri uygulamak oldukça zor ve zaman alıcı olmaktadır. Bu yüzden üretilen malzeme örneklerini değerlendirmek için hızlı ve verimli termal analiz yöntemleri (TGA, DTA, DSC, TMA, DMA) kullanılmaktadır (Mosiewicki ve diğ., 2009; Nikje ve Tehrani, 2010a; Nikje ve Tehrani, 2010b; Ye ve diğ., 2008).

Polimer malzemelere, birçok dolgu ve katkı maddeleri, alev geciktirici özellik kazandırmak için kullanılmaktadır. Alev geciktirici olarak kullanılan dolgu ve katkı maddelerinin, malzemenin diğer mekanik özelliklerine etkileri de incelemeye alınmalıdır (Mouritz ve Gibson, 2006; Klempner ve Frisch, 2001). Kullanılan alev geciktiricilerin, malzemelerin ısı bozunma ve yanma dirençlerini artırırken diğer mekanik özelliklerinde olumsuz etkilere sebep olmaması veya kabul edilebilir seviyede kalması beklenmektedir (Levchik ve Weil, 2004).

Çok etkili bir alev geciktirici diğer özelliklerde kötüleşmeye sebep oluyorsa, bu etkileri azaltacak yöntemler kullanılmalıdır. Örneğin, iyi bir alev geciktiricide mekanik özelliklerde düşüş gözleniyorsa, mekanik özelliklerdeki düşüş miktarı bilinmeli ve ona göre kullanılmalı, ya da daha başka katkı maddesi veya mekanik destek ekipmanları kullanılmalıdır. Han ve diğ. (2010) yapmış oldukları çalışmalarda rijit poliüretan malzemeye cam fiber takviye ederek mekanik özelliklerde (çekme ve darbe dayanımları) iyileşme olduğunu vurgulamışlardır.

Ayrıca, günümüz şartlarında standartlar gittikçe gelişmekte ve insan sağlığına zararlı maddeler içeren ürünlerin yasaklanmasına doğru gidilmektedir. Örneğin halojen içeren alev geciktiricilerin kullanılması kısıtlandıktan sonra ortaya çıkan alev geciktirici ihtiyacını karşılamak üzere akademisyenler ve özel firmalar, halojen

içermeyen alev geciktiriciler geliştirmek üzere çalışmaktadırlar (Usta, 2012; Thirumal ve diğ., 2010a; Thirumal ve diğ., 2010b).

Shang ve diğ. (2014) mürekkep balığı kemiğinin öğütülerek poliüretan malzemelerde, dolgu maddesi olarak kullanılabilme potansiyelini araştırmışlardır. İnorganik dolgu maddeleri ile polimer malzemelerin yapışma özelliklerinin kötü olduğunu ve dolayısıyla mekanik özellikleri zayıflattığından bahsetmişlerdir. Bu yüzden biokütle dolgu maddelerinin kullanımının daha ucuz, ulaşılabilir, güvenli ve biyolojik olarak dönüşebilir olması sebebi ile avantajlı olduklarından söz etmişlerdir. Ürettikleri kompozit malzemelere %2,4 ve %7,1 oranlarında dolgu maddesi eklemişler ve termal analiz yöntemleri ile malzeme özelliklerini incelemişlerdir. Çalışma sonucunda, öğütülmüş mürekkep balığı kemiğinin, poliüretan malzeme ile iyi yüzey ilişkisi kuran, termal stabilitesi güçlenmiş ve mekanik özellikleri iyileştiren mükemmel ve ekonomik bir dolgu maddesi olduğunu ispat ettiklerini vurgulamışlardır (Shang ve diğ., 2014).

Luo ve diğ. (2013) soya yağı bazlı sert poliüretana poliölün kütesine göre %5, %10 ve %15 oranlarında lignin (bitkide kök ve gövdenin sert ve odunsu yapısını teşkil eden madde) dolgu maddesi ekleyerek kompozit malzemeler üretmişler ve mekanik, termal ve morfolojik olarak incelemişlerdir. Dolgu maddesi oranı arttıkça malzemenin hüresel yapısının daha küçüldüğü ve homojen boyutlara ulaştığını ancak hücre duvarlarının incelerek kırılğanlaştığını belirtmişler. Dolgu maddesinin poliüretan ile iyi bağ kurduğunu tespit etmişlerdir. Poliole göre %10 lignin eklenmesinin mekanik olarak en iyi sonuçları verdiğini vurgulamışlardır (Luo ve diğ., 2013).

Jiao ve diğ. (2009), saf polipropilen (PP) ile PP ile TPU karışımları üzerinde alev geciktirici çalışmaları yapmışlardır. Amonyum polifosfat (APP), pentaeritritol (PER) ve melamin siyanürat (MCA), rektorit kil (REC) kullanarak bu maddelerin malzemeye olan etkilerini UL94 yanma deney cihazı, konik kalorimetre, termogravimetrik analiz (TGA) cihazlarında belirlemişlerdir. Sonuçlara göre, %25 alev geciktirici içeren PP/TPU karışımı ağırlıkça sırası ile 40/40/20/3 APP/PER/MCA/REC kullanarak üretilen TPU malzeme en iyi alev geciktirici ve mekanik özellikler elde edilmiştir (Jiao ve diğ., 2009).

Nikje ve Garmarudi (2006), sert poliüretan köpük malzemede dolgu maddesi olarak talk kullanarak fiziksel özelliklerindeki değişimleri incelemişlerdir. Test sonuçlarına göre %20 oranına kadar talk dolgu maddesi kullanılarak daha ekonomik ürünler elde edilebileceği üzerinde durmuşlardır. Mekanik özelliklerde kabul edilebilir ölçülerde azalma olduğunu göstermişlerdir (Nikje ve Garmarudi, 2006).

Bian ve diğ. (2013), termoplastik poliüretan (TPU) malzemeye mikrodalgada inceltirilmiş grafit oksit (MEGO) katarak nano kompozit üretimi yapmışlardır. %1, %2, %4, %8 oranlarında MEGO kattıkları nano kompozit malzemeleri morfolojik, mekanik, termal ve iletkenlik özelliklerini kontrol etmişlerdir. Nano kompozit malzemelerdeki MEGO dolgu maddesi oranı arttıkça, geçiş sıcaklığı ve termal stabilitesi artış göstermiştir. %4 MEGO eklenmiş malzemelerde en iyi mekanik sonuçları elde ettiklerini belirtmişlerdir. Elektrik iletkenliğini de iyileştirdiğini tespit ederek iletken nano dolgu maddeleri arasında özellikle daha pahalı karbon nano tüplere göre tercih edilebileceğini vurgulamışlardır (Bian ve diğ., 2013).

Navarro ve diğ. (2012), esnek poliüretan köpük malzemelere, inorganik dolgu maddesi olarak kalsiyum karbonat, organik dolgu maddesi olarak da pirinç kabuğu (RH) kullanmışlardır. Ürettikleri kompozit malzemelerin yapısal, termal ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Dolgu maddelerinin her birinden poliölün %12,61'i oranında kullanarak iki numune hazırlamış ve iki dolgu maddesinden de poliole göre %6,3'lerini karıştırarak üçüncü bir numune hazırlamışlardır. Dolgu maddelerinin termal olarak etki etmediklerini, mekanik özellik olarak bir miktar düşüşe sebep olduklarını belirtmişlerdir. Çekme dayanımı yönünden en iyi sonuçları sadece RH dolgulu kompozitten elde ettiklerini vurgulamışlardır. Bunun, organik dolgu maddeleri ile polimer yapıların daha uyumlu yüzey ilişkisi kurduklarından kaynaklandığını ifade etmişlerdir (Navarro ve diğ., 2012).

Cheng ve diğ. (2014), inorganik dolgu maddelerinin sert poliüretan köpük malzemenin alev alabilirliğine ve mekanik özelliklerine etkilerini incelemişlerdir. İnorganik dolgu maddesi olarak geliştirilmiş grafit (EG), mikro cam küreler (HGM) ve cam fiber (GF) kullanmışlardır. EG ile alev geciktirici özellikleri en iyi olan malzemeye ulaşmışlar ancak mekanik özelliklerde çok büyük kayıp olduğunu vurgulamışlardır. Bu kaybı, SEM görüntüleri ile hücre yapısındaki bozulmaya bağlamışlardır. Hücre yapısını düzeltmek, dolayısı ile mekanik özelliklerde iyileşme sağlamak için değişik oranlarda HGM ve GF eklemeleri yaparak denemeler

yapmışlardır. Denemeler sonucunda belirli oranlarda HGM ve GF eklenmesi ile mekanik özelliklerde önemli bir artış sağlamışlar, hatta referans poliüretan köpük malzemeye yakın mekanik değerler elde etmişlerdir. Ancak belirli oranları geçen HGM ve GF ilavelerinden sonra mekanik özelliklerin tekrar düşüş gösterdiğini tespit etmişlerdir. Sonuçta en iyi mekanik özellik ve alev direnci gösteren formülün %3-6 HGM + %6 GF + %16 EG olduğunu bildirmişlerdir (Cheng ve diğ., 2014).

Usman ve diğ. (2012), esnek poliüretan köpük malzemeye, kalsiyum karbonat (CaCO_3) dolgu maddesinin optimum kullanım oranını araştırdıkları bir çalışma yapmışlardır. Poliöl kütlesine göre %30 oranına kadar %5 artış oranları ile numuneler üretmişlerdir. Dolgu maddesi oranı arttıkça mekanik özelliklerde azalma olduğunu ancak %25 oranında hızlı bir düşüş görüldüğünü ifade etmişlerdir. Ancak %20 oranına kadar kabul edilebilir mekanik özellikler görüldüğünü belirtmişlerdir. Maliyet hesabı yapıldığında poliöle göre %20 CaCO_3 katıldığında %18,54 tasarruf sağlanabileceğini hesaplamışlardır (Usman ve diğ., 2012).

Varlamova ve diğ. (2010), sert poliüretan köpük malzemeye, pirolitik krom kaplı alüminyum silikat kül mikroküreleri dolgu maddesi olarak kullanmışlar ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Mikro kürelere metal kaplama ve akrilik kopolimer kaplama gibi çeşitli yüzey işlemlerinden geçirek, basma dayanımlarını kıyaslamışlardır. En iyi basma dayanımı ve elastisite modülünü, metal kaplama ile birlikte akrilik kopolimer kapama işlemi uygulanmış malzemelerde elde etmişlerdir. Bu sonucun, dolgu maddesi ile polimer matris yüzeyi arasındaki uyumun artmasından kaynaklandığını belirtmişlerdir (Varlamova ve diğ., 2010).

Latinwo ve diğ. (2010), esnek poliüretan köpük malzemeye 6 nm, 3,5 μm , ve 0,84 mm parçacık boyutlarında, kütlece %40 oranına kadar kalsit (CaCO_3) ve dolomit ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) dolgu maddeleri kullanarak morfolojik ve mekanik olarak incelemişlerdir. Mekanik özellikleri kütlece %35 oranından sonra daha hızlı olmakla birlikte, dolgu madde oranı arttıkça bir miktar düşüş gösterdiğini belirtmişlerdir (Latinwo ve diğ., 2010).

Fan ve diğ. (2012), %15 soya yağı bazlı poliöl kullanılan sert poliüretan köpük malzemelerde %1-%7 aralığında mikro küre ve nano kil dolgu maddesi kullanarak kompozit malzemeler üretmişlerdir. Dolgu maddesi oranı arttıkça çekirdeklenme etkisinin artarak hücre sayısının arttığını ve köpük yoğunluğunun düştüğünü

belirtmişlerdir. Mikro kürelerin kullanıldığı kompozit gurubunda basma dayanımının %3 dolgu oranına kadar düştüğü, sonrasında %7 dolgu oranına kadar artığı ve dolgusuz numunenin de üstüne çıktığını belirtmişlerdir. Nano kil dolgu maddesi kullanılan seri üretimde ise %5 dolgu maddesi oranına kadar basma dayanımının çok değişmediğini fakat %7 oranında düşük köpük yoğunluğu ve zayıf matris yapısı sebebiyle çok düştüğünü belirtmişlerdir. Mikro kürelerde dolgu maddesi oranı %5-%7, nano kil dolgu maddesinde ise dolgu oranını %1-%5 aralığında tutulmasını önermişlerdir. Ayrıca, kullandıkları oranlarda mikro küre ve nano kil dolgusunun ısı iletim katsayısını çok fazla etkilemediğini bildirmişlerdir (Fan ve diğ., 2012).

Uçucu Külün Dolgu Maddesi Olarak Kullanımı:

Uçucu kül, küçük tanecik boyutları ve bazı kimyasal özelliklerinden dolayı çok çeşitli alanlarda kullanılmaktadır (Ahmaruzzaman, 2010; Güler ve diğ., 2005; Şengül, 2001). Daha çok beton katkı maddesi (Chaipanich ve diğ., 2010; Fırat ve Cömert, 2011; Aruntaş, 2006) olarak, ayrıca metal (Itskos ve diğ., 2012)ve polimer (Soyama ve diğ., 2007; Deepthi ve diğ., 2010; Nath ve diğ., 2010; Chow ve diğ., 2008; Rama and Rai, 2009) esaslı kompozit malzemelerde takviye ya da dolgu maddesi olarak kullanıldığı ve sonuçların değerlendirildiği çalışmalar yapılmaktadır.

Uçucu kül kullanılan polimer malzemelere epoksi (Rama ve Rai, 2010; Gu ve diğ., 2007; Wu ve diğ., 2007), vinil ester (Ray ve diğ., 2006), polipropilen (Iraola-Arregui ve diğ., 2011), polietilen (Khan ve diğ., 2011), akrilonitril-butadien-stiren (ABS) (Bonda ve diğ., 2012), polieterketon (Parvariz ve diğ., 2011), sert poliüretan köpük (Yurtseven ve diğ., 2013) örnek gösterilebilir.

Uçucu kül parçacıklarının boyutları özellikle köpük poliüretan iç yapılarında önem taşımaktadır. Poliüretan malzemenin yoğunluğuna dolayısı ile hücre boyutlarına uygun boyutlarda olmaz ise mekanik olarak çok kötü etkilenmektedir. Genellikle, hücre kesişim bölgeleri ve hücre duvarlarına yerleşen partiküller gereğinden büyük parçacık boyutunda olduklarında polimer bağını zayıflatmaktadır (Tarakçılar, 2011).

Uçucu külün içinde bulunan yanmamış haldeki karbon yüzdesi de, polimer malzemelerde dolgu maddesi olarak kullanılabilirliğinde büyük önem taşımaktadır. Modern termik santrallerde uçucu kül içinde maksimum %3 oranında karbon partikülü bulunur. Tam yanmanın sağlanamadığı termik santrallerde ise bu oran %10'a kadar çıkabilir. Yanma geciktirici olarak kullanılacak olan küllerde ise

olabildiğince az olması gerekmektedir. Uçucu küllerde bulunan başlıca bileşenler; SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 ve CaO olup, bunların miktarları uçucu külün tipine göre değişmektedir. Ayrıca, MgO , SO_3 , alkali oksitler de minör bileşen olarak bulunmaktadır. Uçucu küllerde genel olarak, temel oksitlerden SiO_2 %25- 60, Al_2O_3 %10-30, Fe_2O_3 %1-15 ve CaO %1-40 oranında bulunmaktadır (Türker ve Erdoğan, 2004).

Gu ve diğ. (2007) yaptıkları çalışmalarında, epoksi reçine ve poliüretandan oluşan matris içine uçucu kül takviyesi yaparak kompozit malzemeler üretmişlerdir. %70 oranına kadar uçucu kül ilave ettikleri kompozit malzemelere -40...150°C aralığında dinamik mekanik analiz (DMA) ve termo gravimetrik (TG) analizlerini uygulamışlardır. Yüksek frekanslı DMA denemelerinde %30-50 oranında katkı içeren kompozit malzemelerin daha iyi sönümlene kabiliyeti gösterdiklerinden bahsetmişlerdir. Ayrıca, kompozit malzemenin ısı bozunma sıcaklığının katkı oranının artması ile yükseldiğini tespit ederek, malzemenin sıcaklık performansının arttığından söz etmişlerdir (Gu ve diğ., 2007).

Nath ve diğ. (2010) çalışmalarında, polivinil alkol kompozit film malzemeye %5-25 oranlarında uçucu kül katmışlardır. Uçucu küller, ön işlemsiz ve yüzeyi sodyum laurik sülfat ile kaplanmış olarak katılmıştır. Çalışma sonucunda kaplanmış küllerin sonuçları, kaplanmamışlara göre yaklaşık %33 daha yüksek çıkmıştır (Nath ve diğ., 2010).

Rama ve Rai (2009) yaptıkları çalışmada, epoksi reçine içine %1, %2, %3, %4 ve %5 oranlarında termoplastik poliüretan elastomer (HTPU) malzeme ile %30, %40, %50 ve %60 oranlarında uçucu kül ilave etmişlerdir. Malzemelerin basma ve izod çentik darbe dayanımlarını kıyaslamışlardır. Ayrıca, elektron mikroskobu ile incelemeler yapmışlardır. Deneyler sonucunda en yüksek basma özelliklerini %60 uçucu kül katkılı karışımda, en yüksek darbe dayanımını %40 uçucu kül katkılı karışımlarda bulduklarını bildirmişlerdir (Rama ve Rai, 2009).

Wu ve diğ. (2006) çalışmalarında, poliüretan-modifiye edilmiş epoksi kompozit malzemesine silan bağlantı ajanları ile yüzey işlemi uygulanmış uçucu külleri de karıştırarak yeni kompozit malzemeler geliştirmişlerdir. Malzemelerin dinamik mekanik analizini (DMA), SEM incelemelerini ve darbe testlerini yaparak karşılaştırmışlardır. En iyi dinamik mekanik özelliklerin %10 ve %20 poliüretan-

epoksi karışım oranında elde ettiklerini belirtmişlerdir. SEM görüntüleri ile yüzey işlemi uygulanmış uçucu kül parçacıklarının matris malzeme ile daha uyumlu yüzey bağlantısı kurduğunu vurgulamışlardır. Poliüretanın, kompozit malzemenin darbe tokluğunu arttırdığını da vurgulamışlardır (Wu ve diğ., 2006).

Satapathy ve diğ. (2010) çalışmalarında, atık polietilen (PE), geri dönüştürülmüş kauçuk ve uçucu külden kompozit termoplastik elastomer malzemeler üretmişlerdir. PE ve kauçuk oranını tespit etmek için %5' den başlayarak %5 arttırarak %70' e kadar oranlarda karışımlar hazırlamışlardır. Daha sonra bu karışımlardan %15 kauçuk katkılı olanın içerisine %10-%60 oranlarında uçucu kül ilave ederek numuneler üretmişlerdir. %50 uçucu kül ilaveli malzemelerin içine bir de %1, %3, %5 oranlarında Si-69 maddesi eklemişlerdir. Elde ettikleri numunelere çekme, eğme ve darbe deneyleri ile TGA ve DMA işlemlerini de yapmışlardır. Deneyler sonucunda %15 oranında kauçuk karışımına uçucu kül ilavesi ile mekanik ve termal dayanımlarının yükseldiği belirtilmiştir. Bu yükselmenin Si-69 katkısı kullanılması ile daha da arttığı belirtilmiştir (Satapathy ve diğ., 2010).

Chow ve diğ. (2008) yaptıkları çalışmada, poliüretan köpük içerisine değişik oranlarda uçucu kül katmışlardır. Bu numuneleri oda şartlarında bir yıl bekletmişler ve ticari olarak kullanılabilirliğini mekanik özellikleri (çekme, sertlik), yoğunluğu ve ağır metal oranlarına bakarak araştırmışlardır. Ayrıca, elektron mikroskobu ile de inceleme yapmışlardır. Sonuçta, bu karışımların kullanılabilirliğini ve en iyi ve ekonomik karışımın %18 uçucu kül karışımında olduğunu açıklamışlardır (Chow ve diğ., 2008).

Soyama ve diğ. (2007) çalışmalarında, polikarbonat malzeme içine boyutu 10 μ m' den küçük uçucu kül partiküllerini %10-%50 oranları arasında eklemişlerdir. Yanma özellikleri ile TG analizleri, eğme ve darbe dayanımlarını kıyaslamışlardır. Ayrıca, uçucu küllerin malzeme üretimi düşünüldüğünde enerji tüketim miktarının azaldığına dikkat çekmişlerdir. Deneyler sonucunda malzemenin alev geciktirme özelliğinin iyileştiğini, %25 uçucu kül oranının %10 cam fiber katkılı malzemeye yakın özellikler gösterdiğini, ancak katkı oranının artması ile mekanik özelliklerin düşüş gösterdiğini bildirmişlerdir (Soyama ve diğ., 2007).

Rama ve Rai (2010) yaptıkları çalışmalarında, epoksi reçine içine değişik oranlarda termoplastik poliüretan elastomer (HTPU) (%1, %2, %3, %4, %5) ile uçucu külü

(%30, %40, %50, %60) karıştırarak üstün mekanik özellikli kompozit malzemeler üretmişlerdir. Bu karışımlardan darbe dayanımı en yüksek olan %1 HTPU'lu numuneleri seçmişler ve bu karışıma artan oranlarda uçucu kül (%30, %40, %50, %60) eklemişlerdir. Ürettikleri HTPU katkılı kompozit malzemelere çekme, eğme, basma, izod çentik darbe deneyleri ve yoğunluk ölçümleri yaparak kendi aralarında değerlendirmişlerdir. Epoksi reçine içinde HTPU katkı oranı arttıkça, çekme ve eğme dayanımlarında artış tespit etmişlerdir. Basma ve izod çentik darbe deneylerinde %1 HTPU katkısında yaklaşık iki kat artış görüldüğünü, fakat artan HTPU oranlarında bu değerlerde düşme olduğunu göstermişlerdir. Sadece epoksi reçine ve %50 oranına kadar uçucu kül dolgululu kompozitlerde çekme dayanımının arttığını, %60 dolgu oranında düşüş gösterdiğini belirtmişlerdir. %1 HTPU'lu epoksi reçine içine katılan uçucu kül ile ürettikleri kompozitlerde uçucu külü ayrı bir işlemde geçirerek kullanmışlardır. Bu kompozitlerden %40 uçucu kül katkılı malzemede en yüksek çekme dayanımı artışının (%186,13) olduğunu belirtmişlerdir. Ayrıca, teorik ve ölçülmüş yoğunlukları kıyaslayarak malzemelerdeki boşluk miktarlarını hesaplamışlardır. Boşluk miktarı yüzdesindeki düşüklükten, uçucu kül ile matris arasındaki bağlanmanın iyi olduğu sonucunu çıkarmışlardır (Rama ve Rai, 2010).

Deepthi ve diğ. (2010) yaptıkları çalışmalarında, yüksek yoğunluklu polietilene (HDPE) ucuz ve hafif olarak nitelendirdiği uçucu küllerden elde ettikleri küresel dolgu maddelerini eklemişlerdir. Bazı kimyasal süreçlerden geçirerek, yüzeyleri kaplanan kürelerin daha iyi ara yüzey tutunumu sağladığını belirtmişlerdir. Yaptıkları termal analizler (TG ve DSC) ve çekme deneyleri sonucunda malzemenin, termal stabilitesinin iyileştiği, çekme dayanımının artış gösterdiğini belirtmişlerdir. İnceledikleri dolgu maddesinin potansiyel bir alev geciktirici olabileceğini ifade etmişlerdir (Deepthi ve diğ., 2010).

3. MALZEMELER VE DENEYSEL YÖNTEMLER

Öncelikle çalışmada kullanılacak olan malzemeler seçilmiş, malzemelerin özellikleri ve kullanım yerleri ile ilgili standartlar araştırılarak yapılacak testler belirlenmiştir.

Özellikle ısı yalıtımında kullanılan sert (rijit) poliüretan köpük (SPK) malzemelerin özellikleri TS EN 13165 standardında açıklanmıştır. Bu malzemelerde mekanik özelliklerden önemli bir özellik olan basma dayanımı öncelikli kıyaslama özelliğini oluşturmaktadır. Çalışmada, SPK malzemelerde basma dayanımları ASTM D 1621-10 ve TS EN 826 standartlarına uygun olarak belirlenmiştir. Termal özelliklerden ısı iletim katsayısı bu tür malzemeler için büyük önem arz etmektedir. Numunelerin ısı iletim katsayıları sıcak tel metodu ile ölçüm yapan bir cihaz kullanılarak kıyaslanmıştır. Yaşam alanları ile ilgili projelerde yoğun kullanımından dolayı da yangın karşısındaki davranışları için UL-94 deneyi, köpük malzemelerde ki uygun şartlar sağlanarak yapılmış ve kıyaslanmıştır. Yüksek sıcaklıklara maruz kaldıklarında kütlelerindeki değişim miktarlarını ve kütle kayıp hızlarını görebilmek içinde termogravimetrik analiz ölçümleri yapılarak değerlendirilmiştir.

Esnek poliüretan köpük (EPK) ve integral poliüretan köpük (IPK) malzemeler için yapılacak testler ASTM D 3574-08 nolu standartta açıklanmaktadır. Çalışmada, bu malzemelerin, mekanik özelliklerinden çekme, yırtılma ve sabit deformasyon basma deneyleri yapılarak ölçüm sonuçları karşılaştırılmıştır. Isıl özelliklerinden termogravimetri (TG) analizleri ile değerlendirmeler yapılmıştır.

Termoplastik poliüretan (TPU) malzemeler için mekanik özelliklerden çekme deneyi ASTM D 412-06a ve ASTM D 638-08, yırtılma deneyi ASTM D 624, izod çentik darbe deneyi ASTM D 256 standartlarına göre yapılmıştır. Termal özelliklerinin kıyaslamaları için termogravimetri (TG) analiz çalışmaları yapılmış ve grafiksel olarak karşılaştırılmıştır. Çentikli ve çentiksiz numuneler ile 23°C, -20°C, -40°C'de izod çentik darbe deneyleri yapılarak sonuçları değerlendirilmiştir.

3.1 Malzemeler

3.1.1 Poliüretan hammaddeler

Sert poliüretan köpük malzemeler, otomotiv ve ısı yalıtım sektöründe sık kullanılan malzemelerden seçilerek, Elastogran BASF firmasından temin edilmiştir. Yalıtım sektörüne uygun olan yaklaşık 45 kg/m³ yoğunlukta üretimler gerçekleştirilmiştir. Üretimler, kütlece polioliol/izosiyanat oranı 100/118 olarak yapılmıştır. Hammaddelerin fiziksel özellikleri Tablo 3.1’de verilmektedir.

Tablo 3.1 : Rijit poliüretan hammaddelerinin özellikleri (Elastopor H 2011/4).

	Birim	Poliol	İzosiyanat (PMDI)
Yoğunluk (25°C)	g/cm ³	1,13	1,230
Viskozite (25°C)	mPa.s	240	210
NCO miktarı	%	-	31,5

Esnek poliüretan köpük üretiminde kullanılacak olan hammaddeler, özellikle otomotiv endüstrisinde koltuk süngeri uygulamalarında kullanılmakta olan ürünlerden seçilmiştir. Hammaddeler Elastogran BASF firmasından temin edilmiştir. Kullanılan hammaddelerin özellikleri Tablo 3.2’ de verilmiştir.

Tablo 3.2 : Esnek poliüretan hammaddelerin özellikleri (Elastoflex W 5105/164).

	Birim	Poliol	İzosiyanat (PMDI).
Yoğunluk (25°C)	g/cm ³	1,033	1,220
Viskozite (25°C)	mPa.s	800	87
NCO miktarı	%	-	28,20

İntegral poliüretan köpük üretiminde kullanılacak olan hammaddeler, çeşitli otomotiv uygulamalarında yaygın kullanılan ürünlerden seçilmiştir. Özellikleri Tablo 3.3’de verilen hammaddeler Elastogran BASF firmasından temin edilmiştir.

Tablo 3.3 : İntegral poliüretan köpük hammaddelerin özellikleri (Elastofoam I4501/109).

	Birim	Poliol	İzosiyanat (PMDI).
Yoğunluk (25°C)	g/cm ³	1,050	1,220
Viskozite (25°C)	mPa.s	365	120
NCO miktarı	%	-	28,5

Termoplastik poliüretan malzemeler, Elastogran BASF firmasının 90 Shore A sertliğine sahip C90A kodlu ürünü seçilerek temin edilmiştir. Termoplastik malzeme üretiminde az miktarda kullanılan polipropilen (MH418), PETKİM firmasından temin edilmiştir.

3.1.2 Dolgu ve katkı maddeleri

3.1.2.1 Uçucu küller

Seçilen Uçucu Küller ve Kimyasal Bileşimleri

Türkiye çapındaki termik santraller ile temasa geçilerek elde edilen uçucu küllerin kimyasal bileşimleri (SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , SO_3 , Fe_2O_3 , MgO) karşılaştırılmıştır. Bu değerler referans alınarak farklı kimyasal kompozisyonlara sahip beş termik santral küllü çalışmada kullanılmıştır. Bu santraller, Çatalağzı, Çayırhan, Soma, Kemerköy ve Yeniköy Termik Santralleri'dir. Bu uçucu küllerin kimyasal bileşimleri, Pamukkale Üniversitesi, Jeoloji Mühendisliği Bölümünde bulunan, SPECTRO marka XEPOS III model, XRF cihazında belirlenerek, Tablo 3.4'de verilmiştir.

Tablo 3.4 : Kullanılan termik santral uçucu küllerinin kimyasal kompozisyonları.

Kod	KE1	CAT1	YE1	CAY1	SO1
	Kemerköy TS	Çatalağzı TS	Yeniköy TS	Çayırhan TS	Soma TS
SiO_2 (%)	7,6	53,4	22,41	49,06	31,27
Al_2O_3 (%)	4,1	30,89	13,45	14,97	20,01
CaO (%)	52,98	1,71	41,7	14,6	34,21
SO_3 (%)	24,4	0,25	11,72	3,06	7,22
Fe_2O_3 (%)	4	6,48	4,74	7,65	3,78
MgO (%)	0,5	2,13	1,57	4,69	1,27
Diğ. (%)	6.42	5.14	4.41	5.97	2.24

Uçucu kül parçacık boyutu dağılımları

Polimer malzemelerde kullanılan dolgu maddelerinin kimyasal yapısı yanında parçacık boyutları da malzeme özelliklerini önemli oranda etkilemektedir. Bu çalışmada kullanılmış olduğumuz değişik santrallerden temin edilen uçucu kül parçacık boyutları, oldukça farklı dağılım göstermektedir.

Uçucu kül parçacık boyutu, kömürün yakılmadan önceki boyutuna, kazanda yakılma tipine ve uçucu külün filtrelerde tutulma sistemine göre değişiklik göstermektedir. Çalışmada uçucu küllerin parçacık boyutu faktörünü azaltmak ve daha karşılaştırılabilir sonuçlar elde etmek için planet sistemli bir öğütücü kullanılmıştır. Uçucu küllerin öğütülmesinde kullanılan planet sistemli öğütücü Şekil 3.1’de görülmektedir.



Şekil 3.1 : Planet sistemli öğütücü ve uçucu külün öğütülmesi.

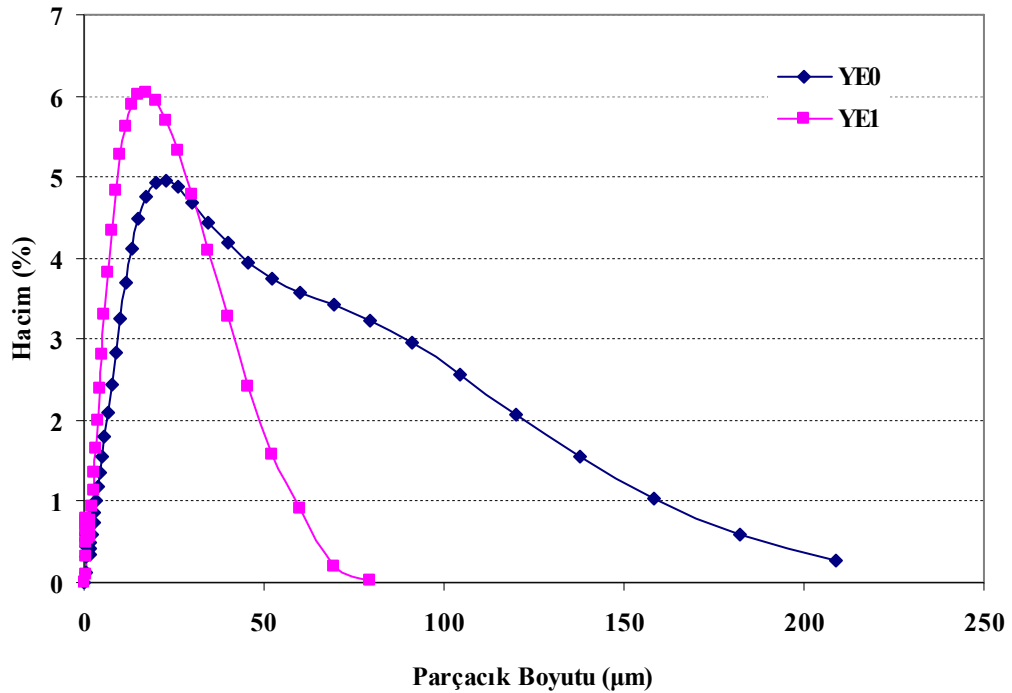
Öğütme işlemi ile küllerde meydana gelen parçacık boyutu değişimini görebilmek için TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezi’nde bulunan, Malvern Instruments’ın Mastersizer 2000 parçacık boyutu ölçüm cihazı ile öğütme işleminden önce ve sonra, uçucu kül parçacık boyutları ölçülmüş ve grafiksel olarak gösterilmiştir. Çalışmada kullanılan küllere grafik ve metin içinde daha rahat anlaşılması için kodlar verilmiştir. Bu kodlar Tablo 3.5’de belirtilmiştir.

Öğütme işlemlerinde, çelik 500ml kapasiteli iki adet öğütme kabı ve çelik öğütme bilyeleri (5mm ve 10mm) kullanılmıştır. Öğütme için planet sistemli öğütücü yaklaşık 30min süre ve 300min^{-1} hızda çalıştırılmıştır.

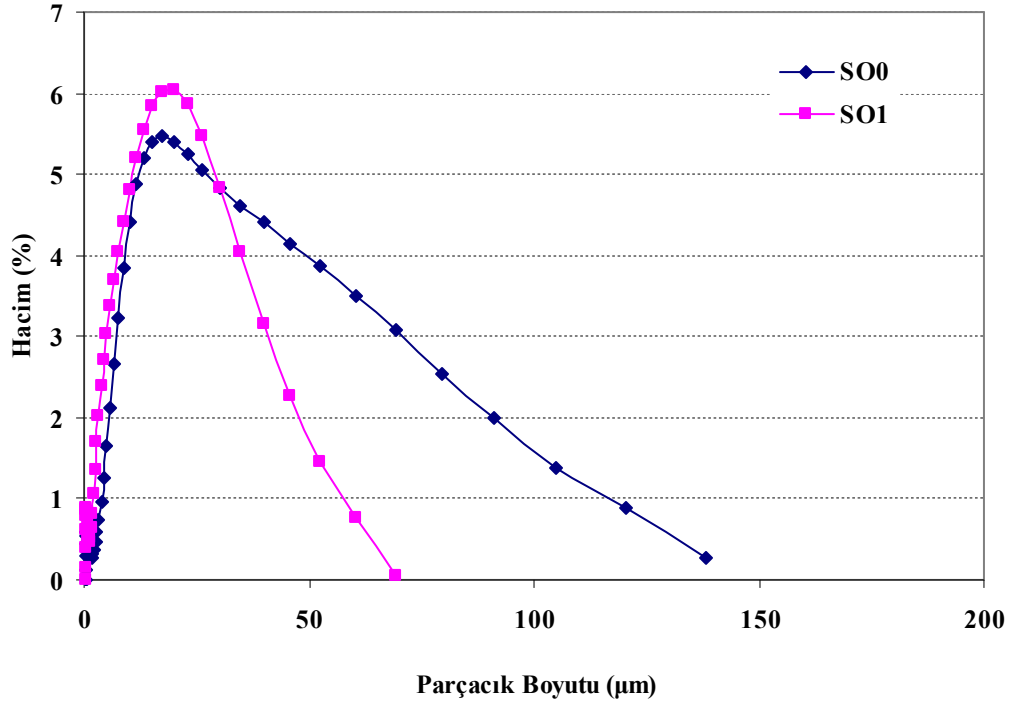
Tablo 3.5 : Termik santral uçucu kül kodları.

Uçucu Kül (UK)	Öğütülmemiş Kod	Öğütülmüş Kod
Kemerköy UK	KE0	KE1
Soma UK	SO0	SO1
Yeniköy UK	YE0	YE1
Çatalağzı UK	CAT0	CAT1
Çayırhan UK	CAY0	CAY1

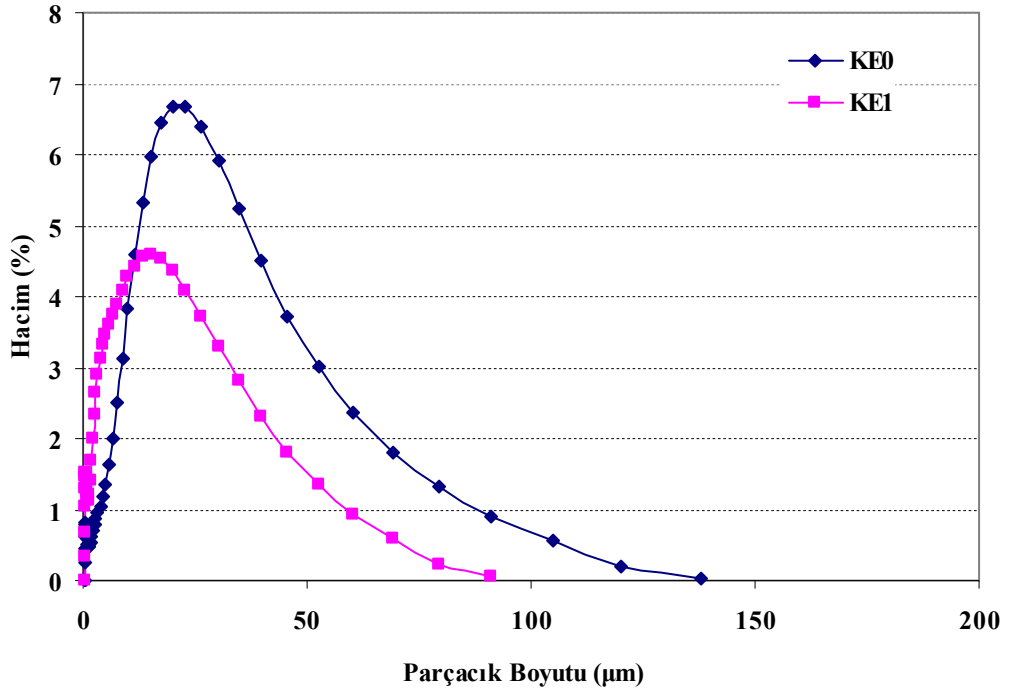
Öğütme işlemi ile parçacık boyutlarındaki en büyük parçacık boyutunun küçüldüğü ve daha küçük ortalama parçacık boyutunun elde edildiği görülmüştür. Küllerin parçacık boyutundaki değişimler aşağıda grafikler halinde gösterilmiştir (Şekil 3.2-3.5). Şekil 3.6’da öğütülmüş olan tüm uçucu kül parçacık boyutlarına bakıldığında birbirlerine yakın parçacık boyutu dağılımı olduğu görülmektedir. Öğütülmüş uçucu küller kompozit malzeme numune üretimlerinde kullanılmıştır.



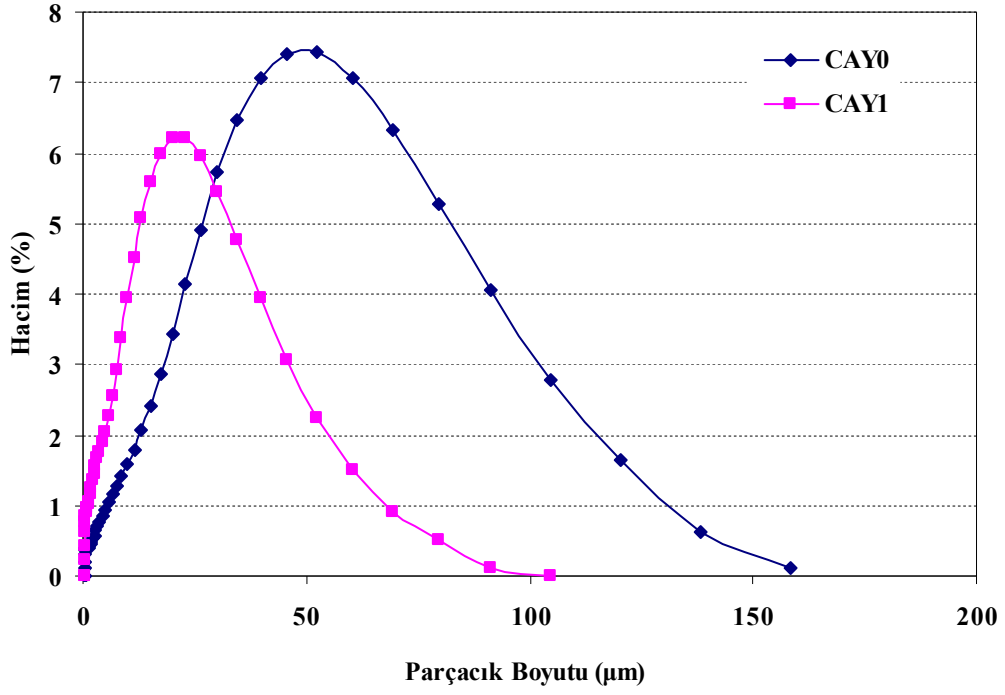
Şekil 3.2 : Yeniköy UK’ü öğütme öncesi ve sonrası parçacık boyut dağılımı.



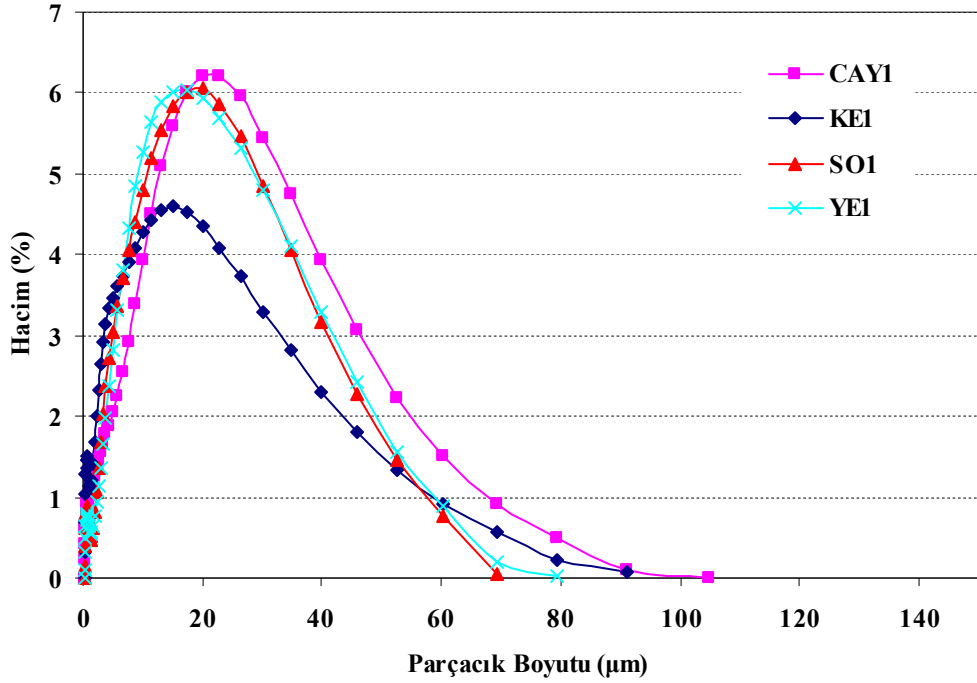
Şekil 3.3 : Soma UK'ü öğütme öncesi ve sonrası parçacık boyut dağılımı.



Şekil 3.4 : Kemerköy UK'ü öğütme öncesi ve sonrası parçacık boyut dağılımı.



Şekil 3.5 : Çayırhan UK'ü öğütme öncesi ve sonrası parçacık boyut dağılımı.



Şekil 3.6 : Öğütülmüş uçucu küllerin parçacık boyutu dağılımları.

3.1.2.2 Diğer dolgu ve katkı maddeleri

Katkı malzemesi olarak sert poliüretan köpük malzemelerde kabaran alev geciktirici (KAG) sistemi olarak amonyum polifosfat (APP) ve pentaeritritol (PER) birbirine göre farklı oranlarda karıştırılarak hazırlanmıştır. Üretimlerde en uygun APP/PER oranı 2/1 olarak kullanılmıştır. Esnek ve integral poliüretan köpük malzemelerde, Pamukkale Üniversitesinde bir TÜBİTAK projesi kapsamında geliştirilen PAU1 olarak adlandırılan katkı maddesi kullanılmıştır. TPU malzemelerde ise üretim şartlarından kaynaklanan sebeplerden dolayı, sadece APP maddesi katkı olarak eklenmiştir.

3.2 Poliüretan Esaslı Kompozit Malzemelerin Üretilmesi

Poliüretan esaslı kompozit malzeme üretimleri, malzemelerin üretim şekillerine göre planlanmıştır. Çalışmada, termoset ve termoplastik olarak iki çeşit poliüretan malzeme kullanılmıştır. Termoset malzeme grubundan olan köpük malzemeler, poliöl ve izosiyat sistemlerin mekanik karıştırıcı ile karıştırılarak hazırlanan kalıba boşaltılması ile termoplastik numuneler ise plastik enjeksiyon makinesi ile kalıba enjekte edilerek üretilmiştir. Aşağıdaki bölümlerde numune üretimlerinin nasıl gerçekleştirildiği detaylı şekilde açıklanmıştır.

3.2.1 Mekanik karıştırıcı kullanarak poliüretan köpük malzeme üretimi

Termoset poliüretan malzemeler, endüstride poliüretan enjeksiyon makineleri kullanılarak üretilmektedir. Ancak, küçük miktarlarda -özellikle deneme üretimlerinde-, mekanik karıştırıcı ile üretim daha pratik ve daha düşük maliyetli olduğundan dolayı tercih edilmektedir.

Öncelikle kompozit reçinenin boşaltılacağı, 350x350x50mm boyutlarındaki alüminyum kalıplar, 40°C'ye ayarlanmış ısıtmalı preste sıcaklığın kararlı hale gelmesi için bekletilmiştir.

Kompozit reçine kalıba döküldüğünde, ekzotermik reaksiyon başlayarak hızla kalıbı doldurmaktadır. Kalıptaki havanın daha rahat transferi için kalıbın üst kısmına gaz çıkış delikleri açılmıştır.

Üretimlerde kullanılacak olan uçucu kül ve diğer katkı maddeleri, bünyelerinde bir miktar nem tutabilmektedirler. Bu sebeple, kullanılmadan önce etüvde 120°C sıcaklıkta kurutma işlemine tabi tutulmuşlardır.

Poliüretan köpük malzemede kullanılması gereken poliüretan hammaddelerinin miktarları, üretilecek malzemenin yoğunluğuna göre hesaplanmaktadır. Dolayısıyla yoğunluk, üretimde ilk parametre olmaktadır. Kalıp hacmine göre belirli oranlarda hesap edilen poliol, izosiyanat, dolgu ve katkı maddeleri hassas terazide tartılarak hazırlanmıştır (Şekil 3.7).



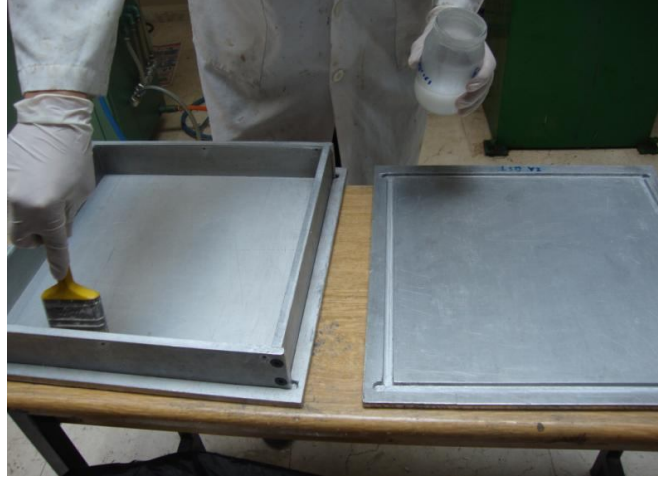
Şekil 3.7 : Karışım için kullanılacak hammaddelerin hassas terazi ile tartılması.

Kompozit malzeme içerisine eklenen uçucu kül dolgu maddeleri ve katkı maddeleri daha kolay eklenebildiğinden poliole ilave edilmektedir. Oluşan süspansiyon karışım içerisinde, homojenizatör kullanılarak poliol sisteme eklenen maddelerin homojen olarak dağılması sağlanmıştır (Şekil 3.8).



Şekil 3.8 : Poliole ilave edilen maddelerin homojenize edilmesi.

Kalıp, döküm işleminden önce Şekil 3.9'da görüldüğü gibi fırça ile kalıp ayırıcı sürülerek hazırlanmıştır.



Şekil 3.9 : Kalıba kalıp ayırıcı sürülmesi.

Hazırlanan polioller sistem karışımın yapılacağı kaba aktarılmış ve mekanik karıştırıcı içerisine daldırılmıştır. Daha sonra hesaplanan ölçüde ayarlanmış izosiyanat, kabın içerisine boşaltılmıştır. Bundan sonra karıştırıcı çalıştırılmış ve üretilen malzeme cinsine göre ayarlanmış hız ve sürelerde karıştırılarak kalıp içerisine dökülmüştür (Şekil 3.10).



Şekil 3.10 : Polioller sistem ile izosiyanatın mekanik karıştırıcıda karıştırılması.

Kullanılan karışım kabının alt kısmı, enjektör mantığı ile tasarlanmıştır. Bu sayede karıştırma işleminden sonra oldukça yapışkan ve gramajı ayarlanmış karışım, çok az bir kayıpla kalıba boşaltılabilmıştır (Şekil 3.11). Böylece hedeflenen yoğunlukta ürünler elde edilebilmiştir.



Şekil 3.11 : Karışımın kalıba boşaltılması.

Daha sonra, kalıp kapağı kapatılıp yaklaşık 40°C sıcaklığa ayarlanmış prese yerleştirilmiştir. Her 1cm poliüretan malzeme kalınlığının kürleşmesi için önerilen süre 5min'dir. Bu sebeple kalıp 5cm malzeme yüksekliği sahip olduğu için en az 25min preste tutulmuştur. Gerekli süre kadar pres altında tutulan kalıp, presten alınarak numune çıkarılmıştır. Belirlenen şekilde markalandıktan sonra reaksiyonun tamamlanması için çıkarılan ürünler, normal oda sıcaklığında en az 24h bekletilmiştir. Kalıbın kapatılması, prese yerleştirilmesi ve numunenin çıkarılması Şekil 3.12'de verilmiştir.



Şekil 3.12 : Kalıbın kapatılması, prese konulması ve numunenin çıkarılması.

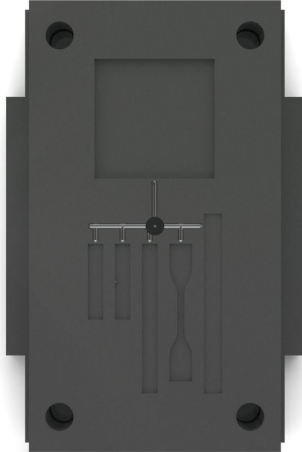
3.2.2 Plastik enjeksiyon makinesi kullanarak TPU malzeme üretimi

Termoplastik poliüretan (TPU) esaslı kompozit malzeme numune üretiminde kullanılmak üzere proje kapsamında plastik enjeksiyon makinesi (Şekil 3.13) ve gerekli numuneleri üretmekte kullanılacak plastik enjeksiyon kalıbı (Şekil 3.14) tasarlanarak ürettirilmiştir. Kullanılan plastik enjeksiyon makinesinin genel özellikleri Tablo 3.6'da verilmiştir.

TPU malzemelerin enjeksiyon yolu ile üretimi, diğer termoplastik malzemelere göre daha zor ve uğraştırıcı bir işlemdir. Granül halinde temin edilen hammaddeler bünyelerine nem çekmekte ve bu yüzden üretimden önce çok iyi bir kurutma gerektirmektedir. Aksi takdirde boşluksuz ürün elde etmek mümkün olmamaktadır. Bu yüzden, üretimde kullanılacak granüller ve ilave edilecek dolgu ve katkı maddeleri, yaklaşık 100°C'de etüv içerisinde belli aralıklarla karıştırılarak kurutulmuştur.



Şekil 3.13 : Plastik enjeksiyon makinesi.



Şekil 3.14 : Plastik enjeksiyon kalıbı.

Tablo 3.6 : Enjeksiyon makinesinin özellikleri.

Özellikler	Makinenin özellikleri
Tipi	Yatay tip
Enjeksiyon sisteminin cinsi	Vidalı
Gramajı ve baskı kapasitesi	150 g
Kolonlar Arası Mesafe	300 mm
Yaklaşık ağırlığı	1000~1200 kg
Kalıp kapama gücü	75,5 t

Yapılan denemeler sonucunda kullandığımız üretim sistemi ile termoplastik poliüretan (TPU) malzemeye, kütlece %5 oranında polipropilen (PP) eklenmesi en başarılı kompozit malzeme sonuçları elde edilmiştir. Bu sebeple uçucu kül dolgu maddesi ve katkı maddeleri bu karışımdaki polimer malzeme içine eklenerek üretilmiştir. Dolgu maddelerini polimer malzeme içerisine olabildiğince homojen dağıtmak için granül haldeki karışıma %1-2 oranlarında silikon yağlayıcı eklenmiş ve ilk karıştırma işlemi yapılmıştır (Şekil 3.14). Daha sonra bu karışıma etüvde belli süre bekletilmiş olan toz halinde dolgu ve katkı maddeleri kütlece belirli oranlarda (%5, %10 vb.) eklenerek ikinci bir karıştırma işlemi uygulanmıştır. Karıştırma işlemi mekanik karıştırıcı kullanılarak 160-170 min⁻¹ hızda gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.15 : TPU ve PP karışımı ile dolgu maddelerinin karıştırılması.

Enjeksiyon işlemi için makinenin yaklaşık yarım saat önce ısıtıcıları çalıştırılarak, sıcaklık olarak kararlı hale gelmesi sağlanmıştır. Hazırlanan karışım plastik enjeksiyon makinesinin besleme hunisine boşaltılmıştır. Numuneler basılırken kalıp içerisine gönderilecek malzeme miktarı hassas bir şekilde ayarlanmıştır.

Enjeksiyon işlemi gerçekleştirilirken gerekli sıcaklıklar ve ütüleme zamanı başarılı ürün elde edilinceye kadar denemeler yaparak ayarlanmıştır. Başarılı ürün elde edilen ayarlara ulaşıncaya hazırlanan karışımın ile gerekli numune sayısı kadar pratik bir şekilde üretimler gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.16'da kalıptan çıkartılan deney numunesi görülmektedir.



Şekil 3.16 : Kalıptan çıkartılmış TPU deney numunesi.

3.3 Numunelerin Hazırlanması ve Şartlandırılması

Üretilen PU esaslı kompozit malzemeler üretiminden sonra polimerizasyon reaksiyonunun tamamlanması için en az 24 saat normal oda şartlarında bekletilmiştir. Numune hazırlamak için, köpük malzemeler şerit testere ile gerekli boyutlarda kesilerek boyutlandırılmıştır. TPU esaslı malzemeler ise kalıptan çıkarıldıktan sonra yollukları ve var ise çapakları temizlenerek deney yapılmaya uygun hale getirilmiştir (Şekil 3.17). Ayrıca, deneylerden önce numuneler gerekli sıcaklık ve bağıl nemde belirlenen sürede şartlandırılması Nüve TK 252 şartlandırma ünitesinde gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.18). Şartlandırma işlemi, ASTM D 618 standardına uygun olarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.17 : Numunelerin şerit testerede kesilip hazırlanması.

Şartlandırıcı koşulları standartlar gereği 23 ± 1 °C sıcaklık ve $\%50 \pm 5$ bağıl neme ayarlanmıştır. Numuneler uygun boyutlara getirilip, deney standartlarında verilen süre kadar şartlandırıcıda istenilen koşullarda şartlandırılmaları sağlanmıştır.



Şekil 3.18 : Şartlandırıcı ünitesi.

3.4 Yapısal, Mekanik ve Termal Deneyler

Poliüretan malzemelerin kullanılacakları yerlere göre belirli mekanik, yapısal ve termal özelliklerde olmaları gerekmektedir. Bunların tespiti için de farklı deney metotları uygulanmaktadır. Bu bölümde çalışmada uygulanan deneyler ve uygulama yöntemleri anlatılmıştır.

3.4.1 Yoğunluk

Yoğunluk, köpük poliüretan malzemelerin neredeyse tüm özelliklerini olumlu veya olumsuz olarak etkilemektedir. Sert poliüretan köpük malzemedeki yoğunluk arttıkça mekanik değerlerinden biri olan basma dayanımı artmakta, bununla birlikte ısı iletim katsayısı değeri de artmaktadır. Bu yüzden köpük malzemelerin yoğunluklarının tespiti önemlidir.

PU köpük malzemelerde yoğunluk tespiti için, numuneler hassas terazi ile 0,1 g hassasiyetinde tartılmıştır. Her bir numune boyutları ölçülerek hacimleri hesaplanmış yoğunluk tespiti yapılmıştır (ASTM D 1622-08).

3.4.2 Hücre yapısı

Poliüretan malzemelerde hücre boyutu tespiti, mekanik ve termal özelliklerin değişiminin yorumunu yapabilmek için gereklidir. Kalıp içerisinde döküm yerine göre yönelmeler ve hücrelerde uzamalar görülebilmektedir.

Hücre boyutu tespiti için ASTM D 3576-04 standardı kullanılmıştır. Bu standartta Prosedür B'ye göre iç yapısı incelenmiştir. Hücre yapısı incelenecek numune yüzeyinden kesici ile düzgün yüzey oluşturularak kesilmiştir (Şekil 3.18.a). Kesilen yüzey hücre yapısını bozmayacak şekilde renklendirilerek hücre duvarlarının daha belirgin olması sağlanmıştır (Şekil 3.19).

Yüzeyi hazırlanan numunenin hücre yapısı Nikon marka SMZ1500 model stereo mikroskop ile incelenmiştir. Mikroskopta 20x büyütme yapılarak görüntü bilgisayar ortamına aktarılmıştır (Şekil 3.20). Bilgisayara aktarılan görüntü üzerinde standartta tarif edildiği şekilde çizgiler oluşturularak hücre boyutu analizleri yapılmıştır. Bu çizgilerle kesişen hücreler sayılır. Sayılan hücreler referans çizgisinin uzunluğuna bölünür. Çıkan sonuç standartta belirtilen şekilde hesaplanarak ortalama hücre boyutları tespit edilmiştir (ASTM D 3576-04).



(a)

(b)

Şekil 3.19 : SPK malzemenin yüzeyinin (a) kesimi ve (b) boyanması.



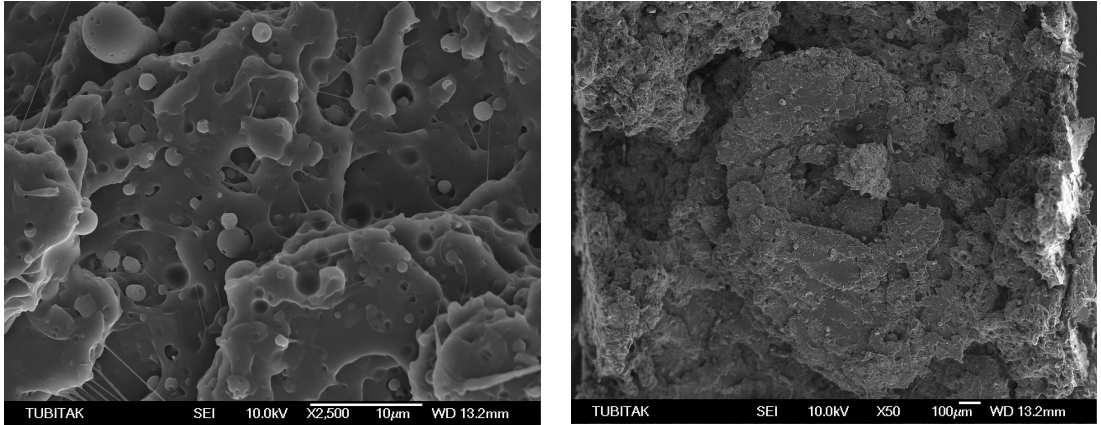
Şekil 3.20 : Stereo mikroskop.

3.4.3 Malzeme morfolojisi

Poliüretan köpük ve termoplastik poliüretan esaslı kompozit malzemelerin morfolojik yapıları, SEM cihazı ile görüntülenmiştir. SEM incelemeleri TÜBİTAK Marmara Araştırma Enstitüsünde, JEOL marka JSM-6335F model cihazda (Şekil 3.20) yapılmıştır. Numunelere incelemeden önce altın kaplama yapılmış ve 10kV hızlandırma gerilimi kullanılarak incelenmiştir. Şekil 3.21’de örnek SEM çekimleri görülmektedir.



Şekil 3.21 : SEM cihazı.



Şekil 3.22 : %5 APP içeren TPU-PP karışımı.

3.4.4 Basma deneyi

Sert poliüretan köpükler genellikle yapı elemanı olarak kullanıldığı için, basma dayanımları belli bir değer üzerinde olmalıdır. Dolayısıyla, bu özelliklerinin belirlenmesi önem arz etmektedir. Basma deneyleri, Şekil 3.23’de gösterilen bilgisayar kontrollü, Instron marka, 8801 model universal çekme deney cihazında yapılmıştır. Basma dayanımını tespit etmek için ASTM D 1621-10 ve TS EN 826/Mart 1998 standartları kullanılmıştır.



Şekil 3.23 : Instron 8801 üniversal çekme deney cihazı.

TS EN 13165/Mart 2004 standardında belirtilen, SPK malzemelerin basma dayanımına göre sınıflandırma seviyeleri Tablo 3.7’de verilmektedir. Bu tabloda, CS kısaltması basma dayanımına göre gösterim yapıldığını, (10\Y) kısmında ise “10” yazılı ise %10 şekil değişimindeki basma gerilmesi değerinin alındığını ve Y yazılı ise %10 şekil değişiminden önce basma gerilmesinde bir tepe noktası meydana geldiğini ve o noktadaki maksimum değer alındığını gösterir. En sonundaki iki ve üç basamaklı değerler ise basma dayanımlarının kPa cinsinden belirtmektedir.

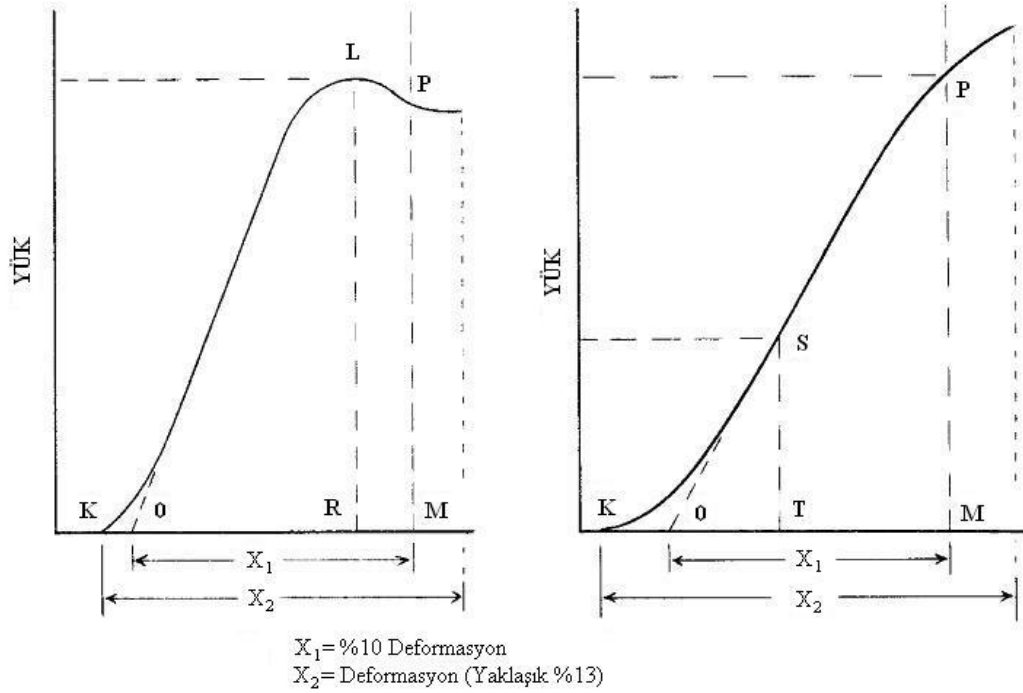
Basma deneyi numuneleri 50x50x50 mm ebatlarında hazırlanmıştır. Her malzeme grubundan en az 5 adet numune deneye tabi tutulup, ortalamaları alınmıştır.

Deneyden önce numuneler 23 ± 1 °C sıcaklık, 50 ± 5 bağıl nemde en az 40 saat tutulmuştur. Deneyler uygulanırken numunelere 0,25 kPa’lık bir ön yük verilmiş 5mm/min basma hızında sıkıştırılmıştır. Deney esnasında numuneler ilk kalınlığının %13’ü kadar kısılacak şekilde basma kuvveti uygulanmıştır. Basma çenelerinin çekme ağızlarına tutturulması ve numunenin basma çeneleri arasına yerleştirilmesi Şekil 3.24’te gösterilmektedir.

Tablo 3.7 : SPK malzemeler için basma dayanım değer seviyeleri (TS EN 13165/Mart2004).

Seviye	Basma Dayanımı (kPa)	Seviye	Basma Dayanımı (kPa)
CS (10\Y)25	≥ 25	CS (10\Y)175	≥ 175
CS (10\Y)50	≥ 50	CS (10\Y)200	≥ 200
CS (10\Y)100	≥ 100	CS (10\Y)225	≥ 225
CS (10\Y)120	≥ 120	CS (10\Y)250	≥ 250
CS (10\Y)130	≥ 130	CS (10\Y)350	≥ 350
CS (10\Y)140	≥ 140	CS (10\Y)400	≥ 400
CS (10\Y)150	≥ 150	CS (10\Y)800	≥ 800

Elde edilen kuvvet ve şekil değiştirme miktarlarından grafikler oluşturulmuştur. Bu grafikte oluşan eğride, lineer kısmın eğimi ile şekil değiştirme eksenini kestiği yer hesaplanır ve bu nokta O olarak adlandırılır. O noktasından itibaren %10 şekil değişimi ilave edilir ve M noktası elde edilir. M noktasından önce grafik maksimum nokta vermez ise %10 şekil değişimindeki kuvvet yani P noktasındaki değer alınır. Eğer M noktasından önce akma noktası gösterirse, L noktasındaki kuvvet değeri alınır (Şekil 3.24).



Şekil 3.24 : SPK malzemelerin basma deneyi eğrileri (ASTM D 1621-10).

3.4.5 Çekme deneyi

Çekme deneyi, malzemeye çekme kuvveti uygulandığında görülen etkileri ortaya çıkarmak için yapılmaktadır. Bu deney ile çekme gerilmesi, çekme dayanımı ve kopma uzaması değerleri ölçülmüştür. Çekme deneyleri 10 kN yük kapasiteli Tinius Olsen H10KT model çekme deney cihazında yapılmıştır (Şekil 3.25).

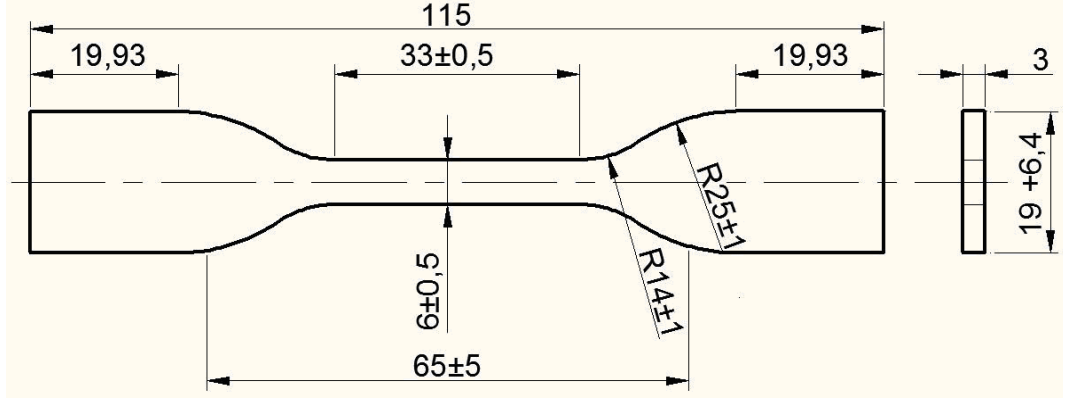


Şekil 3.25 : Tinius Olsen H10KT çekme deney cihazı.

3.4.5.1 Termoplastik PU malzemeler için çekme deneyi

Termoplastik poliüretan (TPU) malzemelerin çekme deneyleri, genel plastik malzemeler için çekme deneylerini tanımlayan ASTM D 638 standardı ve elastomer malzemelerin çekme deneylerini tanımlayan ASTM D 412 standardına uygun olarak yapılmıştır. İki standardın da ortak kullandıkları numune tipi seçilerek, plastik enjeksiyon kalıbı hazırlanmış ve önceki bölümlerde belirtildiği şekilde numuneler üretilmiştir.

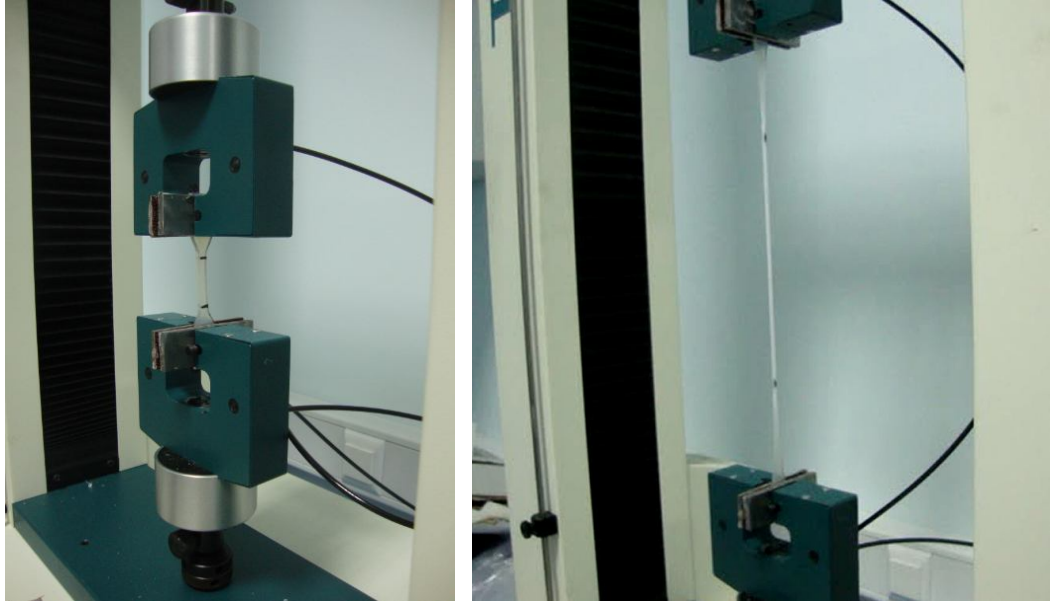
Şekil 3.26'da belirtildiği ölçülerde hazırlanan numune, kalınlığı 3 mm olarak üretilmiştir. Kalıp tasarlanırken malzemenin kalıba dolduğu kısım standartta belirtildiği şekilde, yani malzeme dolununun çekme kuvveti uygulama yönünde olmasına dikkat edilmiştir. Her üretim grubundan en az üç adet numune deneye tabi tutulmuştur.



Şekil 3.26 : TPU çekme deney numunesi ölçüleri (ASTM D 638, ASTM D 412).

Deneylerde çekme hızı 500 mm/min olarak uygulanmıştır. Deney yapılırken uzama ve kuvvet değerleri otomatik olarak kaydedilmiştir. Deney sonucunda çekme dayanımı, maksimum kuvveti ilk kesit alanına bölünerek hesaplanmıştır.

Şekil 3.27’de TPU çekme numunesinin çenelere tutturulması ve çekilirken kopmadan önceki son görüntüsü görülmektedir.

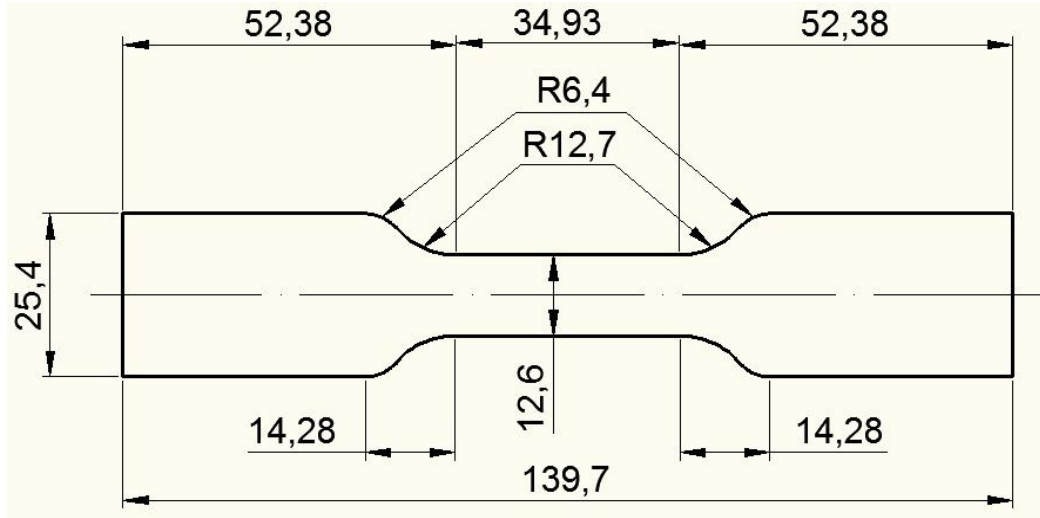


Şekil 3.27 : TPU numunenin çekme deneyi.

3.4.5.2 Esnek ve integral PU köpük malzemeler için çekme deneyi

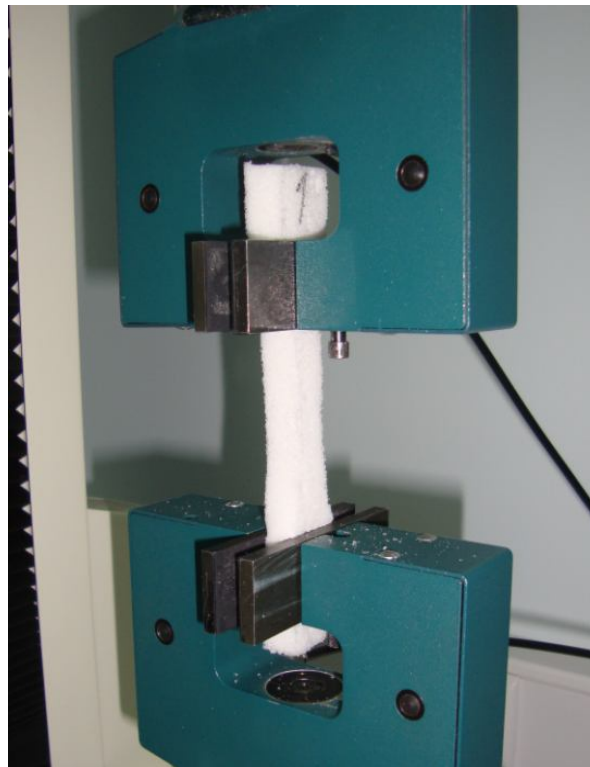
Esnek ve integral poliüretan köpük malzemelerin çekme deneyleri ASTM D 3574 standardına göre belirlenmiştir. Şekil 3.328’de belirtilen ölçülerde $12,5 \pm 1,5$ mm kalınlıkta olan malzemeden numuneler kesilmiştir. Köpüğün yükselme yönünün, kalınlık yönünde olması sağlanmıştır. Numuneler alt ve üst yüzeyleri birbirine

paralel olarak ve deri tabir edilen kalıp temas yüzeylerden temizlenerek hazırlanmıştır.



Şekil 3.28 : EPK ve IPK çekme deney numunesi ölçüleri (ASTM D 3574).

Deneyleerin çekme hızı, 500 mm/min olarak yapılmıştır. Deney esnasında kuvvet ve uzama değęerleri kaydedilerek maksimum uzama ve gerilme değęerleri hesap edilmiştir. Her bir üretimden en az üç adet deney yapılması gerekmektedir. Şekil 3.32’de esnek poliüretan köpük çekme numunesinin çenelere tutturulması görölmektedir.



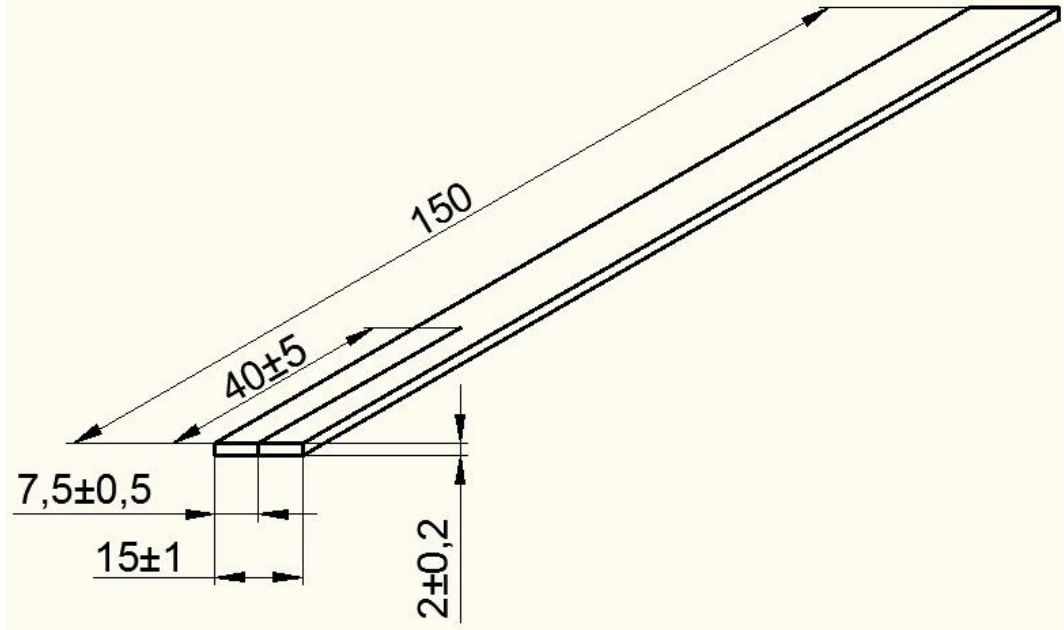
Şekil 3.29 : Esnek poliüretan köpük çekme deneyi.

3.4.6 Yırılma deneyi

Bu deney, plastik malzemelerin yırılma dayanımının tespiti için yapılmaktadır. Çekme deneylerinde olduğu gibi, bu deney de Tinius Olsen H10KT model çekme deney cihazında yapılmıştır.

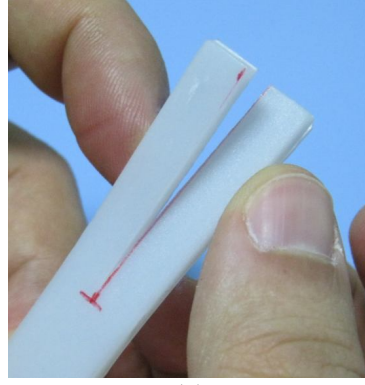
3.4.6.1 Termoplastik PU malzemeler için yırılma deneyi

Termoplastik poliüretan (TPU) malzemelerin yırılma deneyleri, termoplastik elastomerlerin ve kauçukların yırılma deneylerini tarif eden ASTM D 624 standardına göre yapılmıştır. Bu standartta bulunan Tip T (Trouser) numune hazırlanarak yapılmıştır. Deney numuneleri, Şekil 3.30'da görüldüğü ölçülerde plastik enjeksiyon makinesi ile kalıba enjekte edilerek 2mm kalınlıkta hazırlanmıştır.

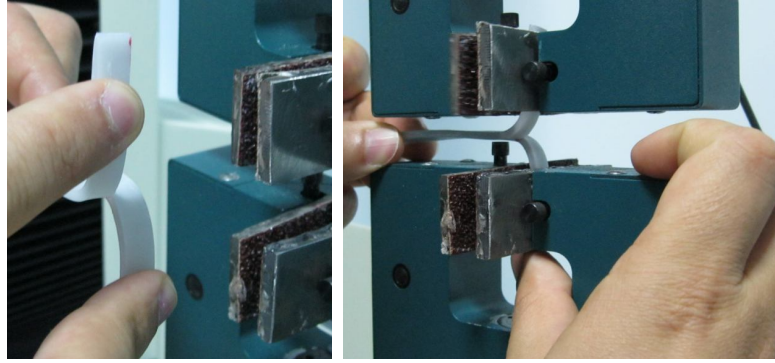


Şekil 3.30 : TPU yırılma deney numunesi ölçüleri (ASTM D 624).

Deneylerde çekme hızı 50mm/min olarak ayarlanmıştır. Şekil 3.31.a'da görüldüğü gibi bir tarafından keskin bir kesici ile 40 mm boyunda kesilerek numune deneye hazırlanmış ve çenelere Şekil 3.31.b'de görüldüğü gibi bağlanmıştır. Her üretim için üç adet numune deneye tabi tutularak ortalamaları alınmıştır. Deneyler sonucunda kuvvet deformasyon diyagramında, yırılma esnasında oluşan pik değerlerinin medyanı alınarak aşağıda belirtildiği gibi yırılma dayanımı hesap edilmiştir.



(a)



(b)

Şekil 3.31 : TPU (a) numunenin kesilerek hazırlanması ve (b) bağlanması.

3.4.6.2 Esnek ve integral PU köpük malzemeler için yırtılma deneyi

Esnek poliüretan köpük malzemelerin yırtılma deneylerinde, ASTM D 3574 standardına göre deney detayları belirlenmiştir. Deney yapılacak numune Şekil 3.32'de görüldüğü ölçülerde yapı hatalarından ve deri bulunan yüzeylerden temiz olarak çıkartılmıştır. Şekil 3.32 görüldüğü gibi bir tarafından keskin bir kesici ile 40 mm derinliğinde kesilmiştir. Deney uygulanırken numuneler 500 mm/min hızda çekilmişlerdir (Şekil 3.33). Numuneler en az 50 mm yırtıldıktan sonra veya tamamen ayrılana kadar çekilmiştir. En yüksek kuvvet tespit edilerek yırtılma dayanımları hesap edilmiştir. Her bir üretim için üç adet numune deneye tabi tutularak ortalaması alınmıştır.

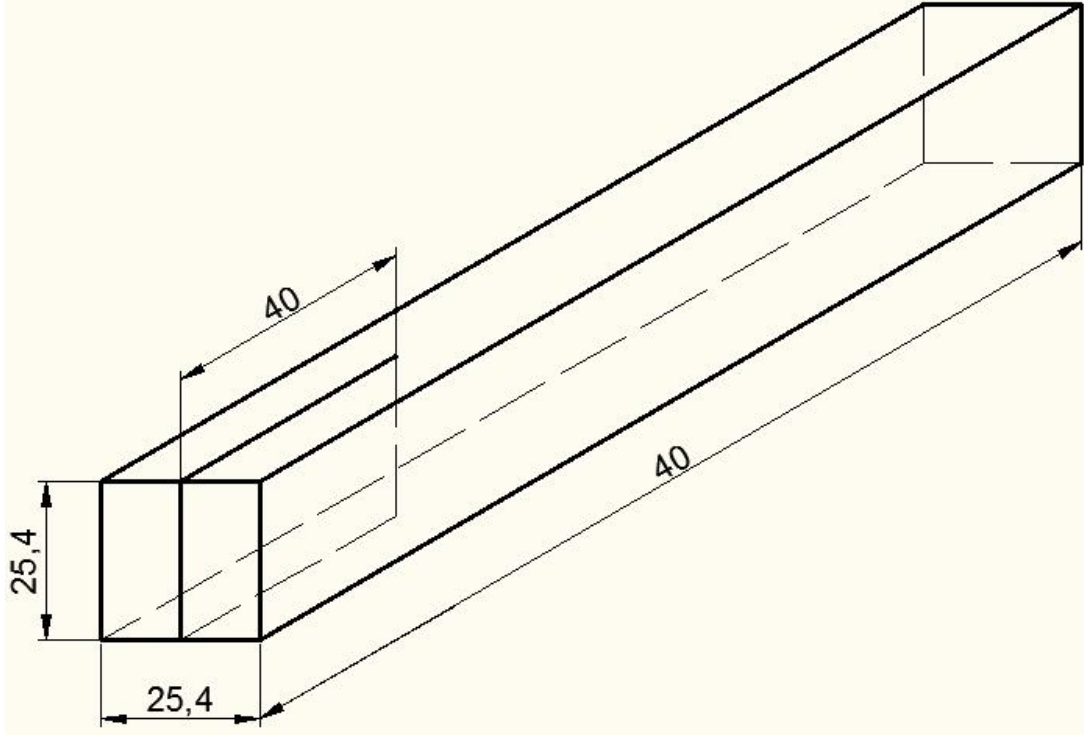
$$K_y = F_{\zeta} / T \quad (3.1)$$

burada;

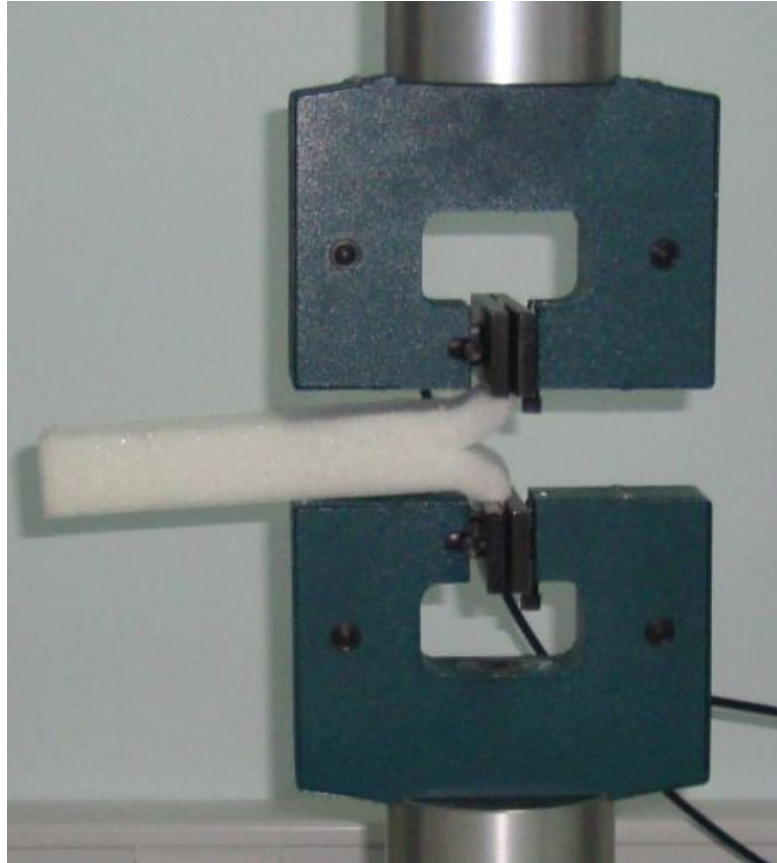
K_y : yırtılma direnci (N/m)

F_{ζ} : kuvvet deformasyon diyagramında ulaşılan maksimum kuvvet değeri (N)

T: numunenin kalınlığı (m)



Şekil 3.32 : EPK ve IPK yırtılma deney numunesi ölçüleri (ASTM D 3574).

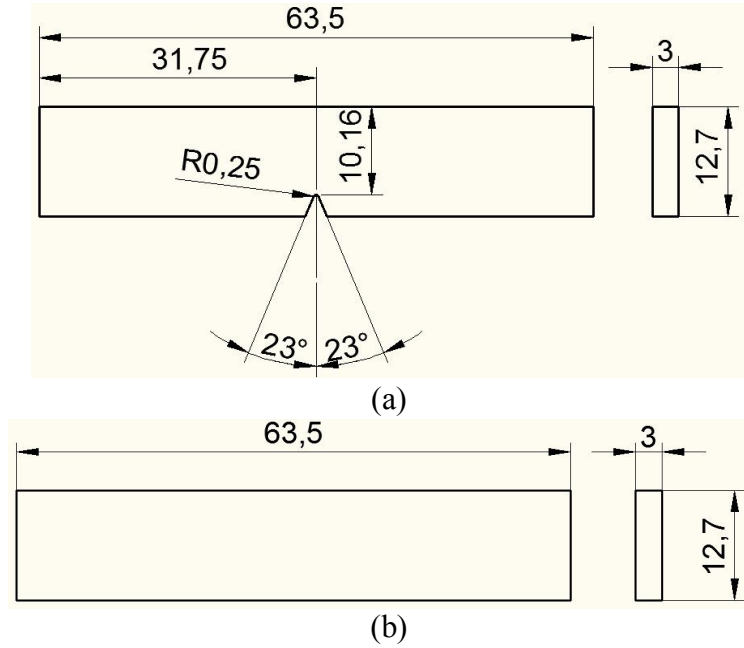


Şekil 3.33 : Esnek poliüretan köpük yırtılma deneyi.

3.4.7 Izod çentik darbe deneyi

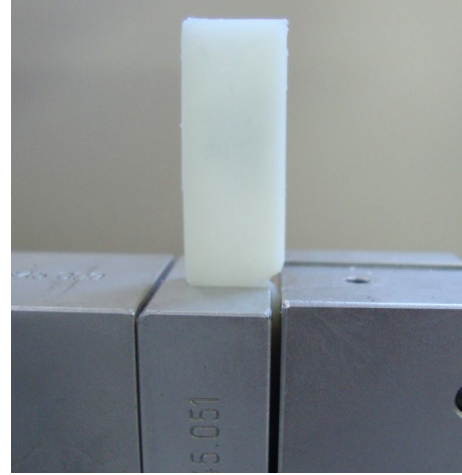
Plastik malzemelerin ani yüklemelere karşı davranışlarının ortaya konulması ve bu darbenin ne kadarının sönmülenebildiğinin belirlenmesi önem arz etmektedir. Polimer malzemelerin bu özellikleri özellikle düşük sıcaklıklarda büyük miktarda değişiklik gösterebilmektedir. Dolayısıyla düşük sıcaklıklarda ve normal şartlar altında termoplastik poliüretan esaslı kompozit numunelere çentikli ve çentiksiz olarak izod çentik darbe deneyleri yapılmıştır.

Termoplastik poliüretan malzemelerin izod çentik darbe deneyleri, plastik malzemelere izod çentik darbe deneyini tanımlayan ASTM D 256-06a standardına göre yapılmıştır. Şekil 3.34'de belirtildiği ölçülerde ve 3 mm kalınlığında çentikli ve çentiksiz olarak hazırlanan deney numuneleri -40 °C, -20 °C ve oda sıcaklığında (23 °C) gerekli şartlanma koşullarında bekletilerek deneyler gerçekleştirilmiştir. Her üretim için en az 3 numune deneye tabi tutulmuş ve sonuçların ortalamaları alınarak kullanılmıştır.



Şekil 3.34 : Izod çentik darbe deneyi numuneleri (a) çentikli, (b) çentiksiz (ASTM D 256-06a).

Deneyler Şekil 3.35.a'da görülen CEAST marka izod darbe cihazında 7,5 J'lük çekiç ile gerçekleştirilmiştir. Numuneler makinenin tutucusuna Şekil 3.35.b'de görüldüğü gibi bağlanarak çekiç çentiği ayırarak şekilde serbest bırakılmış ve numunelerin kırılıp kırılmadığı incelenmiştir. Kırılan numunelerde sönmülenen enerji miktarı, kırılmayan numunelerde ise numunenin kırılmadığı belirtilmiştir.



Şekil 3.35 : CEAST marka Izod çentik darbe cihazı.

3.4.8 Sertlik deneyi

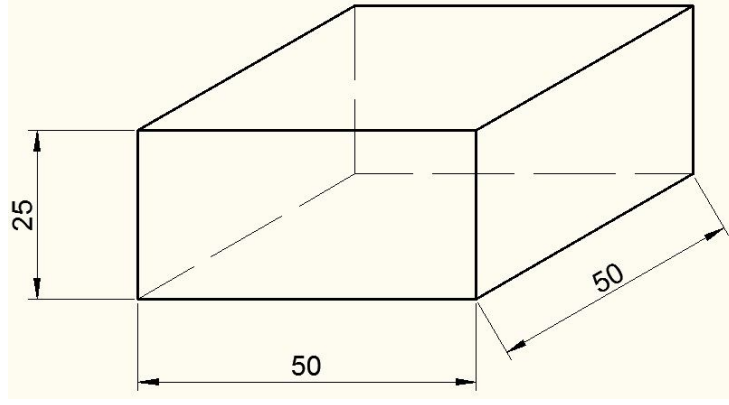
TPU malzemelerde sertlik değerleri Shore A sistemine göre ölçüm yapan JIS marka test cihazı ile yapılarak sonuçları karşılaştırılmıştır (Şekil 3.36).



Şekil 3.36 : Sertlik ölçme cihazı (JIS) ve sertlik ölçümü.

3.4.9 Sabit deformasyon basma deneyi

Bu deney, deneyi yapılacak esnek ve yarı esnek köpük malzemelerden hazırlanan numunenin belirli zaman ve sıcaklık şartlarında sıkıştırılıp tutulduktan sonra, serbest bırakıldığında köpük kalınlığında meydana gelecek ölçü değişimini belirlemek için yapılmaktadır. Deney ASTM D 3574 standardına göre yapılmıştır. Deney için aralıkları ayarlanabilir iki paralel levhadan ve bunları tutan elemanlardan oluşan düzenek kullanılmıştır. Deney numuneleri, yüzeyleri birbirine paralel ve kenarları yüzeylere dik olacak şekilde 50×50×25 mm boyutlarında kesilmiştir (Şekil 3.37).



Şekil 3.37 : Sabit deformasyon basma deney numunesi boyutları (ASTM D 3574).

Uygulama sırasında numuneler ölçüm ve sıkıştırma geri dönüşüm zamanlarında 23 ± 2 °C ve $\%50 \pm 5$ bağıl nem şartlarında tutulmuş. Numunelerin tutulacağı etüv ise 70 ± 2 °C sıcaklığına ayarlanmıştır. Numuneler başlangıç kalınlıklarının $\%50$ oranı kadar, tasarlanan aparat ile sıkıştırılmıştır. Numuneler 15 dakika içinde ayarlanmış etüve konulmuş ve 22 saat tutulmuştur (Şekil 3.38). Süre sonunda numuneler etüvden alınarak, vakit kaybetmeden aparattan çıkarılmıştır. 30-40 dakika geri gelmesi beklenmiş ve ölçümleri yapılarak değerlendirilmiştir.



Şekil 3.38 : Sabit deformasyon basma deneyi.

Ölçümler sonucunda elde edilen boyutlardan yüzde kalınlık değişimini ve bağıl kalınlık değişimi (C_t ve C_d) değerleri hesaplanmıştır. Bunların hesaplamaları formül 3.2 ve 3.3'te verilmiştir.

$$C_t = [(t_0 - t_f) / t_0] \cdot 100 \quad (3.2)$$

$$C_d = [(t_0 - t_f) / (t_0 - t_s)] \cdot 100 \quad (3.3)$$

burada;

C_t : % kalınlık deęiřimi

C_d : % deformasyon deęiřimi

t_0 : orijinal kalınlık (mm)

t_f : son ölçülen kalınlık (mm)

t_s : ara burç kalınlığı (mm)

3.4.10 Isı iletim katsayısı

Sert poliüretan köpük malzemeler çoęunlukla ısı yalıtım sektöründe kullanıldıęı için, önemli olan özelliklerinden biri de ısı iletim katsayılarıdır. Dolayısıyla ısı iletim katsayısının tespiti de, termal özelliklerin ortaya konulmasında önemli bir parametredir. Çalışmada ilave üretilen SPK malzemenin ısı iletim ölçülerek karşılaştırılmıştır. Isı iletim katsayısının tespiti ASTM C1113-09 standardına göre ölçüm yapan, Kyoto Electronics marka QTM-500 model sıcak tel metodu ile çalışan ölçüm cihazı ile yapılmıştır (Şekil 3.39).



Şekil 3.39 : QTM-500 ısı iletim katsayısı ölçüm cihazı.

Isı iletim katsayısı ölçümü Şekil 3.40'da gösterilmektedir. Ölçümler, probun malzeme üzerine hassas bir şekilde yerleştirildikten sonra normal oda sıcaklığında yapılmıştır.



Şekil 3.40 : Isı iletim katsayısı ölçümü.

3.4.11 Termogravimetrik analiz (TGA)

Termogravimetrik analiz (TGA), numunenin kütlesinin, sıcaklığı düzenli artan bir ortamda, sıcaklığa ya da zamana göre değişiminin ölçümüdür. Numuneler genel olarak sabit sıcaklık artışıyla ısıtılır, ya da sabit bir sıcaklıkta tutulur. TG deneylerinin gerçekleştirilen Perkin Elmer Diamond TGA cihazı Şekil 3.41’de gösterilmektedir.



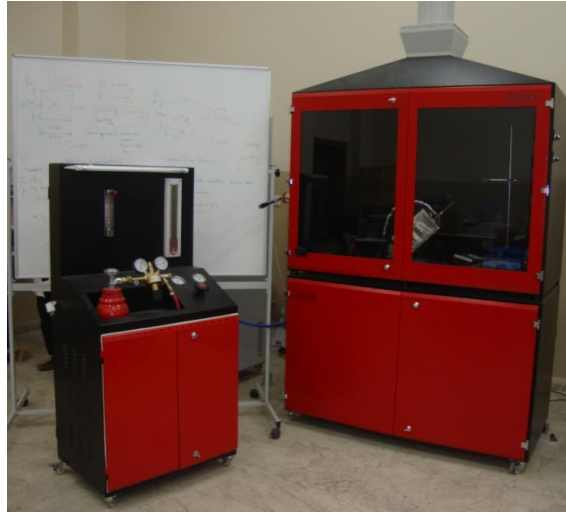
Şekil 3.41 : Termogravimetrik analiz cihazı.

TGA ölçümünün sonunda kütlenin ya da yüzdece kütlenin, zamana ya da sıcaklığa göre grafiği, TG eğrileri olarak görüntülenebilir. Ayrıca, TGA eğrilerinin birinci türevi alınarak da kullanılabilir. Bu eğrilere DTG eğrileri adı verilir. Kütle değişikliği, numunenin birkaç farklı yoldan malzeme kaybıyla, ya da onu saran ortamla reaksiyona girmesiyle meydana gelebilir. Grafiklerde değerler kütle değişim hızını gösterir. Bu değişim TGA eğrilerinde bir basamak şeklinde veya DTG eğrilerinde bir pik noktası şeklinde görülür. Numune kütlesindeki değişim miktarı ve hızlarına bakılarak malzemedeki belirli sıcaklıklarda oluşan reaksiyonlar tespit edilebilir.

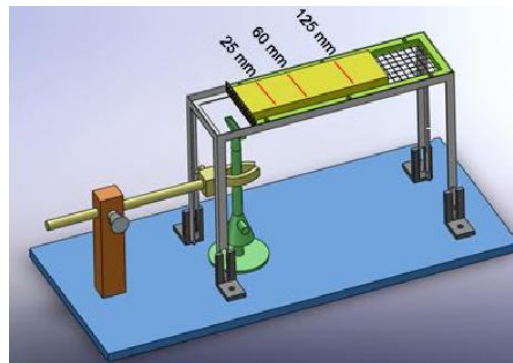
Çalışmada TG deneyleri seramik kaplarda, kütlece küçük miktarlardaki (8-15 mg) malzemeler ile gerçekleştirilmiştir. Ölçümlerde PU esaslı kompozit malzemeler, 200 ml/min debide azot (N₂) atmosferinde ve 20 °C/min sıcaklık artış hızında, 800°C'ye kadar ısıtılmışlardır. Numunelerin kütle değişim davranışını yüzde değişim miktarlarını gösteren TG ve DTG eğrileri çizilmiştir. Böylece malzemelerin termal davranışları tespit edilmeye çalışılmıştır.

3.4.12 UL94 yanma deneyi

UL94 yanma deneyleri Şekil 3.42'de görülen test düzeneği ile yapılmıştır. UL94 standardının köpük numuneler için Şekil 3.43'de görüldüğü şekilde tarif edilen düzeneğe ile 150mm×50mm×10mm boyutlarında hazırlanan ve 25mm, 60mm, 125mm ölçülerinde markalanan numuneler ile yapılmıştır. Saf metan gazı kullanılan alev beki bir süre tutulan numunelerin, bek çekildikten sonraki alev ilerleme miktarları ve ilerleme hızları karşılaştırılmıştır.



Şekil 3.42 : UL94 deney cihazı.



Şekil 3.43 : UL94 deney düzeneği (Tuzcu 2010).

4. DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMA

4.1 Sert Poliüretan Köpük (SPK) Esaslı Kompozitlerin Test Sonuçları

Tüm uçucu küller SPK malzemeye dolgu maddesi olarak %5, %10, %15 ve %20 oranlarında eklenmiştir. Termal ve yanma özelliklerinde daha iyi sonuçlar elde edebilmek için uçucu kül ile birlikte KAG sistem eklenerek 45 kg/m³ yoğunluklarda (ısı yalıtım uygulamalarında hammadde için tavsiye edilen yoğunluklar) numune üretimleri yapılarak, özellikleri karşılaştırılmıştır. Üretilen SPK esaslı kompozit malzeme detayları Tablo 4.1’de verilmiştir.

Tablo 4.1 : Üretilen SPK esaslı kompozit malzeme tablosu.

S.N.	Kod	SPK (g)	UK (% / g)	KAG (% / g)	Toplam Kütle (g)
1	HAM SPK	300	-	-	300
2	SPK+%05KE1	285	5 / 15	-	300
3	SPK+%10KE1	270	10 / 30	-	300
4	SPK+%15KE1	255	15 / 45	-	300
5	SPK+%20KE1	240	20 / 60	-	300
6	SPK+%05SO1	285	5 / 15	-	300
7	SPK+%10SO1	270	10 / 30	-	300
8	SPK+%15SO1	255	15 / 45	-	300
9	SPK+%20SO1	240	20 / 60	-	300
10	SPK+%05YE1	285	5 / 15	-	300
11	SPK+%10YE1	270	10 / 30	-	300
12	SPK+%15YE1	255	15 / 45	-	300
13	SPK+%20YE1	240	20 / 60	-	300
14	SPK+%05CAY1	285	5 / 15	-	300
15	SPK+%10CAY1	270	10 / 30	-	300
16	SPK+%15CAY1	255	15 / 45	-	300
17	SPK+%20CAY1	240	20 / 60	-	300
18	SPK+%05CAT1	285	5 / 15	-	300
19	SPK+%10CAT1	270	10 / 30	-	300
20	SPK+%15CAT1	255	15 / 45	-	300
21	SPK+%20CAT1	240	20 / 60	-	300
22	SPK+%10KAG	270	-	10 / 30	300
23	SPK+%KE1+%05KAG	270	5 / 15	5 / 15	300
24	SPK+%YE1+%05KAG	270	5 / 15	5 / 15	300
25	SPK+%05SO1+%05KAG	270	5 / 15	5 / 15	300
26	SPK+%05CAY1+%05KAG	270	5 / 15	5 / 15	300
27	SPK+%05CAT1+%05KAG	270	5 / 15	5 / 15	300

4.1.1 SPK esaslı kompozitlerin ısı iletim katsayısı sonuçları

Sert poliüretan köpük malzemeler özellikle ısı yalıtım sektöründe kullanıldığı için, en önemli özelliklerinden biri de ısı iletim katsayısıdır. Dolayısıyla ısı iletim katsayısının tespiti, termal özelliklerin ortaya konulmasında önemli bir parametredir.

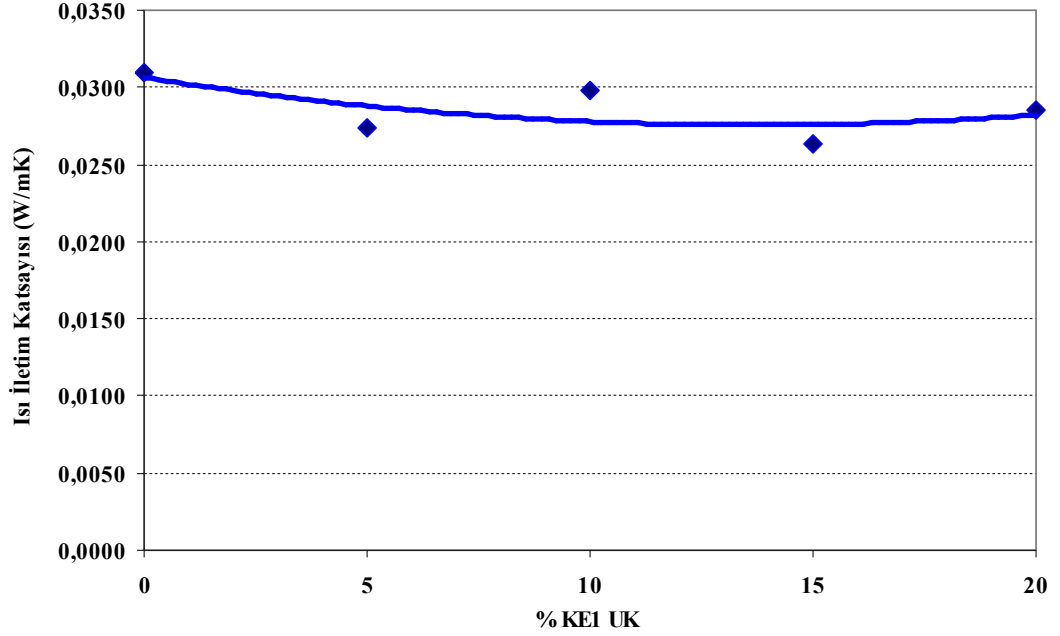
Köpük malzemelerde ısı iletim katsayısı, köpük yoğunluğu, hücre boyutu, hücre yönlenmesi, kapalı hücre yoğunluğu, hücrede bulunan gaz ile polimer ve dolgu maddelerinin özelliklerine bağlıdır (Thirumal 2007). Bu sebeplerden dolayı köpüğün üretiminde kullanılan hammaddeler ve kullanılan üretim yöntemleri dikkatlice seçilmeli ve uygulanmalıdır. Düşük ısı iletim katsayısına sahip dolgu maddesi kullanımında kompozit malzemenin ısı iletim katsayısının düşmesine fayda sağlayacaktır.

Dolgu malzemesinin parçacık boyutunda ısı iletim katsayısına etki ettiği bilinmektedir. Tarakçılar (2011) sert poliüretan köpük ile yaptığı çalışmada kaba olarak elemenden geçirilmiş ve 25µm'lik elemenden geçirilmiş uçucu külleri kullanmıştır. Bu malzemelerin ısı iletim katsayılarında küçük parçacıkların kullanıldığı kompozit malzemelerde bir miktar düşme görülürken, büyük parçacıklar içeren uçucu kül kullanılan malzemelerde ise ısı iletim katsayısının artış gösterdiği belirtilmiştir. Buradan kullanılan dolgu maddesinin parçacık boyutunun, köpük malzemenin yoğunluğuna ve dolayısı ile hücre boyutuna uygun olması gerektiği anlaşılmaktadır.

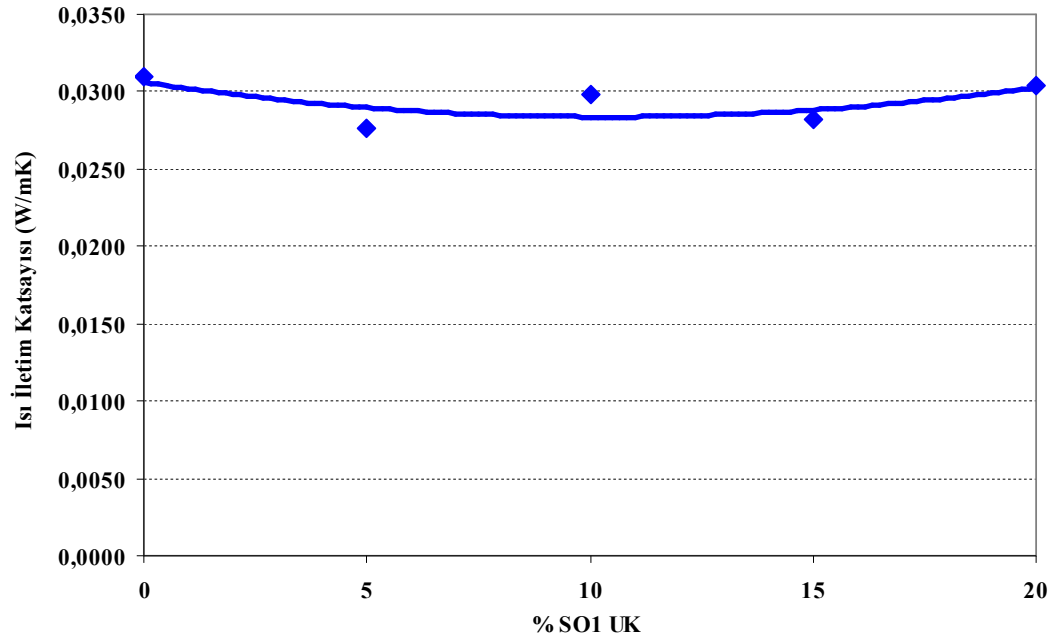
Şekil 4.1 - 4.5 arasındaki grafiklerde, 5 farklı uçucu külün ısı iletim katsayısına etkileri uçucu kül dolgu maddesi oranlarına göre verilmiştir. Genel olarak uçucu kül dolgu maddesi kullanılan malzemelerde ısı iletim katsayısında bir miktar düşüş görülmüştür. Uçucu kül dolgu maddesinin, çalışmada kullanılan oranlarda ısı iletim katsayısına olumlu etkisi olduğu söylenebilir. Buradan kullanılan uçucu kül parçacık boyutlarının kullanılan yoğunluktaki SPK esaslı kompozit malzemenin yoğunluğuna ve hücre yapısına uygun olduğu anlaşılabılır.

Uçucu külün SPK esaslı kompozit malzemelerin ısı iletim katsayısına negatif bir etki göstermemesi özellikle yalıtım sektöründe kullanılan bu tip malzemeler için çok önemli bir avantajdır. Isı iletim katsayısında önemli bir değişim olmaması ile yüksek oranda kapalı hücre yapısına sahip olan SPK malzemelerin bu özelliklerini de muhafaza ettikleri anlaşılmaktadır.

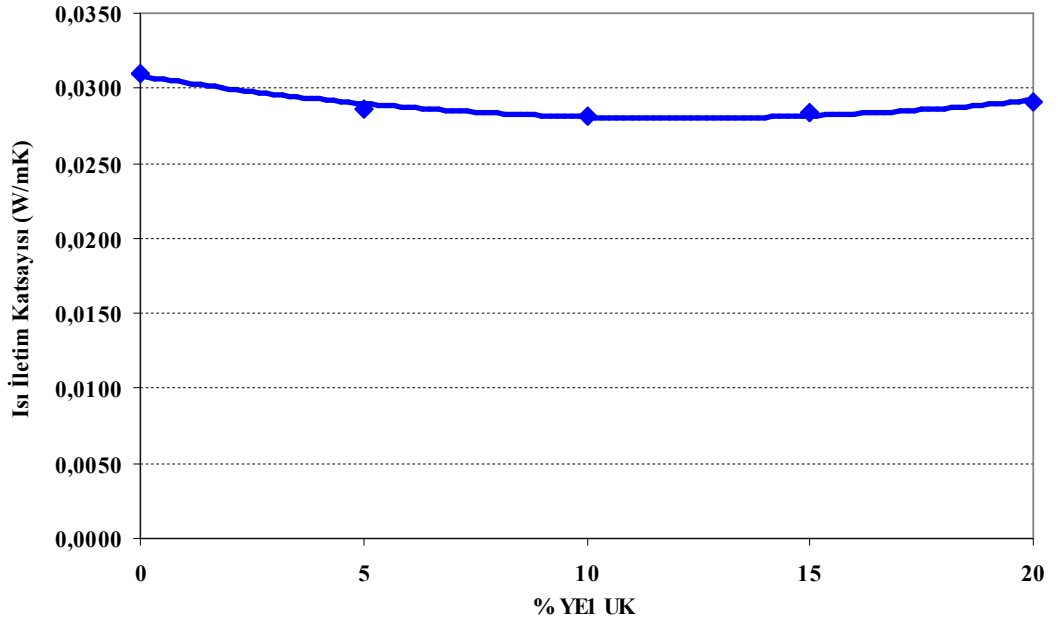
Uçucu kül oranındaki artış ile ısı iletim katsayılarının bir miktar düşüş göstermesine, uçucu kül miktarı arttıkça malzeme içerisinde hücre boyutlarının büyümesi ve aynı hacim içinde polimer madde miktarındaki azalma ile yapının daha çok boşluk içermesinin sebep olduğu düşünülmektedir.



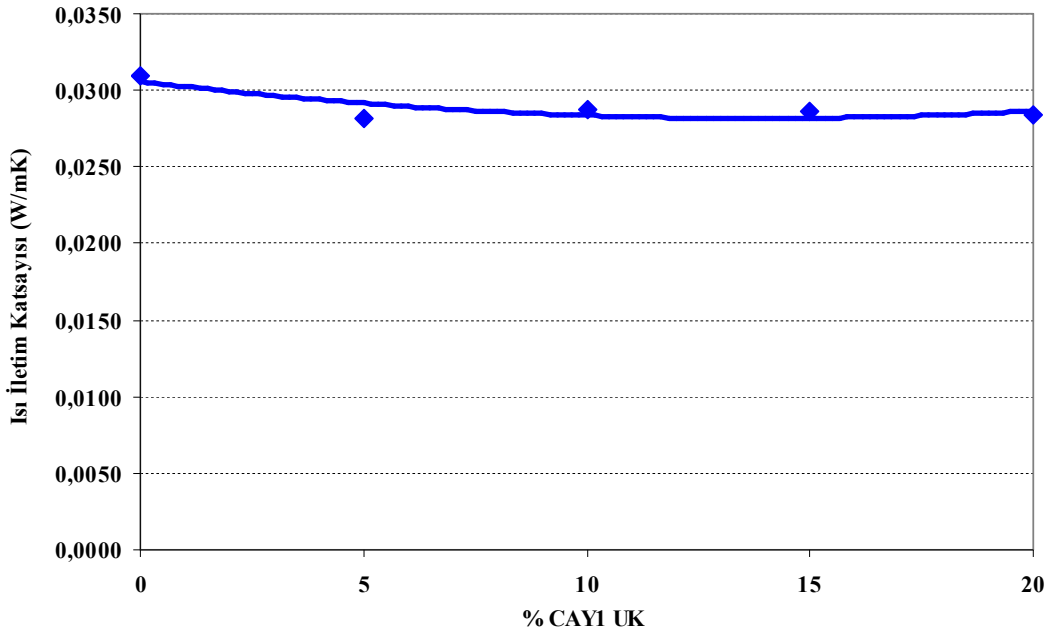
Şekil 4.1 : KE1 UK'ünün ısı iletim katsayısına etkisi.



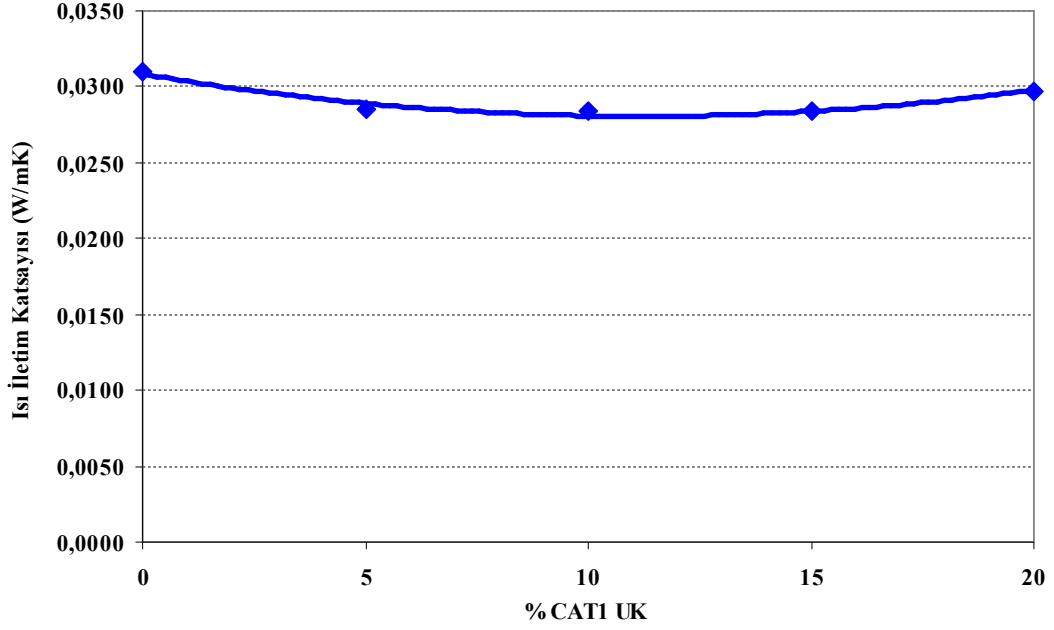
Şekil 4.2 : SO1 UK'ünün ısı iletim katsayısına etkisi.



Şekil 4.3 : YE1 UK'ünün ısı iletim katsayısına etkisi.

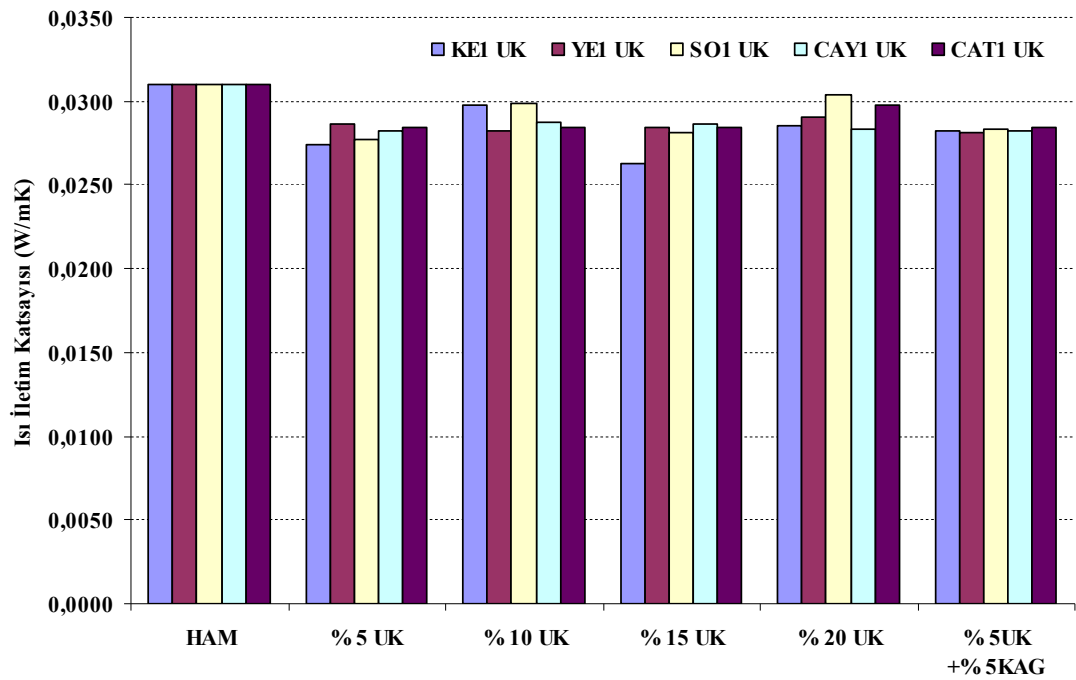


Şekil 4.4 : CAY1 UK'ünün ısı iletim katsayısına etkisi.



Şekil 4.5 : CAT1 UK'ünün ısı iletim katsayısına etkisi.

Şekil 4.6'da, deney sonuçları yüzde uçucu kül oranına göre karşılaştırmaları, ayrıca KAG ilaveli malzemelerin ısı iletim katsayısı sonuçları görülmektedir. Grafikte görülen değerlere göre KAG ilavesi ile %5 uçucu kül dolgulı malzemelerin ısı iletim katsayısına yakın sonuçlar elde edilmiştir. Uçucu küller aynı yüzdelik oranlara göre kıyasladığında ise farklı uçucu küllerin benzer değişimler sergilediği görülmektedir.



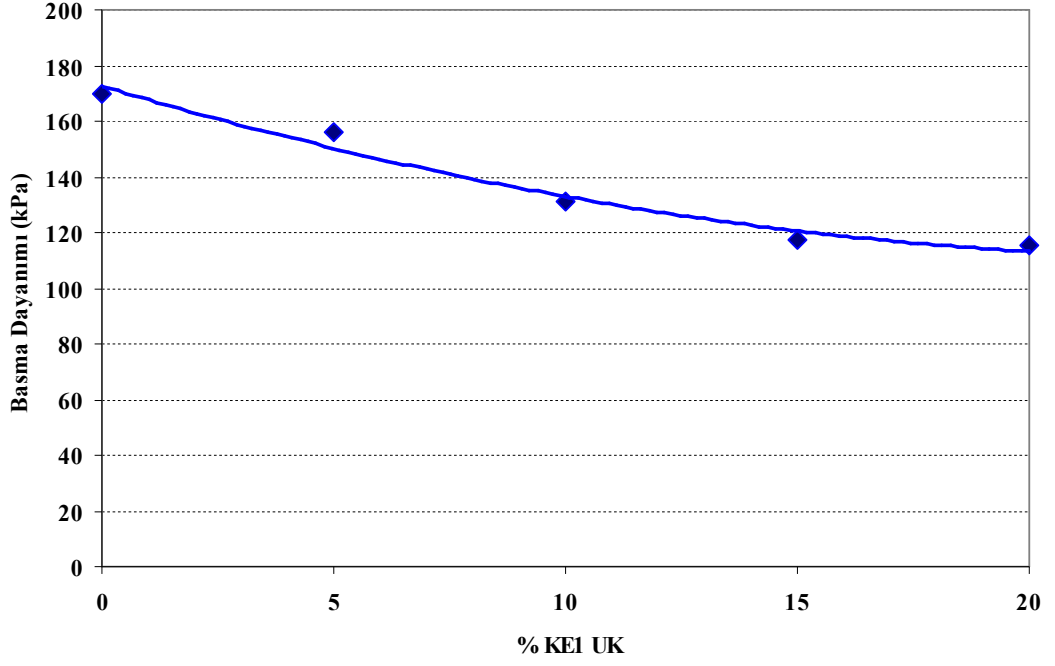
Şekil 4.6 : UK'ün SPK malzemelerin ısı iletim katsayısına etkisi.

4.1.2 SPK esaslı kompozitlerin basma deneyi sonuçları

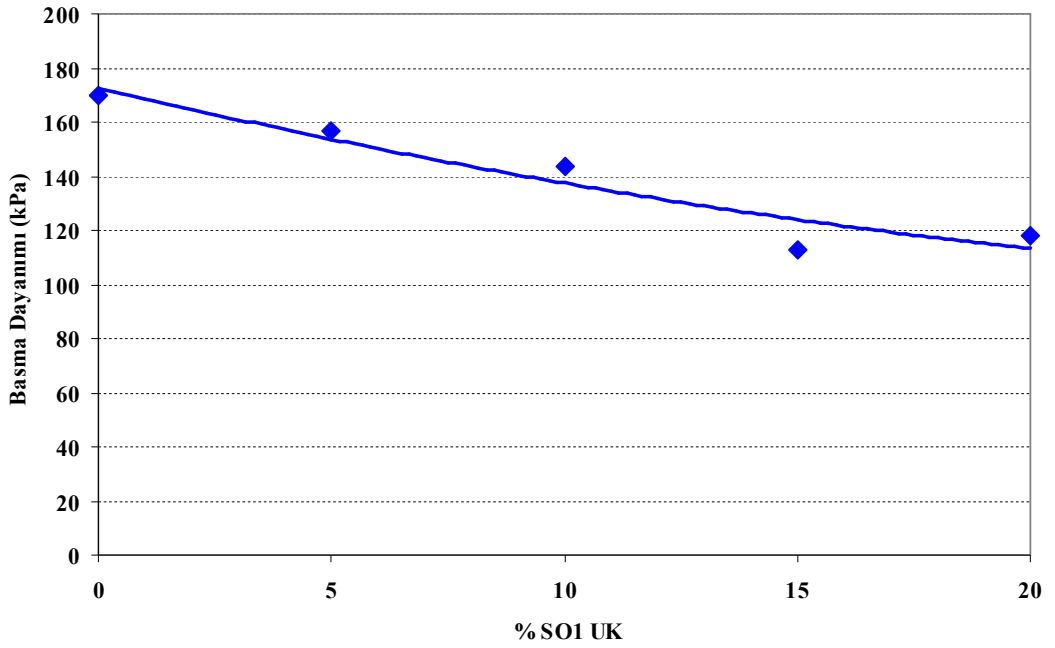
Basma dayanımları SPK esaslı kompozit malzemelerin kullanım alanlarında genel olarak maruz kaldıkları zorlama şeklini temsil ettiği için önem arz etmektedir. Bu değer, deney yönteminin tarif edildiği bölümde açıklandığı gibi standartlara uygun sınırlar içinde olması gerekmektedir.

Şekil 4.7–4.11'deki grafikler, farklı uçucu küllerin SPK malzemedeki dolgu maddesi olarak kullanımı sonucu basma dayanımlarındaki değişimleri göstermektedir. Artan uçucu kül dolgusu ile tüm SPK esaslı kompozit malzemelerde genel olarak düşme eğilimi görülmektedir. Ancak dayanım değerleri yalıtım malzemesi olarak ilgili standartta belirtilen kullanılabilir değerlerdedir (TS EN 13165, 2004). Dolgu maddesi oranı arttığında basma dayanımında azalma görülebileceği literatür çalışmalarında da ortaya konulmuştur (Thirumal ve diğ., 2008; Thirumal ve diğ., 2010; Yurtseven ve diğ., 2013).

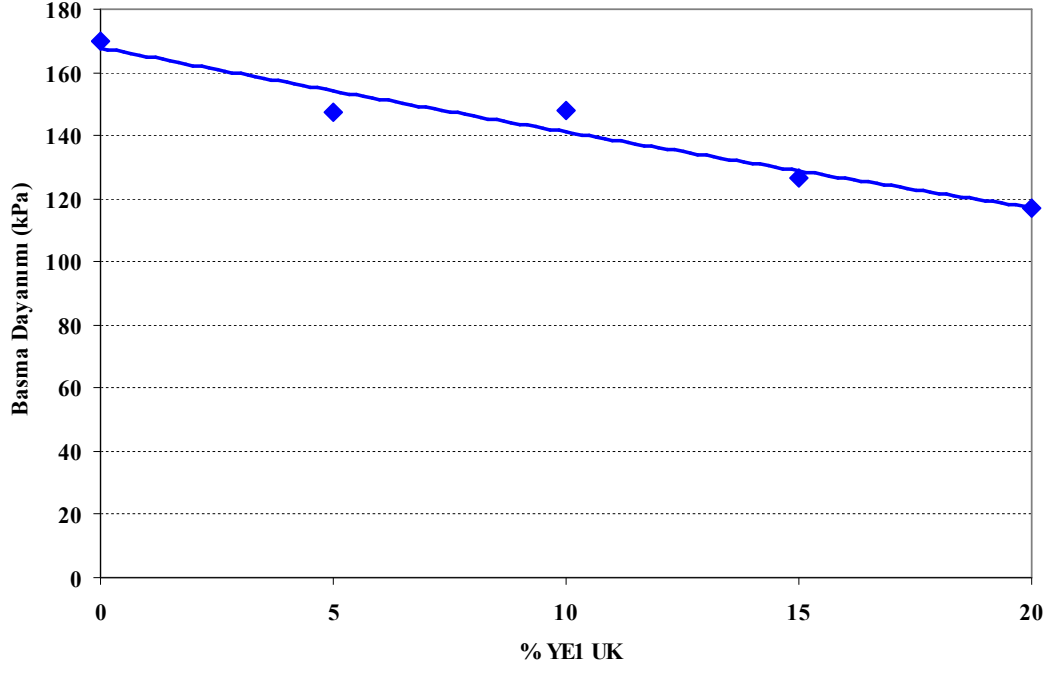
Literatürdeki bazı çalışmalarda, dolgu maddesi kullanımı ile basma dayanımında yükselme olduğu belirtilmektedir (Varlamova ve diğ., 2010; Czuprynski ve diğ., 2010). Ancak bu çalışmaların bazılarında köpük üretimleri, ağzı açık kaplar kullanılarak serbest yükselme şeklinde yapılmış ve bu sebeple köpük yoğunlukları farklı değerlerde olmuştur. Katılan dolgu maddesi oranı ile köpüğün yükselme kabiliyetinin azaldığı ve daha yüksek yoğunluklu köpükler elde edildiği çalışmada belirtilmiştir. Yoğunluğun artması ile köpüklerin basma dayanımlarının artması oldukça anlaşılabilir bir kavramdır. Bu karşılaştırmalar yapılırken köpüklerin fiziksel özelliklerini etkileyen en önemli özelliklerden olan yoğunluklarındaki farklılıklar mutlaka belirtilmeli ve mukayeseler buna göre yapılmalıdır (Thirumal ve diğ., 2010). Ayrıca dolgu maddesi ile polimer matris arasındaki yüzey bağımlı iyileştirici işlemler yapılması da basma dayanımında artışlara sebep olabilmektedir (Czuprynski ve diğ., 2010). Bu işlemlerde polimer matris ve dolgu maddesi ile optimize edilerek başarılı sonuçlar elde edilebilir. Ancak dolgu maddelerinin maliyetlerinde bir miktar artışa sebep olabileceği düşünülmelidir.



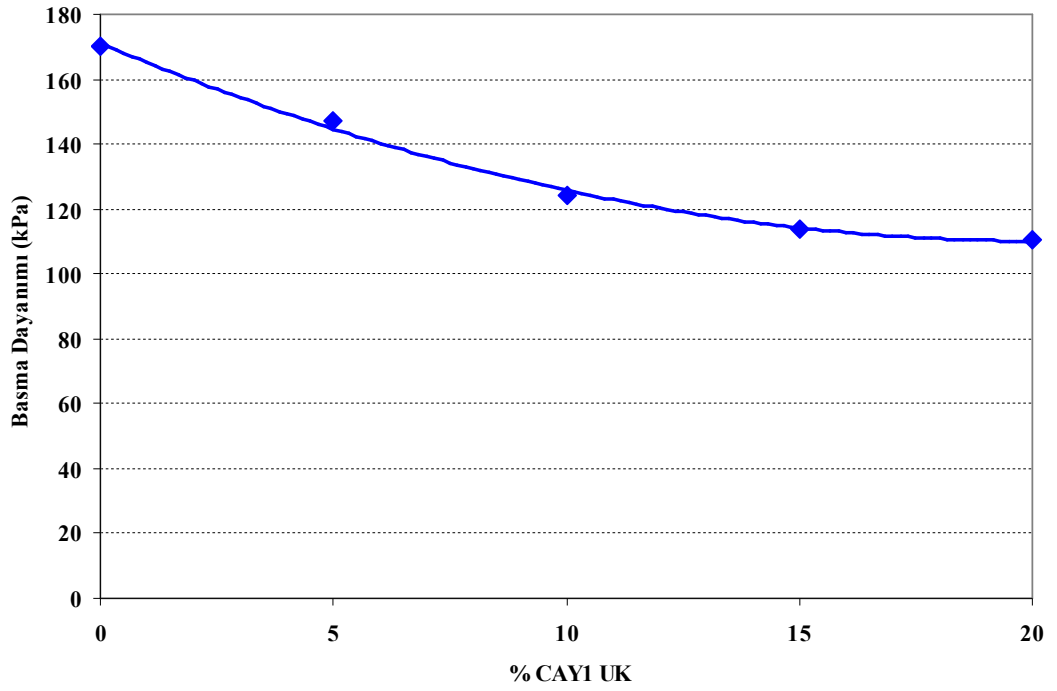
Şekil 4.7 : KE1 UK'nün SPK malzemenin basma dayanımına etkisi.



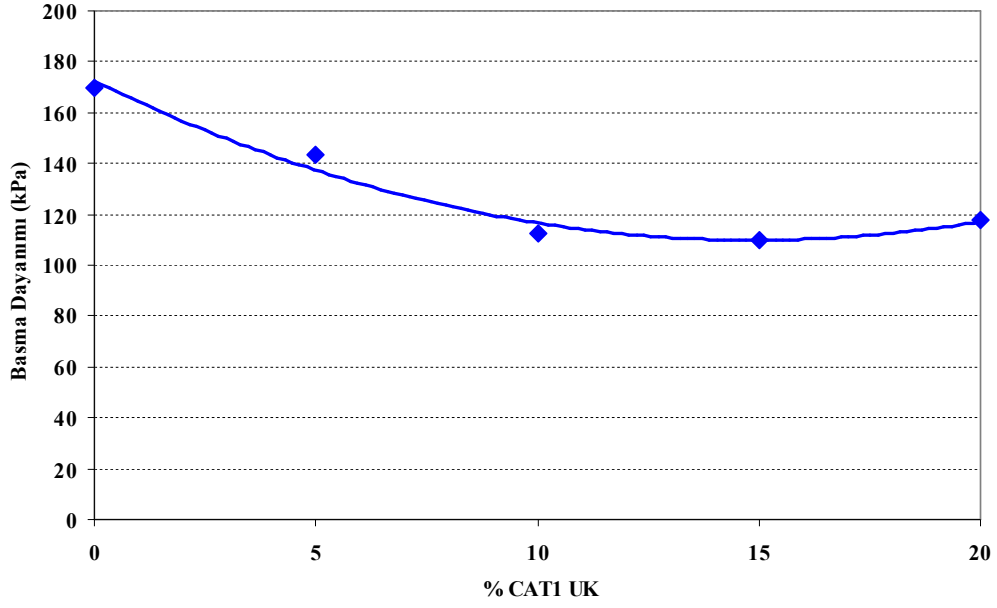
Şekil 4.8 : SO1 UK'ünün SPK malzemenin basma dayanımına etkisi.



Şekil 4.9 : YE1 UK'ünün SPK malzemenin basma dayanımına etkisi.

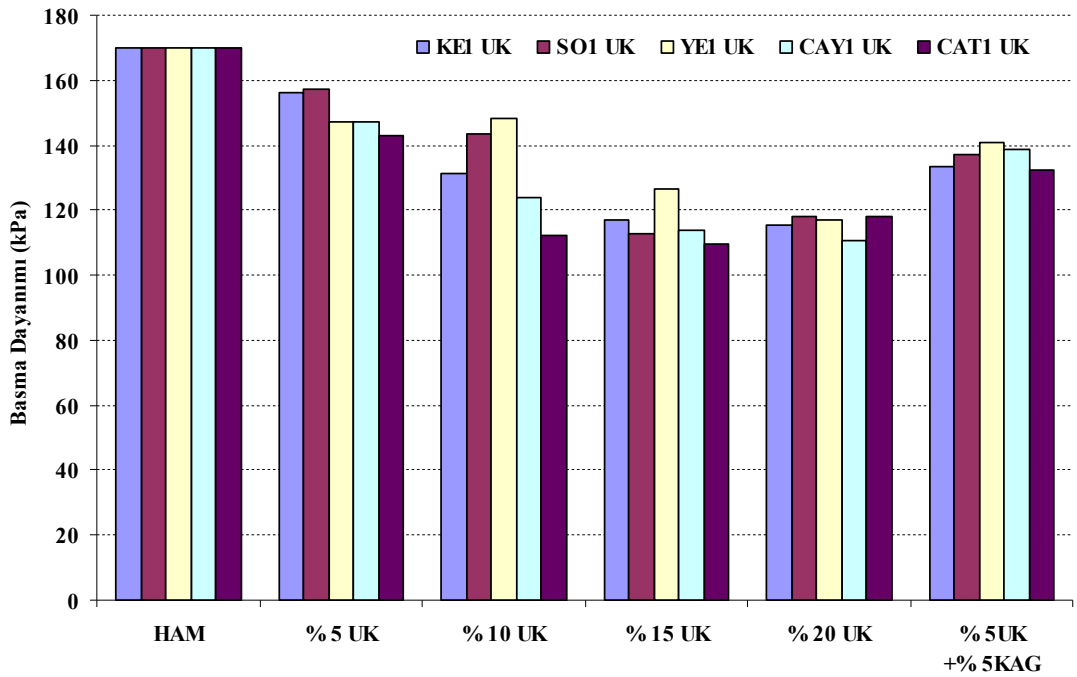


Şekil 4.10 : CAY1 UK'ünün SPK malzemenin basma dayanımına etkisi.



Şekil 4.11 : CAT1 UK'ünün SPK malzemenin basma dayanımına etkisi.

Şekil 4.12'de ise KAG eklenmiş malzemeler dahil tüm sonuçların gösterildiği grafik verilmiştir. Bu grafikte %10 uçucu kül eklenmiş numuneler hariç farklı uçucu kül dolgularının benzer davranış gösterdiği söylenebilir. Bunun yanında %5 uçucu kül dolgulu malzemeye %5 KAG eklenmesi ile basma dayanımları bir miktar daha aşağı düşmüştür.



Şekil 4.12 : UK'ün SPK malzemenin basma dayanımına etkisi.

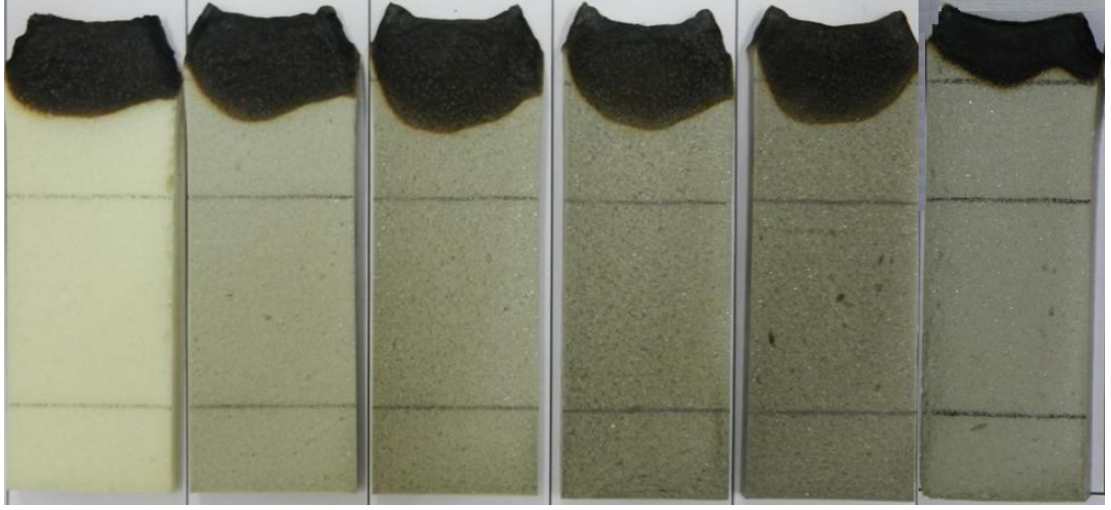
4.1.3 SPK esaslı kompozitlerin UL94 deneyi sonuçları

UL94 deneyi malzemelerin standart şartlarda aleve maruz bırakıldıktan sonra karşılaştırmalı olarak malzemelerin yanma davranışlarının görülebileceği bir testtir.

Farklı uçucu kül dolgu maddesi kullanılmış SPK esaslı kompozit malzemelerin UL94 testi sonucu görüntülerinin kıyaslamaları Şekil 4.13-4.17 arasında verilmektedir. Şekiller incelendiğinde uçucu kül dolgu maddesi oranı arttıkça malzemelerin yanma davranışında belirgin değişim görülmemektedir. Özellikle KE1 uçucu kül dolgu maddeli malzemelerde ise %5 ve %10 dolgu oranlarında fark edilebilir bir artış olmazken, %15 ve %20 dolgu maddesi oranlarında yanan bölgenin büyüdüğü gözlemlenmektedir.

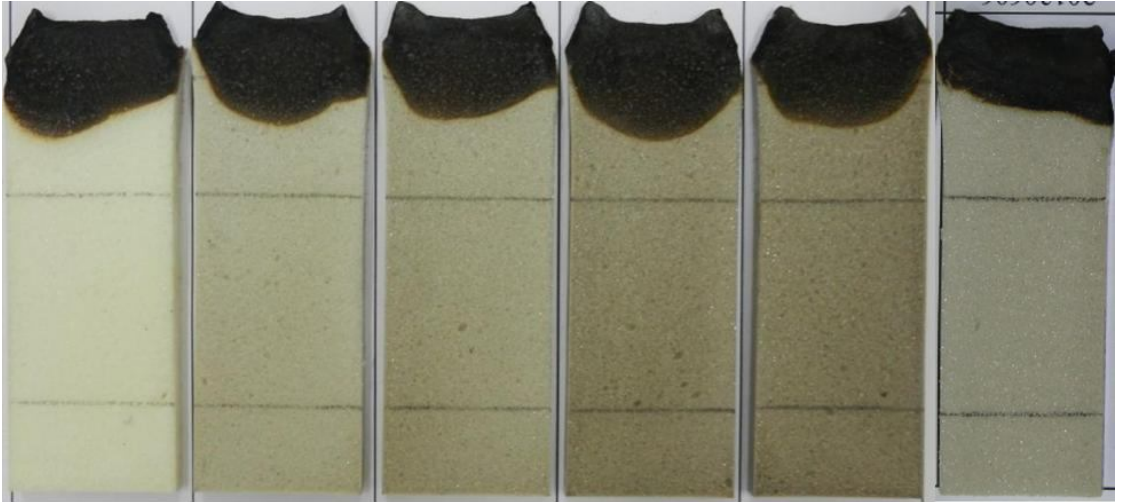
Kabaran alev geciktiriciler (KAG), içlerine katıldıkları malzemeler yanmaya başladıklarında içlerinde bulunan maddelerin kimyasal özellikleri sebebi ile kabarak ve bir karbon tabakası oluşturarak alev ile atmosfer temasını azaltmak veya kesmek vasıtası ile sisteme oksijen girdisini en aza indirmeye çalışan alev geciktiricilerdir. Çalışmamızda ürettiğimiz kompozit malzemelerin daha başarılı yanma direnci sonuçları vermesi için eklediğimiz Bununla birlikte %5 uçucu kül dolgu maddesi kullanılan ürünlere %5 oranında KAG eklenmesi ile yanma davranışlarında büyük miktarda iyileşme olduğu söylenebilir. Bundan önceki çalışmalarda da KAG eklenmiş SPK esaslı kompozit malzemelerin yanma dayanımlarının iyileştiği belirtilmektedir (Tarakçılar, 2011). Bu sebeple uçucu kül dolgu maddesi kullanıldığında, daha iyi bir yanma direnci isteniyorsa ek alev geciktirici madde kullanımının gerekliliği anlaşılmaktadır.

KE1 uçucu külünün kimyasal bileşimi, diğer uçucu küller ile karşılaştırıldığında CaO oranının oldukça fazla olduğu anlaşılmaktadır. CAY1 ve CAT1 kodlu uçucu küllerin ise SiO₂ oranları diğer uçucu küllere oranla yüksektir. Bu sonuçlara göre yanma dayanımını açısından SiO₂ oranı yüksek uçucu küller SPK esaslı kompozit malzemelerde tercih edilmelidir kanısına varılabilir.



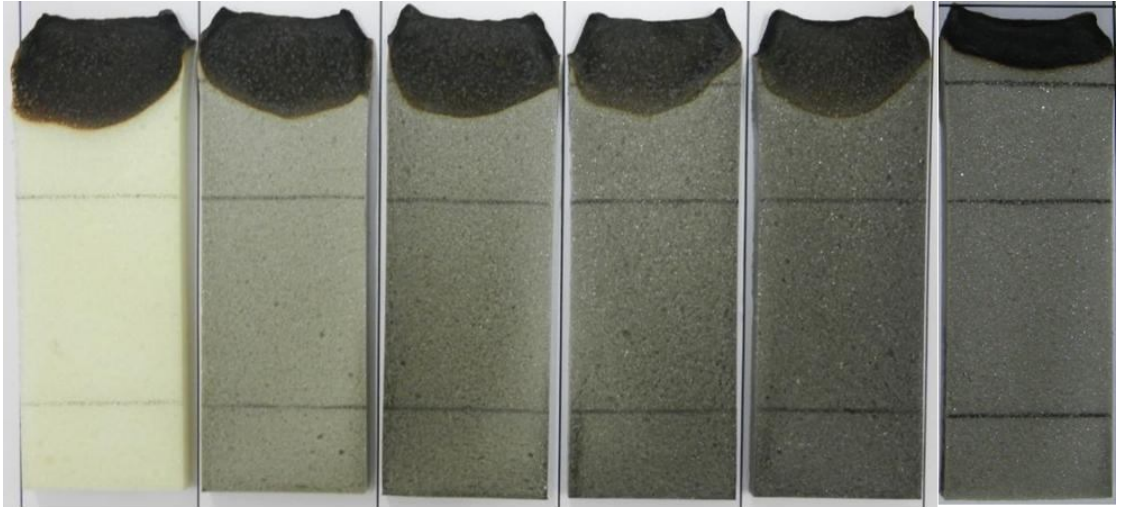
SPK **SPK** **SPK** **SPK** **SPK** **SPK**
+SO1%05 **+SO1%10** **+SO1%15** **+SO1%20** **+SO1 %05**
+KAG %05

Şekil 4.13 : SO1 UK dolgulu SPK malzemenin UL94 sonuçları.



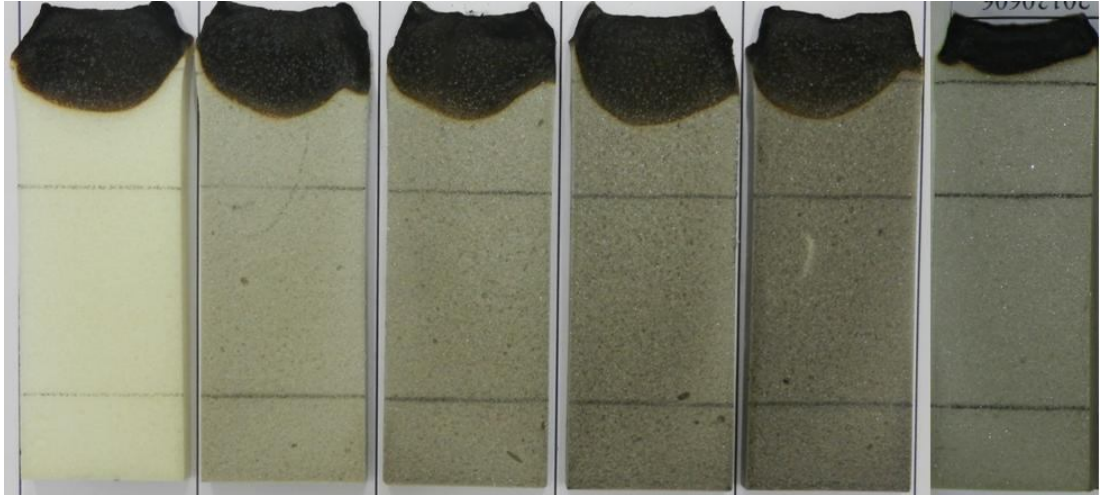
SPK **SPK** **SPK** **SPK** **SPK** **SPK**
+YE1%05 **+YE1%10** **+YE1%15** **+YE1%20** **+YE1 %05**
+KAG %05

Şekil 4.14 : YE1 UK dolgulu SPK malzemenin UL94 sonuçları.



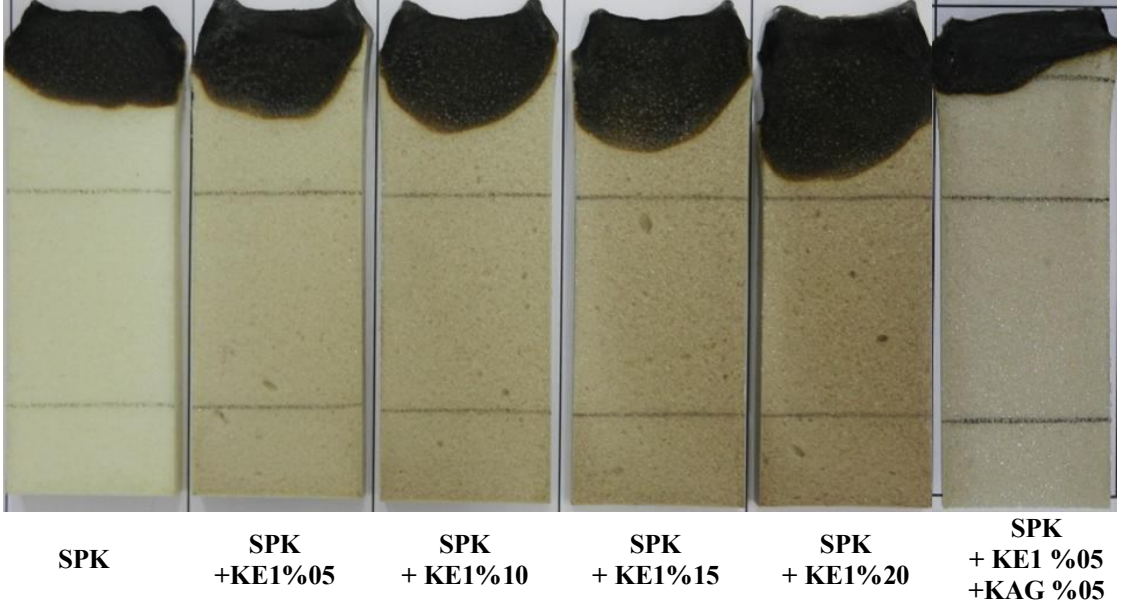
SPK **SPK** **SPK** **SPK** **SPK** **SPK**
+CAT1%05 **+CAT1%10** **+CAT1%15** **+CAT1%20** **+CAT1 %05**
+KAG %05

Şekil 4.15 : CAT1 UK dolgulu SPK malzemenin UL94 sonuçları.



SPK **SPK** **SPK** **SPK** **SPK** **SPK**
+CAY1%05 **+CAY1%10** **+CAY1%15** **+CAY1%20** **+CAY1 %05**
+KAG %05

Şekil 4.16 : CAY1 UK dolgulu SPK malzemenin UL94 sonuçları.



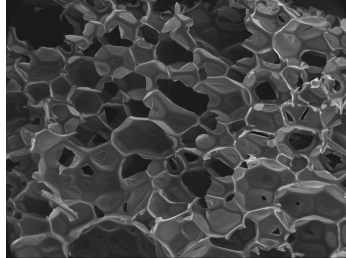
Şekil 4.17 : KE1 UK dolgulı SPK malzemenin UL94 sonuçları.

4.1.4 SPK esaslı kompozitlerin hücre yapısı incelemeleri

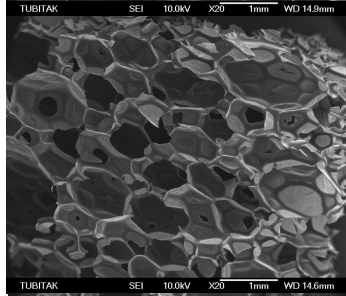
SPK esaslı uçucu kül dolgu maddeli kompozit malzeme numunelerinin SEM incelemeleri ile, köpük malzemenin hücresel yapısının nasıl etkilendiği ve uçucu kül parçacıklarının malzeme içerisinde nasıl dağılım gösterdiği araştırılmıştır. Bu malzemelerin fiziksel özelliklerini etkileyen en önemli kavram yoğunluktur, ancak polimer matrisin ve hücre yapısında önemli etkileri mevcuttur (Thirumal ve diğ., 2010). Çalışmada SPK esaslı kompozit malzemelerin yoğunlukları yaklaşık olarak aynı tutulmaya çalışıldığından, kompozit malzemelerin özelliklerindeki değişime büyük olasılıkla hücre yapısı ve polimer matrisin özelliklerindeki değişiklikler sebep olmaktadır.

Şekil 4.18'de uçucu kül eklenmiş SPK esaslı kompozit malzemelerin SEM görüntüleri verilmiştir. Görüntüler incelendiğinde, malzeme üretimi sırasında homojenizatör ile poliol sisteme dağıtılan uçucu kül parçacıklarının, karışım reçinesi hazırlandıktan sonra, kalıpta kabarması ile oluşan hücresel yapıda daha çok hücrelerin kesişim bölgelerinde toplandıkları görülmektedir. Ayrıca malzemelerin hücre boyutlarında artan uçucu kül dolgu oranı ile büyüdüğü ve homojenliklerini kayb ettikleri anlaşılmaktadır. Hücresel yapıdaki bu değişimlerin dolgu maddesi oranı ve parçacık boyutuna bağlı olduğu başka çalışmalarda da açıklanmıştır (Michel ve diğ., 2006; Thirumal ve diğ., 2008).

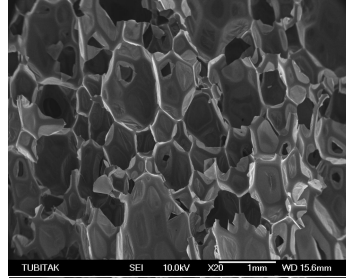
Ham SPK



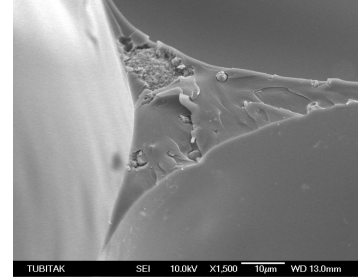
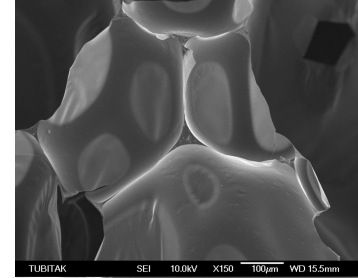
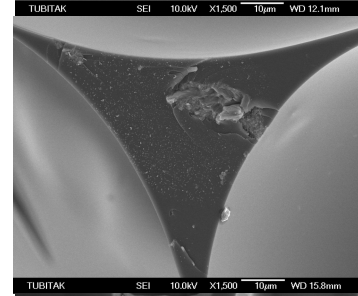
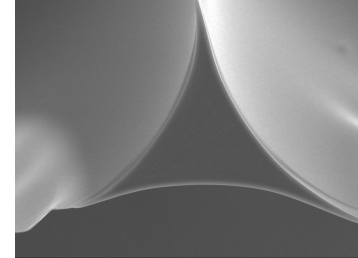
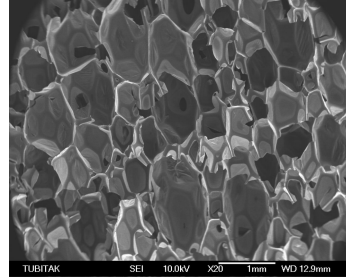
**SPK
+ %5 KE1**



**SPK
+ %10 KE1**



**SPK
+ %15 KE1**



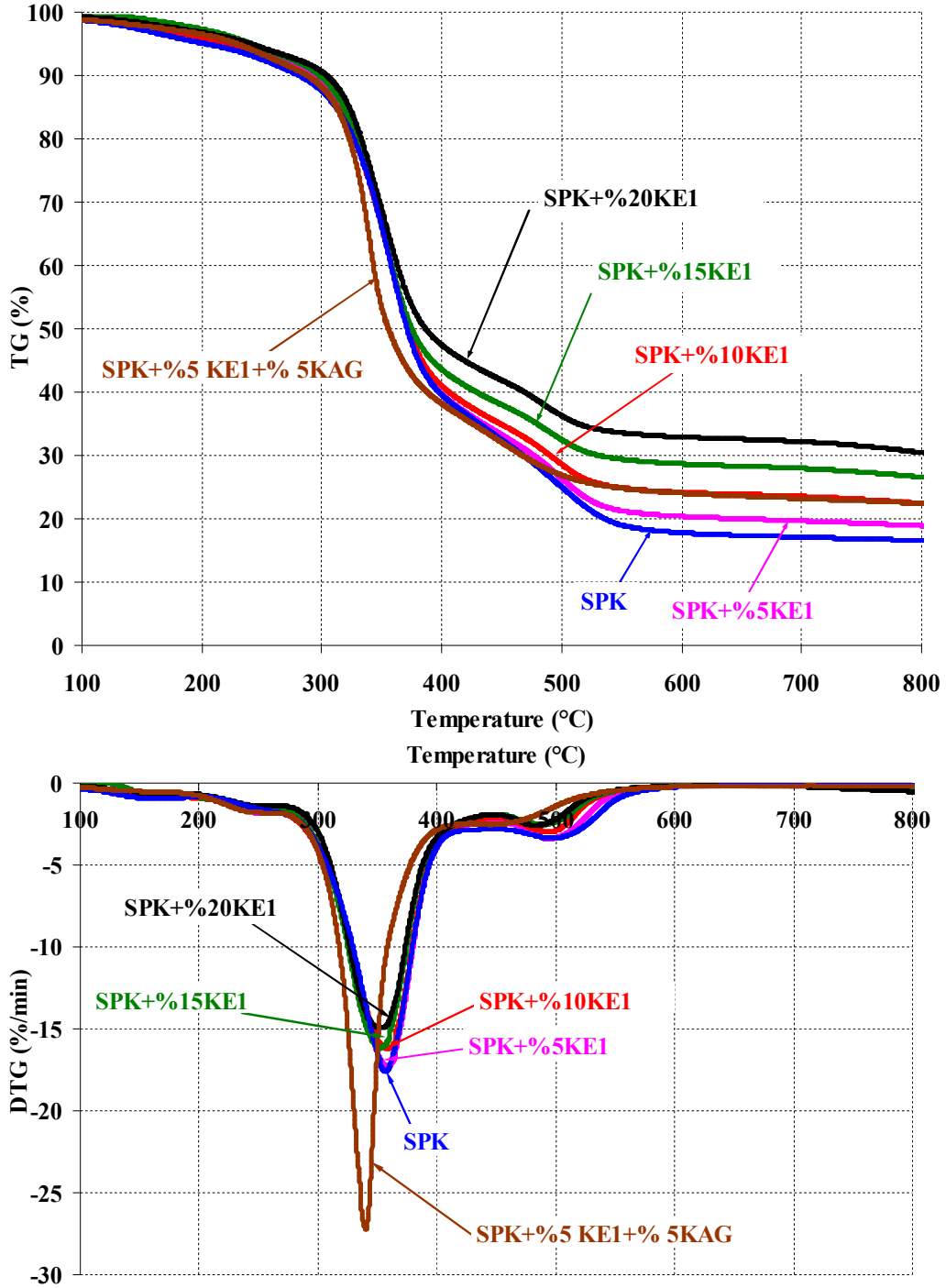
Şekil 4.18 : KEM1 UK dolgulu SPK Malzemenin SEM görüntüleri.

Bazı çalışmalarda, SPK esaslı malzemelerde dolgu maddesi eklenmesi ile hücre boyutlarında küçülmeler olduğu ve bunun eklenen yabancı maddelerin çekirdeklenme etkisi yaparak oluşan hücre sayısını arttırmasıyla ortaya çıktığını belirtmişlerdir (Bian ve diğ., 2007). Ancak bu küçülmelerin daha çok yüksek yoğunluklu köpüklerde görüldüğüne, düşük yoğunluklu köpüklerde ise dolgu maddesi eklenmesi ile etkinin farklı olarak hücre homojenitesini bozulmasına sebep olduğuna dikkat edilmelidir.

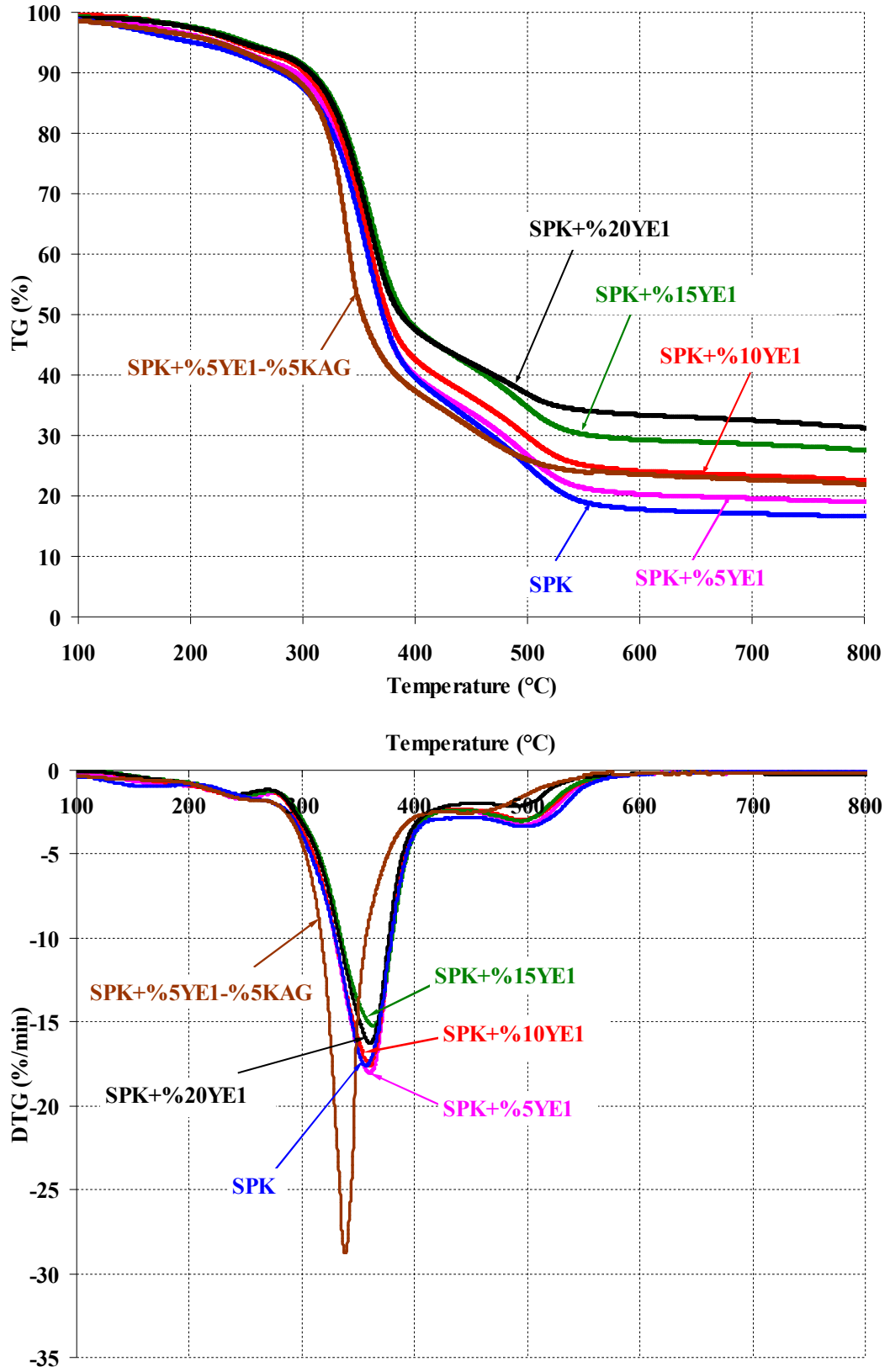
4.1.5 SPK esaslı kompozitlerin termogravimetrik (TG) analiz sonuçları

Farklı uçucu kül dolgu maddesi kullanılan SPK malzemelerin TG analizleri irdelerek karşılaştırmak için Şekil 4.19 – 4.23 arasında görülmektedir. Grafiklerde görüldüğü gibi SPK malzemelerde uçucu kül dolgu maddesi oranı arttıkça kalan

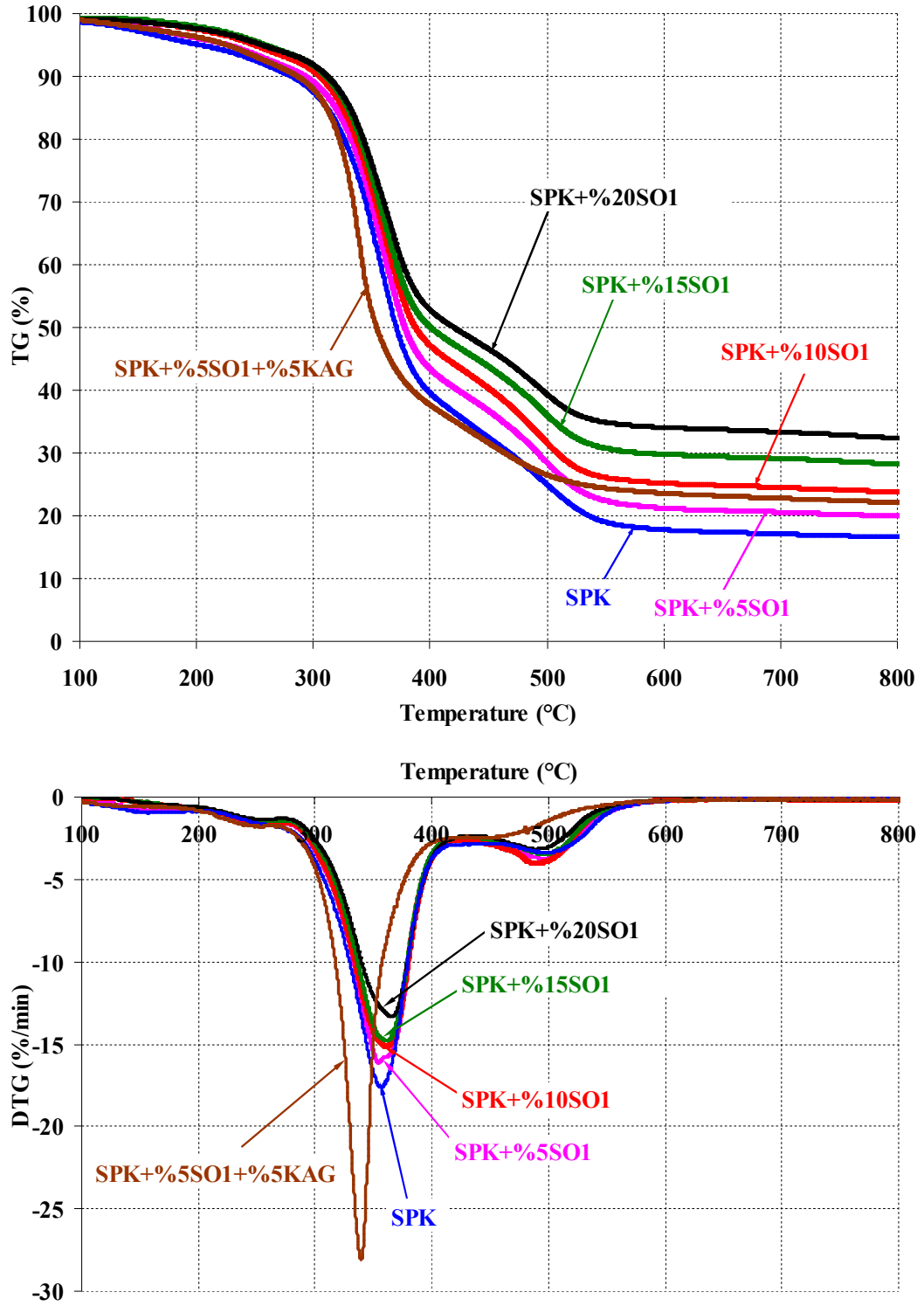
kütle miktarında artmaktadır. Bunun yanında kütle kayıp hızları da düşmektedir. Malzemelerin bu eğilimleri ısıl kararlılıkları noktasında pozitiftir. Farklı uçucu kül dolgu maddesi ve KAG kullanılan numunelerde 300°C – 370°C aralıklarında bozunma hızlanması malzeme içerisindeki KAG katkısının bozunarak kabaran sistemin oluşmasını sağlamasından kaynaklandığı bilinmektedir (Usta, 2012; Levchik, 2004; Duquesne ve diğ., 2001).



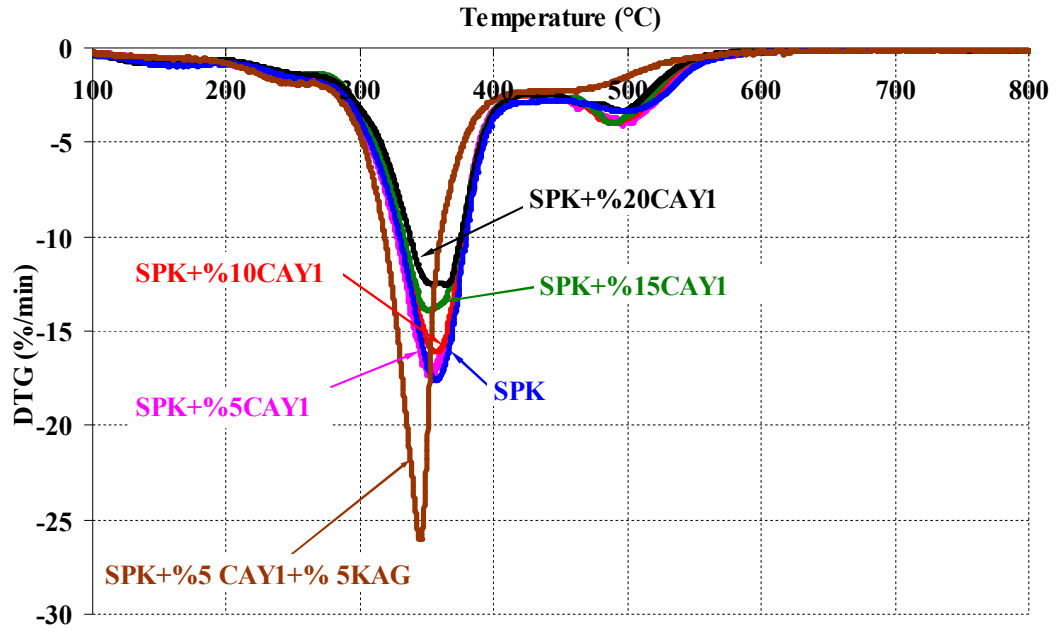
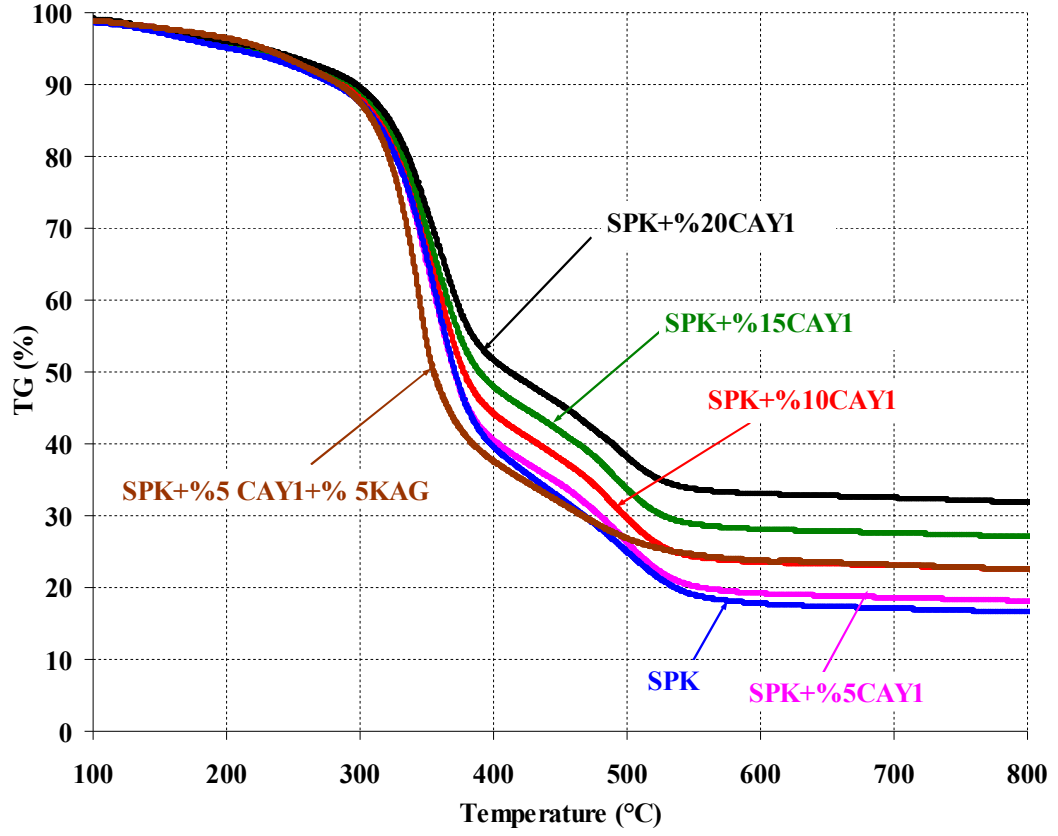
Şekil 4.19 : KE1 UK eklenmiş SPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.



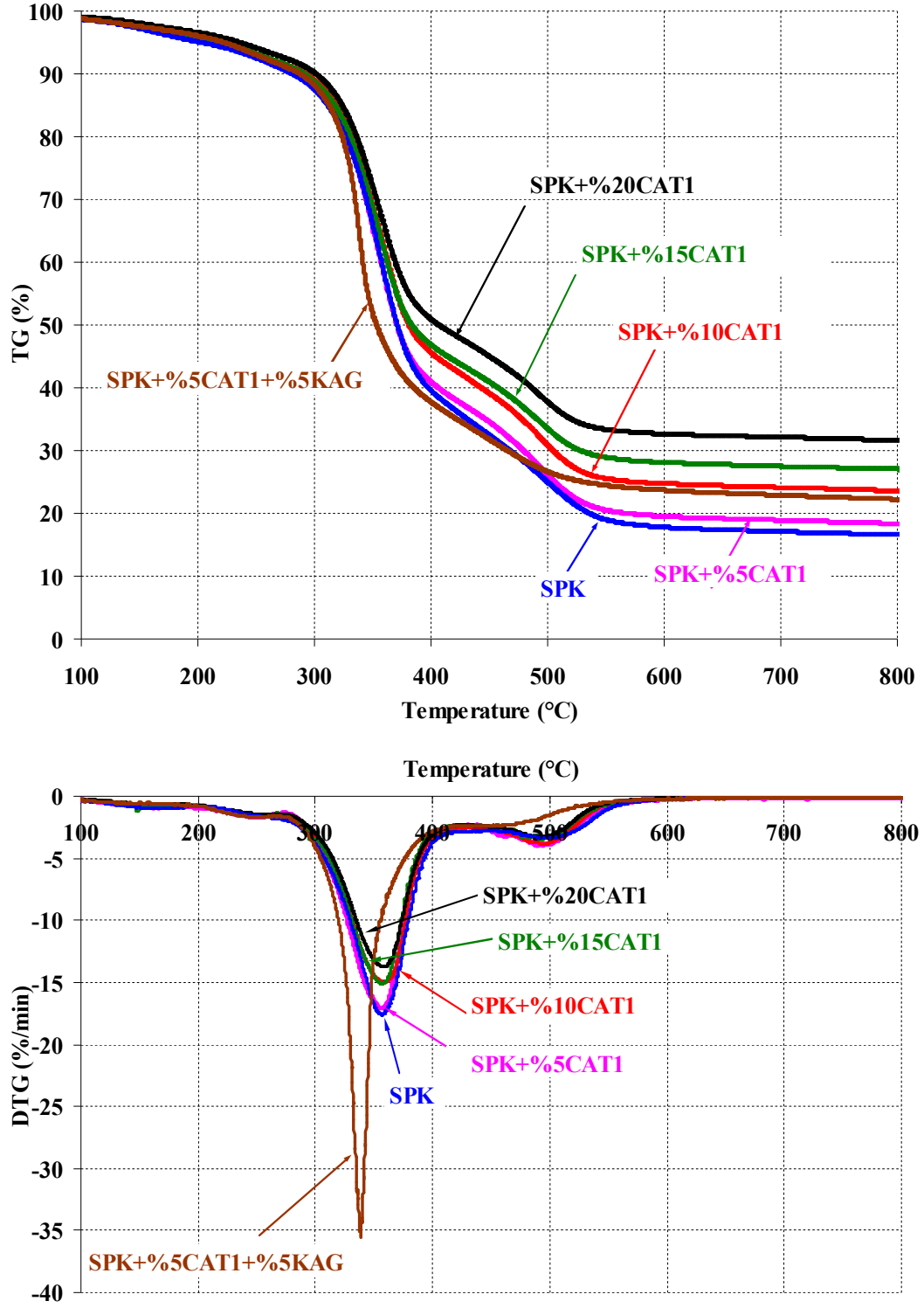
Şekil 4.20 : YE1 UK eklenmiş SPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.



Şekil 4.21 : SO1 UK eklenmiş SPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.



Şekil 4.22 : CAY1 UK eklenmiş SPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.



Şekil 4.23 : CAT1 UK eklenmiş SPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.

Sonuç olarak KAG alev geciktirici kullanılan uçucu kül dolgu maddesi kullanılan SPK esaslı malzemelerde, yaklaşık sadece %15 uçucu kül dolgu maddesi kullanılan malzemelerin kalan kütle miktarına yaklaşık değerler elde edilmiştir. UL94 yanma

deneyi sonuçlarına da bakıldığında KAG ilavesinin olumlu etkisi daha net anlaşılmaktadır.

4.2 Esnek Poliüretan Köpük (EPK) Esaslı Kompozitlerin Test Sonuçları

Çalışma kapsamında üretilen EPK esaslı kompozit malzemelerin listesi Tablo 4.2’de verilmiştir. EPK malzemeler içresine dolgu maddesi olarak uçucu kül yaklaşık %15 oranına kadar eklenebilmiştir. Yalnızca CAT1 uçucu külü ile %10 dolgu maddesi oranına kadar başarılı ürün elde edilebilmiştir. Numuneler, üretimlerin derili yüzey olarak tarif edilen kalıp ile temas eden numune bölümlerinden içermeyen yerlerinden çıkarılmıştır. Uçucu kül dolgu maddesi ile birlikte termal özelliklerini arttırmak maksadı ile Pamukkale Üniversitesinde hazırlanan bir katkı maddesi olan ve PAU1 kısaltması ile kullanılan alev geciktirici madde, %5 katkı maddesi olarak %5 uçucu kül dolgu maddesi ile birlikte eklenerek kullanılmış ve sonuçları karşılaştırılmıştır.

Tablo 4.2 : Üretilen EPK esaslı kompozit malzeme tablosu.

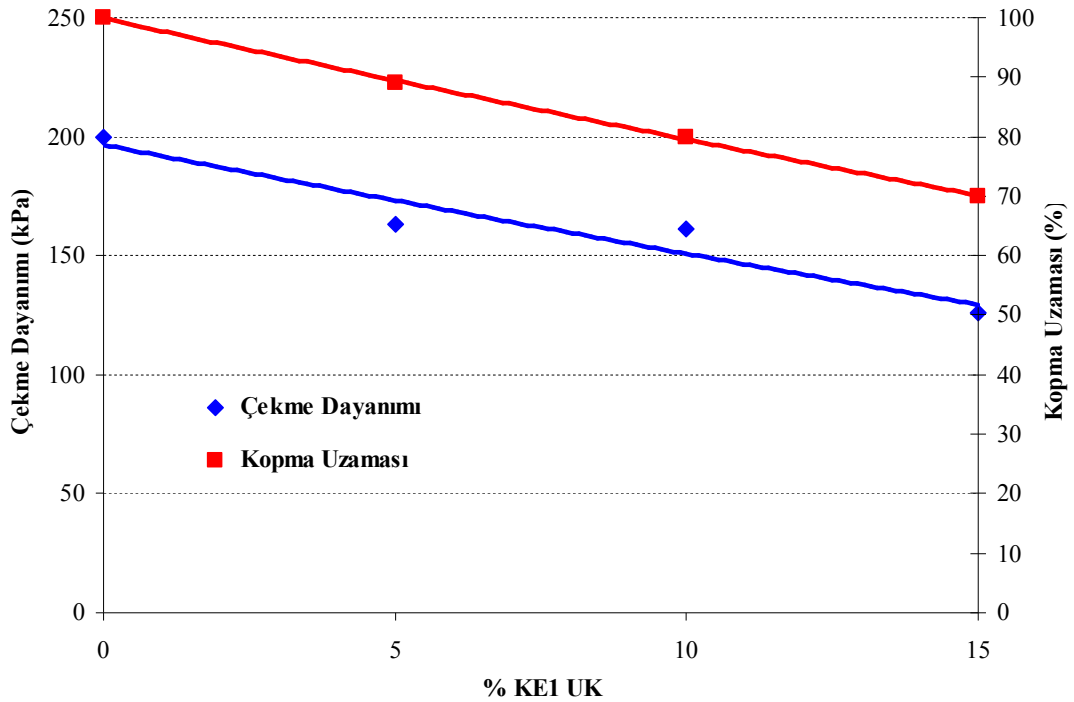
S.N.	Kod	EPK (g)	UK (% / g)	PAU1 (% / g)	Toplam Kütle (g)
1	HAM EPK	330	-	-	330
2	EPK+%05KE1	313,5	5 / 16,5	-	330
3	EPK+%10KE1	297	10 / 33	-	330
4	EPK+%15KE1	280,5	15 / 49,5	-	330
5	EPK+%05SO1	313,5	5 / 16,5	-	330
6	EPK+%10SO1	297	10 / 33	-	330
7	EPK+%15SO1	280,5	15 / 49,5	-	330
8	EPK+%05YE1	313,5	5 / 16,5	-	330
9	EPK+%10YE1	297	10 / 33	-	330
10	EPK+%15YE1	280,5	15 / 49,5	-	330
11	EPK+%05CAY1	313,5	5 / 16,5	-	330
12	EPK+%10CAY1	297	10 / 33	-	330
13	EPK+%15CAY1	280,5	15 / 49,5	-	330
14	EPK+%05CAT1	313,5	5 / 16,5	-	330
15	EPK+%10CAT1	297	10 / 33	-	330
16	EPK+%10PAU1	330	-	10 / 33	363
17	EPK+%KE1+%05PAU1	314,5	5 / 16,5	5 / 16,5	346,5
18	EPK+%YE1+%05PAU1	314,5	5 / 16,5	5 / 16,5	346,5
19	EPK+%05SO1+%05PAU1	314,5	5 / 16,5	5 / 16,5	346,5
20	EPK+%05CAY1+%05PAU1	314,5	5 / 16,5	5 / 16,5	346,5
21	EPK+%05CAT1+%05PAU1	314,5	5 / 16,5	5 / 16,5	346,5

4.2.1 EPK esaslı kompozitlerin çekme deneyi sonuçları

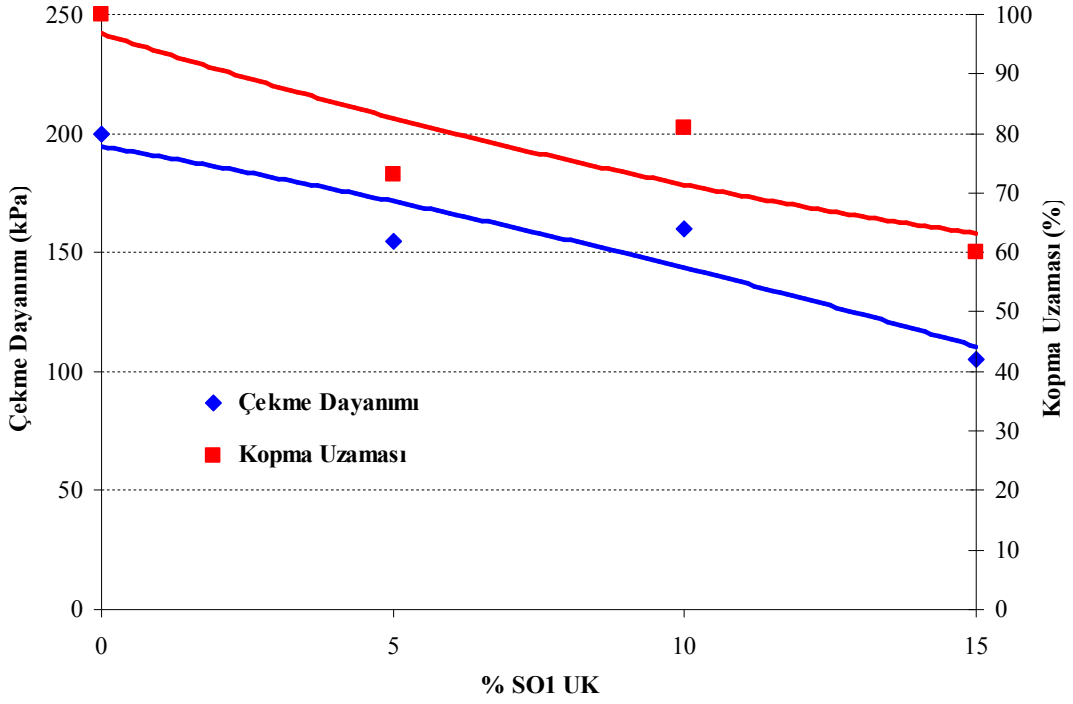
EPK esaslı kompozit malzemelerde çekme deneyleri mekanik tahrikli ve pnömatik çene sıkıştırılmalı çekme test cihazında yapılmıştır. Deney esnasında kuvvet ve uzama değerleri kaydedilerek maksimum uzama ve gerilme değerleri hesap edilmiştir.

Farklı uçucu küllerin EPK malzemelerin çekme dayanımları ve kopma uzamalarına etkisi Şekil 4.24 – 4.28 arasındaki grafiklerde gösterilmiştir. Genel olarak uçucu kül içeren EPK esaslı kompozit malzemelerin, artan dolgu maddesi oranlarında çekme dayanımı ve kopma uzaması değerleri, azalma göstermiştir. Genel olarak inorganik dolgu maddelerinin bu tür malzemelerle iyi yüzey uyumu gösterememeleri sebebi ile mekanik özelliklerin düşüş gösterdiği başka çalışmalarda da belirtilmiştir (Navarro ve diğ., 2012; Usman ve diğ., 2012; Latinwo ve diğ., 2010).

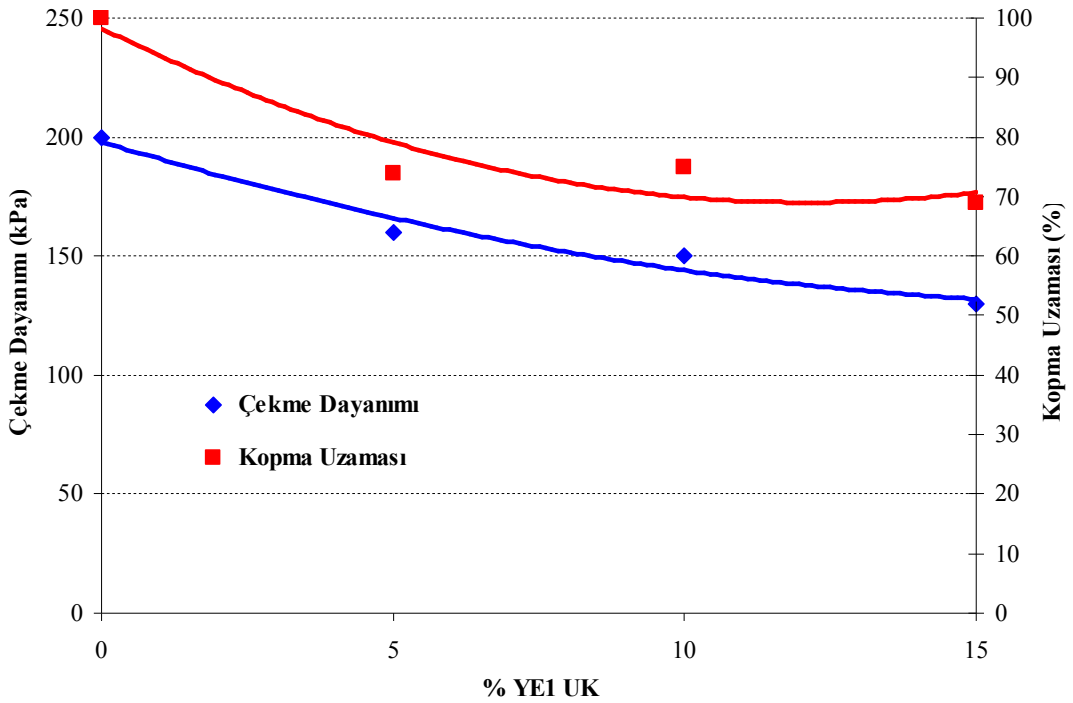
Ayrıca farklı uçucu küllerin yüzde bazlı etkilerini karşılaştırmalı olarak görebilmek için Şekil 4.29’da çekme dayanımlarını, Şekil 4.30’da kopma uzamalarını gösteren grafikler oluşturulmuştur. Farklı uçucu kül dolgu maddesi oranlarında değişik uçucu küller benzer etkiler gösterdikleri anlaşılmaktadır. %5 ve %10 dolgu maddesi oranlarında Çekme dayanımları yaklaşık %25 azalmış, %10 CAT1 uçucu kül dolgu maddesi kullanılan ürünlerde ise %50’lik bir düşme görülmüştür.



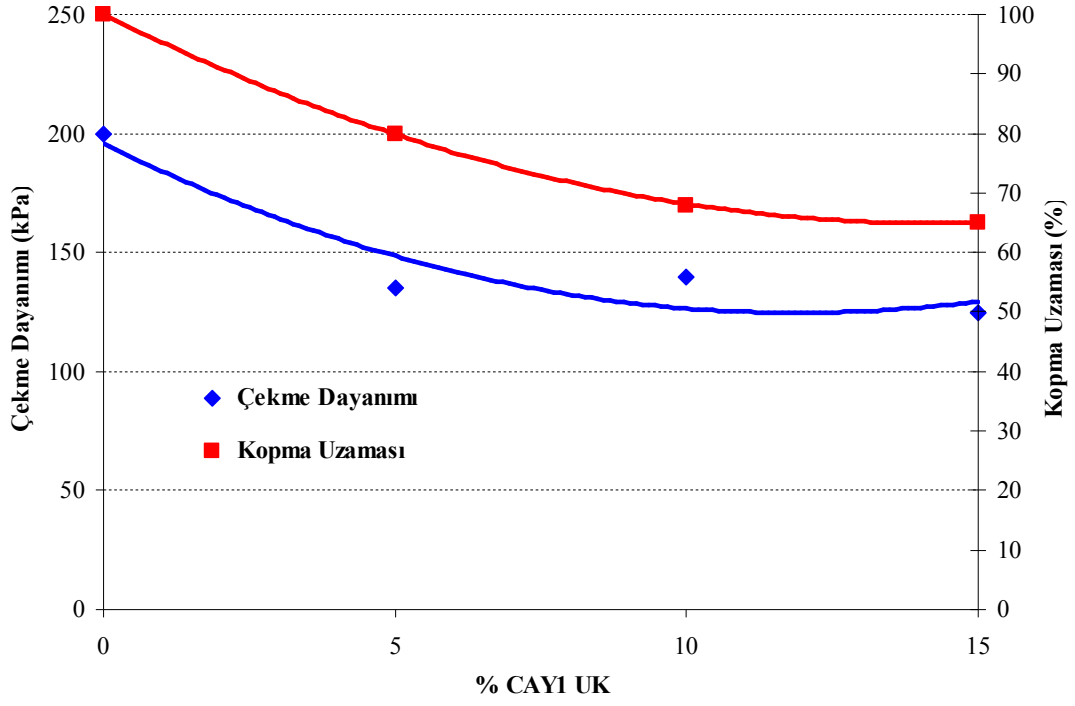
Şekil 4.24 : KE1 UK'nün EPK malzemenin çekme dayanımı özelliklerine etkisi.



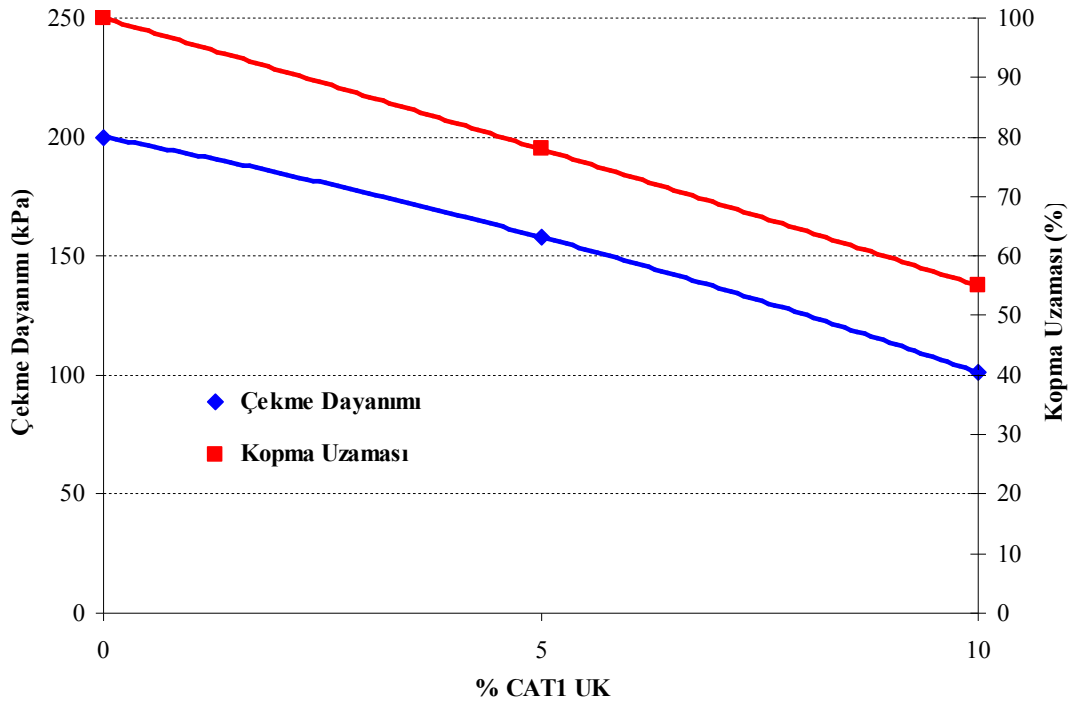
Şekil 4.25 : SO1 UK'nün EPK malzemenin çekme dayanımı özelliklerine etkisi.



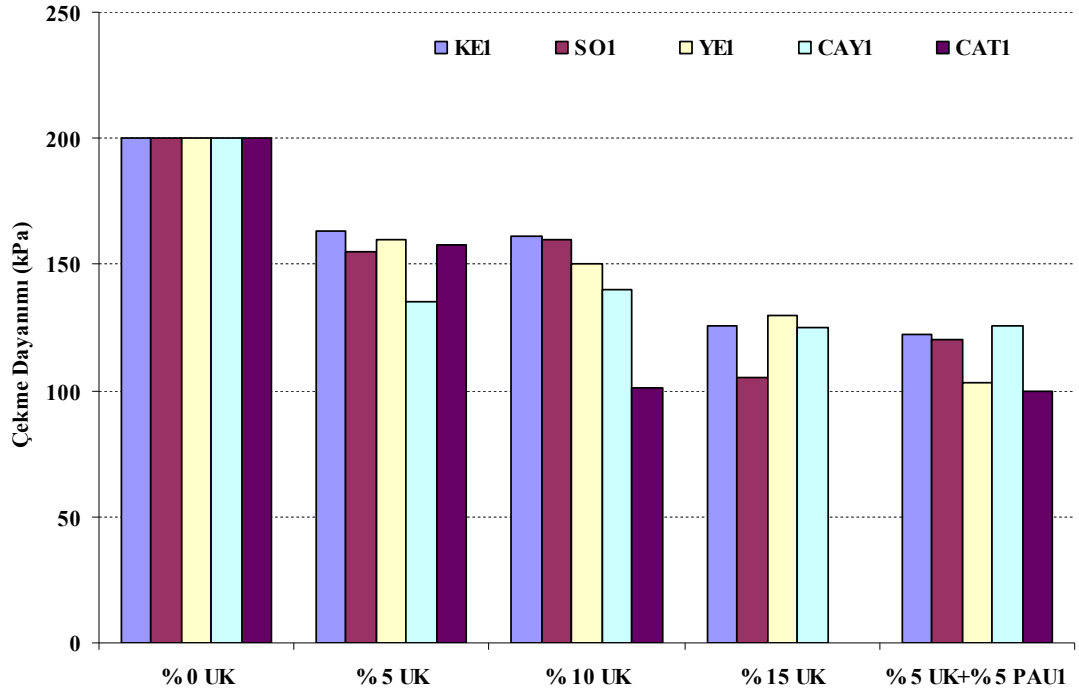
Şekil 4.26 : YE1 UK'nün EPK malzemenin çekme dayanımı özelliklerine etkisi.



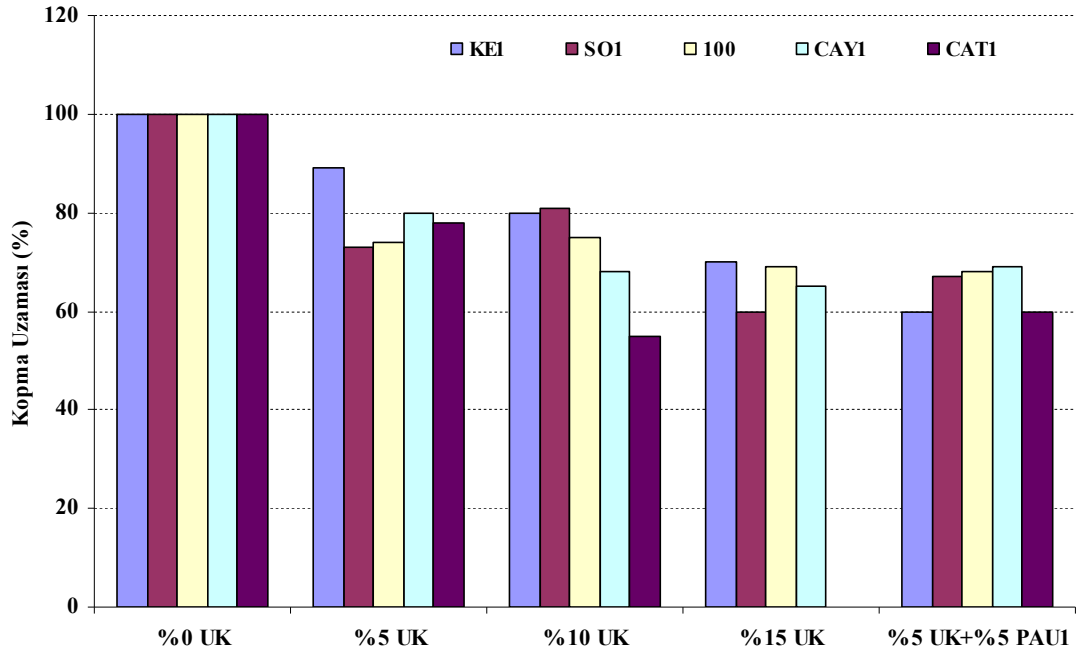
Şekil 4.27 : CAY1 UK'nün EPK malzemenin çekme dayanımı özelliklerine etkisi.



Şekil 4.28 : CAT1 UK'nün EPK malzemenin çekme dayanımı özelliklerine etkisi.



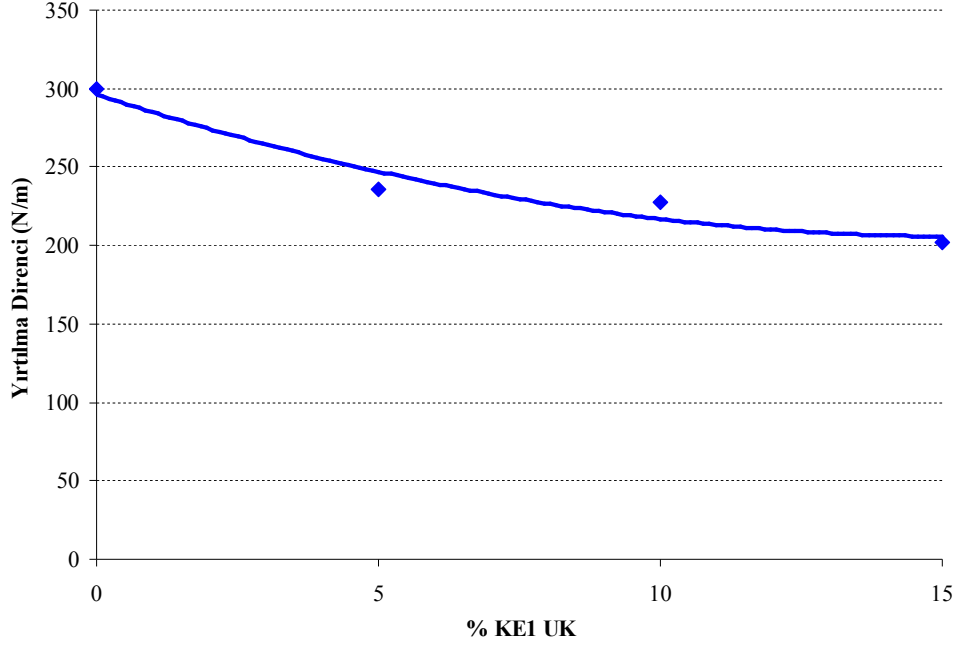
Şekil 4.29 : UK'ün EPK malzemenin çekme dayanımına etkisi.



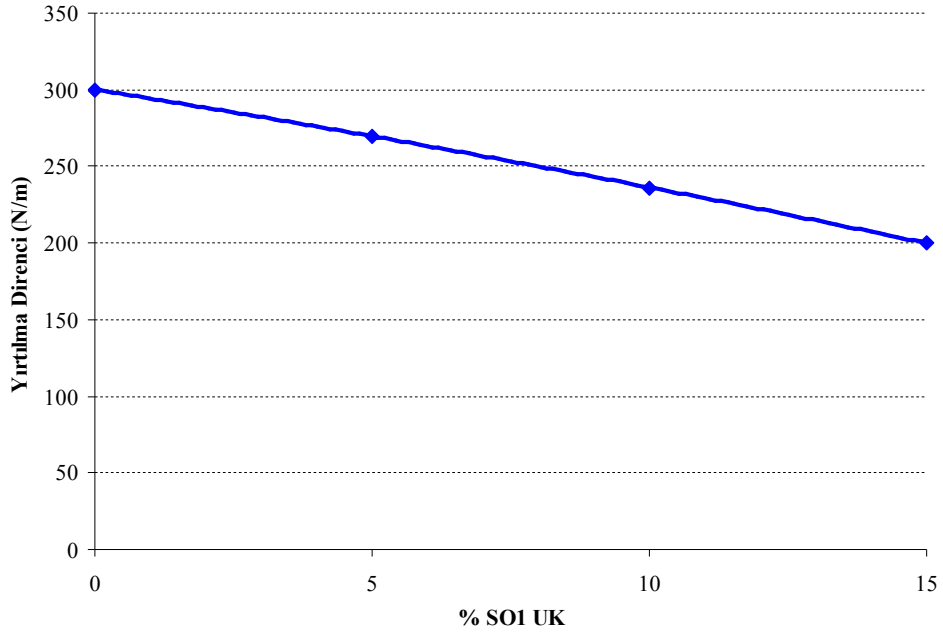
Şekil 4.30 : UK'ün EPK malzemenin kopma uzamasına etkisi.

4.2.2 EPK esaslı kompozitlerin yırtılma deneyi sonuçları

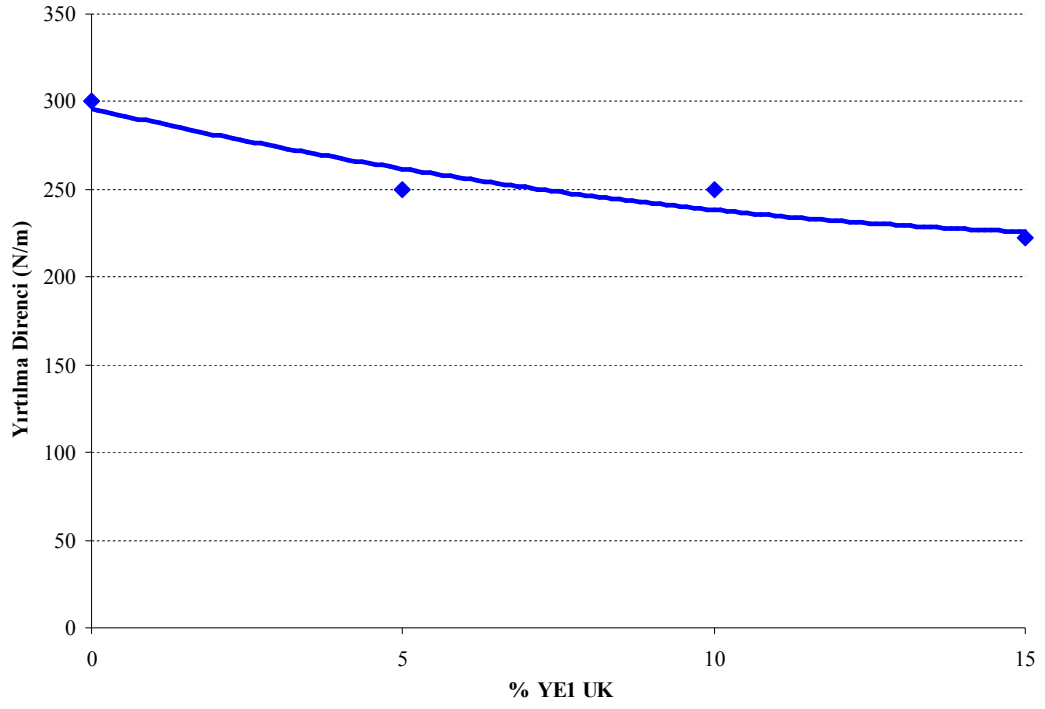
Farklı uçucu kül dolgu maddesi içeren EPK esaslı kompozit malzemelerin yırtılma dayanım değerleri Şekil 4.31 – 4.36 arasındaki grafiklerde görülmektedir. Artan uçucu kül dolgu oranları ile yırtılma dayanımlarında bir miktar düşme olduğu görülmektedir. %15 uçucu kül dolgu maddesi içeren numunelerde yırtılma dayanımında yaklaşık %30 oranında azalma görülmüştür.



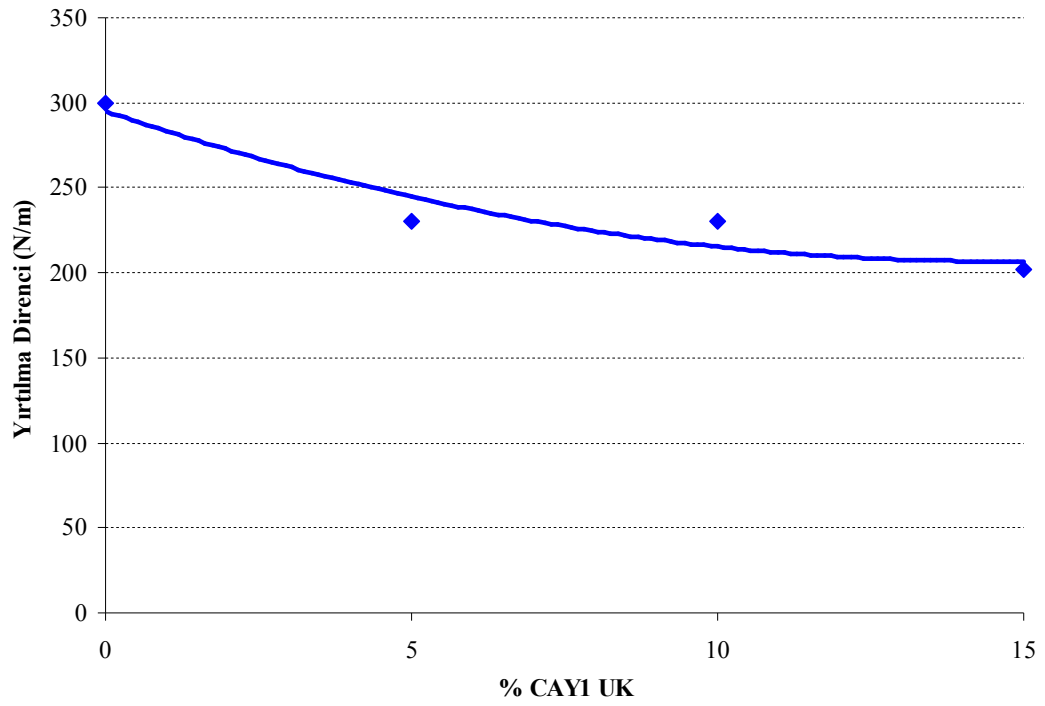
Şekil 4.31 : KE1 UK'nün EPK malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.



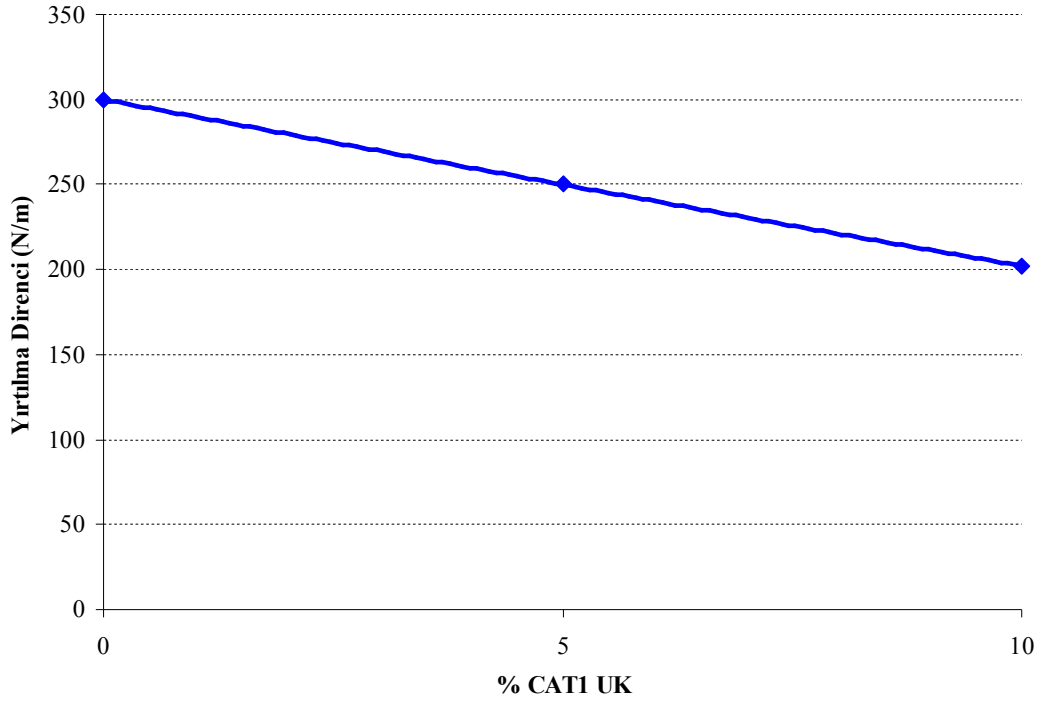
Şekil 4.32 : SO1 UK'nün EPK malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.



Şekil 4.33 : YE1 UK'nün EPK malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.

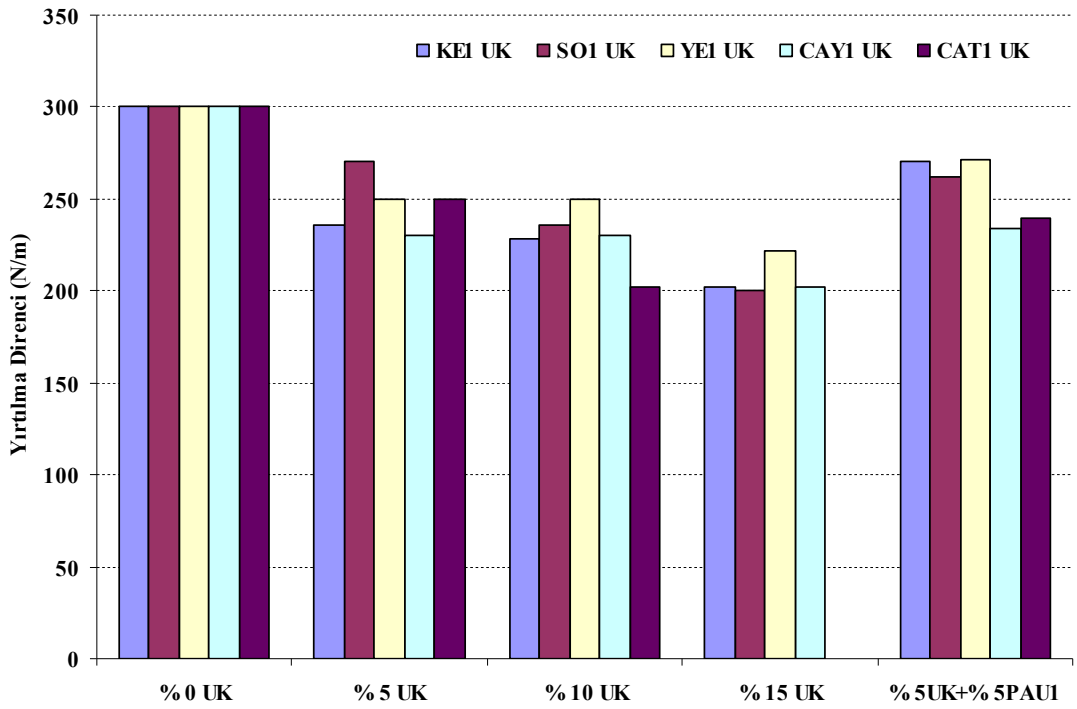


Şekil 4.34 : CAY1 UK'nün EPK malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.



Şekil 4.35 : CAT1 UK'nün EPK malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.

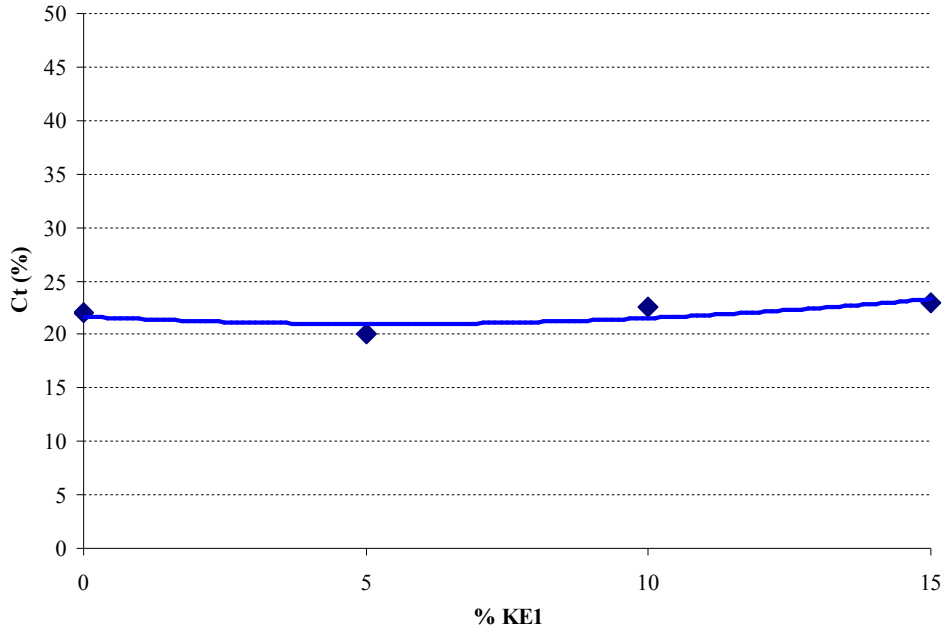
Şekil 4.36'da yüzelik uçucu kül dolgu maddesi oranlarına göre yırtılma dayanımındaki değişim tüm numuneler için verilmiştir. Genel olarak tüm kül çeşitlerinde artan uçucu kül dolgu maddesi oranı ile kademeli bir düşme görülmüştür.



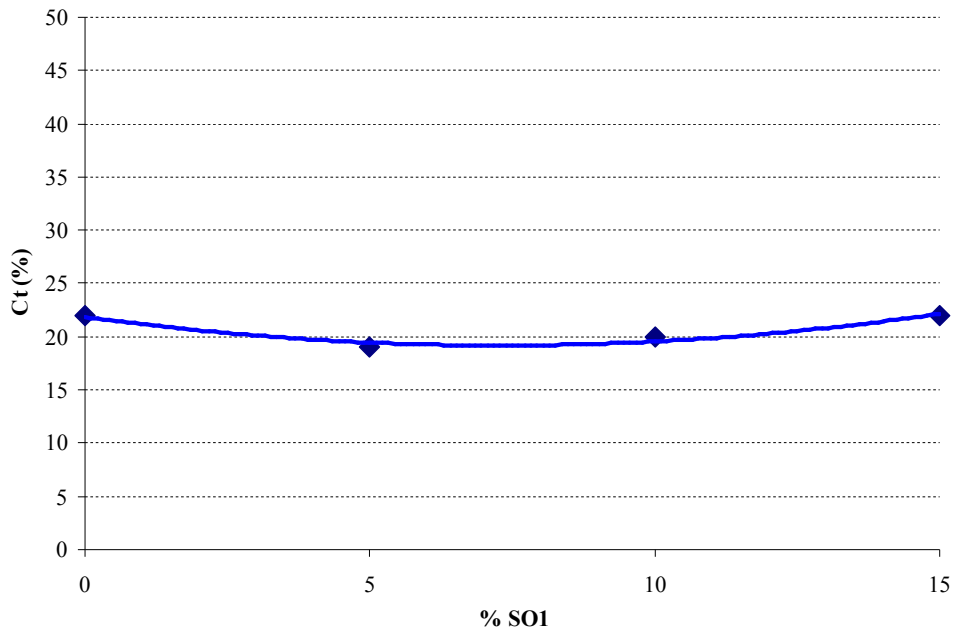
Şekil 4.36 : UK'ün EPK malzemelerin yırtılma dayanımına etkisi.

4.2.3 EPK esaslı kompozitlerin sabit deformasyon basma deneyi sonuçları

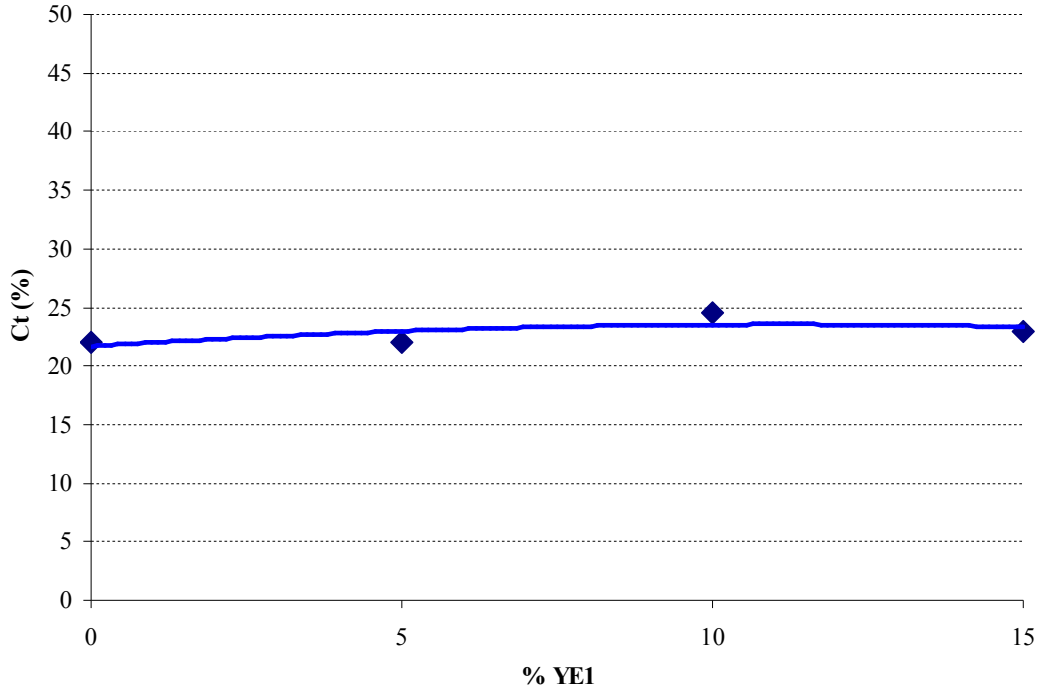
EPK esaslı kompozit malzemelerin uzun süre basılı kaldıklarında eski boyutlarına dönebilme kabiliyetlerini gösteren, sabit deformasyon basma deneyi sonuçları Şekil 4.37 - 4.41 arasında görülmektedir. Şekil 4.42’de yüzdesel olarak karşılaştırmaları verilmiştir. EPK esaslı malzemelerin uçucu kül dolgu maddesi eklenmesi ile geri esneme kabiliyetlerinde en fazla %3’lük bir azalma görülmüştür. PAU1 katkı maddesi ilaveli numunelerde bu özellik daha da kötüleşmiştir.



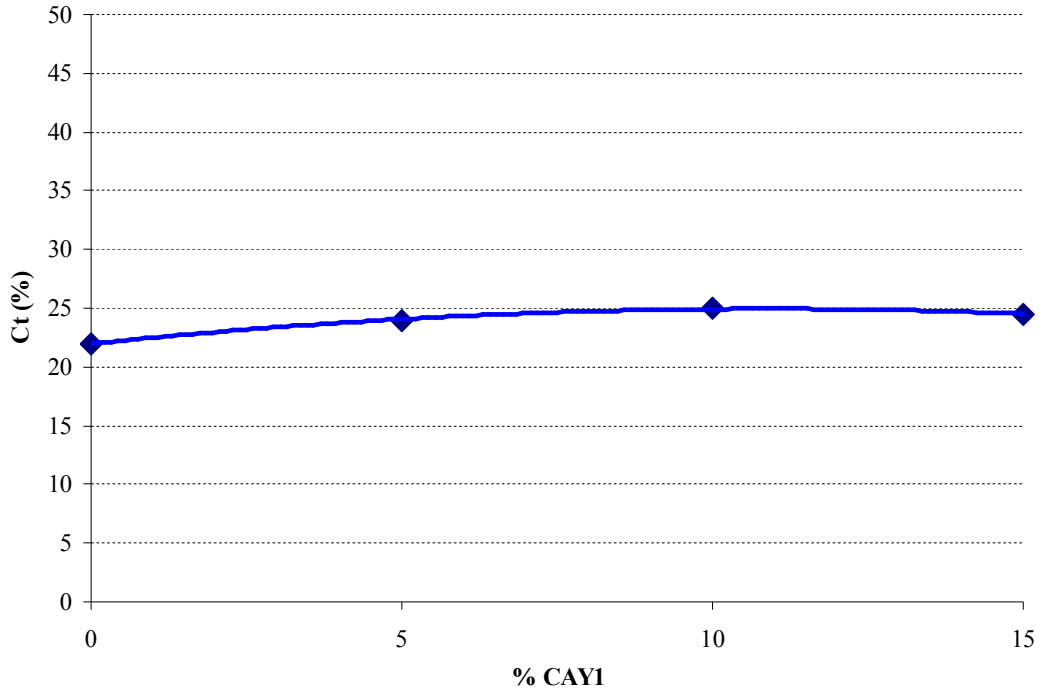
Şekil 4.37 : KE1 UK'nün EPK malzemenin %C_t değerine etkisi.



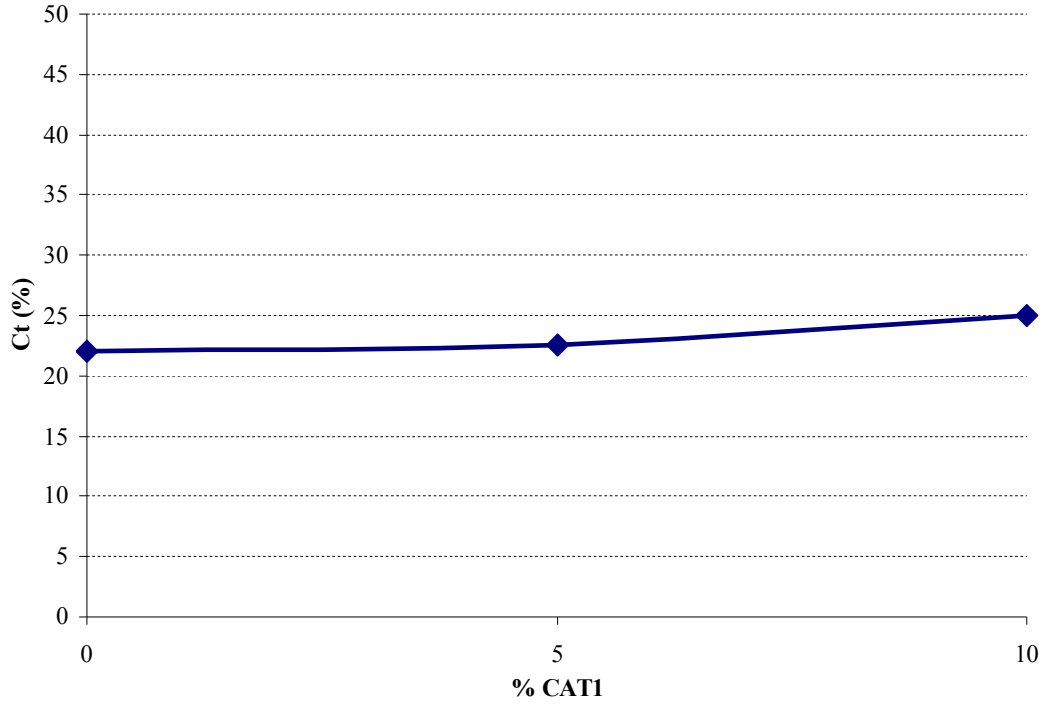
Şekil 4.38 : SO1 UK'nün EPK malzemenin %C_t değerine etkisi.



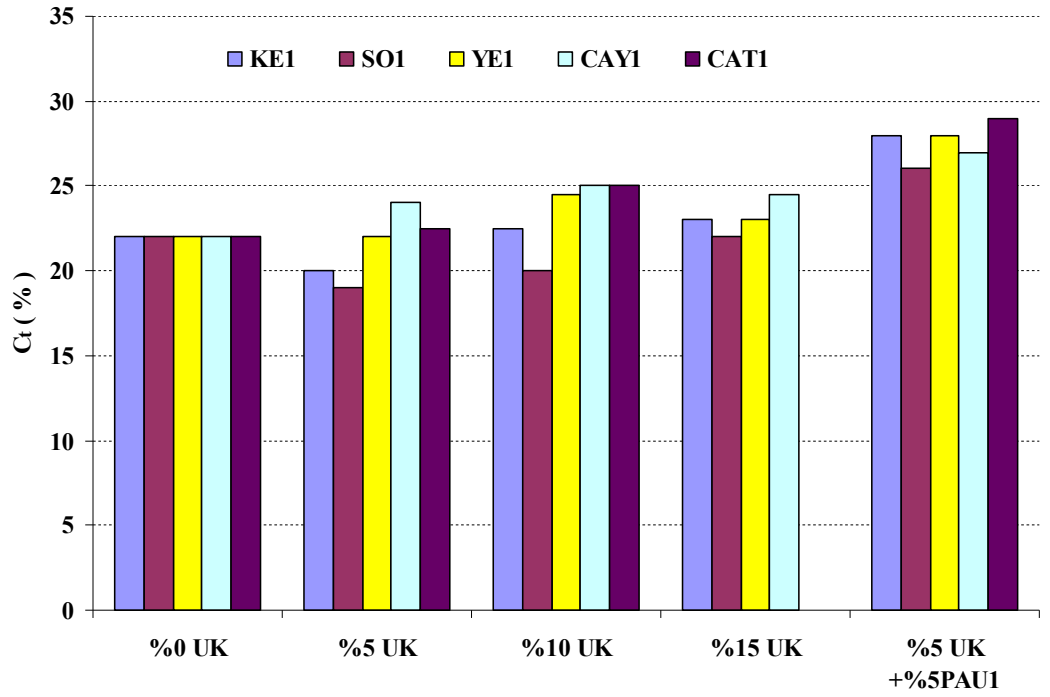
Şekil 4.39 : YE1 UK'nün EPK malzemenin yırtılma %C_t değerine etkisi.



Şekil 4.40 : CAY UK'nün EPK malzemenin %C_t değerine etkisi.



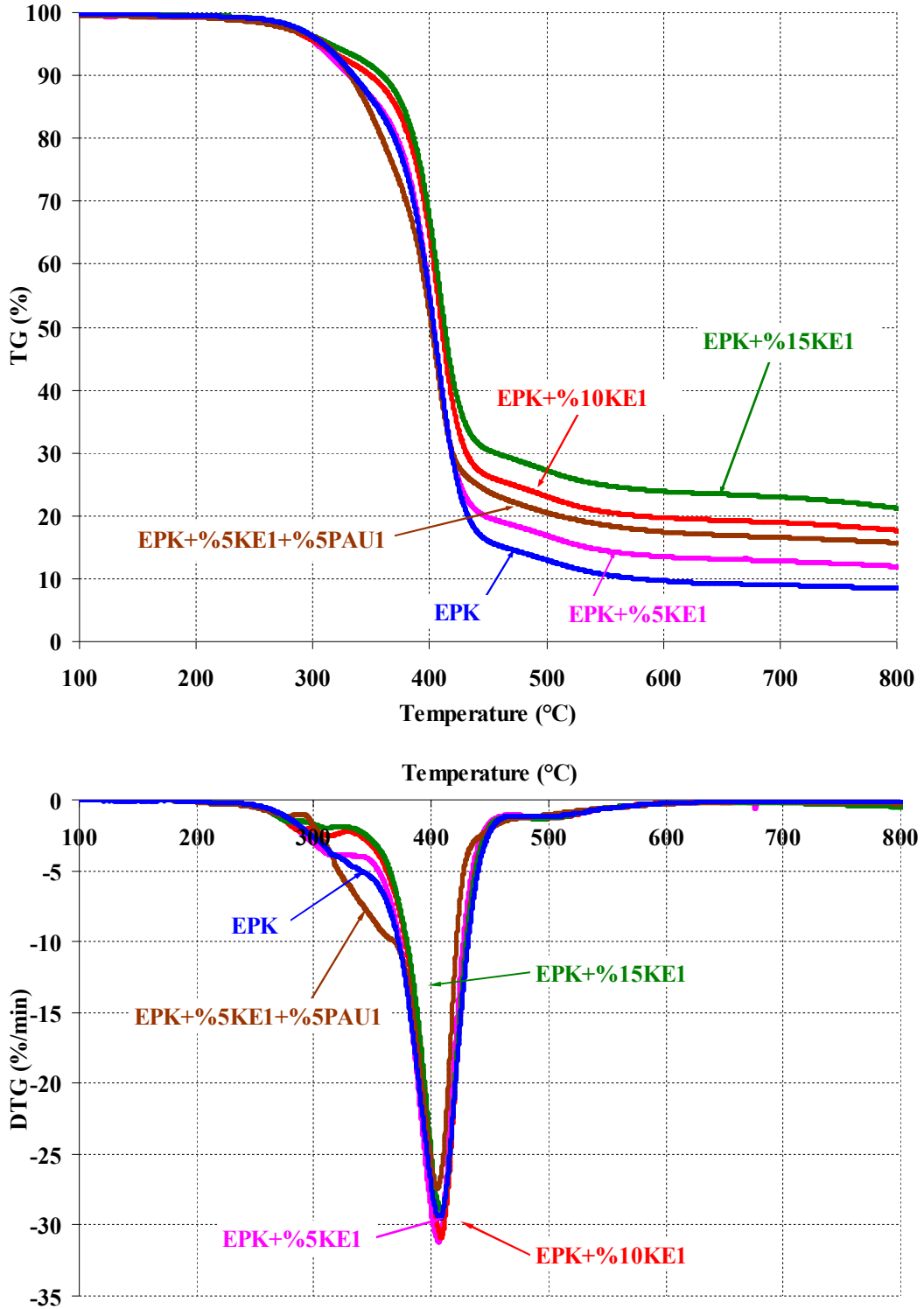
Şekil 4.41 : CAT1 UK'nün EPK malzemenin %C_t değerine etkisi.



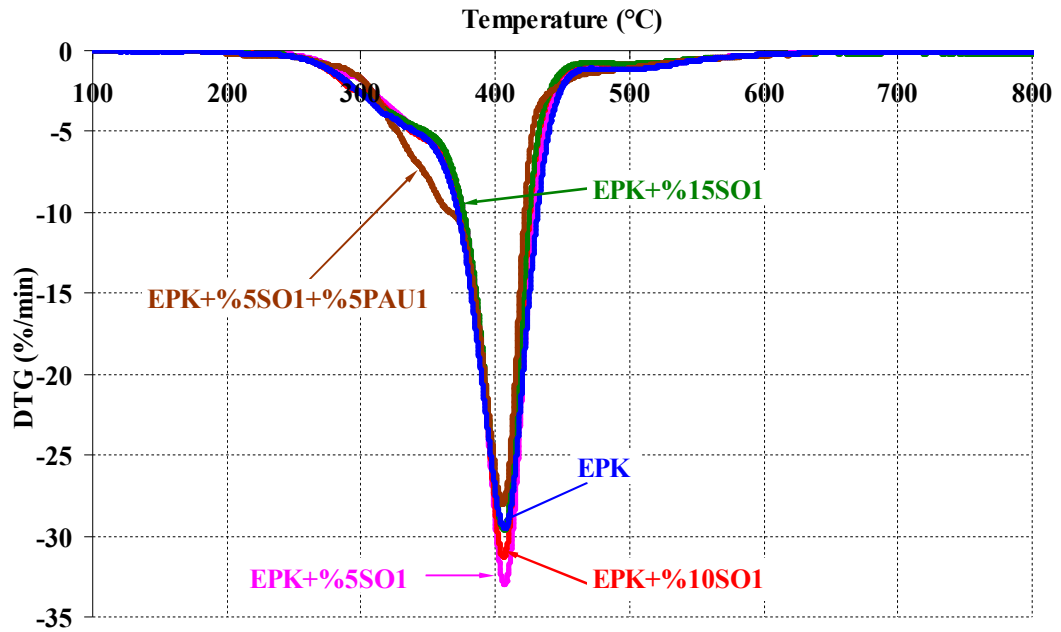
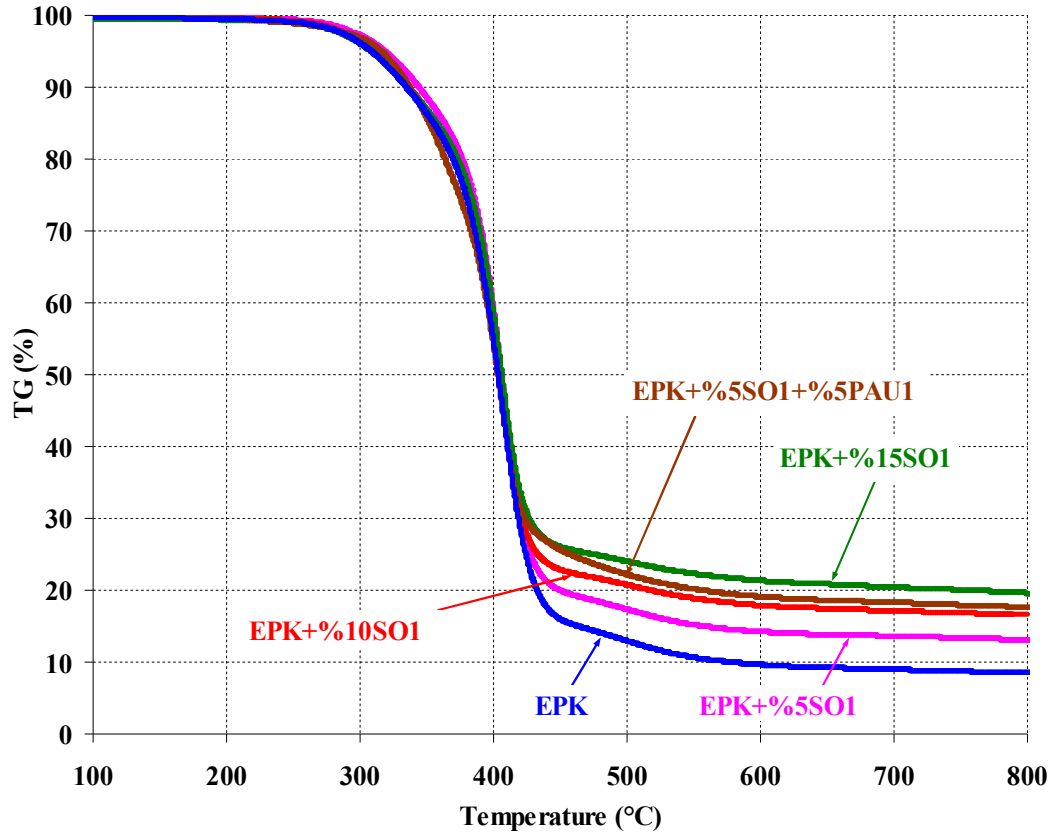
Şekil 4.42 : UK'ün EPK malzemelerin %C_t değerine etkisi.

4.2.4 EPK esaslı kompozitlerin TG analiz sonuçları

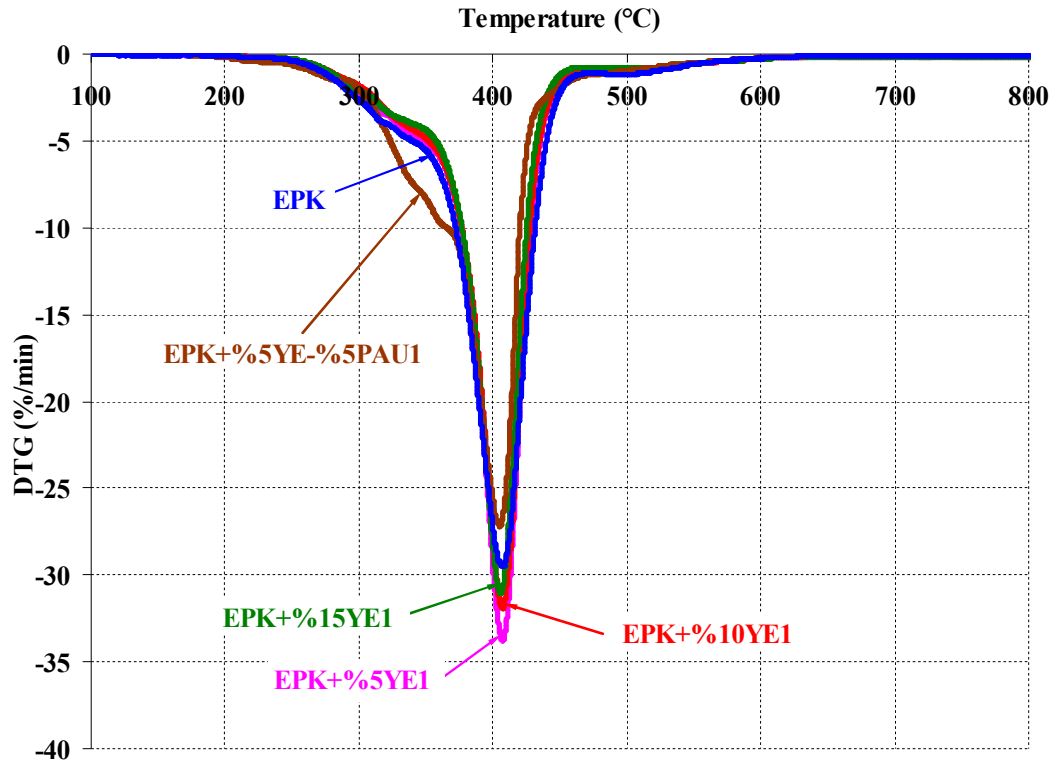
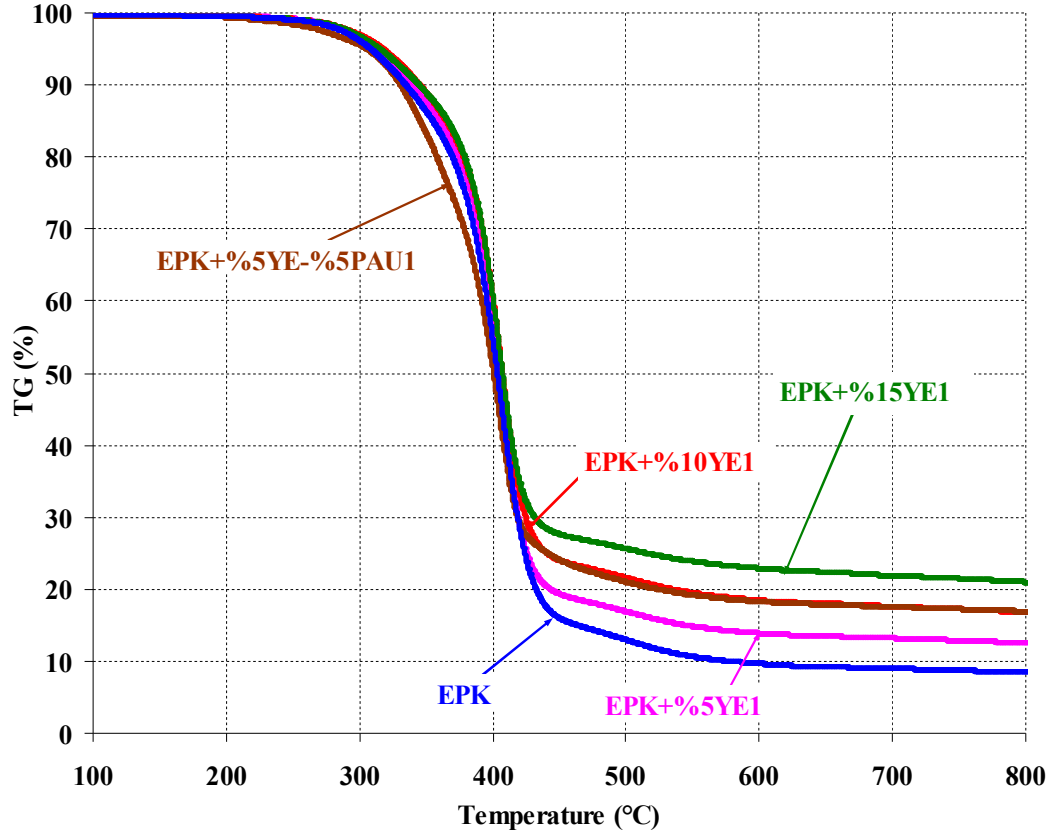
Farklı uçucu kül dolgu maddesi ve PAU1 ilaveli EPK esaslı kompozit malzemelerin TG ve DTG eğrilerini gösteren grafikler Şekil 4.43 – 4.47 arasında sunulmuştur.



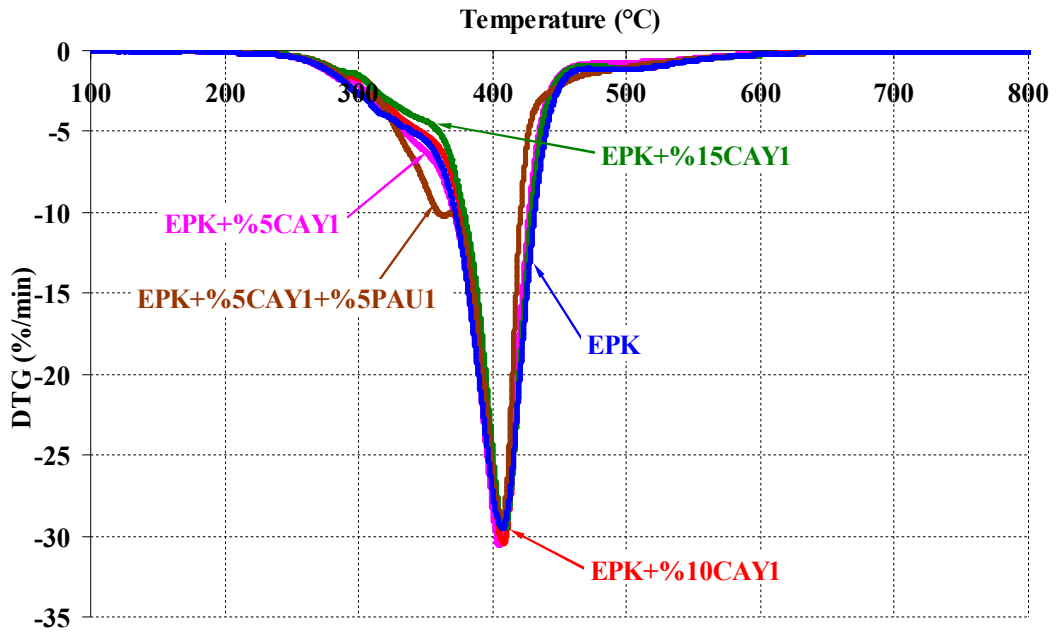
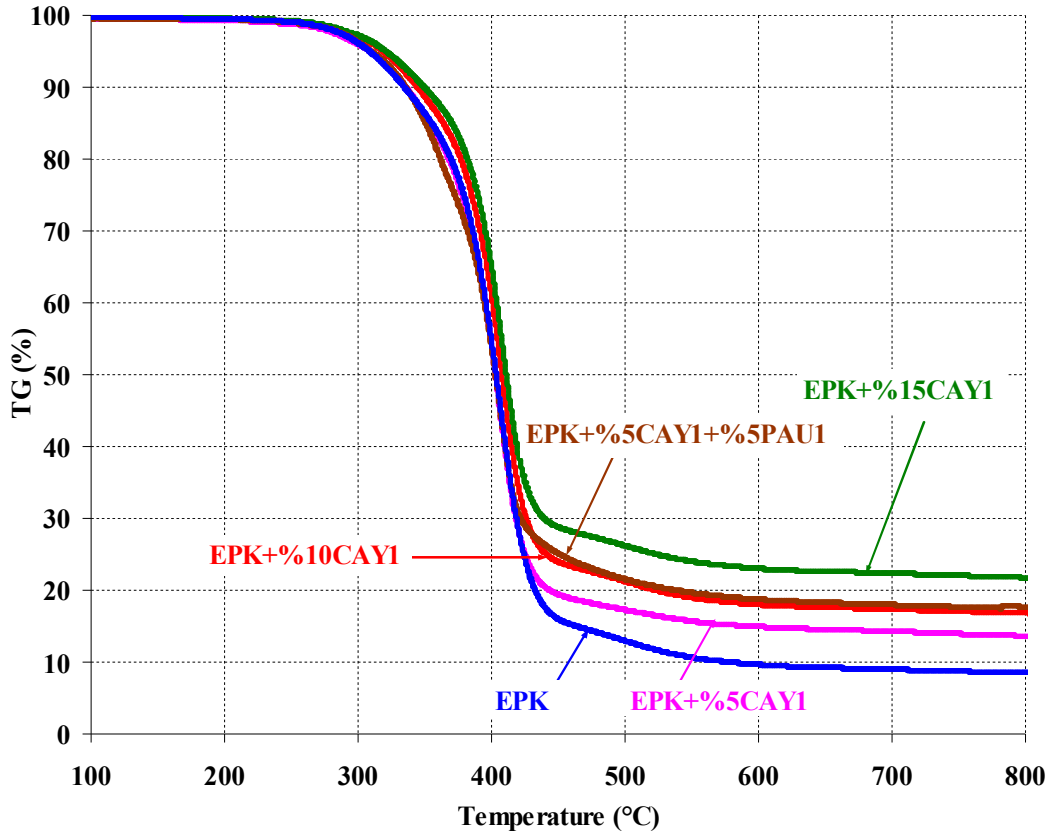
Şekil 4.43 : KE1 UK eklenmiş EPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.



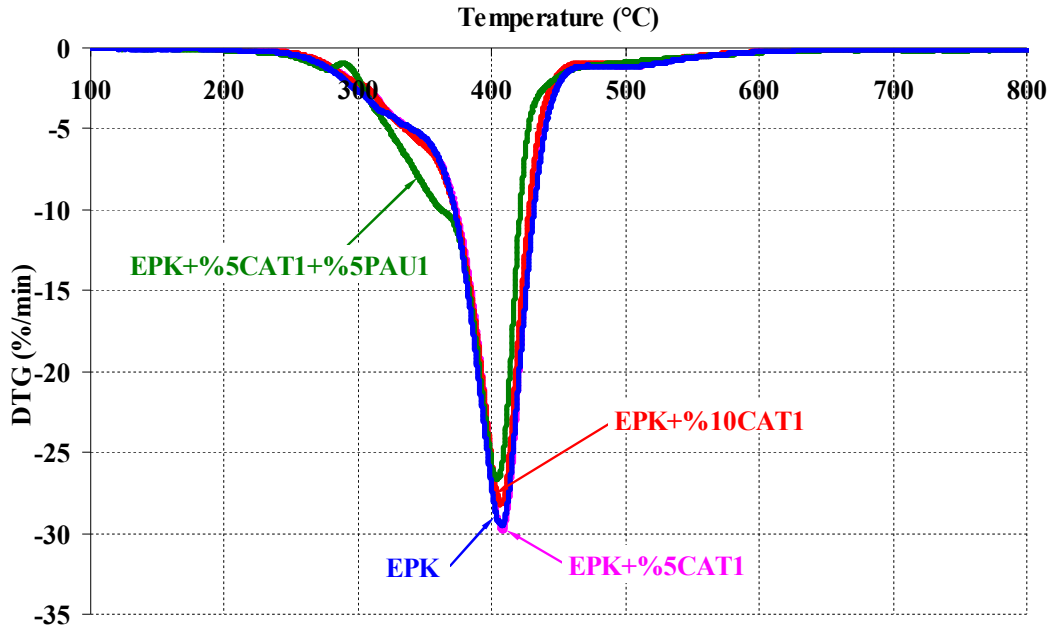
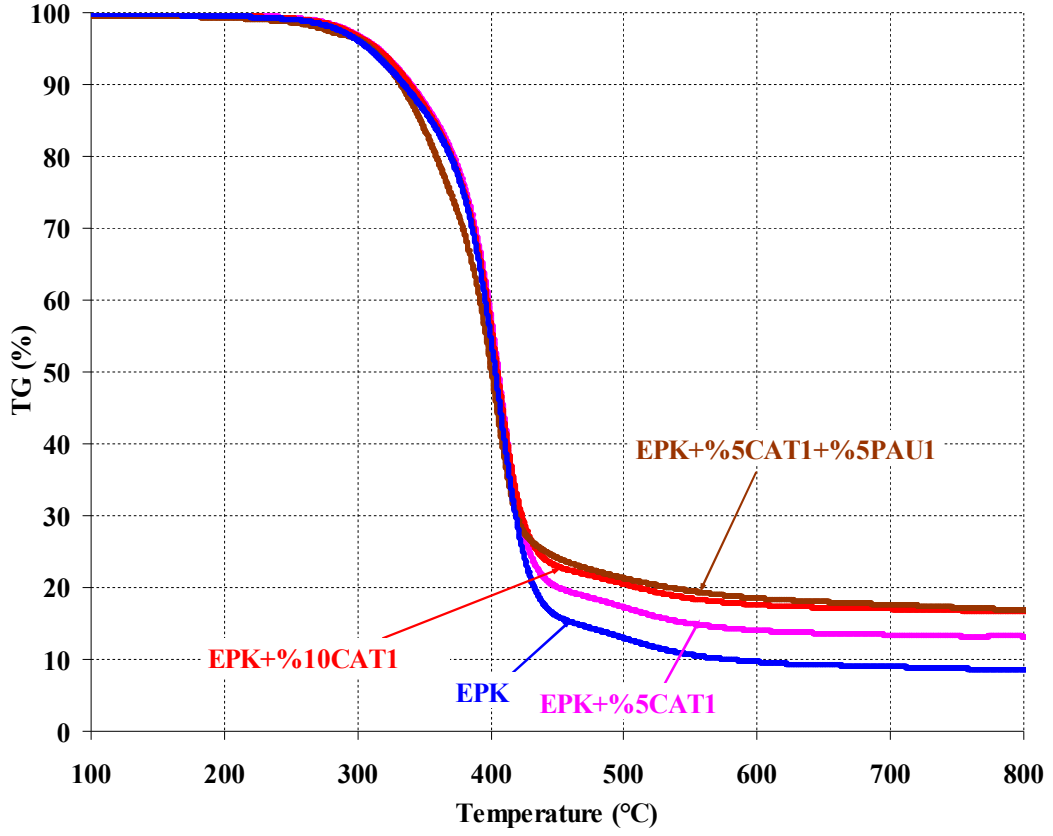
Şekil 4.44 : SO1 UK eklenmiş EPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.



Şekil 4.45 : YE1 UK eklenmiş EPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.



Şekil 4.46 : CAY1 UK eklenmiş EPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.



Şekil 4.47 : CAT1 UK eklenmiş EPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.

EPK esaslı kompozit malzemelerin TG ve DTG grafikleri incelendiğinde uçucu kül dolgu maddesi oran arttıkça kalan kütle miktarında artma olduğunu ancak bozunma sıcaklıkları ve hızlarında dikkate değer bir değişim olmadığı anlaşılmaktadır.

4.3 İntegral Poliüretan Köpük (IPK) Esaslı Kompozitlerin Test Sonuçları

IPK esaslı uçucu kül takviyeli kompozit malzemelerde her uçucu kül dolgu maddesi ile %5, %10, %15 ve %20 oranlarında eklenerek numune üretimleri yapılmıştır. Üretim listesi Tablo 4.3'te verilmiştir. Numune üretimlerinde %20 uçucu kül dolgu maddeli ürünlerde kalıbı doldurma özelliklerinin bozulmaya başladıkları tespit edilmiştir. %15 ve %20 dolgu maddesi kullanılan üretimlerde uçucu kül ilavesi ile poliöl yoğunlukları ve viskoziteleri arttığından, mekanik karıştırıcı ile üretim zorlaşmıştır. Bu sebeple malzeme içerisinde bazı yapısal bozukluklar oluşabildiği tespit edilmiştir.

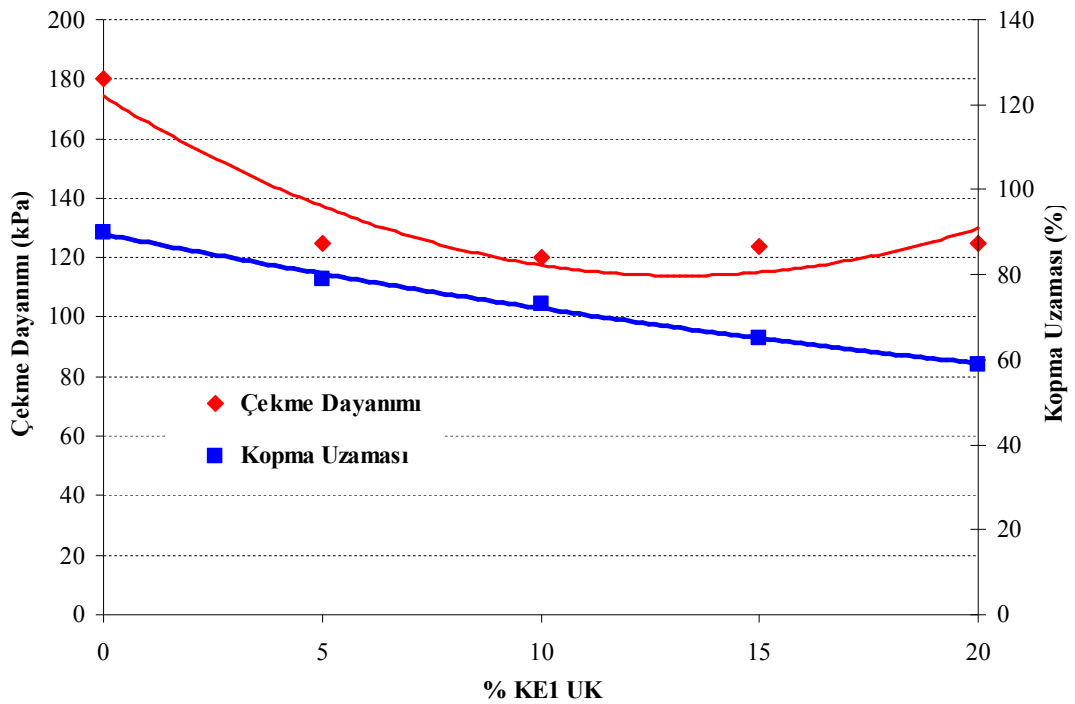
Tablo 4.3 : Üretilen IPK esaslı kompozit malzeme tablosu.

S.N.	Kod	IPK (g)	UK (% / g)	PAU1 (% / g)	Toplam Kütle (g)
1	HAM IPK	364	-	-	364
2	IPK+%05KE1	345,8	5 / 18,2	-	364
3	IPK+%10KE1	327,6	10 / 36,4	-	364
4	IPK+%15KE1	309,4	15 / 54,6	-	364
5	IPK+%20KE1	291,2	20 / 72,8	-	364
6	IPK+%05SO1	345,8	5 / 18,2	-	364
7	IPK+%10SO1	327,6	10 / 36,4	-	364
8	IPK+%15SO1	309,4	15 / 54,6	-	364
9	IPK+%SO1	291,2	20 / 72,8	-	364
10	IPK+%05YE1	345,8	5 / 18,2	-	364
11	IPK+%10YE1	327,6	10 / 36,4	-	364
12	IPK+%15YE1	309,4	15 / 54,6	-	364
13	IPK+%20YE1	291,2	20 / 72,8	-	364
14	IPK+%05CAY1	345,8	5 / 18,2	-	364
15	IPK+%10CAY1	327,6	10 / 36,4	-	364
16	IPK+%15CAY1	309,4	15 / 54,6	-	364
17	IPK+%20CAY1	291,2	20 / 72,8	-	364
18	IPK+%05CAT1	345,8	5 / 18,2	-	364
19	IPK+%10CAT1	327,6	10 / 36,4	-	364
20	IPK+%15CAT1	309,4	15 / 54,6	-	364
21	IPK+%20CAT1	291,2	20 / 72,8	-	364
22	IPK+%10PAU1	364	-	10 / 36,4	400,4
23	IPK+%KE1+%05 PAU1	345,8	5 / 18,2	5 / 18,2	382,2
24	IPK+%YE1+%05 PAU1	345,8	5 / 18,2	5 / 18,2	382,2
25	IPK+%05SO1+%05 PAU1	345,8	5 / 18,2	5 / 18,2	382,2
26	IPK+%05CAY1+%05 PAU1	345,8	5 / 18,2	5 / 18,2	382,2
27	IPK+%05CAT1+%05 PAU1	345,8	5 / 18,2	5 / 18,2	382,2

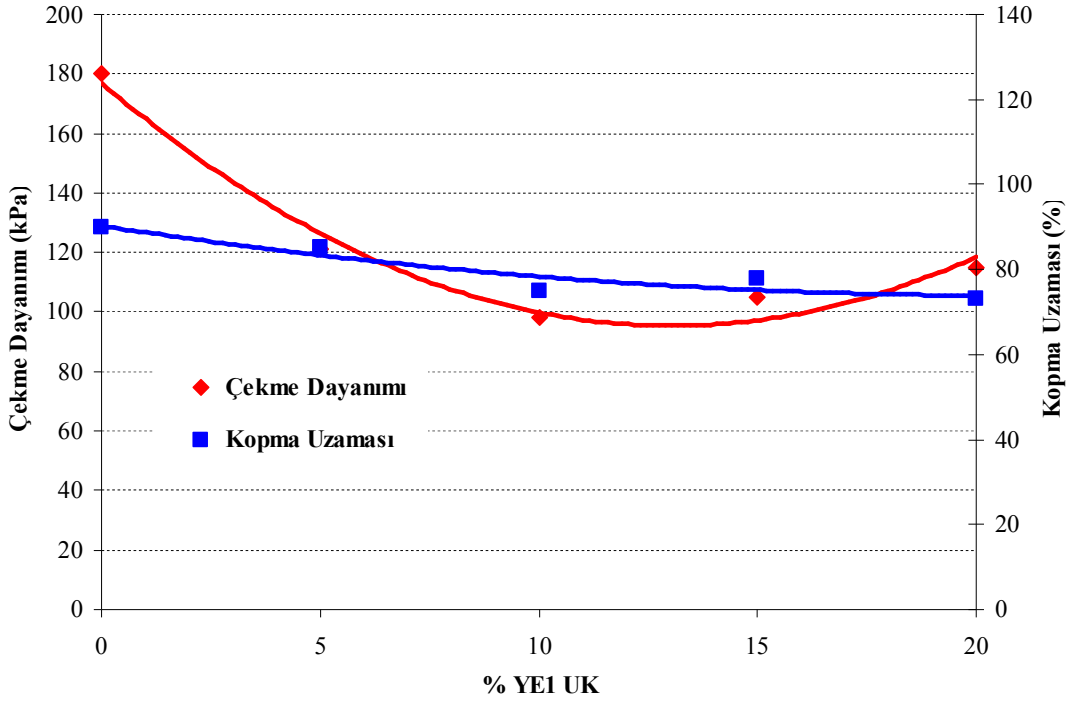
4.3.1 IPK esaslı kompozitlerin çekme deneyi sonuçları

IPK esaslı kompozit malzemelerde de çekme deneyleri EPK esaslı malzemelerdeki şekilde yapılmış ve sonuçları Şekil 4.48 – 4.52 arasındaki grafiklerde sunulmuştur. Çekme dayanımı ve kopma uzaması değerleri artan uçucu kül oranlarında düşme göstermiştir. Diğer poliüretan malzeme çeşitlerinde de görülen mekanik özelliklerdeki bu azalma inorganik dolgu maddelerinin genel olarak sebep olduğu etkilerdendir (Navarro ve diğ., 2012; Usman ve diğ., 2012; Latinwo ve diğ., 2010).

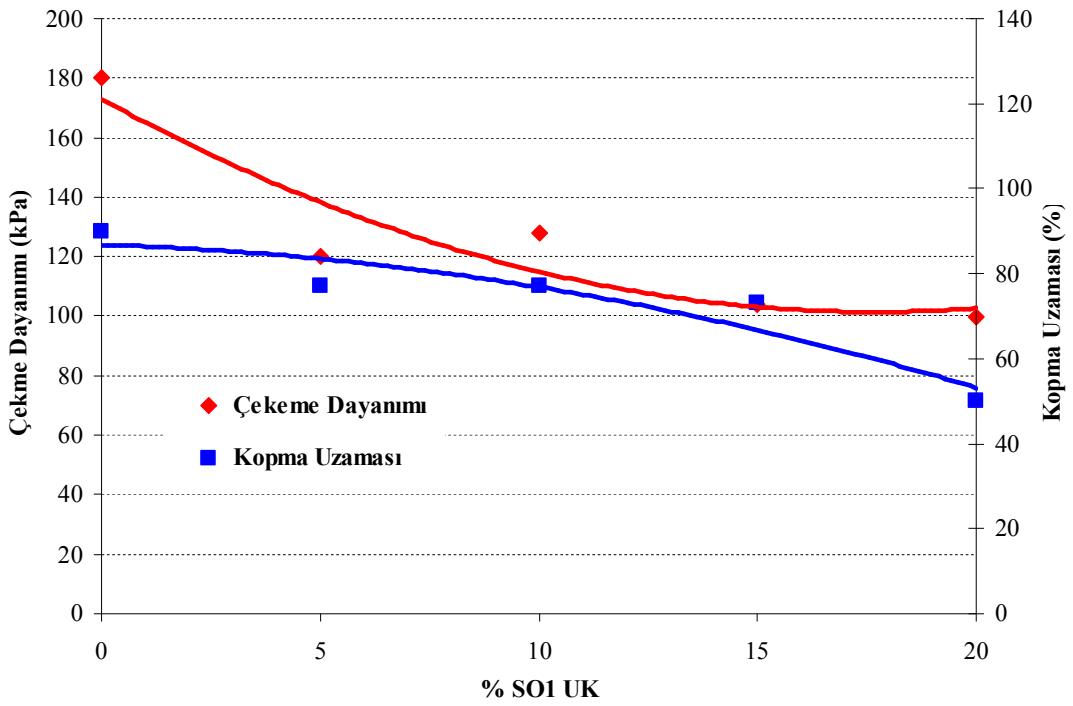
Şekil 4.53 ve Şekil 4.54'te yüzde oranlarına göre farklı uçucu kül dolgu maddelerinin etkileri karşılaştırılmıştır. Genel olarak IPK esaslı kompozit malzemelerde artan uçucu kül dolgu maddesi oranı ile çekme dayanımı ve kopma uzaması değerlerinde azalma olduğu görülmüştür. Burada dikkat çeken %5 oranında çekme dayanımında tüm uçucu kül dolgu maddesi kullanılan ürünlerde yaklaşık %30 oranında bir düşme görülmüş ve artan dolgu maddesi oranlarında da bu değerlere yakın sonuçlar görülmüştür. Kopma uzaması değerlerinde ise uçucu kül dolgu maddesi oranı arttıkça basamaklı bir şekilde azalma görülmektedir. %5 uçucu kül dolgu maddesi ve %5 PAU1 katkı maddesi kullanılan numunelerde yaklaşık %15 uçucu kül dolgu maddesi içeren numunelere benzer çekme deneyi sonuçları göstermişlerdir.



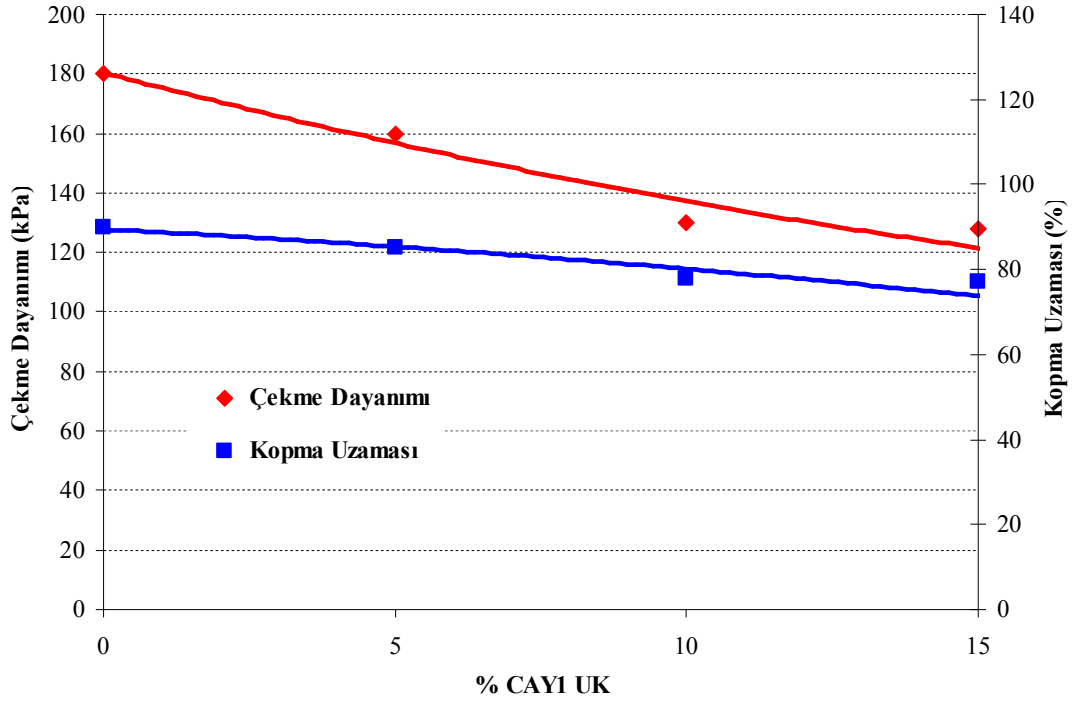
Şekil 4.48 : KE1 UK'ünün IPK malzemenin çekme dayanımı özelliklerine etkisi.



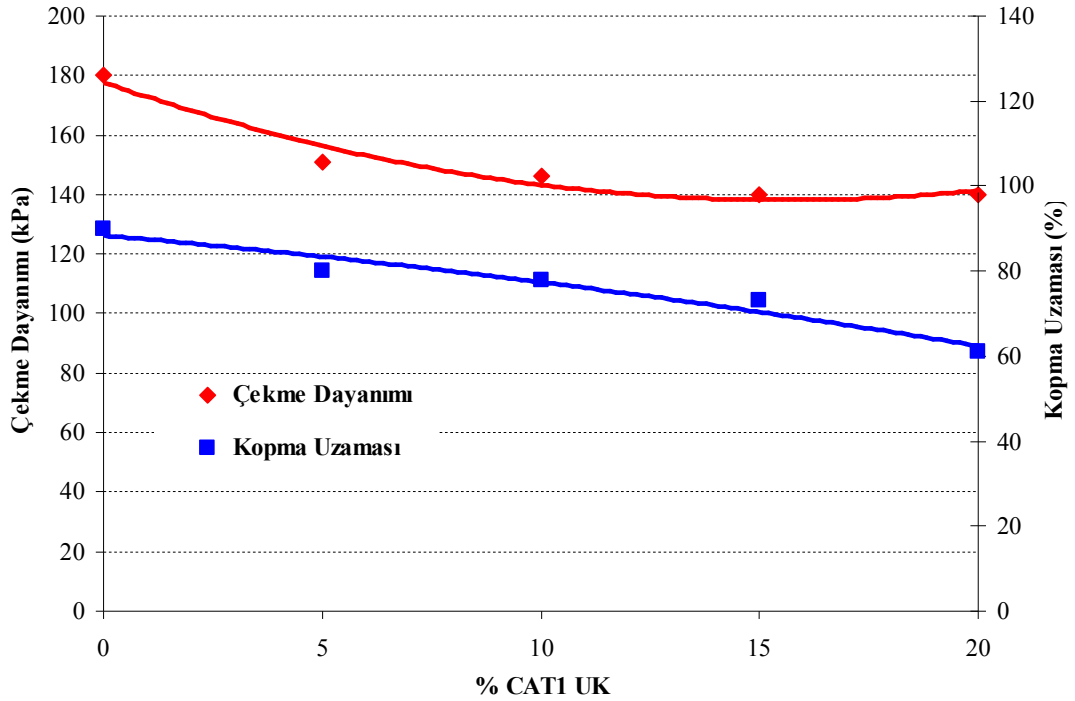
Şekil 4.49 : YE1 UK'ünün IPK malzemenin çekme dayanımı özelliklerine etkisi.



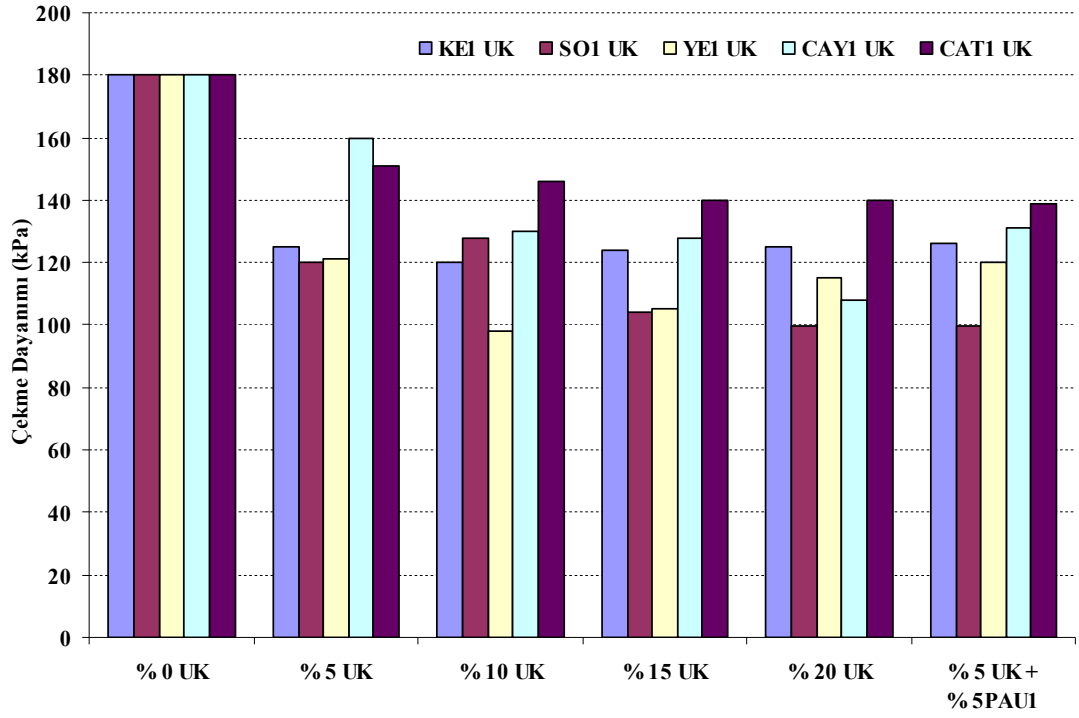
Şekil 4.50 : SO1 UK'ünün IPK malzemenin çekme dayanımı özelliklerine etkisi.



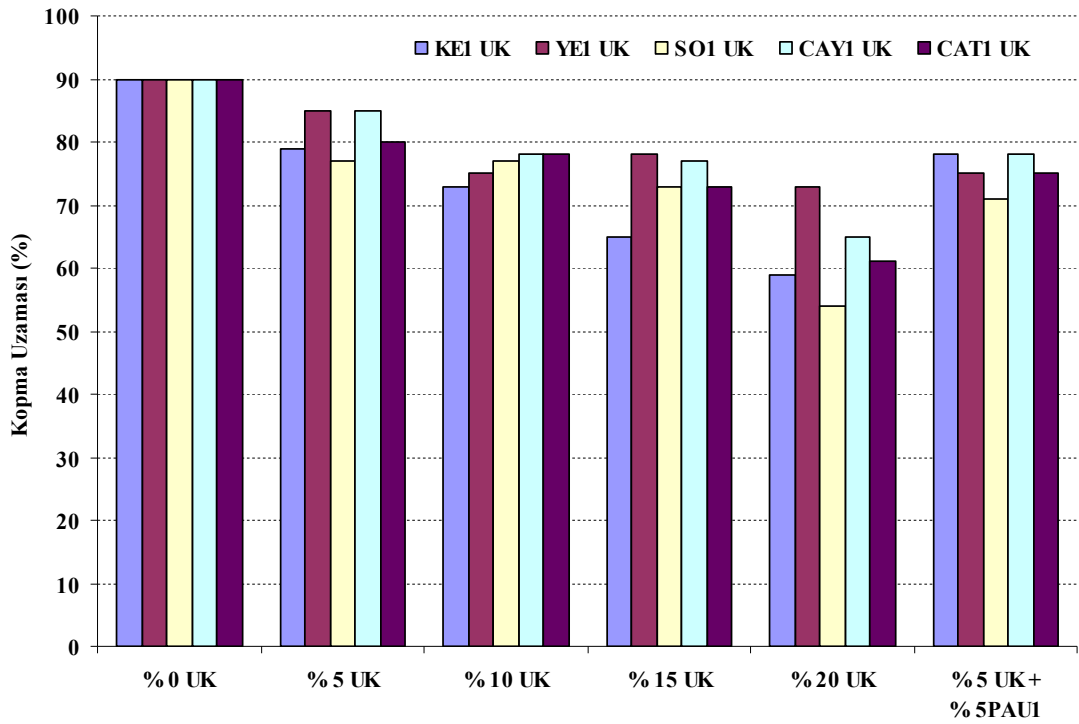
Şekil 4.51 : CAY1 UK'ünün IPK malzemenin çekme dayanımı özelliklerine etkisi.



Şekil 4.52 : CAT1 UK'ünün IPK malzemenin çekme dayanımı özelliklerine etkisi.



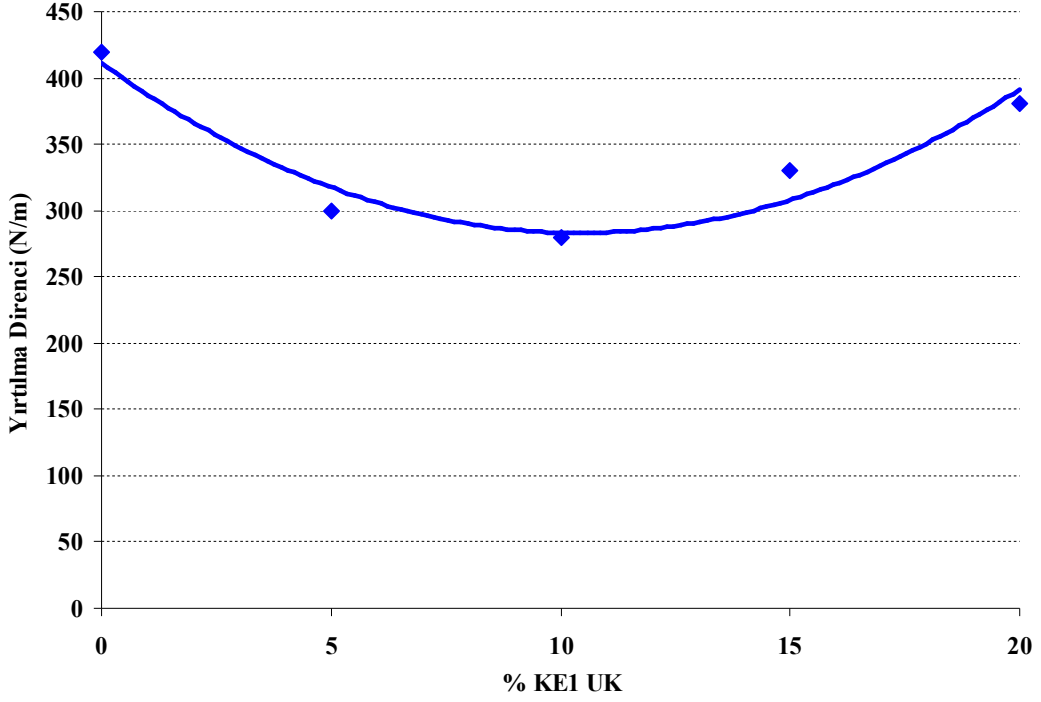
Şekil 4.53 : UK'ün IPK malzemenin çekme dayanımına etkisi.



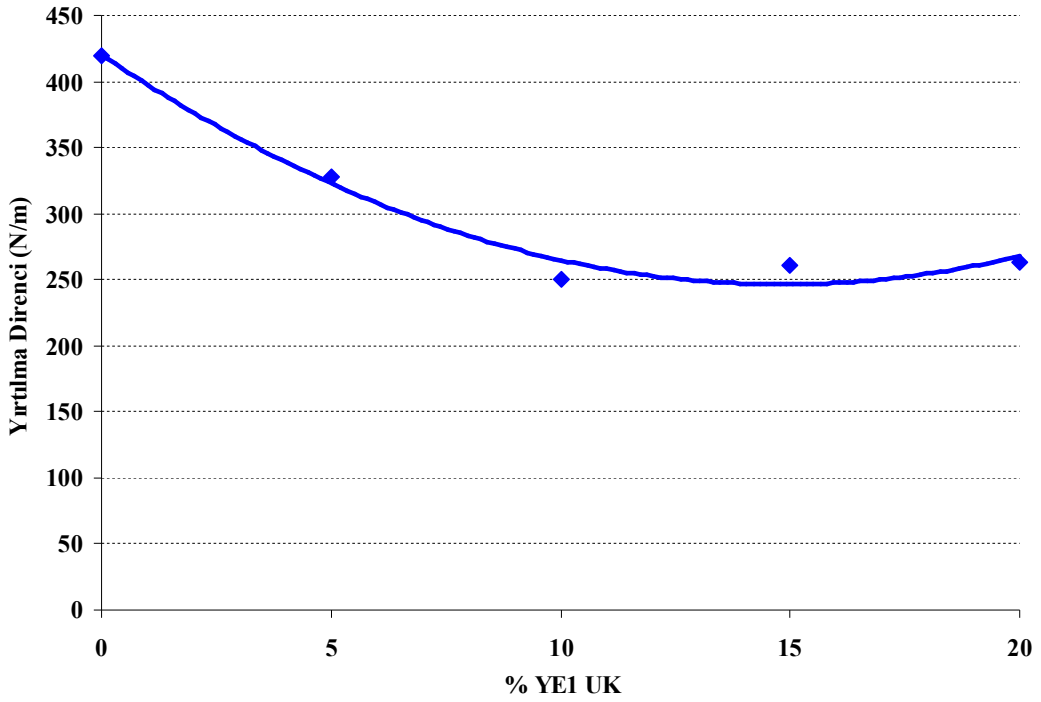
Şekil 4.54 : UK'ün IPK malzemenin kopma uzamasına etkisi.

4.3.2 IPK esaslı kompozitlerin yırtılma deneyi sonuçları

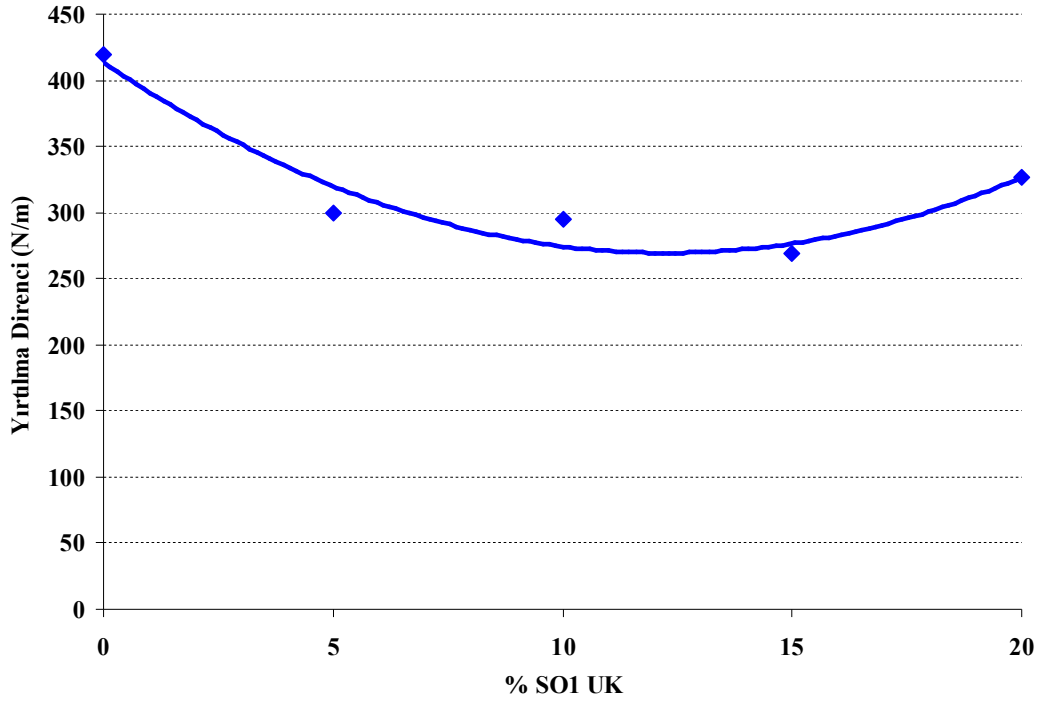
IPK malzemelerin yırtılma testleri standartta belirtildiği şekilde yapılarak sonuçlar Şekil 4.55 – 4.59 arasında sunulmuştur. Artan uçucu kül dolgu maddesi oranı ile yaklaşık %30'luk bir düşme gözlemlenmiştir.



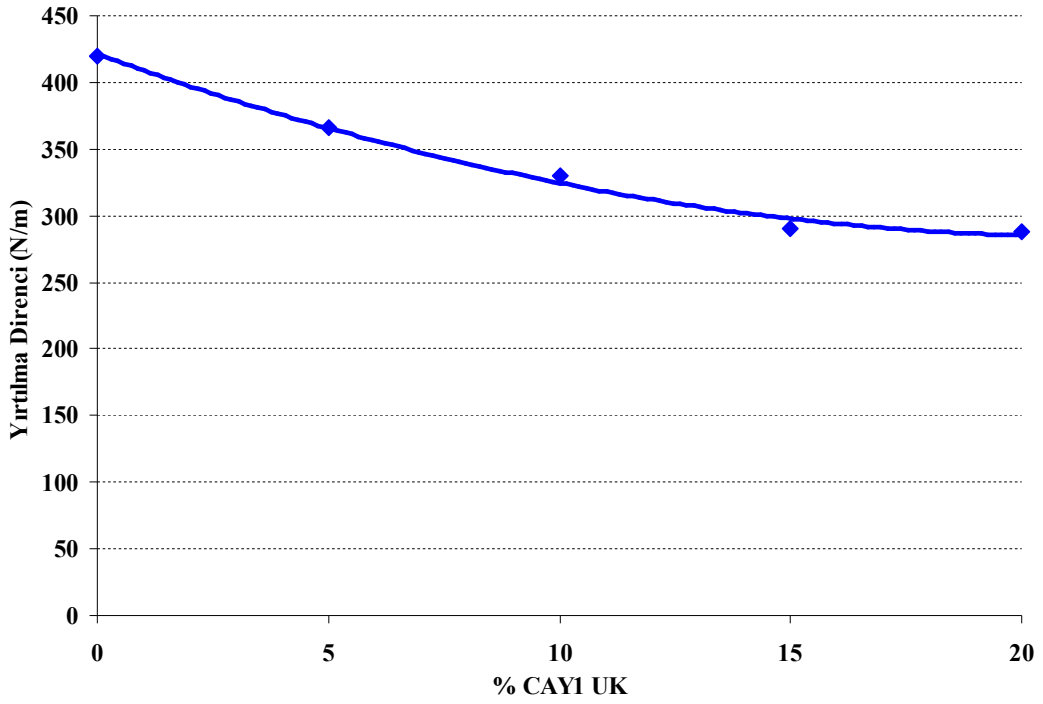
Şekil 4.55 : KE1 UK'nün IPK malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.



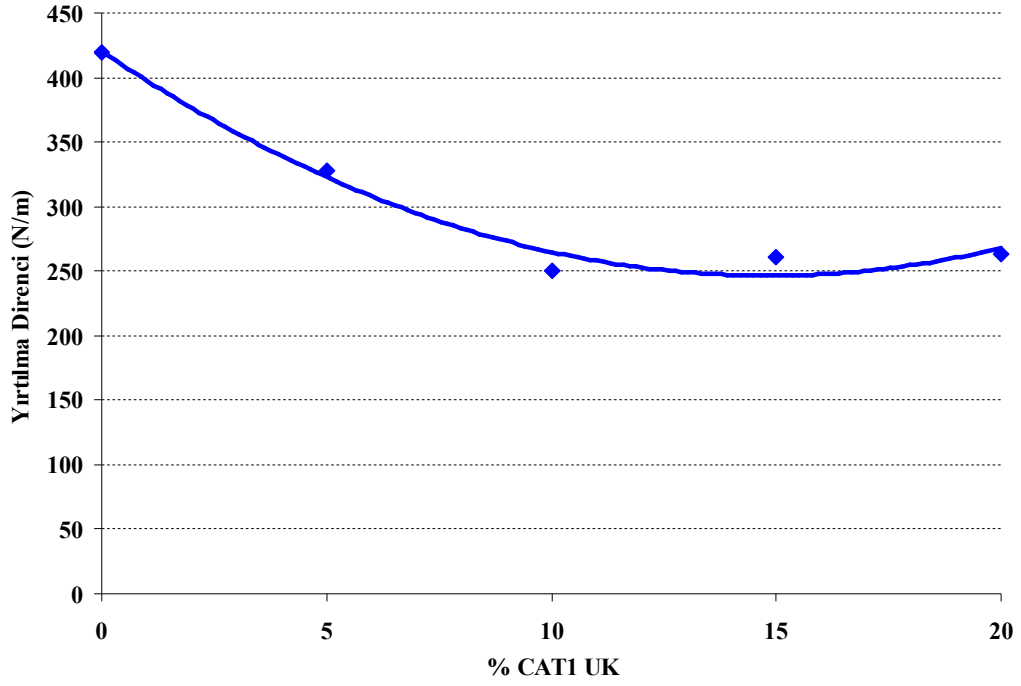
Şekil 4.56 : YE1 UK'nün IPK malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.



Şekil 4.57 : SO1 UK'ünün IPK malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.

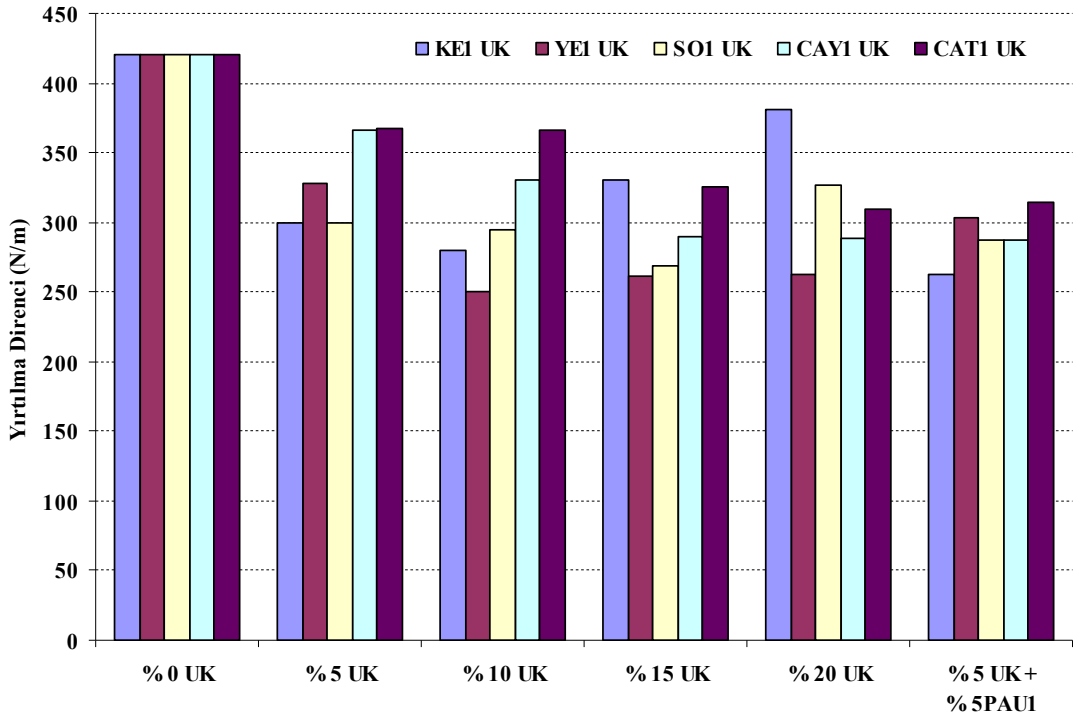


Şekil 4.58 : CAY1 UK'ünün IPK malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.



Şekil 4.59 : CAT1 UK'ünün IPK malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.

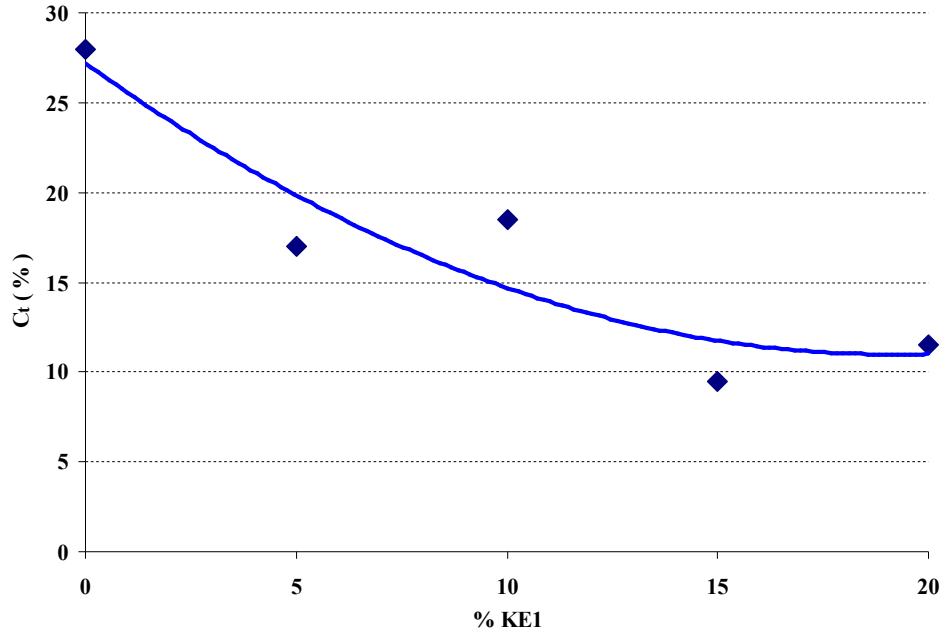
IPK esaslı kompozit malzemelerin çekme dayanımlarında da gözlemlendiği gibi yırtılma dayanımlarında da %5 uçucu kül dolgu maddesi kullanılan numunelerde yaklaşık %30 oranında bir düşüş görülmüş, artan uçucu kül dolgu maddesi oranlarında ise %5'lik uçucu kül dolgu maddesi içeren numunelere yakın değerler elde edilmiştir.



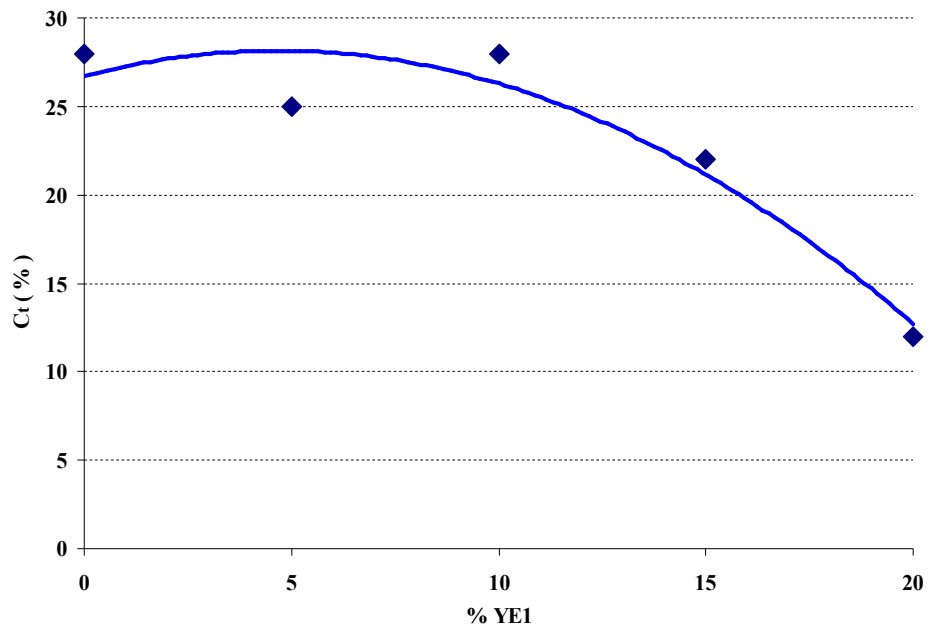
Şekil 4.60 : UK'ün IPK malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.

4.3.3 IPK esaslı kompozitlerin sabit deformasyon basma deneyi sonuçları

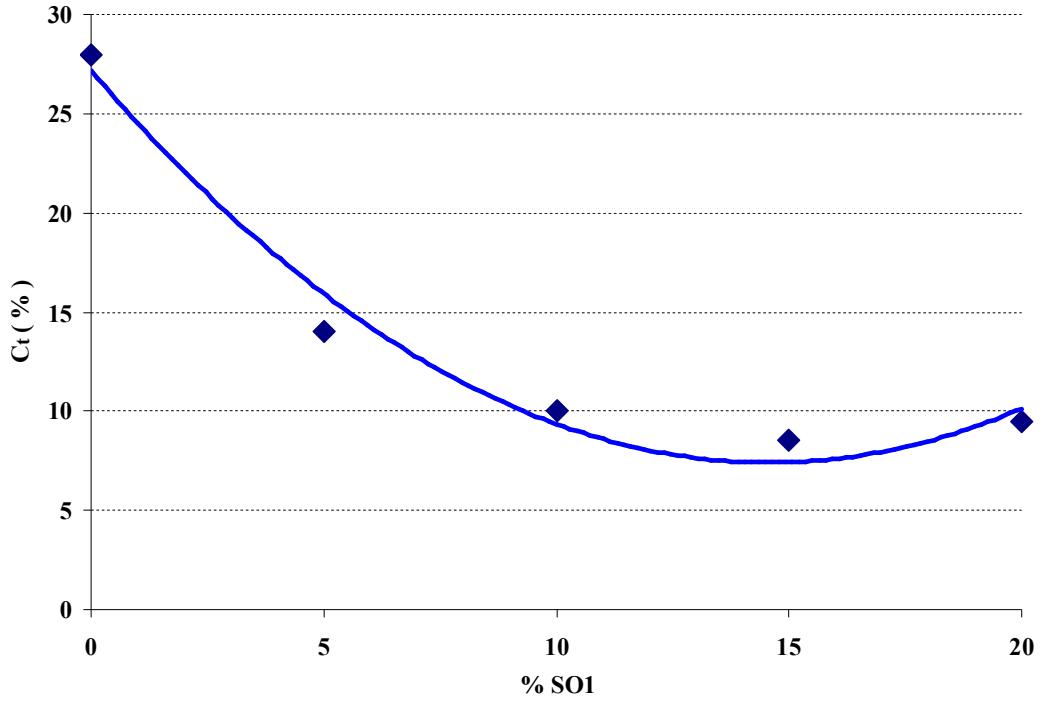
Farklı uçucu kül takviyeli IPK esaslı kompozit malzemelerin sabit deformasyon basma deneyi sonucunda bulunan C_t değerleri Şekil 4.61 – 4.65 arasında verilmiştir. IPK esaslı malzemelerde artan uçucu kül dolgu maddesi oranlarında, CAT1 uçucu külü hariç malzemelerin geri gelme kabiliyetinde iyileşme olduğu anlaşılmaktadır.



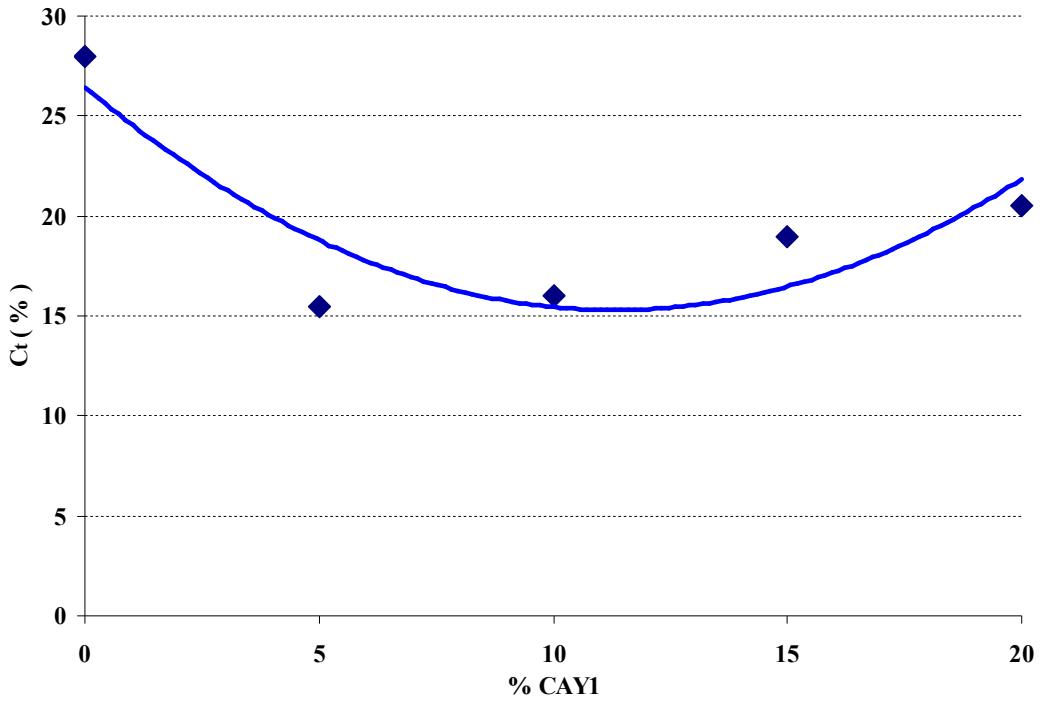
Şekil 4.61 : KE1 UK'ünün IPK malzemenin % C_t değerine etkisi.



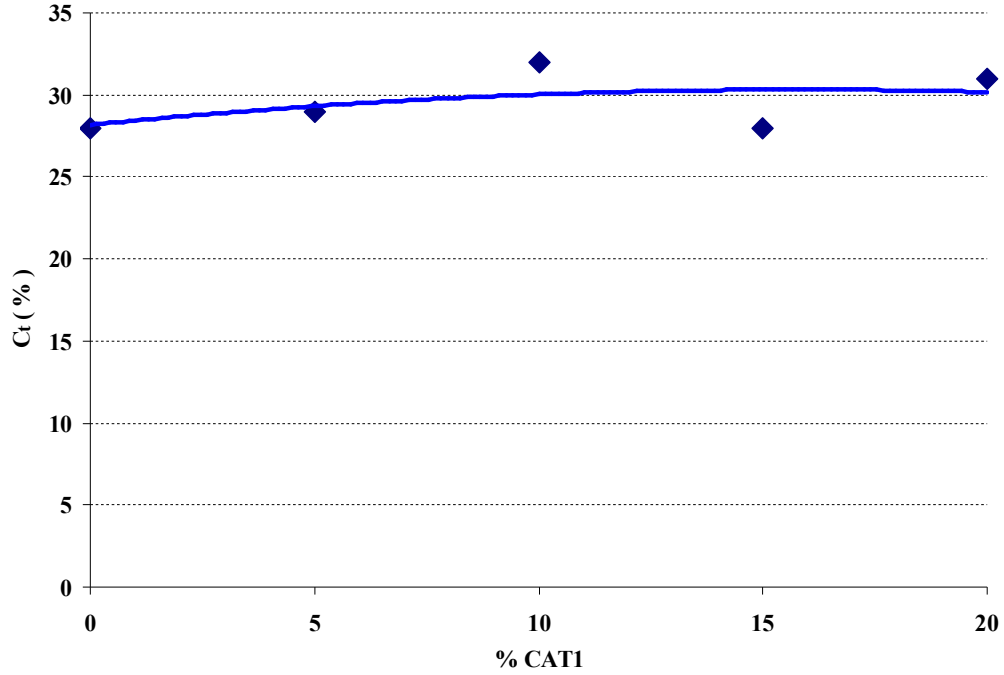
Şekil 4.62 : YE1 UK'ünün IPK malzemenin % C_t değerine etkisi.



Şekil 4.63 : SO1 UK'ünün IPK malzemenin %C_t değerine etkisi.

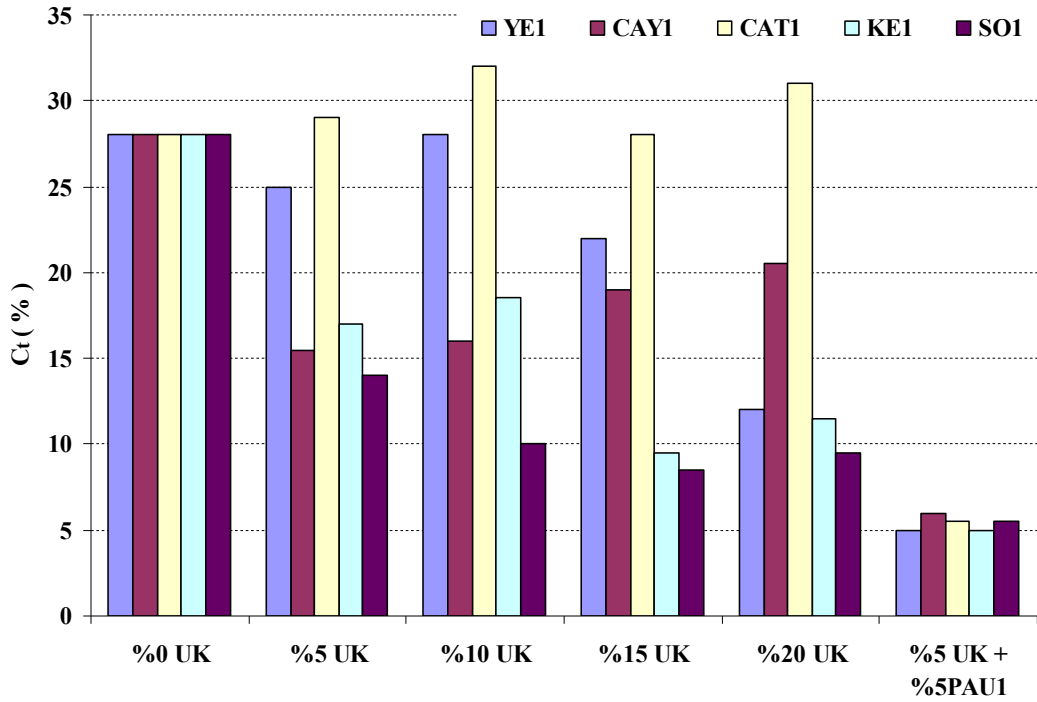


Şekil 4.64 : CAY1 UK'ünün IPK malzemenin %C_t değerine etkisi.



Şekil 4.65 : CAT1 UK'ünün IPK malzemenin %C_t değerine etkisi.

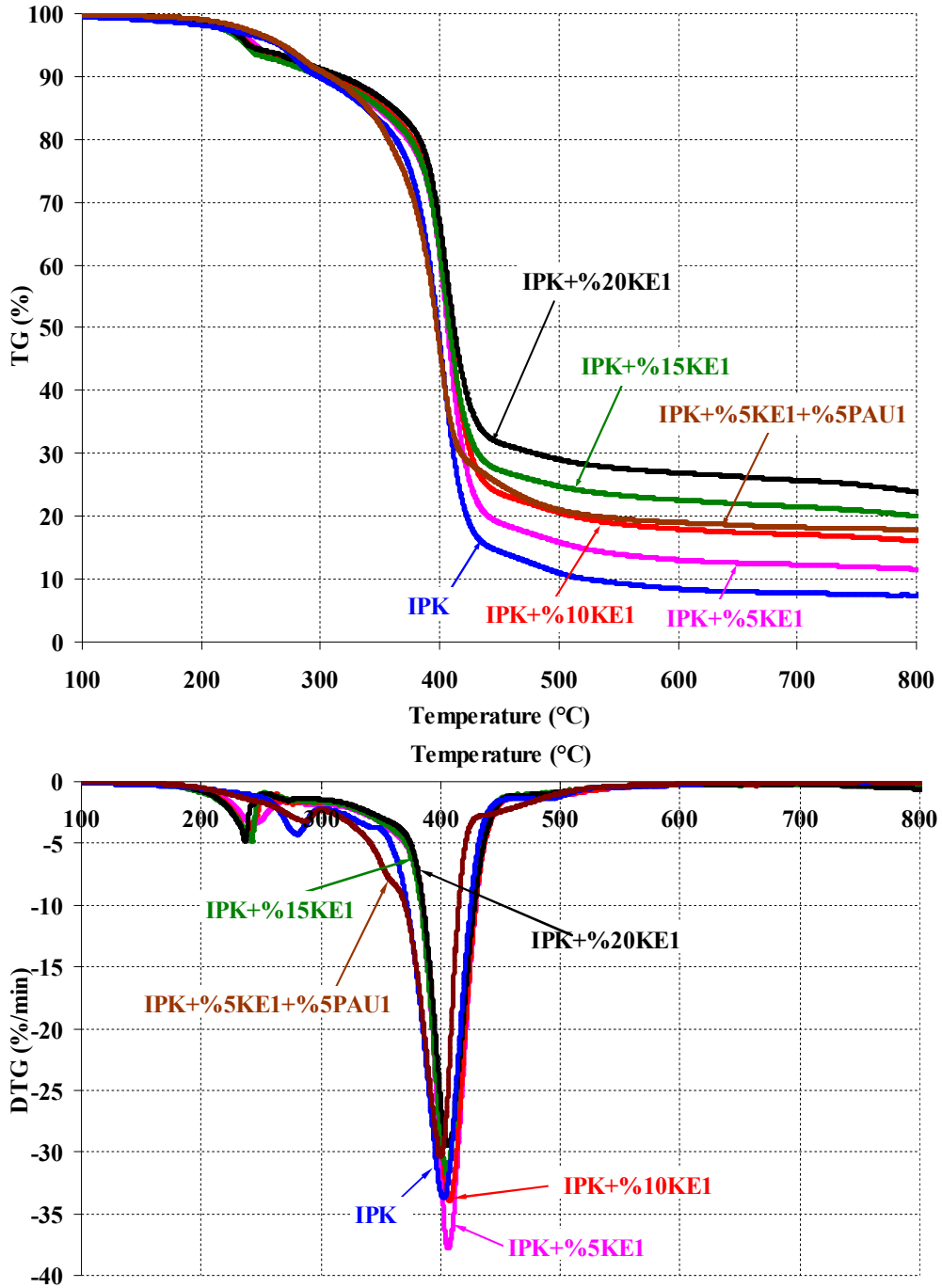
Yüzde olarak farklı uçucu kül dolgu maddeleri kıyaslandığında CAT1 uçucu külü dışındaki uçucu küllerde %40'luk iyileşme olduğu gözlenmektedir (Şekil 4.66). Uçucu kül dolgu maddesi ve PAU1 katkı maddesi kullanılan numunelerde ise %28 olan kalıcı şekil değiştirme oranı yaklaşık %5 değerine düşmüştür.



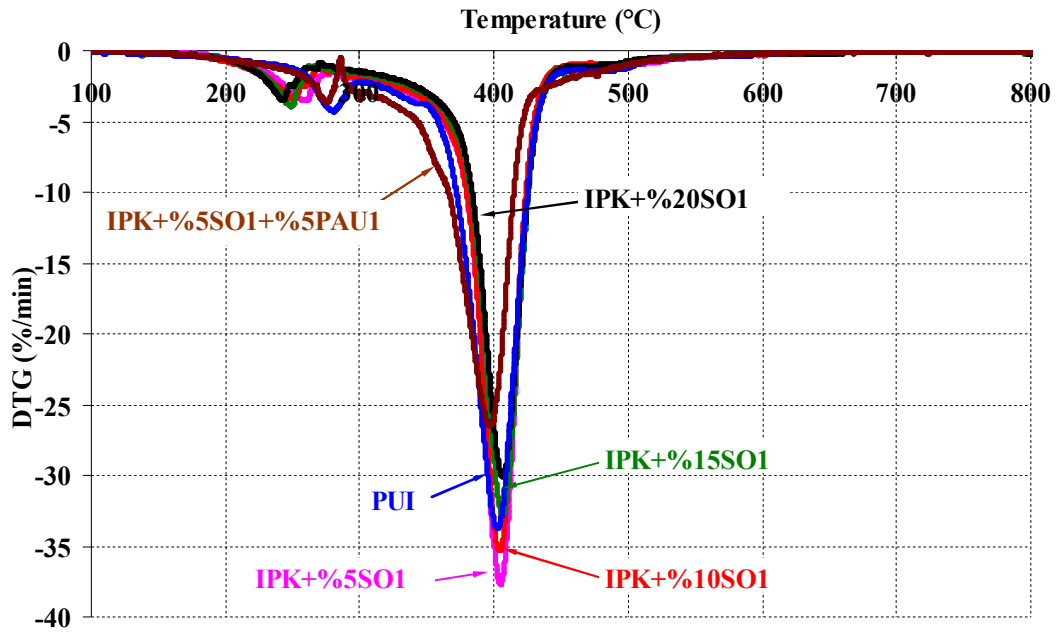
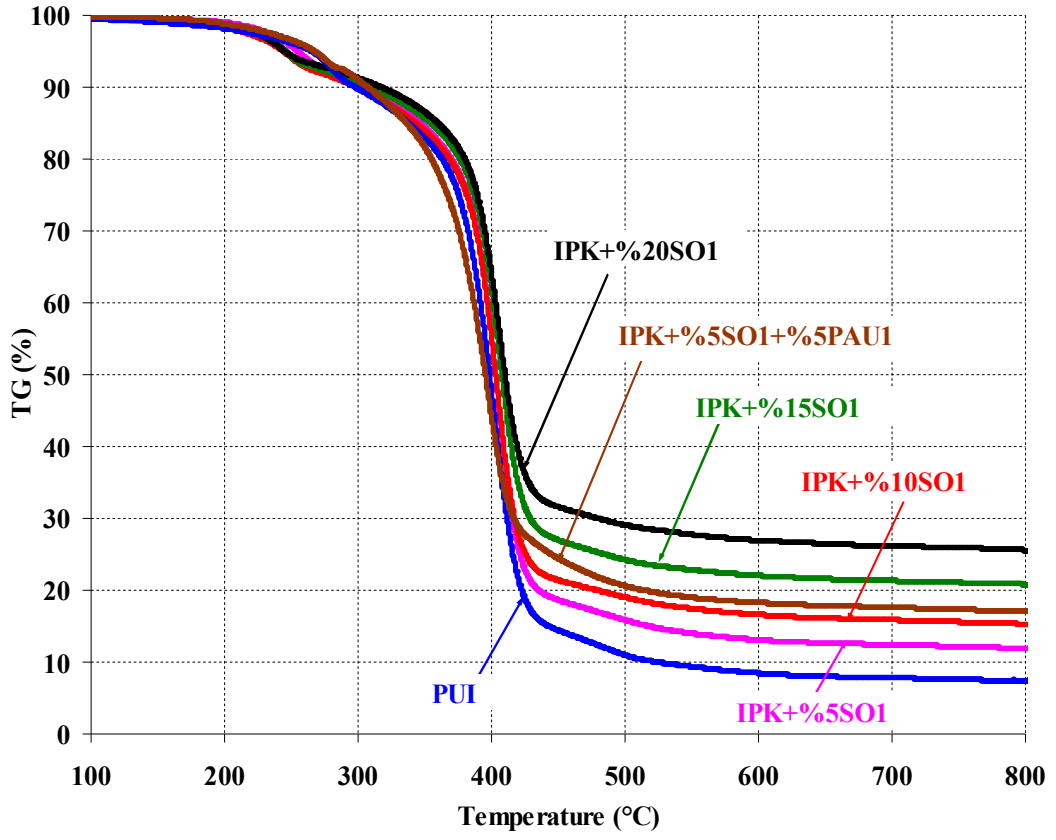
Şekil 4.66 : UK'ün IPK malzemenin yırtılma %C_t değerine etkisi.

4.3.4 IPK esaslı kompozitlerin TG analiz sonuçları

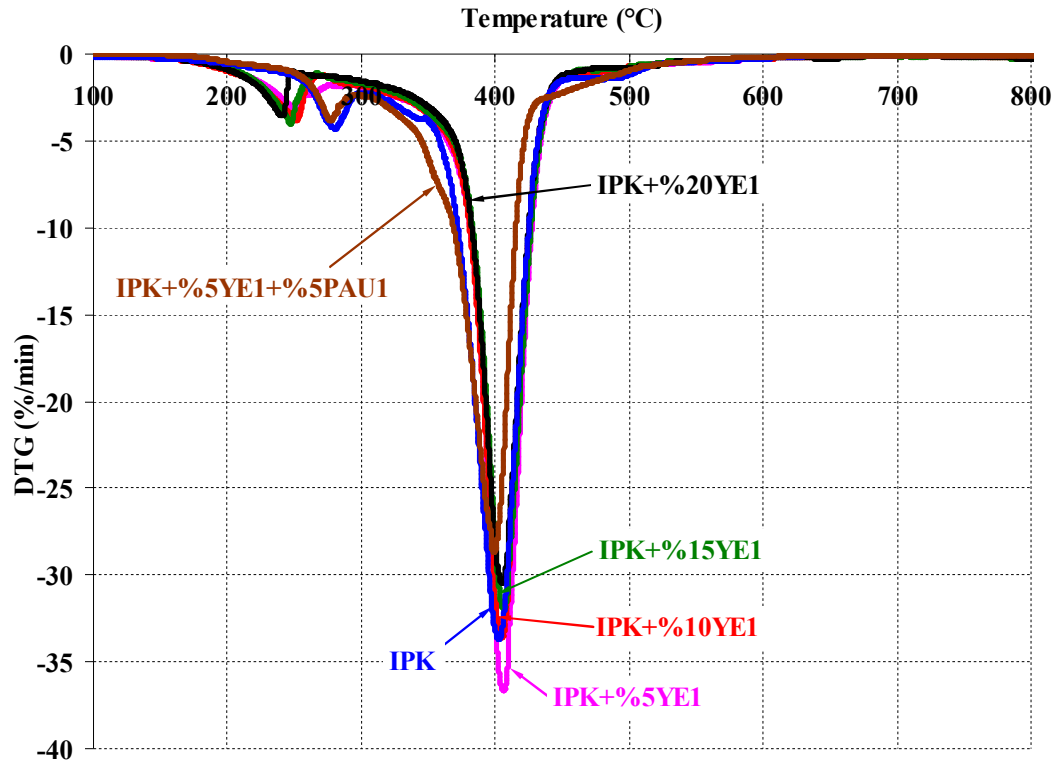
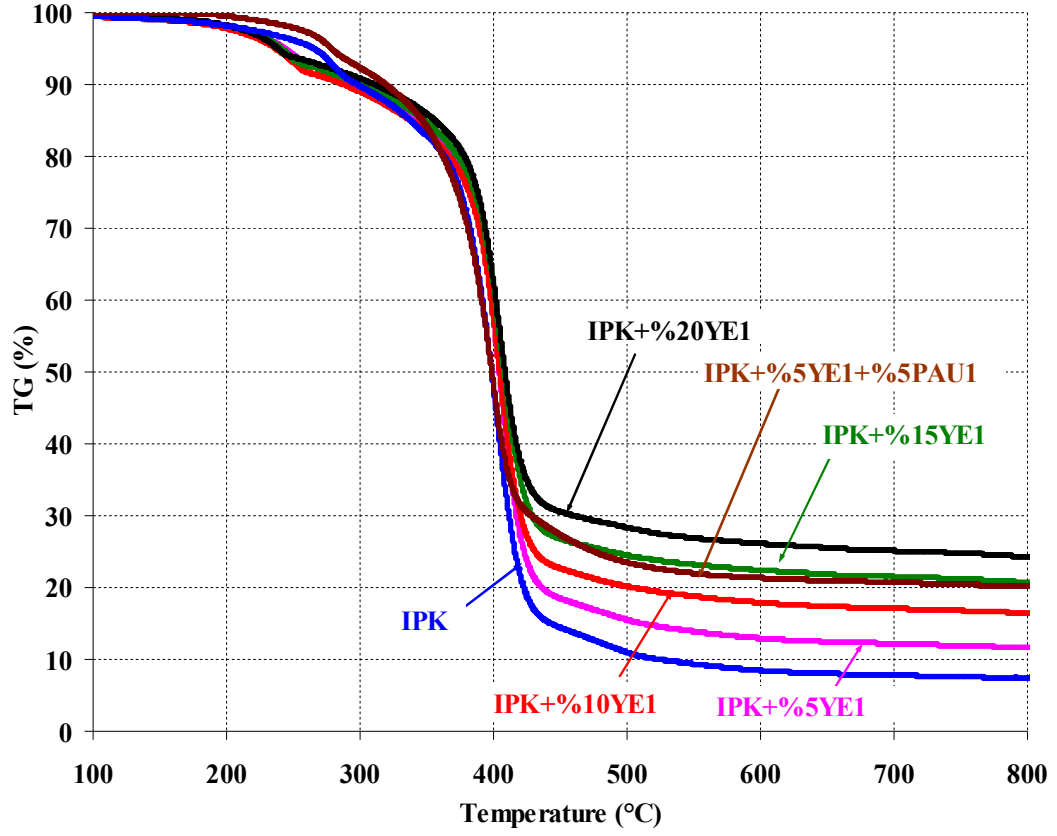
Uçucu kül dolgu maddesi kullanılarak hazırlanmış IPK esaslı kompozit malzemelerin TG ve DTG eğrileri Şekil 4.67 – 4.71 arasında görülmektedir. IPK esaslı kompozit malzemelerin TG eğrileri incelendiğinde uçucu kül dolgu maddesi oranı arttıkça kalan kütle miktarlarının arttığı, DTG eğrilerindeki maksimumu sıcaklık değerlerinin ise çok değişiklik göstermediği tespit edilmiştir.



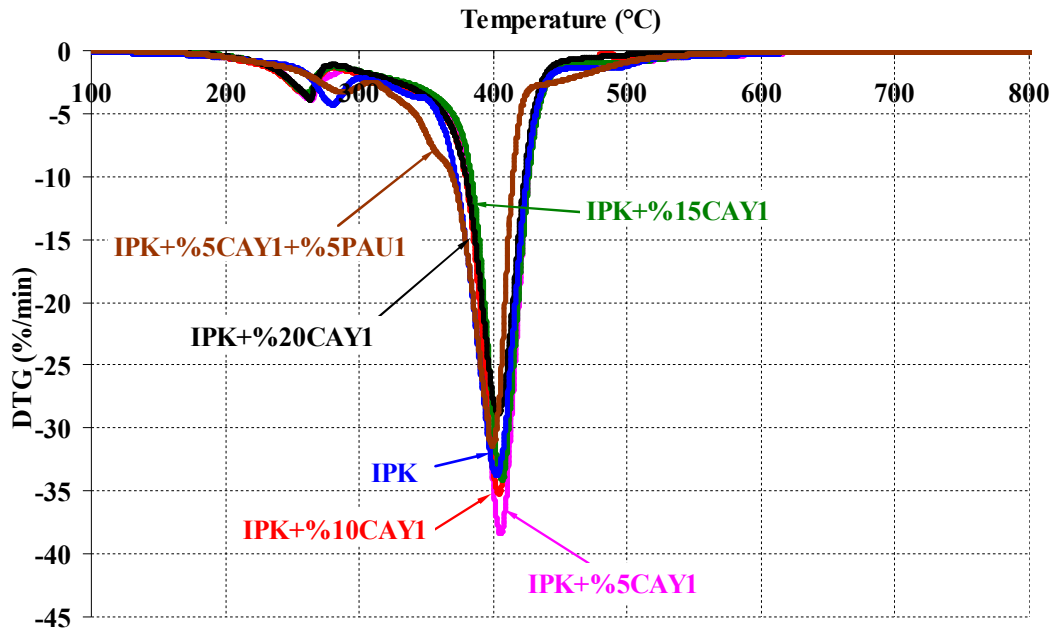
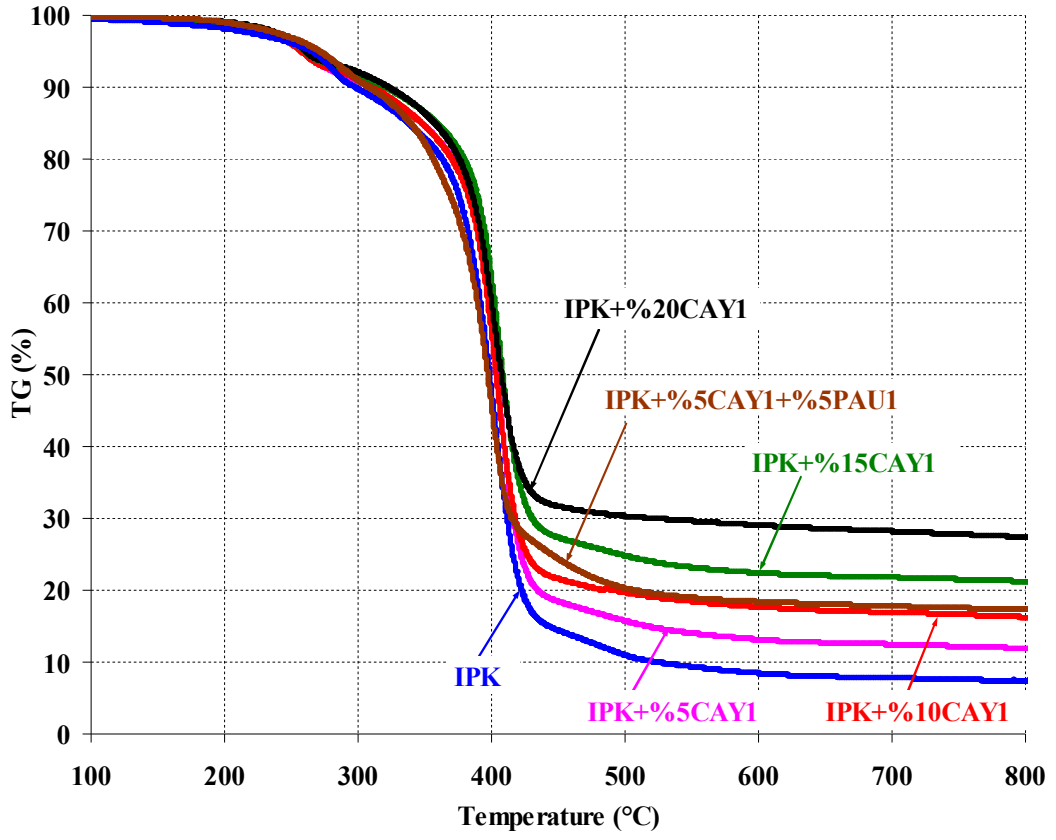
Şekil 4.67 : KE1 UK eklenmiş IPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.



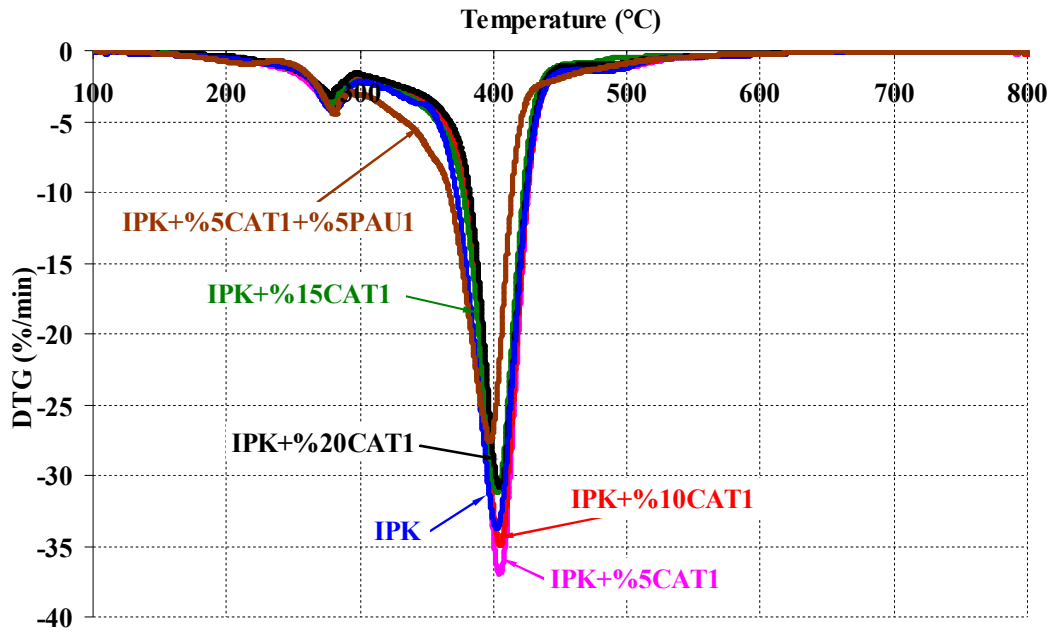
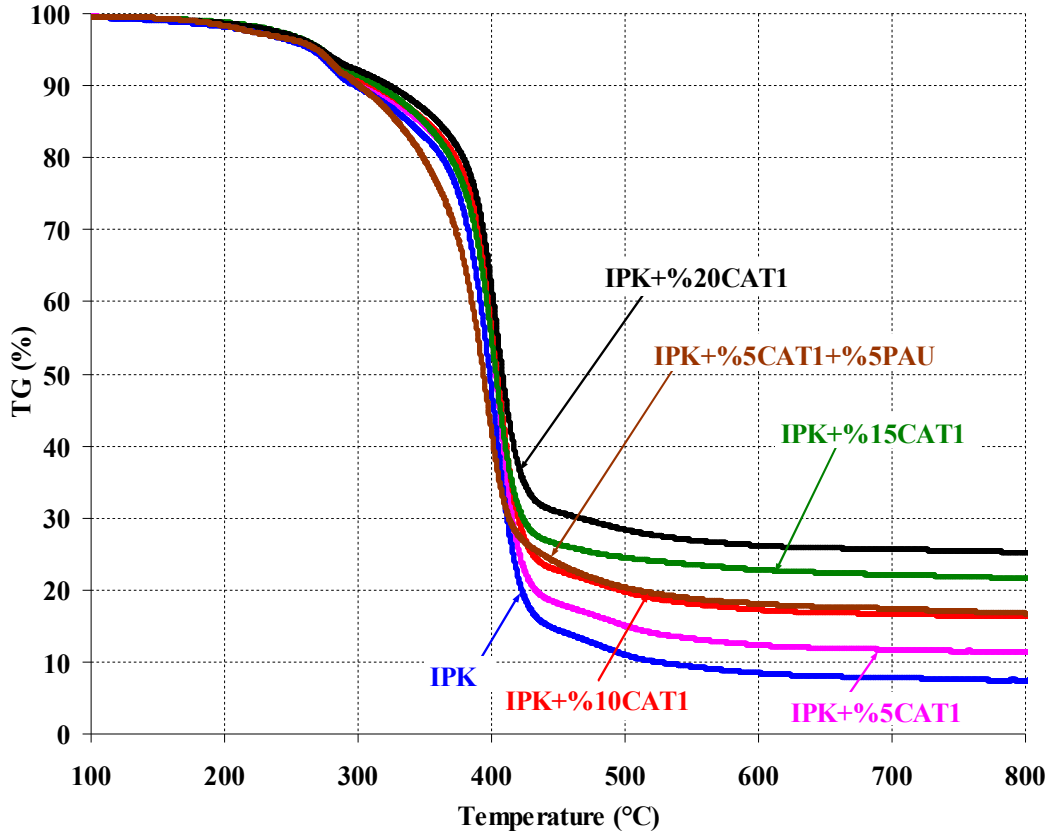
Şekil 4.68 : SO1 UK eklenmiş IPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.



Şekil 4.69 : YE1 UK eklenmiş IPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.



Şekil 4.70 : CAY1 UK eklenmiş IPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.



Şekil 4.71 : CAT UK eklenmiş IPK malzemelerin TGA ve DTG eğrileri.

4.4 Termoplastik Poliüretan(TPU) Esaslı Kompozitlerin Test Sonuçları

TPU esaslı kompozit malzeme grubunda %5 ve %10 oranlarında uçucu küller eklenerek numuneler üretilmiştir. Polimer malzeme olarak olarak %95 TPU ve %5 PP karıştırılarak kullanılmıştır. Uçucu kül ve APP tanecikleri silikon yağlayıcı kullanarak granürler üzerine tutturulmuş ve plastik enjeksiyon makinesi kullanılarak karıştırılarak kalıba enjekte edilmiştir. Numune listesi Tablo 4.4’de verilmiştir.

Tablo 4.4 : TPU esaslı kompozit malzeme üretim tablosu.

S. N.	Kod	TPU C90A (g)	PP (g)	UK (% / g)	APP (% / g)	Toplam Kütle (g)
1	TPU-HAM	950	50	-	-	1000
2	TPU+%05CAT1	950	50	5 / 50	-	1050
3	TPU+%05SO1	950	50	10 / 100	-	1100
4	TPU+%05CAY1	950	50	5 / 50	-	1050
5	TPU+%05KE1	950	50	10 / 100	-	1100
6	TPU+%05YE1	950	50	5 / 50	-	1050
7	TPU+%10CAT1	950	50	10 / 100	-	1100
8	TPU+%10SO1	950	50	5 / 50	-	1050
9	TPU+%10CAY1	950	50	10 / 100	-	1100
10	TPU+%10KE1	950	50	5 / 50	-	1050
11	TPU+%10YE1	950	50	10 / 100	-	1100
12	TPU+%10APP	950	50	-	10 / 100	1100
13	TPU+%5APP+%5KE1	950	50	5 / 50	5 / 50	1100
14	TPU+%5APP+%5YE1	950	50	5 / 50	5 / 50	1100
15	TPU+%5APP+%5SO1	950	50	5 / 50	5 / 50	1100
16	TPU+%5APP+%5CAY1	950	50	5 / 50	5 / 50	1100
17	TPU+%5APP+%5CAT1	950	50	5 / 50	5 / 50	1100

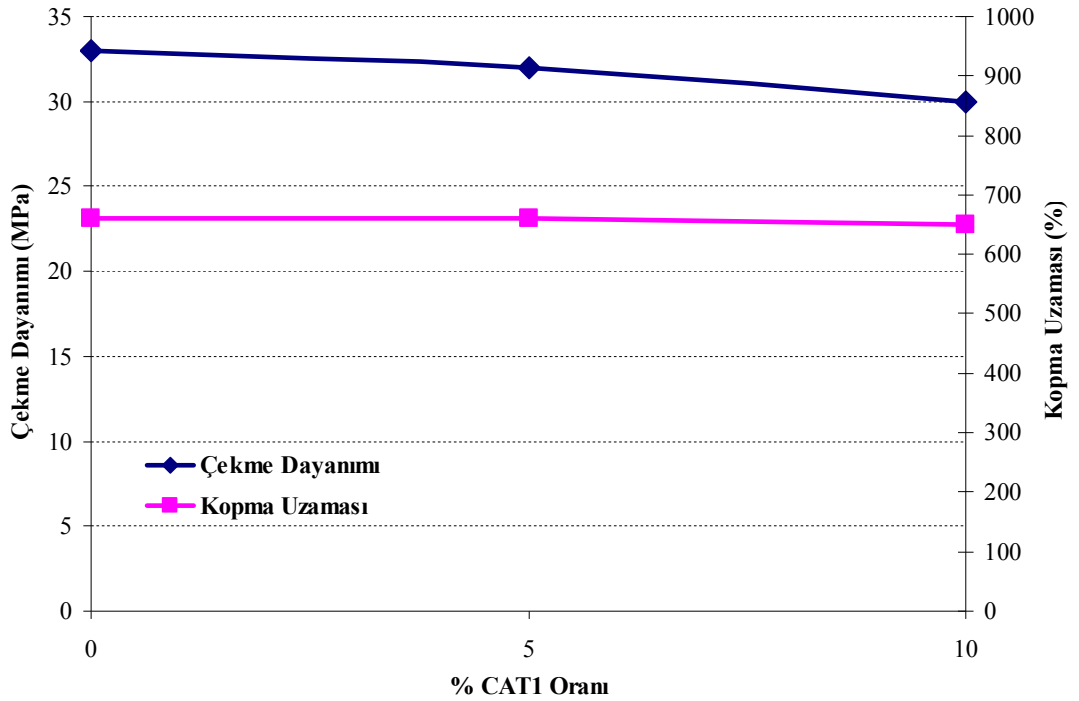
4.4.1 TPU esaslı kompozitlerin çekme deneyi sonuçları

Termoplastik poliüretan (TPU) malzemelerin çekme deneyleri, genel plastik malzemeler için çekme deneylerini tanımlayan ASTM D 638 standardı ve elastomer malzemelerin çekme deneylerini tanımlayan ASTM D 412 standardına uygun olarak yapılmıştır. İki standardın da ortak kullandıkları numune tipi seçilerek, plastik enjeksiyon kalıbı hazırlanmış ve enjeksiyon kalıbın ile üretilen numunelerle deneyler yapılmıştır.

Şekil 4.72 – 4.76 arasında farklı uçucu kül dolgu maddelerinin TPU esaslı kompozit malzemelere, dolgu maddesi oranına göre çekme dayanımı ve kopma uzamasına etkileri gösterilmiştir. Şekil 4.77 ve Şekil 4.78’de tüm sonuçlar yüzde dolgu oranlarına göre karşılaştırmalı olarak görülebilmesi için toplu olarak sunulmuştur.

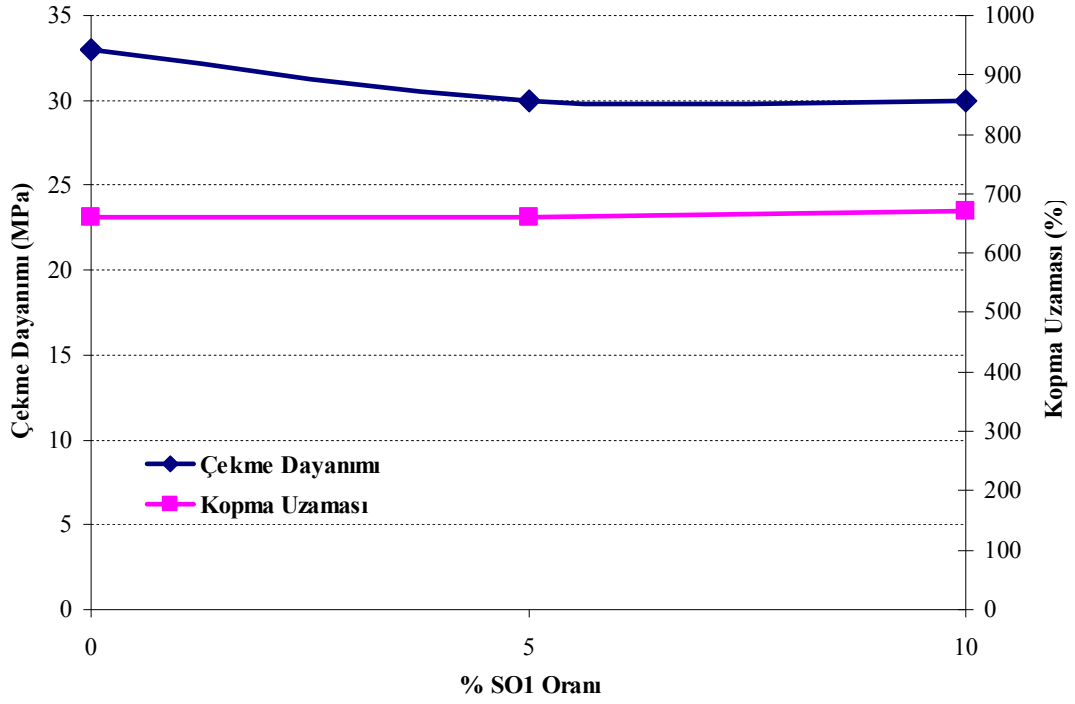
TPU esaslı kompozit malzemelerin çekme dayanımı ve kopma uzaması sonuçları değerlendirildiğinde dolgu maddesi oranları ile çekme dayanımında bir miktar düşme görülmekle birlikte kopma uzamalarında artış olduğu tespit edilmiştir. Uçucu küllerin farklı kimyasal yapıya sahip olmasının TPU esaslı malzemelerin çekme davranışlarını etkilemede dikkate değer bir farklılık oluşturmadığı anlaşılmaktadır. %10 uçucu kül dolgu maddesi kullanılan numunelerde çekme dayanımında yaklaşık %10'luk bir düşme görülürken, uçucu kül ve alev geciktirici olarak eklenen APP'nin kullanıldığı ürünlerde %30 oranında azalma görülmüştür.

Termoplastik malzemelerde mikro boyutlardaki dolgu maddeleri ile daha etkili sonuçlar elde edilebilmesi için daha yüksek oranlarda kullanımı gereklidir (Jiao ve diğ., 2009). Ancak dolgu maddelerinin, termoplastik polimer malzeme içerisine homojen bir şekilde dağılım sağlanabilmesi için karışımın, çift vidalı ekstrüderden geçirme veya sıcak karıştırma gibi karışım ham madde hazırlama işlemlerinden geçirilmelidir (Rama ve Rai, 2010; Satapathy ve diğ., 2010). Böylece daha yüksek oranlarda dolgu maddesi kullanılan üretimlerle, hem yüksek polimer malzeme maliyetinden daha fazla tasarruf sağlanabilecek hemde dolgu maddelerinin diğer mekanik ve termal özelliklere etkileri daha hissedilir olacaktır.

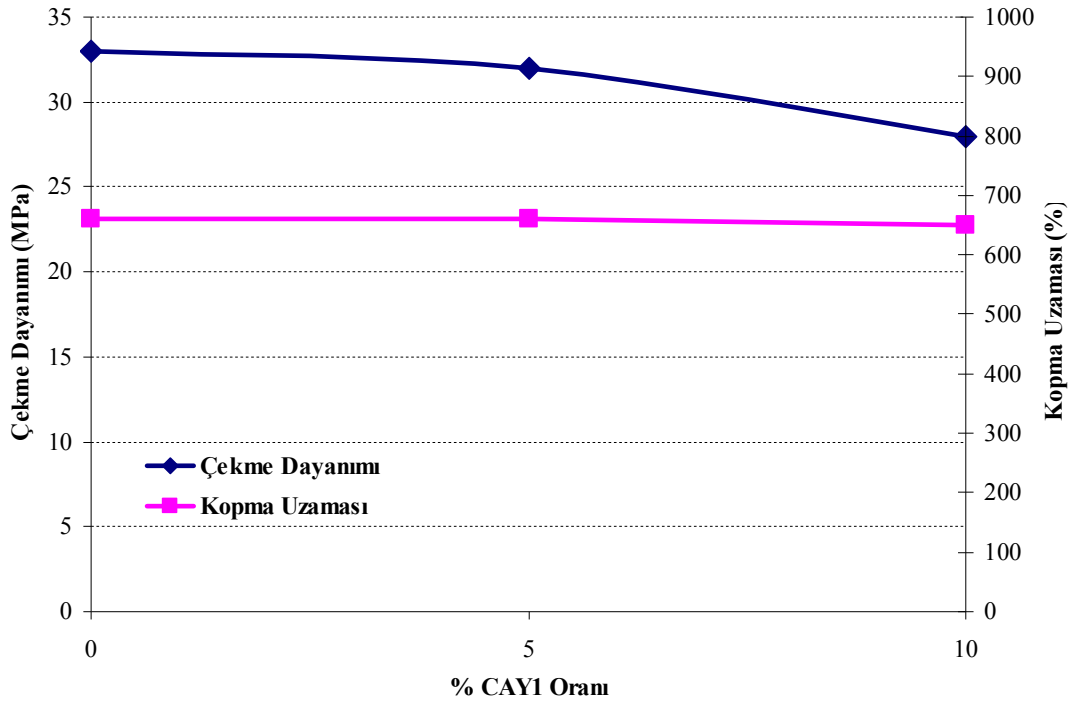


Şekil 4.72 : CAT1 UK'ünün TPU'nın çekme dayanımı özelliklerine etkisi.

Ayrıca özellikle inorganik dolgu maddelerinin yüzeyleri çeşitli işlemler ile modifiye edilerek polimer malzeme ile daha iyi uyum sağlayacak hale getirilerek olumlu sonuçlar elde edilebilir (Wu ve diğ., 2006).

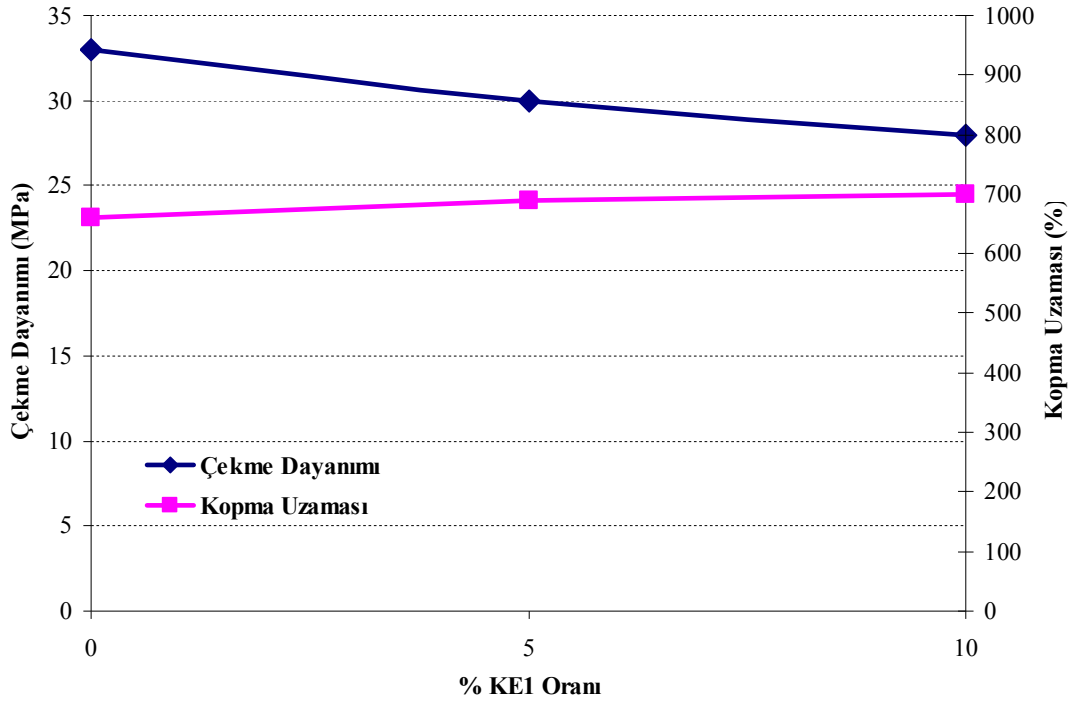


Şekil 4.73 : SO1 UK'ünün TPU'nın çekme dayanımı özelliklerine etkisi.

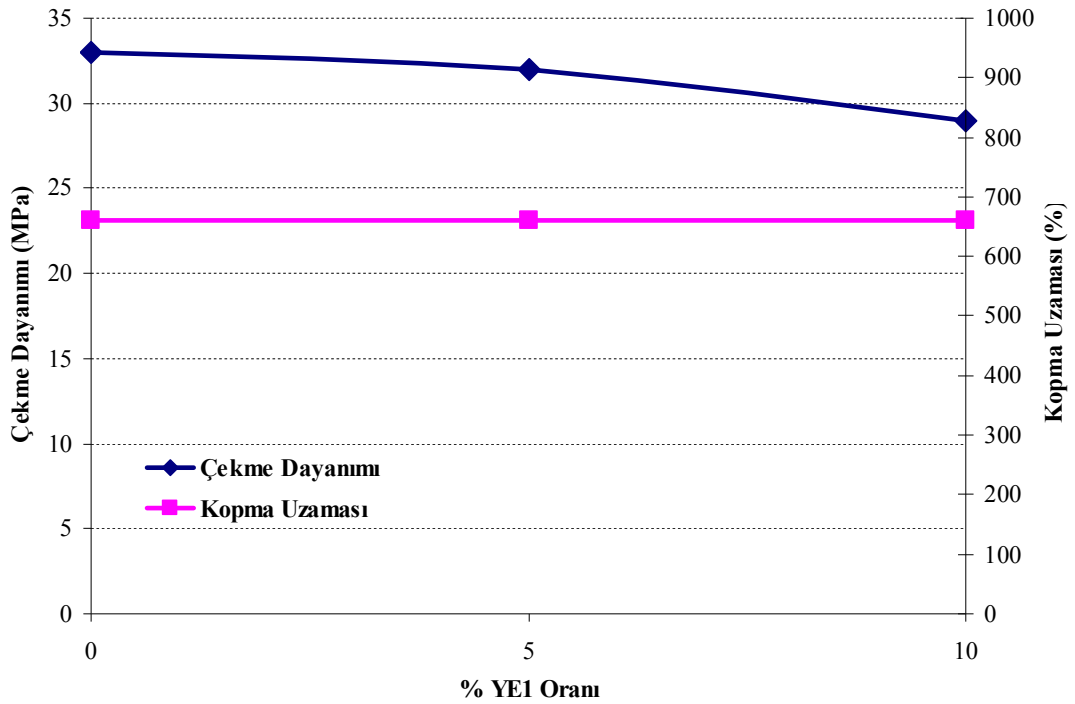


Şekil 4.74 : CAY1 UK'ünün TPU'nın çekme dayanımı özelliklerine etkisi.

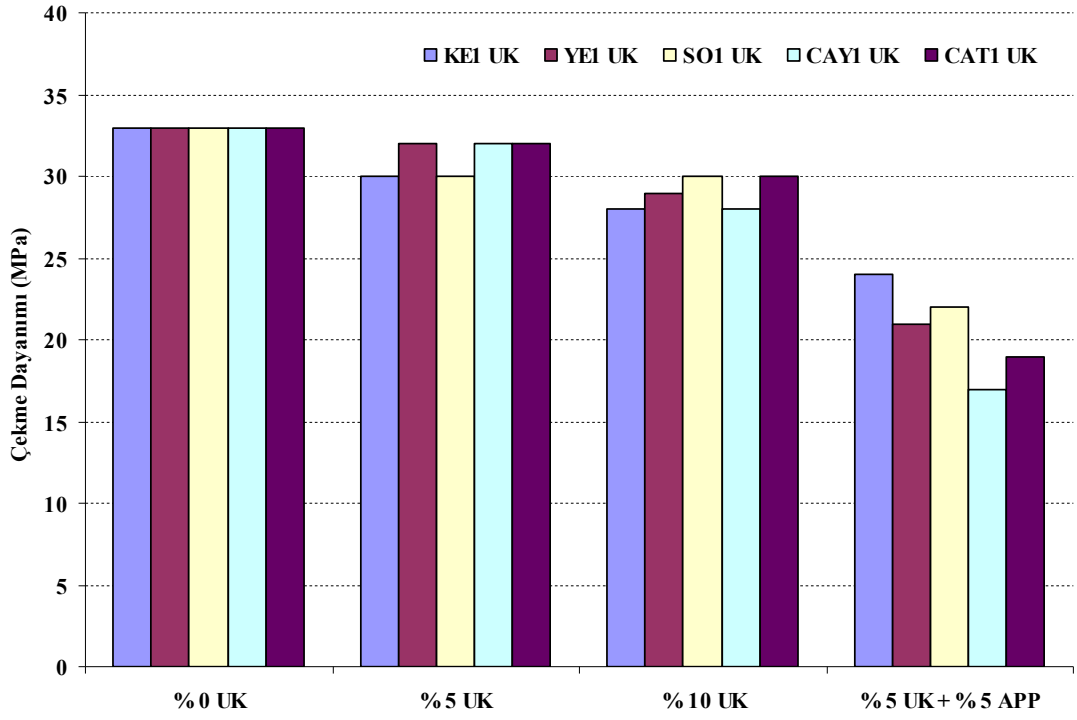
Dolgu madde ekleme oranını daha aza indirerek özelliklerde yüksek etki elde edilmek isteniyorsa, bunun içinde nano boyuta inilerek ve dolgu maddesi ile polimer matris arasında daha fazla temas yüzeyi oluşması sağlanarak bu sonuçlar elde edilebilir (Bian ve diğ., 2013).



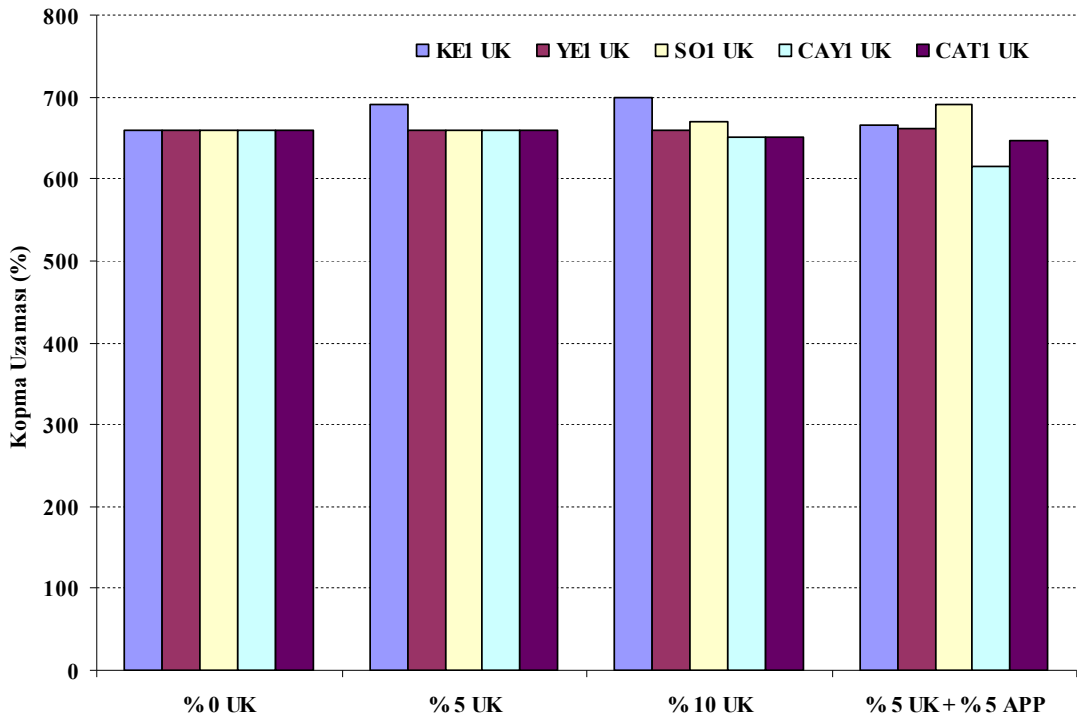
Şekil 4.75 : KE1 UK'ünün TPU'nın çekme dayanımı özelliklerine etkisi.



Şekil 4.76 : YE1 UK'ünün TPU'nın çekme dayanımı özelliklerine etkisi.



Şekil 4.77 : UK'ün TPU'nın çekme dayanımına etkisi.

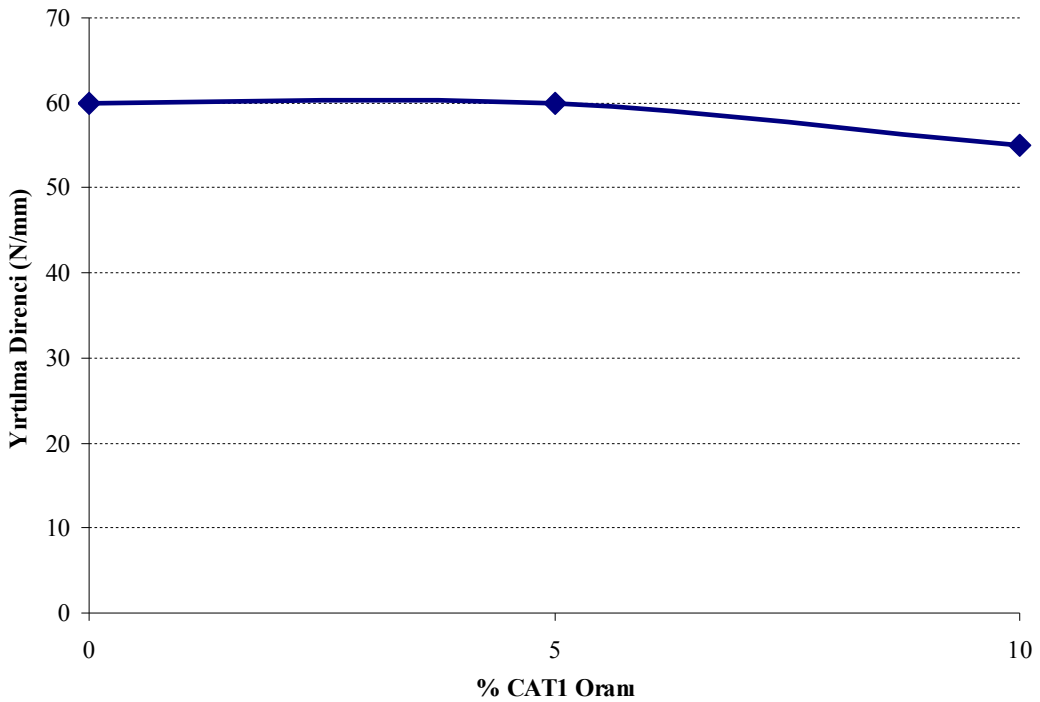


Şekil 4.78 : UK'ün TPU'nın kopma uzamasına etkisi.

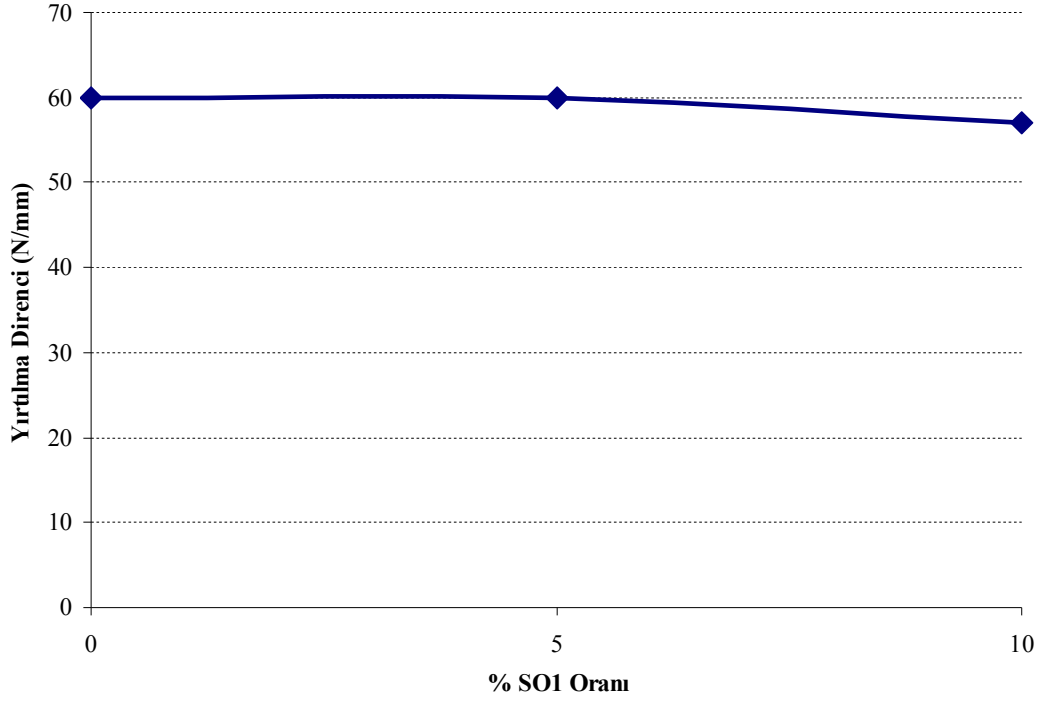
4.4.2 TPU esaslı kompozitlerin yırtılma deneyi sonuçları

TPU esaslı kompozit malzemelerde, değişik uçucu kül dolgu maddelerinin yırtılma dayanımlarına etkileri Şekil 4.79 – 4.83 arasındaki grafiklerde görülmektedir. Bütün uçucu küllerde uçucu kül dolgu oranı arttıkça yırtılma dayanımlarında az miktar düşüş göstermiştir. Şekil 4.84’te ise, farklı uçucu küllerin aynı yüzde oranlarında kullanımları sonucu karşılaştırılabilmesi için bütünlük grafik oluşturulmuştur. Bu şekil incelendiğinde de farklı uçucu kül dolgularının TPU esaslı malzemelerde yırtılma dayanımında benzer sonuçlar verdiği anlaşılmaktadır.

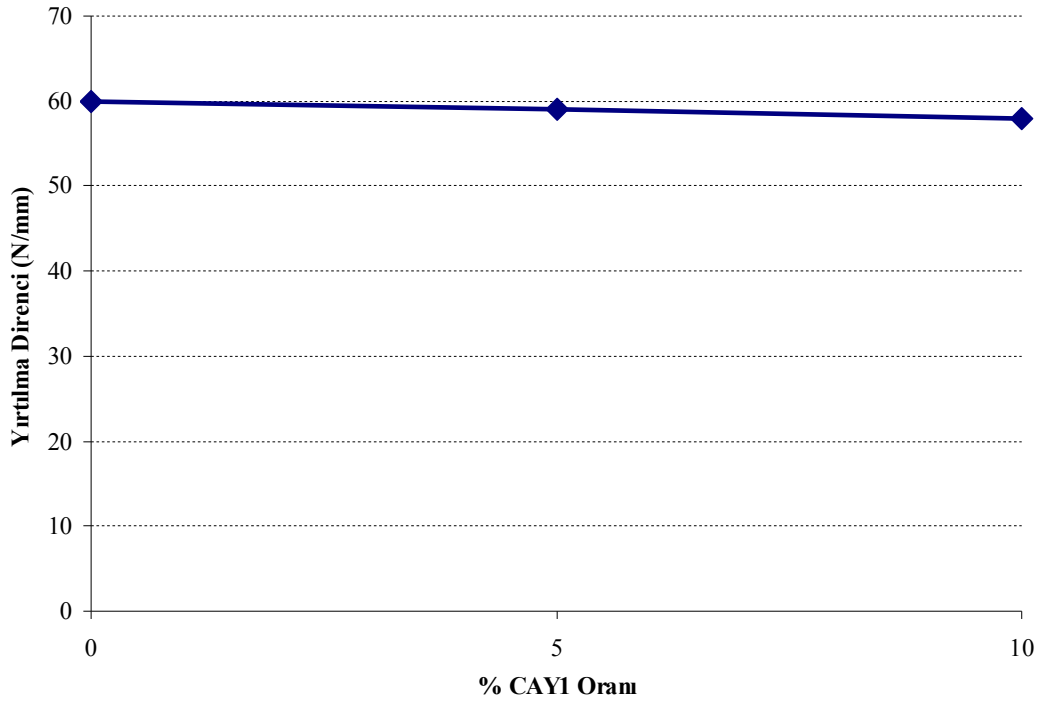
Dolgu maddesi kullanılmayan numunelerde yaklaşık 60 N/mm olan yırtılma direnci %10 uçucu kül dolgusu kullanılan numunelerde ortalama 57 N/mm değerine düşmüştür. Uçucu kül dolgu maddesi ve alev geciktirici katkı maddesi APP kullanılan numunelerde ise %10 uçucu kül dolgu maddesi eklenmiş numunelerden daha iyi sonuçlar elde edilerek, %5 uçucu kül dolgu maddesi eklenmiş numunelerin sonuçlarına yakın değerler elde edilmiştir.



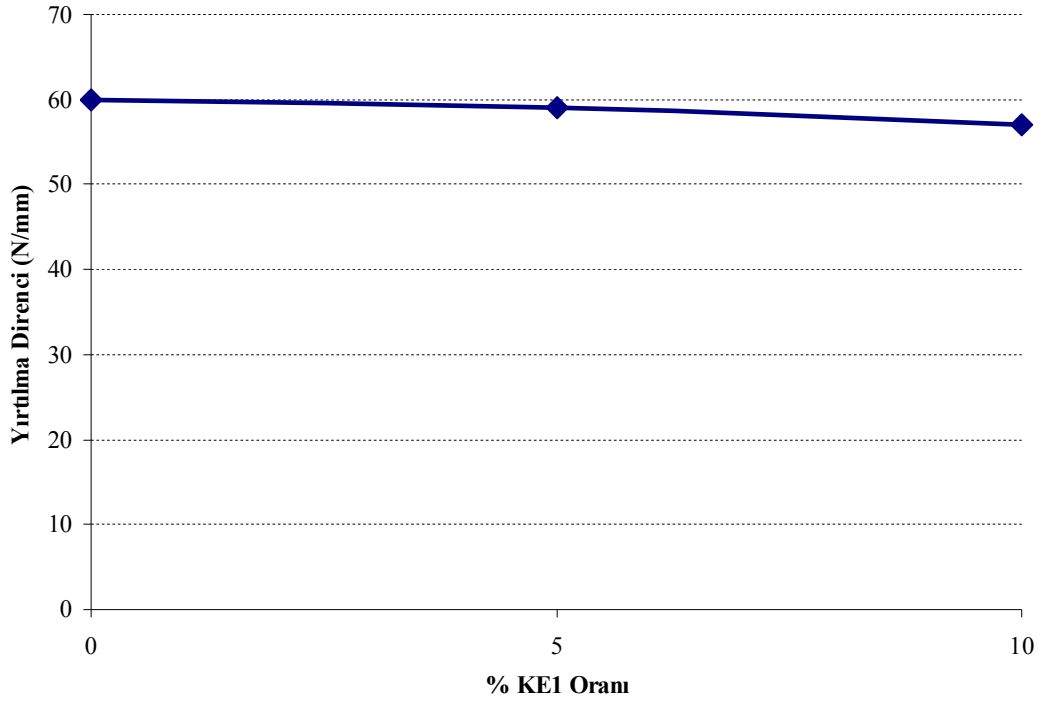
Şekil 4.79 : CAT1 UK’ünün TPU malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.



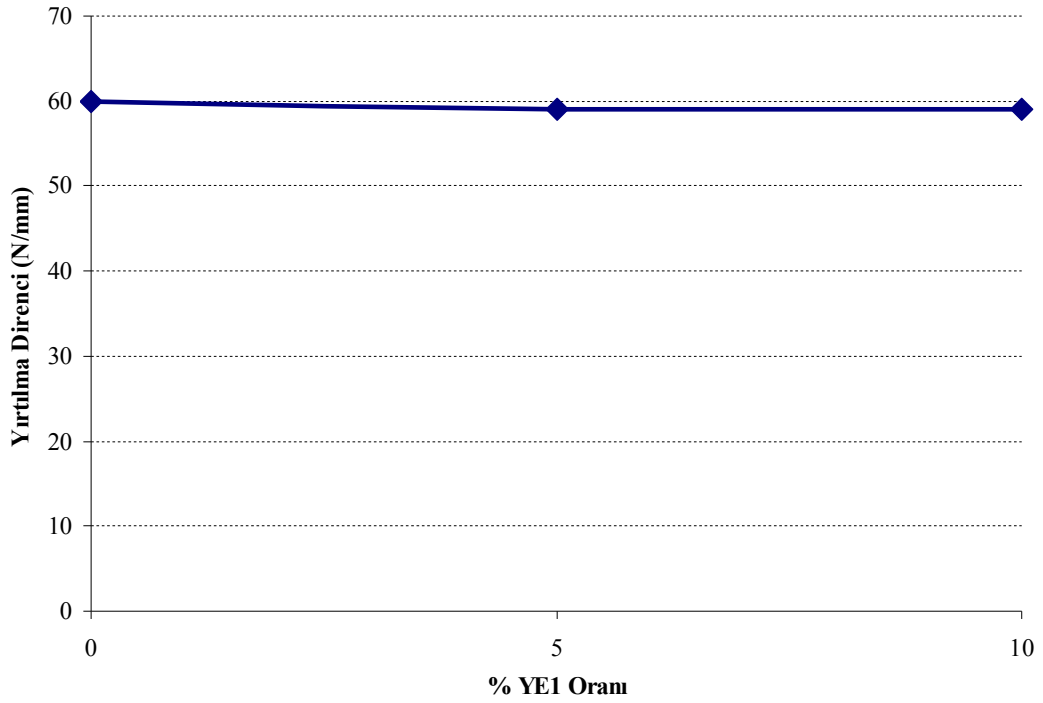
Şekil 4.80 : SO1 UK'ünün TPU malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.



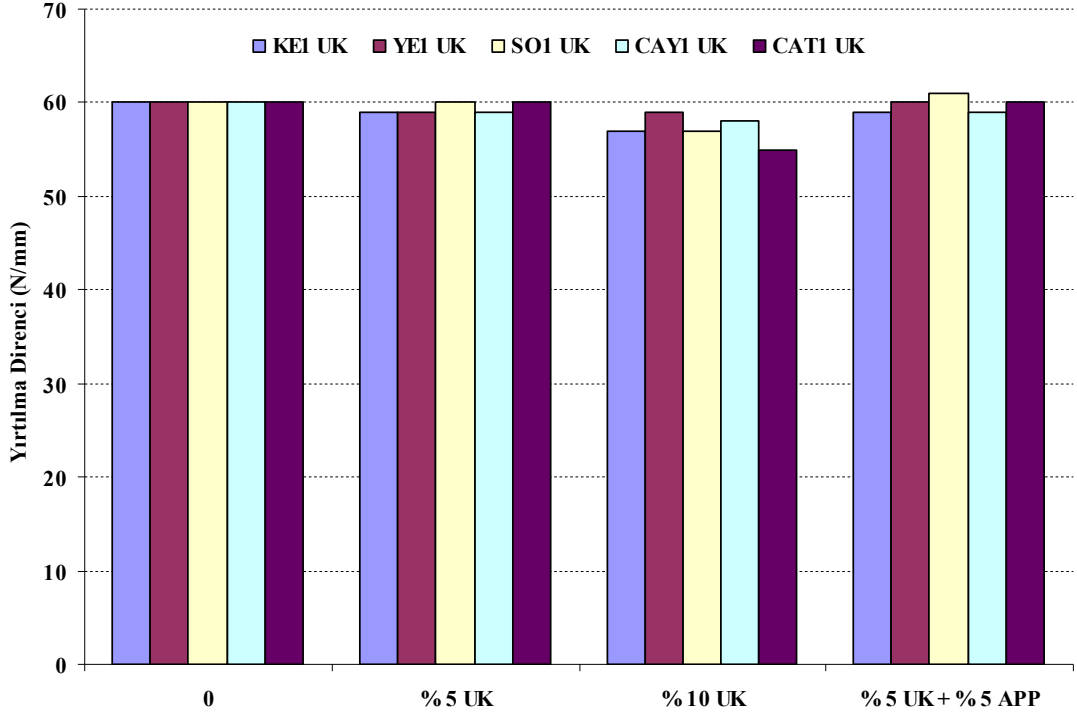
Şekil 4.81 : CAY1 UK'ünün TPU malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.



Şekil 4.82 : KE1 UK'ünün TPU malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.



Şekil 4.83 : YE1 UK'ünün TPU malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.

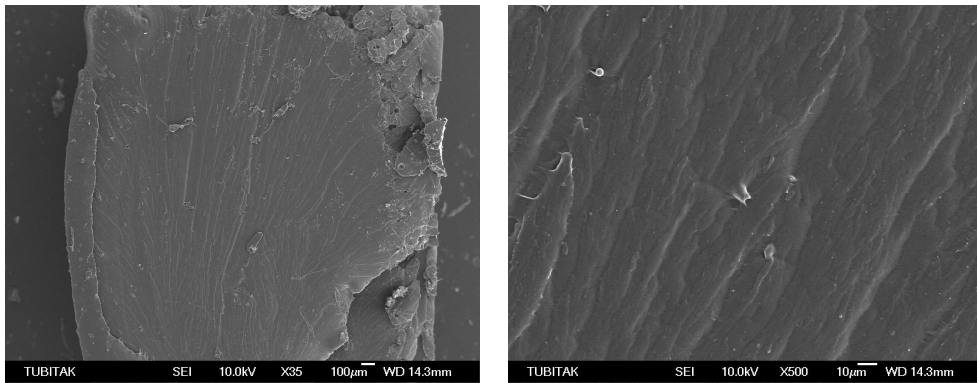


Şekil 4.84 : UK'ün TPU malzemenin yırtılma dayanımına etkisi.

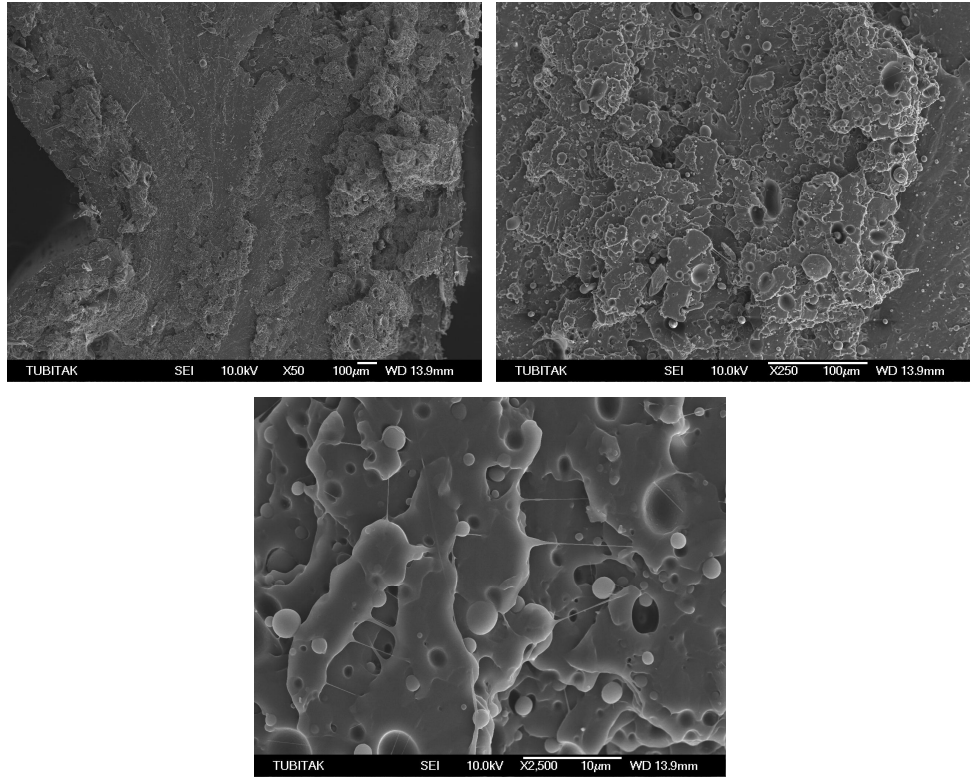
4.4.3 TPU kompozitlerin morfolojik incelemeleri

Termoplastik poliüretan malzemelerin SEM incelemeleri, çekme deneyi numunelerinin kopma kesitlerinden yapılmıştır. Şekil 4.85'te sadece TPU kullanılarak üretilen ham TPU malzemenin SEM görüntüleri verilmiştir.

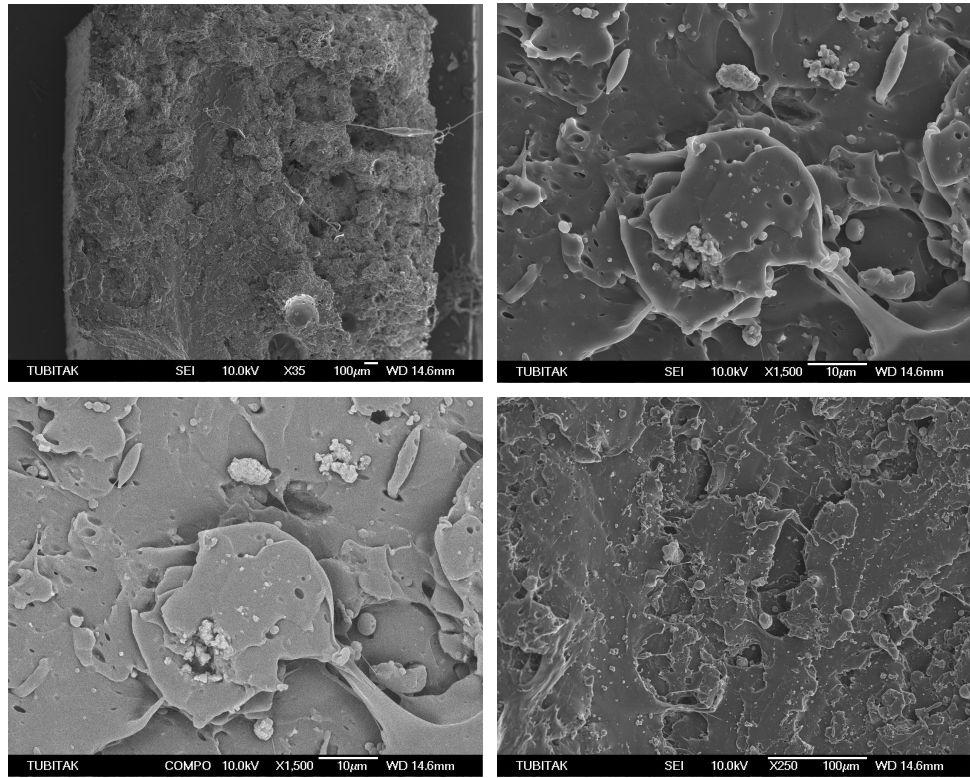
Şekil 4.86'da %5 PP eklenmiş TPU malzeme görüntüleri, Şekil 4.87 – 4.90 arasında ise uçucu kül dolgu maddesi eklenmiş TPU esaslı kompozit malzemelerin SEM görüntüleri görülmektedir. Genel olarak uçucu kül parçacıklarının yapı içerisinde iyi bir dağılım gösterdikleri anlaşılmaktadır.



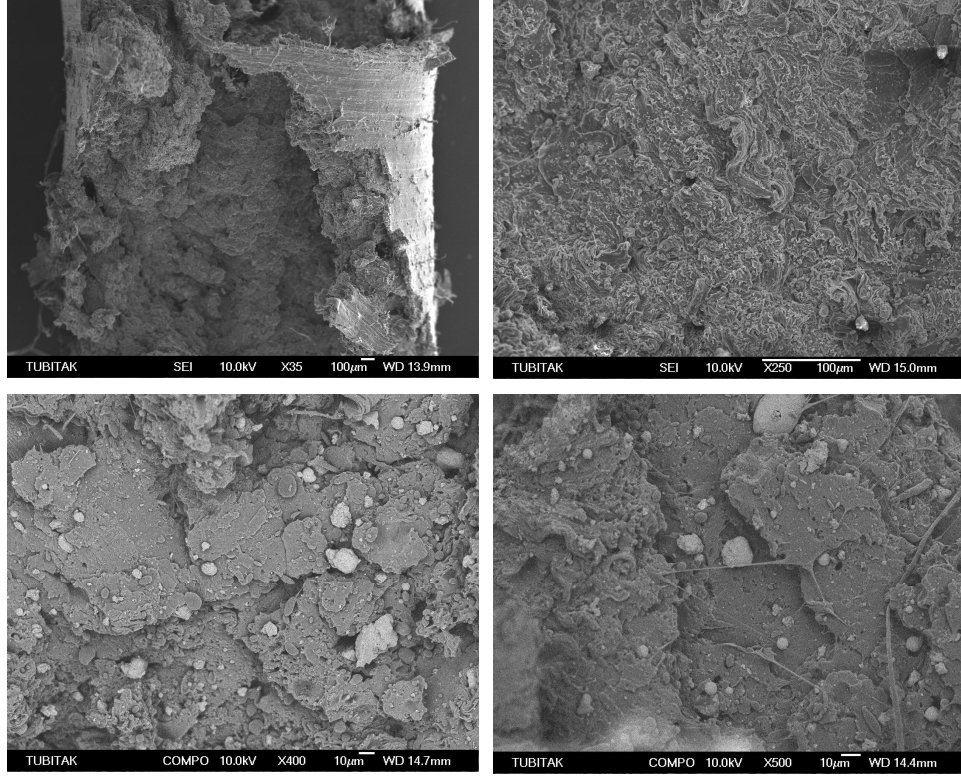
Şekil 4.85 : Ham TPU malzemenin SEM görüntüleri.



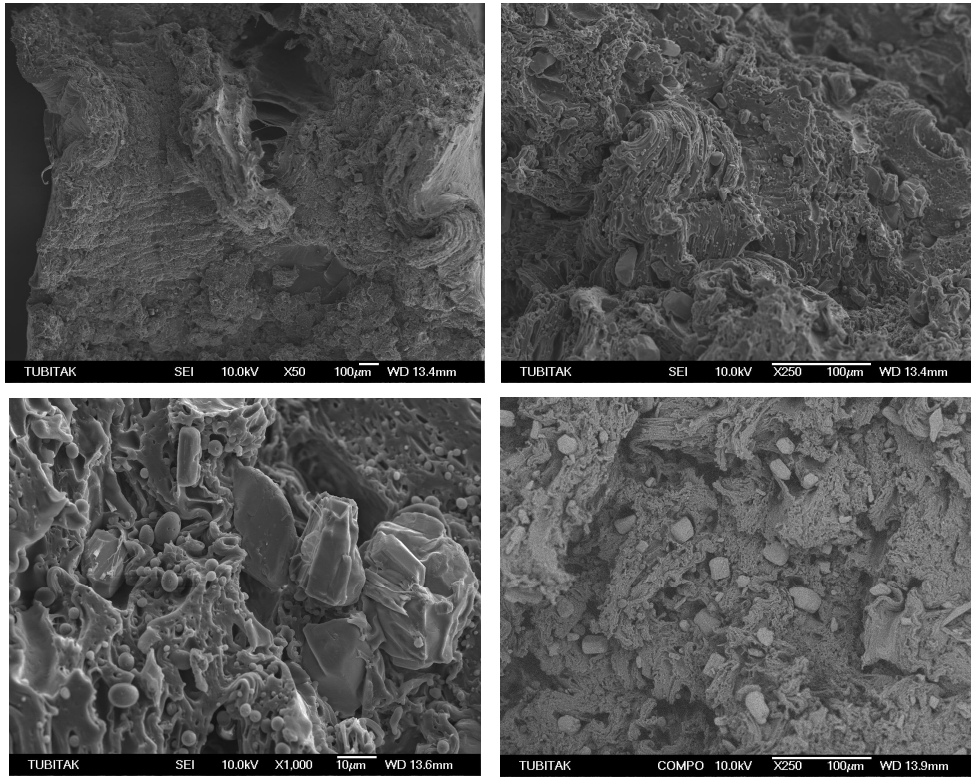
Şekil 4.86 : %5 PP içeren TPU esaslı malzemenin SEM görüntüleri.



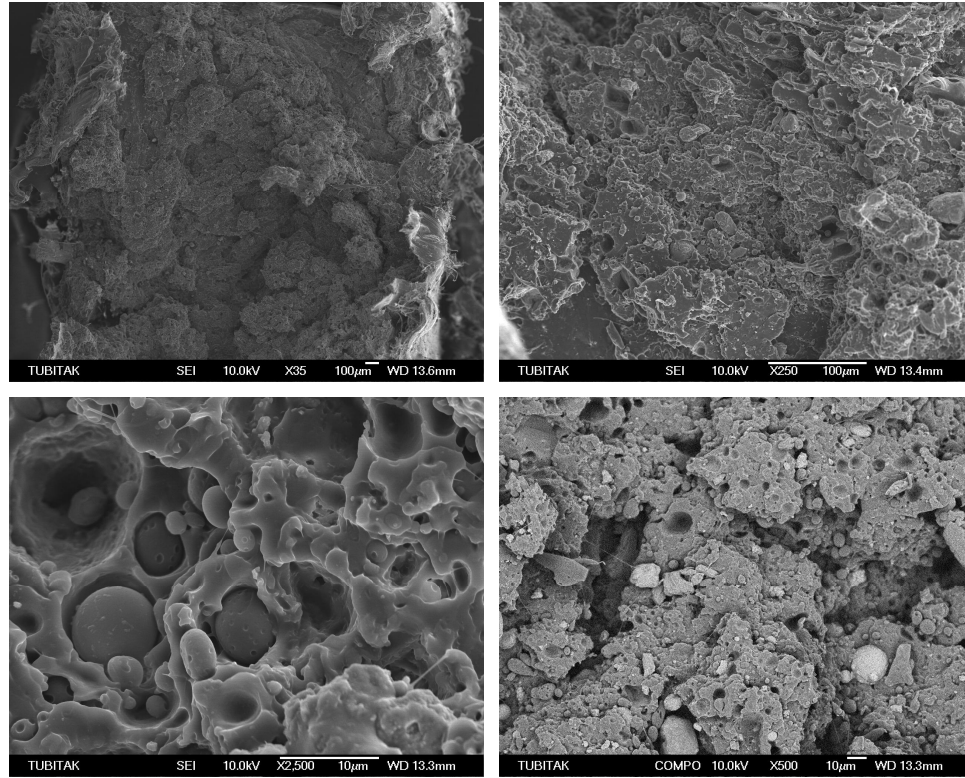
Şekil 4.87 : %5 UK içeren TPU esaslı kompozitin SEM görüntüleri.



Şekil 4.88 : %10 UK içeren TPU esaslı kompozitin SEM görüntüleri.



Şekil 4.89 : %10 APP içeren TPU esaslı kompozitin SEM görüntüleri.



Şekil 4.90 : %5 UK ve %5 APP içeren TPU esaslı kompozitin SEM görüntüleri.

Şekil 4.85’de görülen ham TPU numunesinin oldukça düz ve pürüzsüz bir yapısı vardır. Bu yapının içerisine %5 PP eklendiğinde ise malzeme kırık bölgesinde daha engebeli ve uzanmış lif görüntüleri fark edilmektedir. PP malzemenin eklenmesi, çekme gerilmesi ile kopan ve kesitte toplanarak küresel şekiller görülmesine sebep olmuştur. Şekil 4.87’de görülen %5 uçucu kül dolgu maddesi eklenmiş numunelerin görüntüsünde ise malzeme içerisine dağılmış küresel ve değişik şekillerdeki uçucu kül partikülleri görülmektedir. %10 uçucu kül dolgu maddesi eklenmiş numunelerin SEM görüntüsünde ise dolayısı ile daha yoğunlaşmış uçucu kül parçacıkları karşımıza çıkmaktadır. Görüntülerden uçucu kül parçacıklarının yapı içerisine oldukça düzgün dağıldığı anlaşılmaktadır.

SEM görüntülerinden uçucu kül parçacıkları polimer malzemenin içerisinden rahatlıkla çıkacakmış gibi görülmektedir. Buradan polimer malzeme arasındaki uyumun çok iyi olmadığı sonucuna varılabilir. İnorganik dolgu maddelerinin mekanik özelliklerdeki düşmeye sebep olarak genel olarak bu olay gösterilmektedir (Varlamova ve diğ., 2010). Uçucu kül parçacıklarının yüzey özellikleri bazı kaplamalar veya kiyasal işlemlerle daha uyumlu hale getirilebilir (Wu ve diğ., 2006)

4.4.4 TPU esaslı kompozitlerin izod çentik darbe deneyi sonuçları

Değişik sıcaklık değerlerinde yapılan izod çentik darbe deneylerinde, kırılan numunelerde sönmüş enerji miktarı, kırılmayan numunelerde ise numunenin kırılmadığı rapor edilmiştir (Tablo 4.5).

Tablo 4.5 : TPU malzemelerin izod çentik darbe sonuçları.

Çentiksiz Numune				
Sıra No.	Kod	23°C (kJ/m²)	-20°C (kJ/m²)	-40°C (kJ/m²)
1	TPU-HAM	Kırılmadı	Kırılmadı	Kırılmadı
2	TPU+%05CAT1	Kırılmadı	Kırılmadı	Kırılmadı
3	TPU+%05SO1	Kırılmadı	Kırılmadı	Kırılmadı
4	TPU+%05CAY1	Kırılmadı	Kırılmadı	Kırılmadı
5	TPU+%05KE1	Kırılmadı	Kırılmadı	Kırılmadı
6	TPU+%05YE1	Kırılmadı	Kırılmadı	Kırılmadı
7	TPU+%10CAT1	Kırılmadı	Kırılmadı	Kırılmadı
8	TPU+%10SO1	Kırılmadı	Kırılmadı	Kırılmadı
9	TPU+%10CAY1	Kırılmadı	Kırılmadı	Kırılmadı
10	TPU+%10KE1	Kırılmadı	Kırılmadı	Kırılmadı
11	TPU+%10YE1	Kırılmadı	Kırılmadı	Kırılmadı
12	TPU+%10APP	Kırılmadı	Kırılmadı	Kırılmadı
13	TPU+%5APP+%5KE1	Kırılmadı	Kırılmadı	Kırılmadı
14	TPU+%5APP+%5YE1	Kırılmadı	Kırılmadı	Kırılmadı
15	TPU+%5APP+%5SO1	Kırılmadı	Kırılmadı	Kırılmadı
16	TPU+%5APP+%5CAY1	Kırılmadı	Kırılmadı	Kırılmadı
17	TPU+%5APP+%5CAT1	Kırılmadı	Kırılmadı	Kırılmadı
Çentikli Numune				
Sıra No.	Kod	23°C (kJ/m²)	-20°C (kJ/m²)	-40°C (kJ/m²)
1	TPU-HAM	Kırılmadı	Kırılmadı	Kırılmadı
2	TPU+%05CAT1	Kırılmadı	Kırılmadı	19
3	TPU+%05SO1	Kırılmadı	Kırılmadı	23
4	TPU+%05CAY1	Kırılmadı	Kırılmadı	20
5	TPU+%05KE1	Kırılmadı	Kırılmadı	Kırılmadı
6	TPU+%05YE1	Kırılmadı	Kırılmadı	Kırılmadı
7	TPU+%10CAT1	Kırılmadı	Kırılmadı	5
8	TPU+%10SO1	Kırılmadı	Kırılmadı	13
9	TPU+%10CAY1	Kırılmadı	Kırılmadı	13
10	TPU+%10KE1	Kırılmadı	Kırılmadı	20
11	TPU+%10YE1	Kırılmadı	Kırılmadı	23
12	TPU+%10APP	Kırılmadı	Kırılmadı	23
13	TPU+%5APP+%5KE1	Kırılmadı	Kırılmadı	Kırılmadı
14	TPU+%5APP+%5YE1	Kırılmadı	Kırılmadı	Kırılmadı
15	TPU+%5APP+%5SO1	Kırılmadı	Kırılmadı	23
16	TPU+%5APP+%5CAY1	Kırılmadı	Kırılmadı	21
17	TPU+%5APP+%5CAT1	Kırılmadı	Kırılmadı	22

Çentiksiz numunelerde tüm sıcaklık denemelerinde kırılma gözlenmemiştir. Çentikli numunelerde ise 23°C, -20°C lere kırılma görülmemiş, -40°C’de ise %10 uçucu kül dolgu maddesi içeren numunelerin tüm uçucu kül çeşitlerinde kırıldıkları tespit edilmiştir. %5 uçucu kül dolgu maddesi ve %5 APP katkı maddesi içeren numunelerde ise CAY1, CAT1 ve SO1 uçucu küllerini içeren numuneler kırılmış, KE1 ve YE1 uçucu küllerini içeren numuneler ise kırılmamışlardır. KE1 ve YE1 uçucu küllerinin kimyasal bileşimleri incelendiğinde daha CaO içeriğinin ağır bastığı anlaşılmaktadır. CaO oranları fazla olan uçucu küller TPU esaslı kompozit malzemelerin çentik darbe hassasiyetini daha olumlu etkilediği belirtilebilir.

4.4.5 TPU esaslı kompozitlerin sertlik değerleri

Üretilen TPU malzemelerin sertlik değerleri Tablo 4.6’da verilmiştir. Numunelerin sertlik değerleri birbirlerine yakın çıkmıştır. Genel olarak %10 uçucu kül katılmış numunelerde sertliğin bir miktar arttığı görülmektedir. Tüm malzemelerde

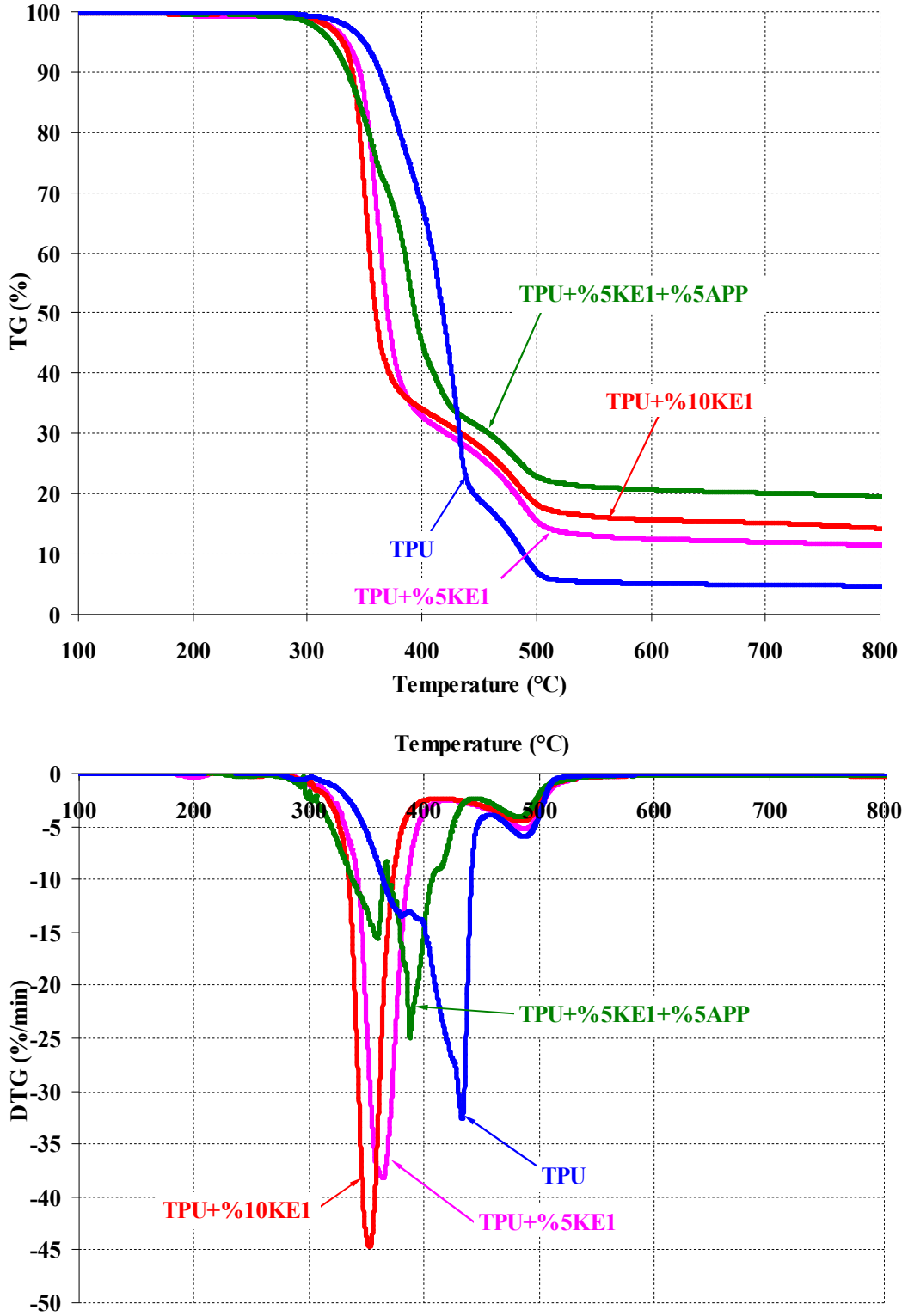
Tablo 4.6 : TPU esaslı malzemelerin sertlik değerleri.

Sıra No.	Kod	Sertlik (Shore A)
1	TPU-HAM	92
2	TPU+%05CAT1	92
3	TPU+%05SO1	92
4	TPU+%05CAY1	92
5	TPU+%05KE1	92
6	TPU+%05YE1	92
7	TPU+%10CAT1	92
8	TPU+%10SO1	93
9	TPU+%10CAY1	92
10	TPU+%10KE1	93
11	TPU+%10YE1	93
12	TPU+%10APP	92
13	TPU+%5APP+%5KE1	93
14	TPU+%5APP+%5YE1	93
15	TPU+%5APP+%5SO1	93
16	TPU+%5APP+%5CAY1	93
17	TPU+%5APP+%5CAT1	93

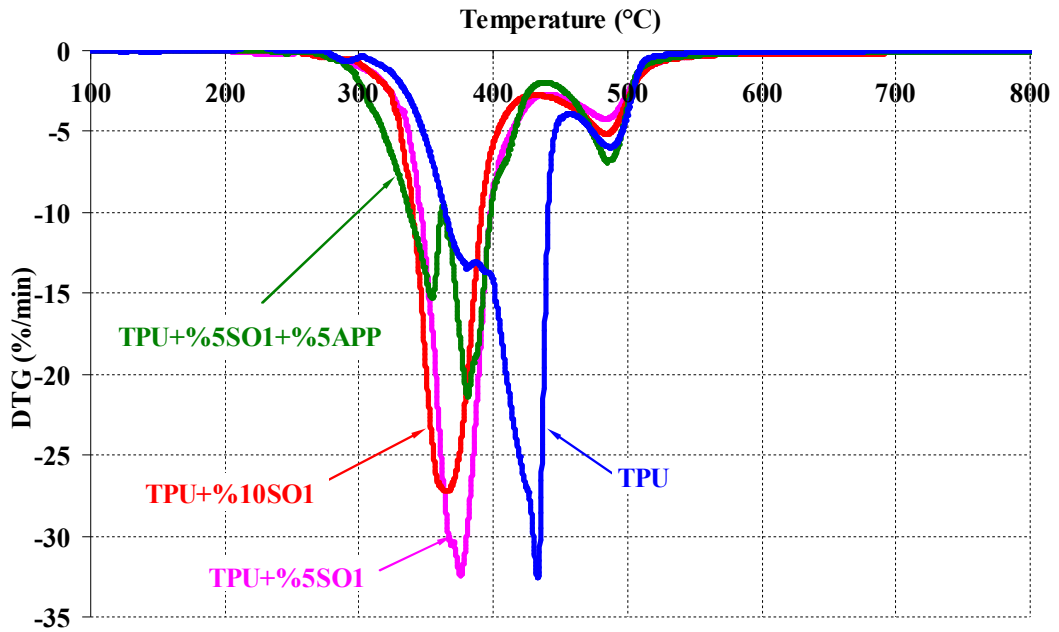
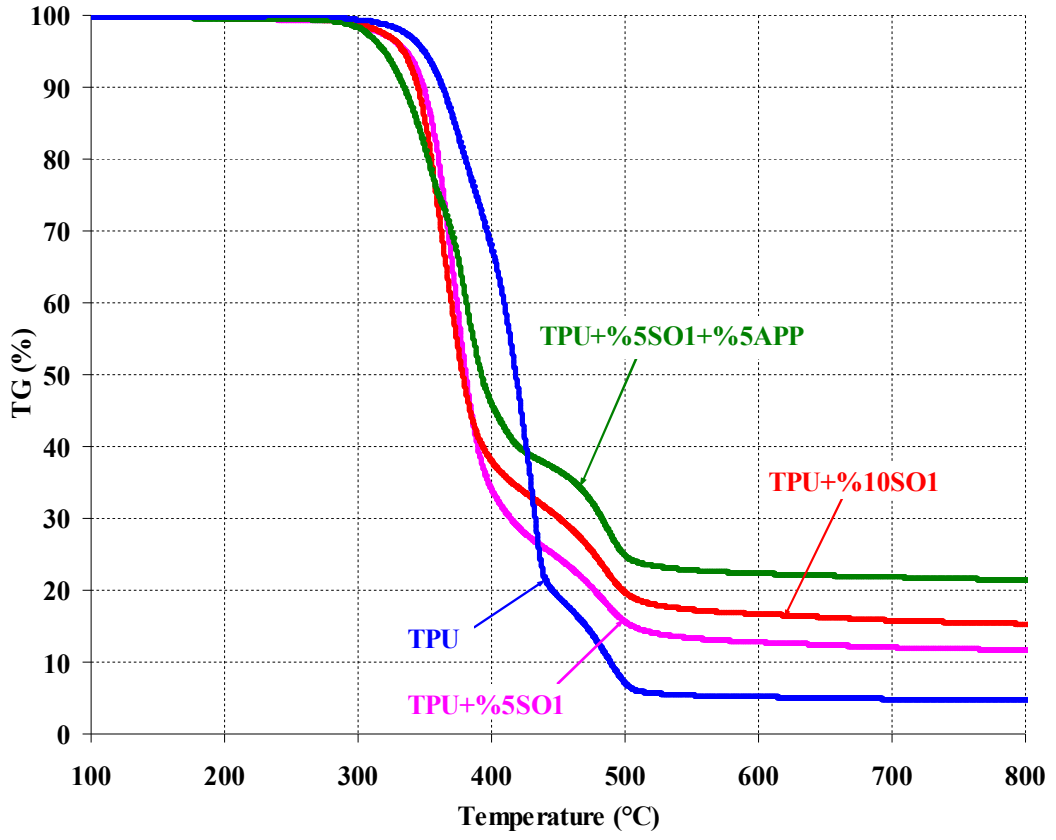
4.4.6 TPU esaslı kompozitlerin TGA sonuçları

Farklı uçucu küllerin kullanıldığı TPU esaslı kompozit malzemelerin TG ve DTG eğrileri Şekil 4.91 – 4.95 arasında görülmektedir. Grafikler incelendiğinde TPU esaslı malzemelerde uçucu külün genel olarak bozunma sıcaklıklarını düşürdüğü ancak kalan kütle miktarlarında artışa sebep olduğu görülmektedir. Uçucu kül dolgu

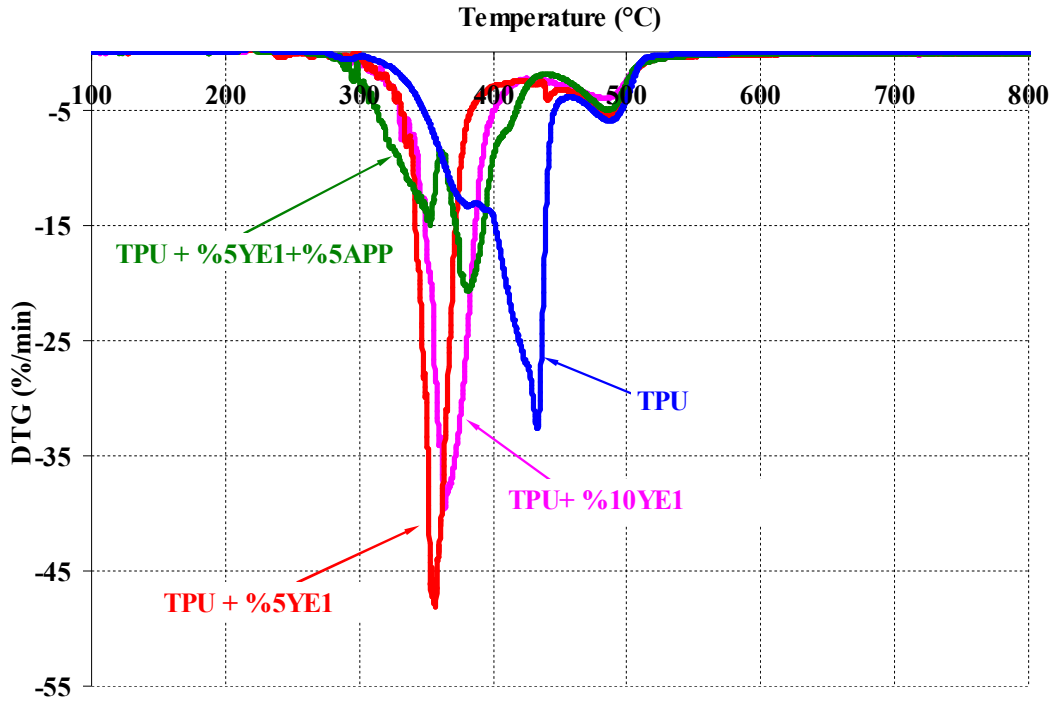
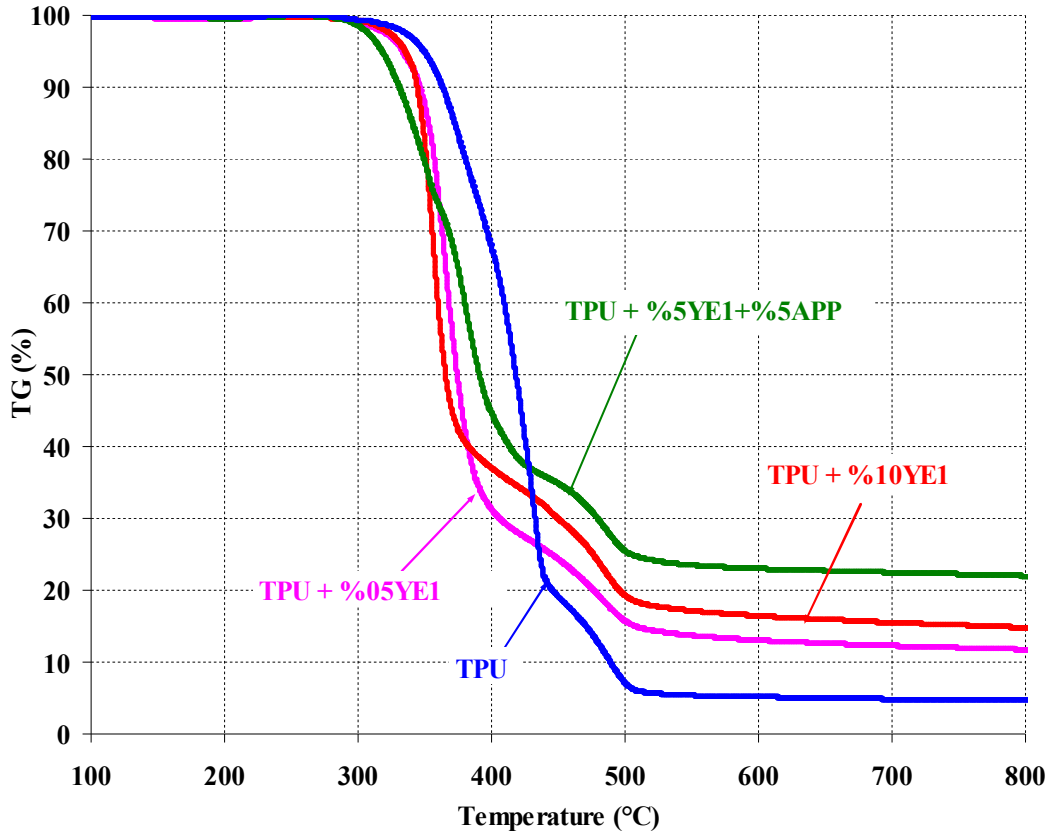
maddesi ve APP eklenmiş numunelerde ise kalan kütle miktarı en fazla değerde olmuştur. Dolgu ve katkı maddesi kullanılmamış numunenin kalan kütle miktarı yaklaşık %5 iken uçucu kül dolgu maddesi ve APP eklenmiş numunelerin %20 değeri ve üzerinde olmuştur.



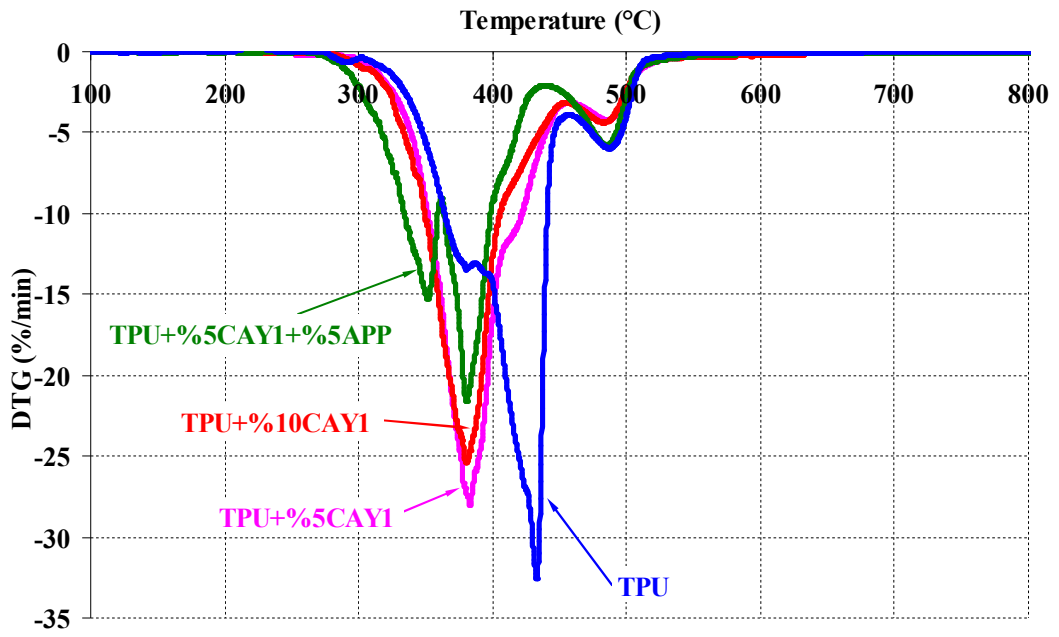
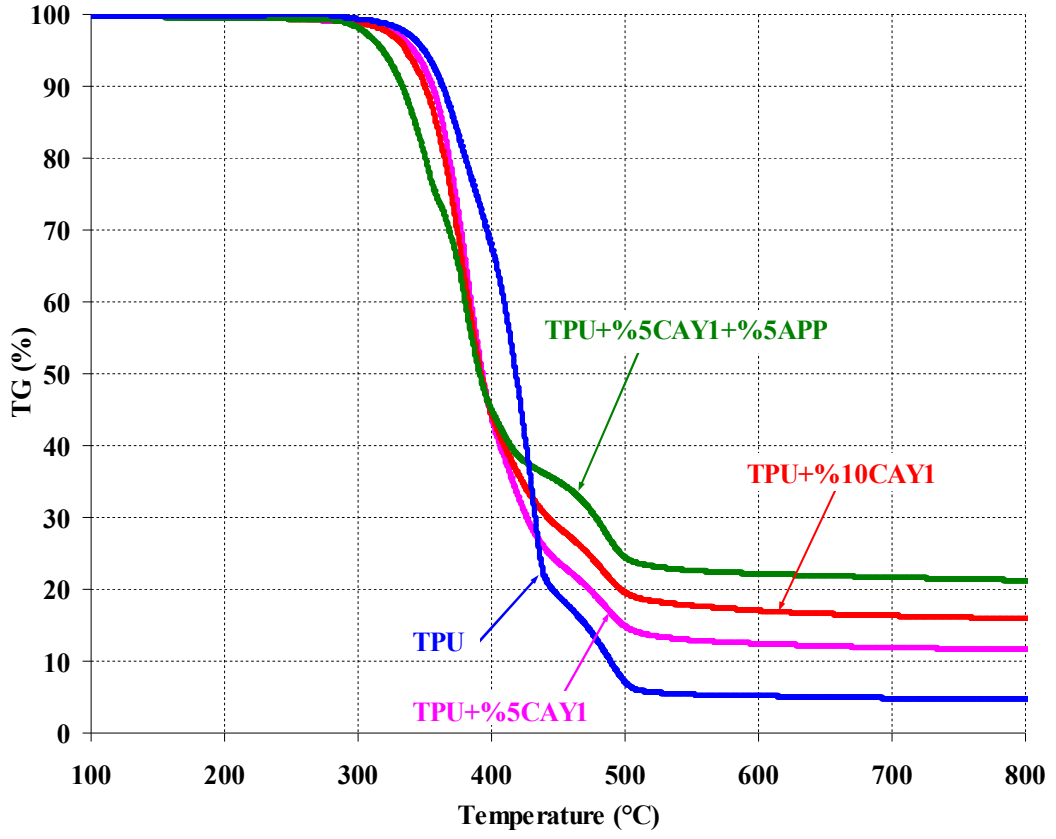
Şekil 4.91 : KE1 UK içeren TPU malzemenin TGA ve DTG eğrileri.



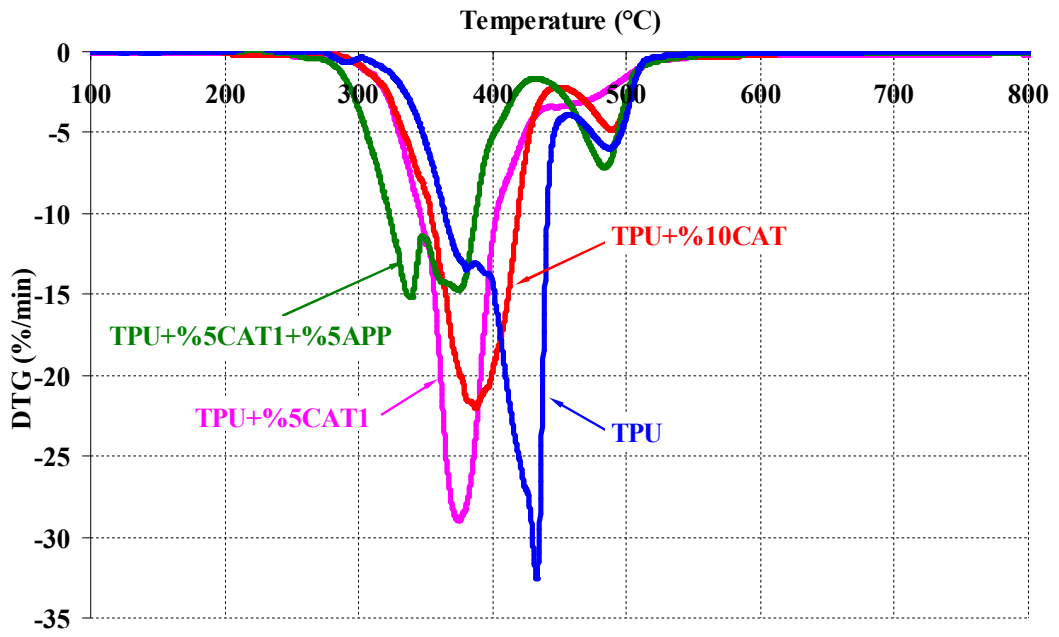
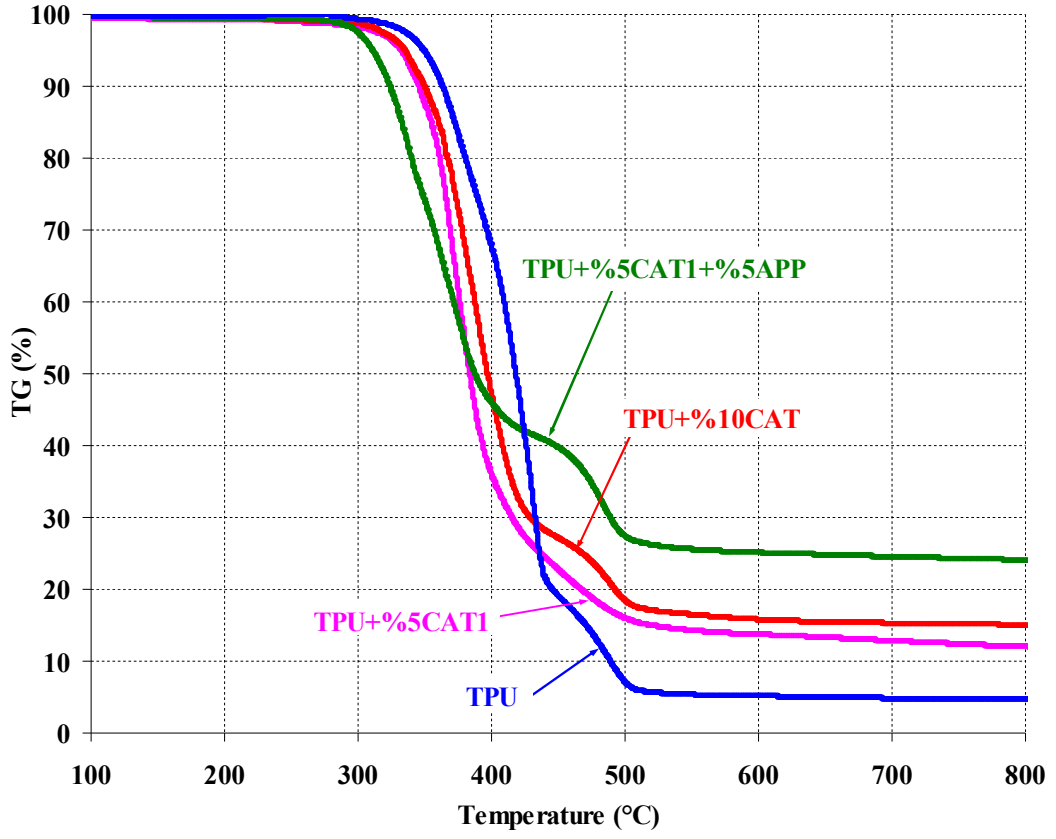
Şekil 4.92 : SO1 UK içeren TPU malzemenin TGA ve DTG eğrileri.



Şekil 4.93 : YE1 UK içeren TPU malzemenin TGA ve DTG eğrileri.



Şekil 4.94 : CAY1 UK içeren TPU malzemenin TGA ve DTG eğrileri.



Şekil 4.95 : CAT1 UK içeren TPU malzemenin TGA ve DTG eğrileri.

5. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ VE ÖNERİLER

Yapılan çalışmada elde edilen sonuçlar aşağıda değerlendirilmiştir:

Başlangıçta uçucu külün tüm poliüretan malzemelere genel etkilerinden bahsedilmiş daha sonra malzeme türlerine göre dolgu maddesi olarak uçucu küllerin ve alev geciktiricilerin etkilerine değinilmiştir.

Öncelikle, seçilen poliüretan malzemelere, kullanılan parçacık boyutuna sahip uçucu küllerin dolgu malzemesi olarak kullanılabilceği tespit edilmiştir. Böylece pahalı hammadde sarfiyatında azalma sağlanabileceği gibi, zararlı bir atık olan uçucu külün, çevreye zarar vermeden değerlendirilebileceği endüstriyel bir kullanım alanı daha ortaya konulmuştur. Çalışmada gerçekleştirilen deneysel üretimler neticesinde, SPK esaslı malzemelerde %20 oranına, EPK esaslı malzemelerde yaklaşık %15 oranına, IPK esaslı malzemelerde %20 oranına ve TPU esaslı malzemelerde de kullanılan üretim yöntemi ile %10 oranına kadar uçucu kül dolgu maddesi eklenebileceği gösterilmiştir.

Genel olarak, poliüretan malzemelerin mekanik özelliklerinde, uçucu küllerin değişik kimyasal bileşime sahip olmasının dikkate değer bir farklılık oluşturmadığı görülmüştür. Bununla birlikte SPK esaslı malzemelerin yanma deneyleri ve TPU esaslı malzemelerin izod çentik darbe deneyleri sonuçlarında uçucu küllerin kimyasal bileşimlerindeki değişimin, bazı farklılıklar gösterebildikleri tespit edilmiştir.

Kullanılan tüm poliüretan malzemelerin, sıcaklık artışı ile bozunma karakteristiğini gösteren TG analizlerinden elde edilen, TGA ve DTG grafiklerine göre tüm malzeme türlerinde uçucu kül ilavesi ile malzeme kalan kütle miktarında artış ve kütle kayıp hızlarında da azalma olduğu görülmüştür. Uçucu kül ile birlikte alev geciktirici eklenmiş numunelerin ise hem TG analizlerinde hemde yanma deneylerinde daha da etkili oldukları anlaşılmıştır. Bu durum malzemelerin ısıl kararlılıklarının bir miktar iyileştiğini göstermektedir.

Uçucu kül ilavesi ile hüresel yapıya sahip köpük poliüretan malzemelerde ortalama hücre boyutunun büyüdüğü ve bu sebeple, taşıyıcı hücre duvarı sayısı azalarak,

mekanik özelliklerde (basma dayanımı, çekem dayanımı vb değerlerinde) artan uçucu kül dolgu oranı ile malzeme türlerine göre değişik oranlarda olmakla birlikte azalma olduğu belirlenmiştir.

SPK esaslı kompozit malzemelerin sonuçlarının değerlendirilmesi:

SPK esaslı kompozit malzemelere, %20 oranına kadar uçucu kül eklendiğinde, yaklaşık 45kg/m^3 yoğunluk değerlerini sağlayabilecek ürünler elde edilebileceği belirlenmiştir.

SEM görüntüleri incelendiğinde, kullanılan parçacık boyutlarında, farklı kimyasal yapıdaki uçucu kül parçacıklarının 45kg/m^3 yoğunluk değerine sahip SPK malzeme içerisinde, hücre duvarlarına ve hücre birleşim bölgelerine yerleştiği gözlenmiştir. Başlangıçta sıvı haldeki reçine karışımı içinde bulunan uçucu kül parçacıkları, hücreler oluşmaya ve büyümeye başladıklarında daha çok reçine bulunan kısımlarda toplanma eğilimi gösterdikleri anlaşılmaktadır. Hücresel yapıya sahip bu tür malzemelerin oldukça ince hücre duvarı ve hücre birleşim bölgesine sahip olması eklenecek dolgu maddelerinin de boyutlarının oldukça küçük olmalarının gerekliliğini ortaya koymaktadır.

Isı iletim katsayısı sonuçları incelendiğinde, uçucu kül ve alev geciktirici ilavesi ile SPK esaslı kompozit malzemelerin bu özelliğinin kötü etkilenmediği, hatta $0,0310\text{W/mK}$ değerinden $0,0280\text{W/mK}$ değerine kadar düşüş göstererek iyileşmeye sebep olduğu anlaşılmıştır. Bu durumun kullanılan oranlardaki dolgu ve katkı maddelerinin, SPK malzemenin kapalı hücre yapısına zarar vermediği ve aynı malzeme hacminde daha fazla boşluk içermesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Uçucu küllerin farklı kimyasal bileşime sahip olmasının, SPK esaslı malzemelerin ısı iletim katsayısında dikkate değer bir farklılık oluşturmadığı belirlenmiştir.

SPK esaslı malzemelerin basma dayanımında artan uçucu kül dolgu maddesi oranı yüksek olan numunelerde en fazla %35 oranında bir düşme görülmekle birlikte, en düşük basma dayanım değerinin dahi yalıtımda kullanılan SPK standartlarındaki basma dayanım sınıflarına girebildiği belirlenmiştir. Dolgu ve katkı maddesi kullanılmayan numunelerin yaklaşık 170 kPa olan basma dayanımı, en düşük %15 ve %20 uçucu kül dolgu maddesi kullanılan numunelerde yaklaşık 110 kPa civarında olduğu görülmüştür. Uçucu küllerin farklı kimyasal bileşimde olmaları basma dayanımı noktasında da önemli bir değişiklik oluşturmamıştır.

Yanma testlerindeki sonuçlar incelendiğinde, SPK esaslı malzemelerde CAY1 ve CAT1 uçucu küllerinin diğer uçucu küllere kıyasla daha iyi sonuçlar verdiği tespit edilmiştir. Bu iki uçucu külün kimyasal kompozisyonları incelendiğinde, her ikisinin de yüksek oranda SiO₂ içeriğine sahip olduğu görülmektedir. Bu açıdan değerlendirildiğinde poliüretan malzemelerde kullanılacak uçucu külün SiO₂ içeriğinin yüksek olan küllerden olması tavsiye edilebilir. Alev geciktirici kullanılan numunelerde ise sadece uçucu kül dolgu maddesi kullanılan malzemelere göre çok daha başarılı sonuçlar elde edilebileceği gözlenmiştir.

SPK esaslı kompozit malzemelerin ısı bozunma davranışları karşılaştırıldığında, artan uçucu kül dolgu maddesi oranı ile kalan kütle miktarlarında artış (%20 uçucu kül dolgu maddesi kullanılan numunelerde, yaklaşık %15'lik artış) ve bozunma hızlarında ise bir miktar düşme (%20 uçucu kül dolgu maddesi kullanılan numunelerde, yaklaşık %5 oranında azalma) gözlenmiştir. Bozunma hızlarının maksimum olduğu sıcaklık değerlerinde alev geciktirici eklenmiş numuneler hariç büyük bir değişiklik görülmemiştir. Maksimum bozunma hızı katkısız ve uçucu kül dolgu maddesi kullanılan numunelerde 360°C iken, uçucu kül ve KAG kullanılan numunelerde 340°C'ye düşmüştür. Bunun sebebi KAG içerisindeki bileşenlerin daha erken bozularak kabarması ile yanma bölgesi ile atmosfer temasını kesmeye çalışmasıdır. Bu sebeple KAG eklenmiş numunelerde bozunma hızı değeri de yaklaşık %10 oranında yükselmiştir.

EPK ve IPK esaslı kompozit malzemelerin sonuçlarının değerlendirilmesi:

EPK esaslı kompozit malzemelerde yaklaşık %15 oranına, IPK esaslı kompozit malzemelerde ise %20 oranına kadar uçucu kül dolgu maddesi ilavesi yapılabilmektedir.

EPK ve IPK esaslı malzemelerin mekanik özelliklerini gösteren çekme deneyi sonuçlarına bakıldığında, artan uçucu kül dolgu maddesi oranı ile çekme dayanımı ve kopma uzaması değerleri bir miktar azalma olduğu görülmüştür. EPK malzemenin 200kPa olan çekme dayanımı, CAT1 uçucu külü dolgu maddesi kullanılan numunelerde %10 dolgu oranında yaklaşık 100kPa'a, diğer uçucu kül dolgularında ise %15 oranında en az 100kPa değerine inmiştir. IPK malzemeler ise 180kPa olan çekme dayanımı değeri %10 uçucu kül dolgu maddesi oranından sonra en az 100kPa değerinde olduğu tespit edilmiştir.

EPK esaslı malzemelerden, CAT1 uçucu külü eklenmiş malzemelerde, çekme dayanımında daha hızlı bir azalma görülmüştür. Kopma uzaması değerleri de çekme dayanımlarına paralel bir şekilde eğilim göstermiştir. Mekanik özellikler dikkate alındığında EPK ve IPK esaslı malzemelerde %10 uçucu kül dolgu maddesinden daha yüksek oranlarda üretim yapılmasının iyi sonuçlar doğurmayacağı anlaşılmaktadır.

EPK ve IPK esaslı kompozit malzemelerin yırtılma direnci değerlerine göre %15 uçucu kül eklenmiş malzemelerde %30 oranında bir azalma görülmüştür. %5 uçucu kül ve %5 alev geciktirici eklenmiş numuneler ise %10 uçucu kül eklenmiş numunelerden daha iyi yırtılma dayanımı sonuçları göstermişlerdir.

Sıkıştırıldıktan sonra geri gelme ve uzun süre kullanım ile esneme kabiliyetini muhafaza etme özelliklerini gösteren sabit deformasyon basma deneyi sonuçlarına göre EPK malzemelerde dikkate değer bir değişim görülmezken, IPK malzemelerde CAT1 uçucu kül dolgu malzemesi kullanılan numuneler hariç bir miktar iyileşme olduğu görülmüştür. Özellikle %5 uçucu kül ve %5 PAU1 alev geciktirici kullanılan numunelerde %20 civarında iyileşme olduğu tespit edilmiştir.

Isıl bozunma davranışları incelendiğinde artan uçucu kül dolgu maddesi oranı ile kalan kütle miktarlarında yükselme olduğu ölçülmüştür. EPK esaslı malzemelerde en fazla kalan kütle miktarı genellikle %15 uçucu kül dolgu maddesi olan ürünlerde yaklaşık %8'den yaklaşık %20 oranına çıkmıştır. IPK esaslı malzemelerde ise kalan kütle miktarı %8 iken %20 uçucu kül dolgu maddesi kullanılan numunelerde %25 değerine yükselmiştir. İki malzeme türünde de maksimum bozunma değerlerinin ölçüldüğü sıcaklık değerlerinde ise fazla bir kayma görülmeyerek yaklaşık 400°C olmuştur.

TPU esaslı kompozit malzemelerin sonuçlarının değerlendirilmesi:

TPU esaslı kompozit malzemelerde, kullanılan üretim yöntemi ile %10 oranına kadar uçucu kül, dolgu maddesi olarak eklenebilmiştir.

Çekme dayanımı ve kopma uzaması değerleri incelendiğinde %10 uçucu kül dolgu maddesi oranında, çekme dayanımında yaklaşık %15'lik bir düşme gözlenmiştir. Kopma uzaması değerlerinde ise herhangi bir değişim gözlenmemiştir. %5 uçucu kül dolgu maddesi ve %5 APP alev geciktirici katkı maddesi kullanılmış numunelerde ise, çekme dayanımında yaklaşık %30 oranında bir düşme olduğu görülmüştür.

Ancak uçucu kül ve APP kullanılmış numunelerin dayanım değerleri sadece %10 APP kullanılan numunelerin değerinden daha iyi sonuçlar vermiştir.

Yırtılma dayanım değerlerine bakıldığında çok büyük bir değişim görülmemiştir. %10 uçucu kül dolgu maddesi eklenmiş numunelerin yırtılma direncinde en fazla azalma %10 ile CAT1 uçucu külünün kullanıldığı numunelerde görülmüştür. Uçucu kül ve alev geciktirici eklenmiş numunelerin yırtılma dayanımı değerleri ise %10 uçucu kül dolgu maddesi eklenmiş numune değerlerinden daha yüksek çıkarak ham TPU esaslı malzemenin değerine ulaştıkları görülmüştür.

TPU esaslı malzemelerin SEM görüntüleri incelendiğinde uçucu kül partiküllerinin birbirlerinden farklı boyut ve şekillerde olduğu ayrıca malzeme içerisinde oldukça homojen dağılım gösterdikleri görülmüştür.

İzod çentik darbe deneylerinde çentiksiz numunelerde ve -20°C'ye kadar çentikli tüm numunelerde kırılma gözlenmemiştir. -40°C'de KE1 ve YE1 uçucu kül dolgu maddesi kullanılan TPU esaslı numuneler hariç diğerlerinde kırılma görülmüştür. KE1 ve YE1 uçucu küllerinin benzer kimyasal özelliği yüksek CaO oranına sahip olmalarıdır. Buradan CaO oranı daha yüksek olan uçucu küllerin TPU esaslı malzemelerde düşük sıcaklık uygulamalarında, kullanımının daha uygun olduğu sonucu çıkarılabilir.

TPU esaslı malzemelerin sertlik değerlerindeki değişimler incelendiğinde, uçucu kül dolgu maddesi ve alev geciktirici eklenmiş numunelerde sertlik değerlerinde çok az miktarda artma olduğu görülmüştür. Dolgu maddesi ve katkı maddesi kullanılmayan TPU esaslı malzemenin 92 Shore A olan sertlik değeri, %10 uçucu kül dolgu maddesi içeren numunelerde ve uçucu kül ile birlikte APP alev geciktirici madde kullanılan numunelerde 93 Shore A değerine çıkmıştır.

Isıl bozunma davranışları incelendiğinde, TG analiz eğrilerinden, uçucu kül dolgu maddesi oranı arttıkça kalan kütle miktarında artış olduğu görülmüştür. Dolgu ve katkı maddesi kullanılmayan TPU esaslı malzemenin yaklaşık %5 olan kalan kütle miktarı, en yüksek %5 uçucu kül dolgu maddesi ve %5 APP eklenmiş numunelerde yaklaşık %25 olarak tespit edilmiştir. Maksimum bozunma hızlarının görüldüğü sıcaklık değerlerinde ise sadece uçucu kül dolgu maddesi eklenmesi ile birlikte tüm uçucu kül çeşitlerinin kullanıldığı numunelerde yaklaşık 100°C'lik bir düşme olduğu görülmüştür.

Öneriler:

Poliüretan esaslı kompozit malzemelerin sonuçları incelendiğinde, mekanik özelliklerdeki düşme dikkat çekmektedir. Buradan, polimer matris ile uçucu kül dolgu maddesi arasında çok iyi bir yüzey uyumu ve yapışmasının olmadığı anlaşılmaktadır. Bu sebeple polimer matris ve uçucu kül dolgu maddesi uyumunu ve ara yüzey tutunumunu arttırıcı bazı yöntemler kullanılarak, mekanik özelliklerdeki değişim negatif yönden pozitif yöne dönüştürülebilir. Ancak bu işlemlerinde maliyeti çok arttırarak, uçucu külün dolgu maddesi olarak kullanılabilirliğini etkilememesi gerekliliği de düşünölmelidir.

Bunun yanında TPU esaslı kompozit malzemelerde, daha iyi karışım yöntemleri kullanılarak, bu tür malzemelere eklenecek uçucu kül dolgu maddesi miktarları arttırılabilir ve çalışmalar genişletilebilir.

KAYNAKLAR

- Ahmaruzzaman M.**, 2010. A review on the utilization of fly ash, *Progress in Energy and Combustion Science*, 36, 327–363.
- Akdoğan, E.**, 2011. Farklı katkı maddelerinin poliüretan malzemelerin mekanik özellikleri üzerine etkileri, *Yüksek Lisans Tezi*, Pamukkale Üniversitesi, Denizli.
- Aruntaş H. Y.**, 2006. Uçucu küllerin inşaat sektöründe kullanım potansiyeli, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 21, 193-203.
- Ashida, K.**, 2007. Polyurethane and related foams chemistry and technology, *CRC Press*, U.S.
- ASTM C 1113–09**, 2013. Standard test method for thermal conductivity of refractories by hot wire, *ASTM International*, United States.
- ASTM D 618-08**, 2008. Standard practice for conditioning plastics for testing, *ASTM International*, United States.
- ASTM D 1622-08**, 2008. Standard test method for apparent density of rigid cellular plastics, *ASTM International*, United States.
- ASTM D 3576-04**, 2004. Standard test method for cell size of rigid cellular plastics, *ASTM International*, United States.
- ASTM D 1621-04a**, 2004. Standard test method for compressive properties of rigid cellular plastics, *ASTM International*, United States.
- ASTM D3574-08**, 2008. Standard test methods for flexible cellular materials-slab, bonded, and molded urethane foams, *ASTM International*, United States.
- ASTM D 638-08**, 2008. Standard test method for tensile properties of plastics, *ASTM International*, United States.
- ASTM D 412-06a**, 2006. Standard test methods for vulcanized rubber and thermoplastic elastomers-tension, *ASTM International*, United States.
- ASTM D 624-00**, 2007. Standard test method for tear strength of conventional vulcanized rubber and thermoplastic elastomers, *ASTM International*, United States.
- ASTM D 256-06a**, 2006. Standard test methods for determining the izod pendulum impact resistance of plastics, *ASTM International*, United States.
- Bashırzadeh, R. and Gharehbaghi, A.**, 2010. An investigation on reactivity, mechanical and fire properties of pu flexible foam, *Journal of Cellular Plastics*, 46, 2, 129-158.

- Bian J., Lin H. L., He F. X., Wei X. W., Chang I. T. and Sancaktar E.,** 2013. Fabrication of microwave exfoliated graphite oxide reinforced thermoplastic polyurethane nanocomposites: Effects of filler on morphology, mechanical, thermal and conductive properties, *Composites: Part A*, 47, 72–82.
- Bian, X. C., Tang, J. H., Li, Z. M., Lu, Z. Y. and Lu, A.,** 2007. Dependence of flame-retardant properties on density of expandable graphite filled rigid polyurethane foam, *Journal of Applied Polymer Science*, 104, 3347-3355.
- Bonda S., Mohanty S. and Nayak S. K.,** 2012. Viscoelastic, mechanical, and thermal characterization of fly ash-filled abs composites and comparison of fly ash surface treatments, *Polymer Composites*, 33, 1, 22-34.
- Chaipanich, A., Nochaiya, Wongkeo, W. and Torkittikul, P.,** 2010. Compressive strength and microstructure of carbon nanotubes–fly ash cement composites, *Materials Science and Engineering A*, 527 1063–1067.
- Cheng J. J., Shi B. B., Zhou F. B. and Chen X. Y.,** 2014. Effects of inorganic fillers on the flame-retardant and mechanical properties of rigid polyurethane foams, *Journal of Applied Polymer Science*, 131, 40253 (1-9).
- Chow, J. D., Chai, W. L., Yeh, C. M., and Chuang, F. S.,** 2008. Recycling and application characteristics of fly ash from municipal solid waste incinerator blended with polyurethane foam, *Environmental Engineering Science*, 25, 4, 461-473.
- Czuprynski, B., Paciorek-Sadowska, J. and Liszkowska J.,** 2010. Properties of rigid polyurethane-polyisocyanurate foams modified with the selected fillers, *Journal of Applied Polymer Science*, 115, 2460-2469.
- Deepthi, M. V., Sharma, M., Sailaja, R. R. N., Anantha, P., Sampathkumaran, P. and Seetharamu S.,** 2010. Mechanical and thermal characteristics of high density polyethylene–fly ash cenospheres composites, *Materials and Design*, 31, 2051–2060.
- Duquesne S., Bras M. L., Bourbigot S., Delobel R., Camino G., Eling B., Lindsay C., Roels T. and Vezin H.,** 2001. Mechanism of fire retardancy of polyurethanes using ammonium polyphosphate, *Journal of Applied Polymer Science*, 82, 3262-3274.
- Eaves, D.,** 2004. Handbook of polymer foams, *Rapra Technology Limited*, UK.
- Elastoflex W 5105/164,** 2005: Teknik Bilgi Kartı, Elastogran BASF Group.
- Elastofoam I 4501/109,** 2005: Teknik Bilgi Kartı, Elastogran BASF Group.
- Elastopor H2011/4,** 2005: Teknik Bilgi Kartı, Elastogran BASF Group.
- Fan H., Tekeei A., Suppes G. J., and Hsieh F. H.,** 2012. Properties of biobased rigid polyurethane foams reinforced with fillers: microspheres and nanoclay, *International Journal of Polymer Science*, 474803 (1-8).

- Fırat S. ve Cömert A. T.**, 2011. Uçucu kül, kireç ve çimento ile iyileştirilmiş kaolinde kür süresinin CBR üzerine etkileri, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 26, 4, 719-730.
- Gao, N. F., Kume, S. and Watari, K.**, 2005. Zeolite-carbon composites prepared from industrial wastes: (I) effects of processing parameters, *Materials Science and Engineering*, 404, 274-280.
- Gu, J., Wu, G. and Zhang, Q.**, 2007. Preparation and damping properties of fly ash filled epoxy composites, *Materials Science and Engineering: A*, 452-453, 614-618.
- Güler G., Güler E., İpekoğlu Ü. ve Mordoğan H.**, 2005. Uçucu küllerin özellikleri ve kullanım alanları, Türkiye 19. *Uluslararası Madencilik Kongresi ve Fuarı*, İzmir, Türkiye, 419-423.
- Gürü M., Şahin M., Tekeli S. and Tokgöz H.**, 2009. Production of polymer matrix composite particleboard from pistachio shells and improvement of its fire resistance by fly ash, *High Temperature Materials And Processes*, 28, 3, 191-195.
- Han, D. S., Park, I. B., Kim, M. H., Noh, B. J., Kim, W. S. and Lee, J. M.**, 2010. The effects of glass fiber reinforcement on the mechanical behavior of polyurethane foam, *Journal of Mechanical Science and Technology*, 24, 263-266.
- Ionescu, M.**, 2005. Chemistry and technology of polyols for polyurethanes, *Rapra Technology Limited*, UK.
- Iraola-Arregui I., Potgieter H. ve Liauw C. M.**, 2011. Evaluation of coupling agents in poly(propylene)/fly ash composites: effect on processing and mechanical properties, *Macromolecular Materials and Engineering*, 296, 810–819.
- Itskos G., Rohatgi P. K., Moutsatsou A., DeFouw J. D., Koukouzas N., Vasilatos C. and Schultz B. F.**, 2012. Synthesis of A356 Al–high-Ca fly ash composites by pressure infiltration technique and their characterization, *Journal of Materials Science*, 47, 4042-4052.
- Jayakumar, R., Nanjundan, S., and Prabakaran M.**, 2006. Metal containing polyurethanes, poly(urethane–urea)s and poly(urethane–ether)s, *Reactive & Functional Polymers*, 66, 299–314.
- Jiao, Y. H., Wang, X. L., Wang, Y. Z., Wang, D. Y., Zhai, Y. L. and Lin, J. S.**, 2009. Thermal degradation and combustion behaviors of flame-retardant 197 polypropylene/thermoplastic polyurethane blends, *Journal of Macromolecular Science Part B-Physics*, 48, 889-909.
- Khan M. J., Al-Juhani A. A., Shawabkeh R., Ul-Hamid A. and Hussein I. A.**, 2011. Chemical modification of waste oil fly ash for improved mechanical and thermal properties of low density polyethylene composites, *Journal of Polymer Research*, 18, 2275–2284.
- Klempner, D. and Frisch, K.**, 2001. Advances in urethane science and technology, *Rapra Technology Limited*, UK.

- Latinwo G. K., Aribike D. S., Susu A. A. and Kareem S. A.,** 2012. Effects of different filler treatments on the morphology and mechanical properties of flexible polyurethane foam composites, *Nature and Science* 2010, 8, 6, 23-26.
- Levchik, S. V. and Weil, E. D.,** 2004. Thermal decomposition, combustion and fire-retardancy of polyurethanes a review of the recent literature, *Polymer International*, 53, 585–1610.
- Luo X., Mohanty A. and Misra M.,** 2013. Lignin as a reactive reinforcing filler for water-blown rigid biofoam composites from soy oil-based polyurethane, *Industrial Crops and Products*, 47, 13 – 19.
- Michel, F. S., Chazeau, L. and Cavallé, J. Y.,** 2006. Mechanical properties of high density polyurethane foams: ii effect of the filler size, *Composites Science and Technology*, 66, 2709-2718.
- Mosiewicki, M. A., Dell’Arciprete, G. A., Aranguren, M. I. and Marcovich, N. E.,** 2009. Polyurethane foams obtained from castor oil-based polyol and filled with wood flour, *Journal of Composite Materials*, 43, 3057-3072.
- Mouritz, A. P. and Gibson A. G.,** 2006. Fire properties of polymer composite material, *Springer*, Netherlands.
- Nath, D. C. D., Bandyopadhyay, S., Gupta, S., Yu, A., Blackburn, D. and White, C.,** 2010. Surface-coated fly ash used as filler in biodegradable poly(vinyl alcohol) composite films: part 1—the modification process, *Applied Surface Science*, 256, 2759–2763.
- Navarro M. V., Vega-Baudrit J. R., Sibaja M. R. and Melero F. J.,** 2012. Use of rice husk as filler in flexible polyurethane foams, *Macromol. Symp.*, 202–207.
- Nikje M. M. A. and Garmarudi A. B.,** 2006. Effect of talc filler on physical properties of polyurethane rigid foams, *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 45, 1213–1217.
- Nikje, M. M. A. and Tehrani, Z. M.,** 2010a. Thermal and mechanical properties of polyurethane rigid foam/modified nanosilica composite, *Polymer Engineering and Science*, 50, 468-473.
- Nikje, M. M. A. and Tehrani, Z. M.,** 2010b. Polyurethane rigid foams reinforced by doubly modified nanosilica, *Journal of Cellular Plastics*, 46, 2, 159-172.
- Parvaiz M. R., Mahanwar P. A., Mohanty S. and Nayak S. K.,** 2011. Effect of surface modification of fly ash reinforced in polyetheretherketone composites, *Polymer Composites*, 32, 1115–1124.
- Ray D., Bhattacharya D., Mohanty A. K., Drzal L. T. and Misra M.,** 2006. Static and dynamic mechanical properties of vinylester resin matrix composites filled with fly ash, *Macromolecular Materials and Engineering*, 291, 784–792.
- Rama, S. R. and Rai, S. K.,** 2009. Mechanical and fractographic studies on fly ash-filled hydroxyl-terminated polyurethane-toughened epoxy composites, *Journal of Composite Materials*, 43, 3231-3238.

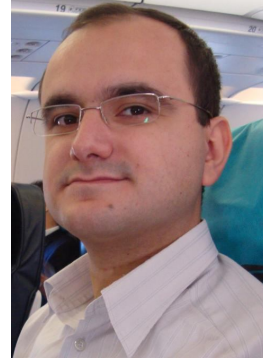
- Rama, S. R. and Rai, S. K.**, 2010. Studies on physicomechanical properties of fly ash-filled hydroxyl-terminated polyurethane-toughened epoxy composites, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 29, 2009-2014.
- Sadowska, J. P. and Czupryński, B.**, 2006. New compounds for production of polyurethane foams, *Journal of Applied Polymer Science*, 102, 5918-5926.
- Sahai, D., Vroman, I., Giraud, S. and Bourbigot, S.**, 2006. Microencapsulation of ammonium phosphate with a polyurethane shell part ii interfacial polymerization technique, *Reactive & Functional Polymers*, 66, 1118-1125.
- Satapathy, S., Nagb, A. and Nandoa, G. B.**, 2010. Thermoplastic elastomers from waste polyethylene and reclaim rubber blends and their composites with fly ash, *Process Safety and Environmental Protection*, 88, 131-141.
- Shang S., Chiu K. L., Yuen M. C. W. and Jiang S.**, 2014. The potential of cuttlebone as reinforced filler of polyurethane, *Composites Science and Technology*, 93, 17-22.
- Soyama, M., Inoue K. and Iji M.**, 2007. Flame retardancy of polycarbonate enhanced by adding fly ash, *Polym. Adv. Technol.*; 18, 386-391.
- Singh, S. N.**, 2002. Blowing agents for polyurethane foams, *Rapra Technology Limited*, UK.
- Şengül Ü.**, 2001. Uçucu kül ve çevresel etkileri, *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 7, 1, 89-104.
- Tarakçılar, A. R.**, 2011. The effects of intumescent flame retardant including ammonium polyphosphate/pentaerythritol and fly ash fillers on the physicomechanical properties of rigid polyurethane foams, *Journal of Applied Polymer Science*, 120, 4, 2095-2102.
- Thomson, T.**, 2005. Polyurethanes as specialty chemicals principles and applications, *CRC Press*, U.S.
- Thirumal, M., Khastgir, D., Singha, N. K., Manjunath, B. S. and Naik, Y. P.**, 2007. Mechanical, Morphological and Thermal Properties of Rigid Polyurethane Foam: Effect of The Fillers, *Cellular Polymers*, 26, 4, 245-259.
- Thirumal M., Khastgir D., Singha N. K., Manjunath B. S. and Naik Y. P.**, 2008. Effect of expandable graphite on the properties of intumescent flame-retardant polyurethane foam, *Journal of Applied Polymer Science*, 110, 2586-2594.
- Thirumal, M., Singha N. K., Dipak K., Manjunath B. S. and Naik Y.P.**, 2010. Halogen-free flame-retardant rigid polyurethane foams: effect of alumina trihydrate and triphenylphosphate on the properties of polyurethane foams, *Journal of Applied Polymer Science*, 116, 2260-2268.

- Tuzcu H.**, 2010. Isı yalıtımı ve otomotiv endüstrilerinde kullanılan yanmaya dirençli poliüretan esaslı malzemelerin tutuşma ve yanma karakteristiklerinin deneysel incelenmesi, *Yüksek Lisans Tezi*, Pamukkale Üniversitesi, Denizli.
- Türker P. ve Erdoğan B.**, 2004. Türkiye'deki uçucu küllerin sınıflandırılması ve özellikleri, *AR-GE TCMA*, Ankara.
- TS EN 826**, 1998. Isı yalıtım malzemeleri - binalar için - basınç dayanımının tayini, *Türk Standartları Enstitüsü*, Ankara.
- TS EN 13165**, 2004. Isı yalıtım mamulleri - binalar için-fabrikasyon olarak imal edilen sert poliüretan köpük (PUR)-özellikler, *Türk Standartları Enstitüsü*, Ankara.
- UL-94**, 1996, Tests for flammability of plastic materials for parts in devices and appliances, *Underwriters Laboratories Inc.*, Northbrook.
- Url-1** <<http://en.wikipedia.org/wiki/Polyurethane>>, alındığı tarih 03.04.2014
- Url-2** <<http://www.purtek.com.tr/flas-haberler/poliuretanin-tarihcesi.html>>, alındığı tarih 03.04.2014
- Url-3** <http://www.tekpol.com.tr/HTML/urunler/poliuretan_01.html>, alındığı tarih 2010
- Url-4** <<http://www.armstrongmold.com/pages/rimarticle.html>>, alındığı tarih 26.10.2013
- Url-5** <<http://www.merkezsunger.com.tr/tr/urunler.asp?kod=6>>, alındığı tarih 22.12.2012
- Url-6** <<http://machinedesign.com/article/closing-in-with-polyurethane-rim-0517>>, alındığı tarih 09.11.2010
- Url-7** <<http://www.rimnetics.com/examples.cfm>>, alındığı tarih 09.11.2010
- Url-8** <<http://www.tanexplasty.cz/ipur-peny.html?lang=2>>, alındığı tarih 09.11.2010
- Url-9** <<http://www.tononitalia.net/tonon/en/scheda/concept-en.html>>, alındığı tarih 09.11.2010
- Url-10** <<http://www.hengsource.com/>>, alındığı tarih 09.11.2010
- Url-11** <<http://www.polimernedir.com/polimer-fizigi/kaucuk-elastikiyeti/>>, alındığı tarih 09.10.2013
- Url-12** <<http://www.polimernedir.com/kutuphane/elastomerler/>>, alındığı tarih 09.10.2013
- Url-13** <<http://www.politon.com.tr/>>, alındığı tarih 09.11.2010
- Url-14** <<http://www.kutahyacimiento.com/>>, alındığı tarih 09.11.2010
- Url-15** <<http://www.serki.com/index.php?bolumsec=makale&id=ora>> alındığı tarih 09.11.2010
- Url-16** <<http://www.arescimento.com.tr/geridonusum.html>> alındığı tarih 09.11.2010
- Url-17** <<http://www.ekton.com.tr/ucucu-kul-fly-ash-sayfa.html>> alındığı tarih 09.11.2010

Url-18 <<http://eyupyaylaci.com/ucucu-kul/>> alındığı tarih 09.11.2010

- Usman M. A., Adeosun S. O. and Osifeso G. O.,** 2012. Optimum calcium carbonate filler concentration for flexible polyurethane foam composite, *Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering*, 11, 3, 311-320.
- Usta, N., Topçu M., Tarakçılar A. R., Deligöz, H., Altan, B. D., Yurtseven, R., Akdoğan, E. ve Tuzcu, H.,** 2011. Otomotiv ve ısı yalıtım endüstrileri için yeni yanmaya dirençli poliüretan esaslı malzeme geliştirilmesi ve bu malzemelerin ısıl bozulma ve yanma davranışlarının deneysel ve teorik incelenmesi, *TÜBİTAK* proje raporu, **108T2046**, Ankara.
- Usta, N.,** 2012. Investigation of fire behavior of rigid polyurethane foams containing fly ash and intumescent flame retardant by using a cone calorimeter, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 124, 3372–3382.
- Varlamova L. P., Cherkasov V. K., Domrachev G. A., Ob”edkov A. M., Semenov N. M., Egorov V. A., Kaverin B. S., Kirillov A. I., Ryabov S. A., Izvozchikova V. A., Pikulin I. V., Drozhzhin V. S., and Khovrin A. N.,** 2010. Physicomechanical properties of polyurethane foam filled with pyrolytic chromium coated aluminosilicate ash microspheres, *Macromolecular Chemistry and Polymeric Materials*, 83, 3, 494-498.
- Wu G., Gu J. and Zhao X.,** 2007. Preparation and dynamic mechanical properties of polyurethane-modified epoxy composites filled with functionalized fly ash particulates, *Journal of Applied Polymer Science*, 105, 1118–1126.
- Xu, Z., Tang, X., Gu, A. and Fang, Z.,** 2007. Novel preparation and mechanical properties of rigid polyurethane foam/organoclay nanocomposites, *Journal of Applied Polymer Science*, 106, 439-447.
- Ye, L., Meng X. Y., Liu, X. M., Tang, J. H. and Li, Z. M.,** 2008. Flame retardant and mechanical properties of high-density rigid polyurethane foams filled with decabrominated dipheny ethane and expandable graphite, *Journal of Applied Polymer Science*, 111, 2372-2380.
- Yurtseven, R., Tarakçılar, A. R. ve Topçu, M.,** 2013. Dolgu maddesi olarak kullanılan farklı uçucu küllerin sert poliüretan köpük malzemelerin mekanik özellikleri ile ısıl ve yanma davranışları üzerine etkileri, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 28, 4, 841-853.

ÖZGEÇMİŞ



Ad Soyad: Recep Yurtseven
Doğum Yeri ve Tarihi: Bursa, 1980
Adres: Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümü
Lisans Üniversitesi: Pamukkale Üniversitesi

Yayın Listesi:

Uluslararası hakemli dergiler (SCI, SCI-EXPANDED):

▪ Yurtseven R., Tarakçılar A. R. ve Topçu M. 2013. Dolgu Maddesi Olarak Kullanılan Farklı Uçucu Küllerin Sert Poliüretan Köpük Malzemelerin Mekanik Özellikleri İle Isıl ve Yanma Davranışları Üzerine Etkileri, Gazi Üniv. Müh. Mim. Fak. Der., Cilt 28, No 4, 841-853.

Uluslararası bilimsel toplantılarda bildiriler:

▪ Yurtseven, R., Akdoğan, E., Topçu, M., ve Tarakçılar, A. R., 2012. Sert Poliüretan Köpük (PUR) Malzemelerde LH15 (Huntit/Hidromanyezit) Dolgu Maddesinin Mekanik Özelliklere Etkisi, 14th International Materials Symposium (IMSP'2012), 1, 1145-1152.

▪ Yurtseven, R., Akdoğan, E., Topçu, M., ve Tarakçılar, A. R., 2012. Termoplastik Poliüretan (TPU) Malzemelerde LH15 (Huntit/Hidromanyezit) Dolgu Maddesinin Mekanik Özelliklere Etkisi, 14th International Materials Symposium (IMSP'2012), 1, 1309-1314.

Ulusal Dergiler:

▪ Tarakçılar, A. R., Akdoğan, E., Yurtseven, R., Usta, N. ve Topçu, M., 2013. Sert Poliüretan Köpük Malzeme Üretiminde Kullanılan Dolgu Maddelerinin Boyutlarının Isı İletim Katsayısı ve Basma Dayanımına Etkileri, Putech (Poliüretan Sanayi Dergisi), 17 12-13.

▪ Usta, N., Tarakçılar, A. R., Yurtseven, R., Akdoğan, E., ve Topçu, M., 2012. Sert Poliüretan Köpük Malzeme Üretiminde Dolgu Maddesi Olarak Uçucu Kül Kullanımı, Putech (Poliüretan Sanayi Dergisi), 14 36-40.