

T.C.
MANİSA CELAL BAYAR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ
METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
ÜRETİM METALURJİSİ BİLİM DALI

TERMOPLASTİK ESASLI PARTİKÜL KATKILI KOMPOZİT
MALZEMELERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Uğur YÜCEL

Danışman
Dr. Öğr. Üyesi Seçil ÇELİK ERBAŞ



MANİSA-2019

TEZ ONAYI

Uğur YÜCEL tarafından hazırlanan "**Termoplastik Esaslı Partikül Katkılı Kompozit Malzemelerin Üretimi ve Karakterizasyonu**"adlı tez çalışması 19/03/2019 tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri önünde Manisa Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı**'nda **YÜKSEK LİSANS** olarak başarı ile savunulmuştur.

Danışman

Dr.Öğr.Üyesi Seçil Çelik ERBAŞ
Manisa Celal Bayar Üniversitesi

Jüri Üyesi

Doç.Dr Emre YALAMAÇ
Manisa Celal Bayar Üniversitesi

Jüri Üyesi

Dr.Öğr.Üyesi Levent AYDIN
İzmir Katip Çelebi Üniversitesi

TAAHHÜTNAME

Bu tezin Manisa Celal Bayar Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'nde, akademik ve etik kurallara uygun olarak yazıldığını ve kullanılan tüm literatür bilgilerinin referans gösterilerek tezde yer aldığını beyan ederim.

Uğur YÜCEL



İÇİNDEKİLER

1.GİRİŞ	1
2.GENEL BİLGİLER	2
2.1. Polimer Malzemeler	2
2.1.1. Polimer Malzeme Tanımı	2
2.1.2. Polimerlerin Mekanik Özellikleri	3
2.2. Kompozit Malzemeler	6
2.2.1. Kompozit Malzeme Tanımı	6
2.2.2. Kompozit Malzemelerin Sınıflandırılması	7
2.2.2.1 Matris Türüne Göre Kompozit Malzemeler.....	7
2.2.2.1.1 Polimer Matrisli Kompozitler.....	7
2.2.2.1.2. Seramik Matrisli Kompozitler	13
2.2.2.1.3. Metal Matrisli Kompozitler	14
2.2.2.2. Katkı Türlerine Göre Kompozit Malzemeler	14
2.2.2.2.1. Fiber Katkılı Kompozit Malzemeler	14
2.2.2.2.2. Partikül Katkılı Kompozit Malzemeler	14
2.2.3 Polimer Matrisli Kompozit Malzemelerin Kullanım Alanları.....	16
2.3. Plastik Enjeksiyon Yöntemi	17
2.3.1. Plastik Enjeksiyon Prensibi	17
2.3.2. Plastik Enjeksiyon Makinesi.....	18
2.3.3 Plastik Enjeksiyon Kalıpları	19
2.3.4. Plastik Enjeksiyon Çevrimi	20
2.4. Literatür Özeti	21
2.4.1. Tezin amacı.....	24
3. DENEYSEL KISIM.....	25
3.1. Materyal.....	25
3.2. Yöntem	26
3.2.1. CaCO ₃ ve ZnO Katkılı Toz Polimer Kompozit Malzeme Üretimi.....	26
3.2.2. Plastik Enjeksiyon Yöntemi İle Numune Üretimi	29
3.2.3. Çekme Testi	36
3.2.4. Eğme Testi	38
3.2.5. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi	39

3.2.6. Dinamik Mekanik Analiz (DMA) Analizi.....	41
3.2.7. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analizi.....	41
4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA	43
4.1. Çekme Testi Sonuçları	43
4.2. Eğme Testi Sonuçları	49
4.3. Dinamik Mekanik Analiz (DMA) Analizi Sonuçları	53
4.4. Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) Analizi Sonuçları.....	57
4.5. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) Analizi Sonuçları	63
5. SONUÇ VE ÖNERİLER	67
KAYNAKLAR	69
ÖZGEÇMİŞ	72



SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

CaCO₃	: Kalsiyum karbonat
DSC	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
DMA	: Dinamik Mekanik Analiz
DYPE	: Düşük Yoğunluklu Polietilen
nm	: Nanometre
µm	: Mikrometre
PE	: Polietilen
PA	: Poliamid
PA6	: Poliamid- 6
PP	: Polipropilen
PS	: Polistiren
POM	: Poli oksimetilen
PVC	: Polivinil klorür
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskopu
UV	: Ultra viole
YYPE	: Yüksek Yoğunluklu Polietilen
ZnO	: Çinko oksit
Xc	: Kristallenme derecesi

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Etilen molekülünün polimerleşmesi	2
Şekil 2.2. (a) Uygulanan gerilimin zamana bağlılığı, (b)Elastik, (c) viskoelastik, (d) viskoz deformasyonlarda uzama-zaman ilişkisi	3
Şekil 2.3. Yarı kristalin polimerlerde gerilim-uzama grafiği	4
Şekil 2.4. Kompozit malzeme yapısı	6
Şekil 2.5. Termoset polimer zincirlerin çapraz bağlanması	8
Şekil 2.6. Takviye türlerine göre bazı kompozitler	14
Şekil 2.7 Önemli polimerler ve kullanım oranları	16
Şekil 2.8. Plastik enjeksiyon makinesinin çalışma prensibi	17
Şekil 2.9. Enjeksiyon makinesi ana bölümleri	18
Şekil 2.10. Enjeksiyon ünitesi birimleri	18
Şekil 2.11. Vida bölümleri	19
Şekil 2.12. Enjeksiyon kalıbı dişi (sağ) ve erkek kalıp bölümleri	19
Şekil 2.13. Enjeksiyon prosesinin şematik gösterimi	20
Şekil 3.1. Ultrasonik karıştırıcıda DYPE ve kalsiyum karbonatın karıştırılma işlemi	27
Şekil 3.2. Manyetik karıştırıcıda karıştırma işlemi	27
Şekil 3.3. Üretilen kompozit hammaddenin süzülme işlemi.....	28
Şekil 3.4. Dikey plastik enjeksiyon cihazı	29
Şekil 3.5. Plastik enjeksiyon cihazı bölümleri	30
Şekil 3.6. Plastik enjeksiyon cihazı, hammadde ergitme ve enjeksiyon bölümleri	31
Şekil 3.7. Proses ısı kontrol cihazı.....	32
Şekil 3.8. a) Eğme testi, b) çekme testi plastik enjeksiyon kalıpları.....	34
Şekil 3.9. Üretilen eğme test numuneleri	35
Şekil 3.10. Üretilen çekme test numuneleri	36
Şekil 3.11. Çekme test cihazı	37
Şekil 3.12. Çekme testi deney düzeneği.....	37
Şekil 3.13. Eğme test cihazı	38
Şekil 3.14. SEM analiz cihazı	39
Şekil 3.15. SEM numunelerinin altın kaplanması.....	40
Şekil 3.16. Altın kaplı numunelerin SEM cihazı görüntüsü	40
Şekil 3.17. DMA cihazı.....	41
Şekil 3.18. DCS cihazı	42

Şekil 3.19.DSC analizi proses verileri	42
Şekil 4.1. Farklı konsantrasyonlarda CaCO ₃ katkılı DYPE gerilme-gerinme grafiği.....	44
Şekil 4.2. Farklı konsantrasyonlarda ZnO katkılı DYPE gerilme-gerinme grafiği.....	45
Şekil 4.3. Farklı konsantrasyonlarda CaCO ₃ ve % 0,5 ZnO katkılı DYPE gerilme-gerinme grafiği	46
Şekil 4.4. Farklı konsantrasyonlarda CaCO ₃ ve % 1 ZnO katkılı DYPE gerilme-gerinme grafiği	48
Şekil 4.5. Farklı konsantrasyonlarda CaCO ₃ katkılı DYPE kuvvet/uzama grafiği	50
Şekil 4.6. Farklı konsantrasyonlarda ZnO katkılı DYPE kuvvet/uzama grafiği	50
Şekil 4.7. Farklı konsantrasyonlarda CaCO ₃ ve % 0,5 ZnO katkılı DYPE kuvvet/ uzama grafiği	51
Şekil 4.8. Farklı konsantrasyonlarda CaCO ₃ ve % 1 ZnO katkılı DYPE kuvvet/ uzama grafiği	52
Şekil 4.9. Farklı konsantrasyonlarda CaCO ₃ katkılı DYPE' ye ait depolama modülü, sıcaklık grafiği.....	53
Şekil 4.10. Farklı konsantrasyonlarda CaCO ₃ katkılı DYPE' ye ait kayıp modülü, sıcaklık grafiği	54
Şekil 4.11. Farklı konsantrasyonlarda ZnO katkılı DYPE' ye ait depolama modülü, sıcaklık grafiği	54
Şekil 4.12. Farklı konsantrasyonlarda ZnO katkılı DYPE' ye ait kayıp modülü, sıcaklık grafiği	55
Şekil 4.13. Farklı konsantrasyonlarda CaCO ₃ ve % 0,5 ZnO katkılı DYPE'ye ait depolama modülü, sıcaklık grafiği	55
Şekil 4.14. Farklı konsantrasyonlarda CaCO ₃ ve % 0,5 ZnO katkılı DYPE'ye ait kayıp modülü, sıcaklık grafiği	56
Şekil 4.15. Farklı konsantrasyonlarda CaCO ₃ ve % 1 ZnO katkılı DYPE'ye ait depolama modülü, sıcaklık grafiği	56
Şekil 4.16. Farklı konsantrasyonlarda CaCO ₃ ve % 1 ZnO katkılı DYPE'ye ait kayıp modülü, sıcaklık grafiği	57
Şekil 4.17. Farklı konsantrasyonlarda CaCO ₃ katkılı DYPE' ye ait kristallenme piki	59
Şekil 4.18. Farklı konsantrasyonlarda CaCO ₃ katkılı DYPE' ye ait erimeme piki.....	59
Şekil 4.19. Farklı konsantrasyonlarda ZnO katkılı DYPE' ye ait kristallenme piki	60
Şekil 4.20. Farklı konsantrasyonlarda ZnO katkılı DYPE' ye ait erimeme piki.....	60
Şekil 4.21. Farklı konsantrasyonlarda CaCO ₃ ve %0,5 ZnO katkılı DYPE' ye ait kristallenme piki.....	61
Şekil 4.22. Farklı konsantrasyonlarda CaCO ₃ ve %0,5 ZnO katkılı DYPE' ye ait erime piki	61

Şekil 4.23. Farklı konsantrasyonlarda CaCO ₃ ve % 1 ZnO katkıli DYPE' ye ait kristallenme piki.....	62
Şekil 4.24. Farklı konsantrasyonlarda CaCO ₃ ve % 1 ZnO katkıli DYPE' ye ait erime piki	63
Şekil 4.25. %5 CaCO ₃ katkısına ait kırılma yüzeyi SEM görüntüsü (1KX).....	64
Şekil 4.26. %20 CaCO ₃ katkısına ait kırılma yüzeyi SEM görüntüsü (500X)	65
Şekil 4.27. %1 ZnO katkısına ait kırılma yüzeyi SEM görüntüsü (1KX).....	65
Şekil 4.28. %10 CaCO ₃ %0,5 ZnO katkısına ait kırılma yüzeyi SEM görüntüsü (1KX)	66
Şekil 4.29 %20 CaCO ₃ %0,5 ZnO katkısına ait kırılma yüzeyi SEM görüntüsü (1KX).....	66



TABLO DİZİNİ

Tablo 2.1. Bazı termoplastiklerin termal özellikleri	9
Tablo 2.2. Bazı termoplastiklerin mekanik özellikleri	9
Tablo 2.3. Polietilenlerin yoğunluğa göre sınıflandırması	11
Tablo 2.4. Yüksek yoğunluklu polietilen teknik özellikleri.....	11
Tablo 2.5. Düşük yoğunluklu polietilen özellikleri	13
Tablo 2.6. Takviyeli polimer malzeme özellikleri	15
Tablo 2.7. Katkı malzemelerinin mekanik özelliklere etkisi	15
Tablo 2.8. Polimer kompozitlerin sektörlere dağılımı	16
Tablo 2.9. Plastik enjeksiyon yönteminde son ürün özelliklerinin bağlı olduğu proses parametreleri	21
Tablo 3.1. Petilen I22-19T fiziksel özellikleri	25
Tablo 3.2. Üretilen kompozit malzemenin partikül katkıları ve oranları.....	26
Tablo 3.3. Üretilen CaCO ₃ , ZnO ve CaCO ₃ + ZnO katkılı DYPE hammadde bilgileri	29
Tablo 3.4. Dikey plastik enjeksiyon cihazı özellikleri	30
Tablo 3.5. Sıcaklık prosesi program ayarları	33
Tablo 3.6. Enjeksiyon sonucu üretilen eğme, çekme test numune dağılımı	35
Tablo 3.7. Çekme test numuneleri ve ölçüleri	38
Tablo 3.8. Eğme test numuneleri ve ölçüleri	39
Tablo 4.1. Çekme test sonucu numunelere ait ortalama elastisite modülü ve ortalama çekme mukavemet değerleri	43
Tablo 4.2. Eğme test sonucu numunelere ait gerilme ve maksimum kuvvet değerlerinin ortalamaları	49
Tablo 4.3. ZnO ve CaCO ₃ katkılı DYPE'ye ait 35 °C' deki storage modulus ve loss modulus değerleri.....	53
Tablo 4.4. ZnO ve CaCO ₃ katkılı DYPE'ye ait DSC analiz sonuçları.....	58

TEŐEKKÜR

Çalıőmamın her aőamasında bana destek olan, bilgi ve deneyimleri ile yol gösteren, karőılaőtıđımız bütün zorluklarda sabır göstererek bana destek olan, lisans ve lisansüstü eđitimimde deđerli bilgilerini bizlerle paylaőan danıőman hocam saygıdeđer Dr. Öğr. Üyesi Seçil ÇELİK ERBAŐ'a, bilgi ve tecrübesi ile lisans ve lisansüstü öğrenim hayatımın tüm zorlu aőamalarında, desteđini hiç eksik etmeyen, yaptıđım deneylerde yardımcı olan, kendisini tanımaktan büyük onur duyduđum sevgili hocam Sayın Dr. Öğr. Üyesi Suat Bahar BAŐTÜRK'e, yüksek lisans eđitimim sırasında desteđi ve çekme ve DMA testleri konusunda her türlü imkan ve desteđi veren Sayın Dr. Öğr. Üyesi Levent AYDIN'a, çalıőmalarım sırasında manevi desteđini her zaman hissettiđim niőanlım Emine ARSLANTAŐ'a, Tez çalıőmalarımı yürütmemde yardımcı olan ENKA plastik firması çalıőma arkadaşlarıma, öğrenim hayatım boyunca beni maddi ve manevi olarak destekleyen ve hep yanımda olan aileme yürekten teőekkür ederim.

Uđur YÜCEL
Manisa, 2019

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

TERMOPLASTİK ESASLI PARTİKÜL KATKILI KOMPOZİT MALZEMELERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Uğur YÜCEL

Manisa Celal Bayar Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Seçil ÇELİK ERBAŞ

Dünyada ve ülkemizde polimer malzemelerin kullanımı son yıllarda artış göstermektedir. Yaygın olarak kullanılan polimer malzemelerden biri de polietilendir. Polietilen malzemeler, ev eşyalarından, otomotive, endüstriyel ürünlerde, geniş bir yelpazede kullanıma sahiptir. Günümüzde sanayide, özellikle beyaz eşya sektöründe yaşanan yüksek rekabet, malzemelerin mühendislik yaklaşımı ve malzeme seçimi açısından iyi incelenmesini, performans, dayanım ve fiyatlarının kontrol edilmesini gerektirmektedir. Bu bağlamda, ucuz ancak istenen performansı elde edebileceğimiz materyallerin kullanılması çok önemlidir. Bu tez çalışmasında hem üretim maliyeti hem de malzeme açısından ucuz ve yüksek performanslı partikül katkı polimer kompozitler üretilerek saf polimerlere kıyasla malzeme özellikleri önemli ölçüde artırılmıştır.

Tez çalışmamızda; termoplastik polimer, toz haline getirilmiştir. Çinko oksit ve kalsiyum karbonat katkı malzemeleri ile ekstrüder olmadan homojen olarak karıştırılması amaçlanmıştır. Enjeksiyon cihazı kullanılarak ASTM standartlarına uygun çekme ve eğme test numuneleri üretilmiştir. Mekanik özellikleri üç nokta eğme ve çekme testleri ile, termal özellikleri DMA ve DSC analizleri ile incelenmiştir. Ayrıca SEM tekniği kullanılarak partikül katkısının yapıdaki dağılımı incelenmiştir.

Anahtar Kelimeler:(Polimer Kompozit Malzemeler, Plastik Enjeksiyon, Partikül Katkısı)

2019, 72 sayfa

ABSTRACT
M.Sc. Thesis

**PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF THERMOPLASTIC BASED
PARTICULATED COMPOSITE MATERIALS**
Uğur YÜCEL

Manisa Celal Bayar University
Graduate School of Applied and Natural Sciences
Department of Metallurgical and Materials Engineering

Supervisor: Assistant Professor Seçil ÇELİK ERBAŞ

The use of polymer materials in the world and in our country has increased in recent years. One of the most commonly used polymer materials is polyethylene. Polyethylene materials have a wide range of use such as household goods, automotive, industrial products. Today, high competition in the industry, especially in the white goods sector, requires a good examination of the materials in terms of engineering approach and material selection, performance, strength and control of prices.

For this purpose, it is very important to use materials that are inexpensive but can achieve the desired performance. In this study, particle additive polymer composites which cheap in terms of both production and material cost and have high performance characteristics were produced. Also their material characterizations were improved compared to pure polymer. In this study, the thermoplastic polymer is powdered. It is aimed to mix homogeneously with zinc oxide and calcium carbonate additives without extruder. Tensile and bending test specimens were produced in accordance with ASTM standards by using the injection device. Mechanical properties of the three-point bending and tensile tests, thermal properties were examined by DMA and DSC analysis. In addition, particle distribution was investigated using SEM technique.

Keywords: Polymer Composite Materials, Plastic Injection, Particle Additive

2017, 72 pages

1.GİRİŞ

Polimer malzemeler, teknolojinin gelişmesi ve maliyetleri düşürme gereksinimi oluşması kaynaklı giderek metallerin yerini almaktadır. Otomobil, uçak gövdeleri, makine parçaları ve mühendislik malzemeleri üretiminde kullanımı artmıştır. Özellikle nano kompozitlerin üretilmesi sayesinde özel ihtiyaçlara yönelik özel malzeme üretimleri yapılabilmektedir. Üretilen polimer kompozitlerin mekanik ve kimyasal özellikleri metallerin mekanik özelliklerine yaklaşmakta bazı durumlarda daha üstün özellikler göstermektedir. Ayrıca atmosferik koşullara ve kimyasallara karşı dirençli olmaları, korozyon olmamaları kaynaklı metallerle üstünlük sağlamaktadırlar.

Polimer matrisli kompozit malzemeler son zamanlarda gerek araştırma gerekse endüstriyel kullanım bakımından çalışmaları artan malzeme türüdür. Bunun sebebi üstün karakteristik özellikleri ve düşük maliyetleridir.

Katkı maddesi kullanımı kullanılan katkı malzemesine bağlı olarak bazı özelliklerin geliştirilmesini sağlar. Özellikle ürün özelliklerini geliştirirken, aynı zamanda maliyetini düşürmek için kalsiyum karbonat, talk, mika ve baryum sülfat gibi katkı malzemeleri kullanılır.

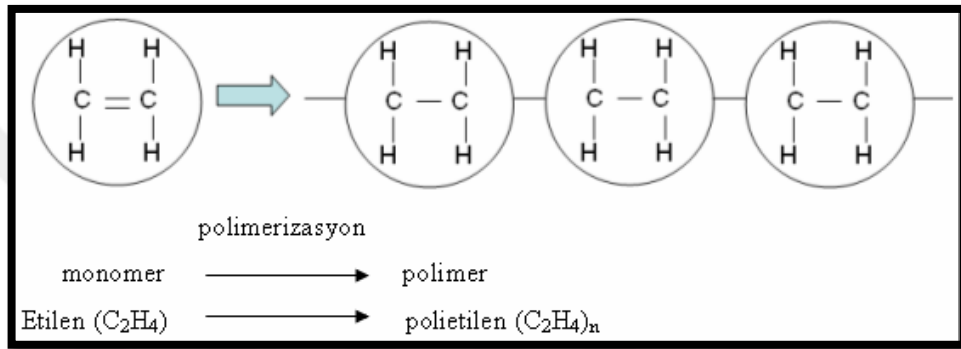
Bu çalışmada; düşük yoğunluklu polietilen ile farklı konsantrasyonlar da kalsiyum karbonat ve çinko oksit katkıları kullanılarak, ekstruder kullanılmadan toz kompozit malzeme üretildi. Karakterizasyon için enjeksiyon makinesinde numune üretimi yapıldı. düşük yoğunluklu polietilene eklenen katkı malzemeleri ile oluşan yeni kompozit malzemede özelliklerin iyileştirilmesi amaçlandı. Bu amaç doğrultusunda, üretilen numuneler, mekanik, termal, ve görüntü analizleri ile karakterize edilmiştir.

2.GENEL BİLGİLER

2.1. Polimer Malzemeler

2.1.1. Polimer Malzeme Tanımı

Polimer malzemeler büyük moleküllerden oluşur. Bu büyük polimer moleküllerini birbirleri ile kimyasal bağlarla bağlanarak oluşturan, tekrarlanan küçük moleküllere monomer denir. Monomer birimlerinden, polimer oluşması işlemine polimerizasyon, polimer oluşmasını sağlayan reaksiyonlara ise polimerizasyon reaksiyonları denir. Şekil 2.1'de polietilen polimerinin polimerleşme reaksiyonu gösterilmektedir. Burada merler birbirlerine elektron paylaşımının olduğu kovalent bağlarla bağlanan yapı birimleridir.



Şekil 2.1. Etilen molekülünün polimerleşmesi [1].

Makromolekül denilen bir polimer molekülünde bu yapı birimlerinden yüzlerce, binlerce bazen daha fazlası birbirine bağlanır. Bu sayıların küçük olduğu alt sınırdaki yer alan polimerlere oligomer, üst sınır bölgesindeki polimerlere de makro molekül denir. Laboratuvar veya pratik uygulamalar için hazırlanan polimerlerin birçoğu 5.000-250.000 g/mol molekül ağırlığı bölgesinde bulunurlar ve bu polimerlerin tamamına sentetik polimerler adı verilir [2].

Tek monomerden oluşan homopolimerler en basit polimer türüne örnektir. Bir homopolimer lineer (doğrusal) olabilir, dallanabilir veya üç boyutlu ağ yapısı gösterebilir. Üç boyutlu yapının oluşması için monomerin ikiden daha fazla fonksiyonlu grubunun bulunması gerekir [2].

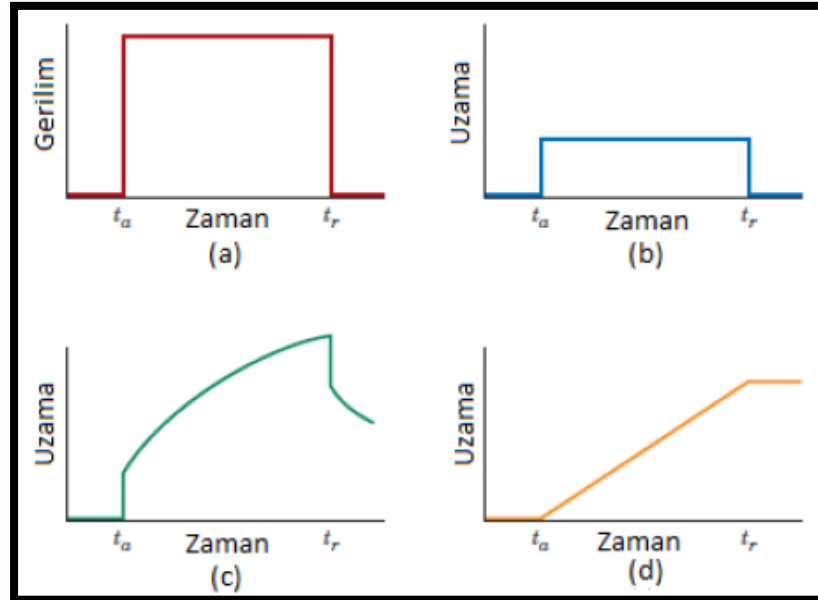
Polimer malzemeler plastik malzemelerin yapı taşı olup, SPE (Society of Plastics Engineers) ve The Condensed Chemical Dictionary kaynaklarına göre; Uygun şartlarda farklı birimlerle birleşerek büyük moleküller oluşturulmasına yatkın fonksiyonel grupları

bulunan basit moleküllerin reaksiyonu ile meydana gelen bileşiklerdir. En yalın tanımıyla polimer, çok sayıda aynı veya farklı atomik grupların kimyasal bağlarla, düzenli bir biçimde bağlanarak oluşturduğu uzun zincirli, yüksek molekül ağırlıklı bileşiklerdir [3].

2.1.2. Polimerlerin Mekanik Özellikleri

Polimer malzemelerin mekanik davranışlarının bilinmesi, kullanım alanlarının belirlenmesi ve polimer malzemelerin işlenmesi sırasında ortaya çıkabilecek zorlukların giderilebilmesi için gereklidir. Polimerlerin mekanik özelliklerini belirlemek için çeşitli parametreler tanımlanmış ve bu parametrelerin ölçülebilmesi için mekanik testler geliştirilmiştir. Polimer malzemenin mekanik özellikleri olarak, çekme dayanımı, elastisite modülü, uzama değeri, basma dayanımı, sürünme dayanımı, darbe dayanımı, eğme dayanımı, burulma dayanımı, sürtünme katsayısı sayılabilir. Polimerlerdeki deformasyon olayı sıcaklık ve zamana bağlı olduğundan, dört ana değişken olan, kuvvet, deformasyon, sıcaklık, zaman arasındaki ilişkiler çok önemlidir [4].

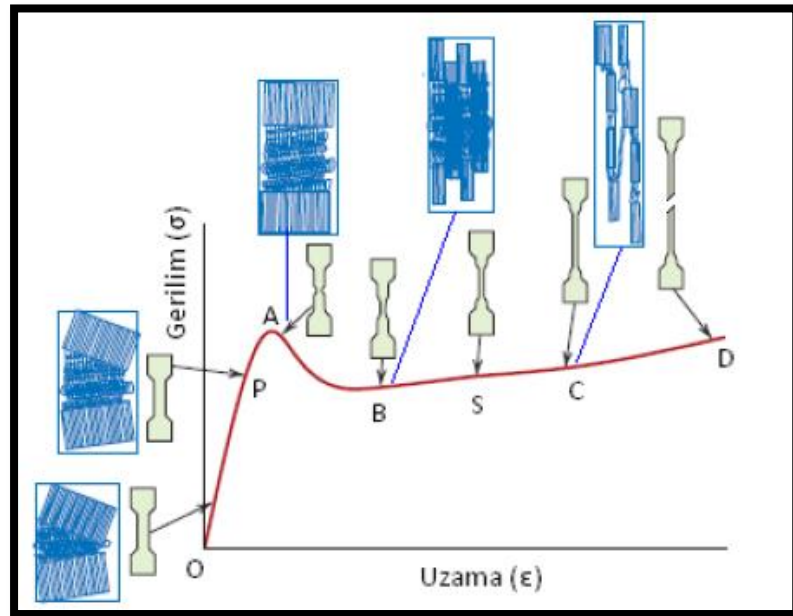
Deformasyon elastik (tersinir) ve viskoz (tersinmez) deformasyon olarak ikiye ayrılır. Polimerler aynı anda hem viskoz hem de elastik deformasyon gösterirler bu nedenle polimerlerdeki deformasyon viskoelastik karakterlidir.



Şekil 2.2. (a) Uygulanan gerilimin zamana bağlılığı, (b)Elastik, (c) viskoelastik, (d) viskoz deformasyonlarda uzama-zaman ilişkisi [4].

Elastik deformasyonda, malzemeye dışarıdan kuvvet uygulandığı zaman malzemede şekil ve boyut değişir. Uygulanan kuvvet kaldırıldığında malzeme ilk haline dönüyorsa burada oluşan deformasyon ideal elastik deformasyon olarak adlandırılır. Bir malzemenin geometrik durumundaki değişim “gerinim”, malzeme içerisinde dış kuvvetleri dengelemek için oluşan tepki ise “gerilim” olarak adlandırılır. Şekil 2.2.a’da görüldüğü gibi, t_a süresinde belli bir gerilim uygulanmış, t_r süresinde uygulanan gerilim kaldırılmıştır. t_a süresinde malzemenin boyunun L_0 olduğu düşünülürse, t_r süresinde ise L boyuna ulaşır. Malzeme üzerindeki gerilim kalktığında Şekil 2.2.b’de uzama-zaman grafiğinde görüldüğü gibi tekrar hızlı bir şekilde gerçek boyutuna dönüyorsa, bu durum ideal elastik bir davranıştır. Şekil 2.2.d’de belirtilen, $t=0$ anındaki uzunluğu L_0 olan malzemeye sabit bir gerilim uygulanmasıyla malzemenin uzunluğu yavaş yavaş artar ve bir süre sonra L değerine ulaşır. Gerilimin kaldırılmasıyla malzeme eski haline dönmez, son ulaştığı boyda kalır [4].

Polimerlerdeki mekanik dayanıklılık genellikle şekil bozulmasına neden olan bir kuvvet ile karakterize edilir. Bu kuvvete kırılma kuvveti, kopma kuvveti veya gerilim kuvveti denir ve MPa cinsinden ifade edilir. Malzemenin gerilim kuvveti, onun kuvvet-uzama eğrilerinden belirlenir ve numunenin kırıldığı veya koptuğu son kuvvettir.



Şekil 2.3. Yarı kristalin polimerlerde gerilim-uzama grafiği [4].

Yarı kristalin polimerler de kristalin ve amorf yapılar bir arada bulunur. Şekil 2.3'de yarı kristalin polimerlerde camsı geçiş sıcaklığı üzerindeki sıcaklıklarda kopma anına kadar uygulanan yüklemde elde edilen tipik gerilim-uzama grafiği gösterilmektedir. Grafikteki O-P elastik bölgedir ve O-P bölgesine bir doğru çizdiğimizde doğrunun eğimi elastisite modülünü verir. Bu bölgede gerilim arttırıldıkça uzama miktarı doğrusal olarak artar. Gerinim uzama eğrisinin doğrusallıktan sapmaya başladığı p noktasına orantısal limit denir.

Plastik malzeme, P-A eğrisi boyunca doğrusal olmayan elastik deformasyona uğrar. Orantısal limit noktası geçildikten sonra, gerilime göre uzamadaki artış biraz hızlanır ve A noktası gerilimin en yüksek değerini aldığı nokta olup akma noktasını verir. Akma noktası elastik sınırdır ve bu nokta üzerindeki gerilimlerde kalıcı deformasyon başlar. A noktası geçildiğinde, çekilen malzemenin orta kısmı inceler ve boyun oluşur. B noktasına kadar boyun oluşumu devam eder.

Gerilme, uzama eğrisinde B-C noktaları arası plastik deformasyon bölgesidir. Bu bölgede deformasyon hızla artarken gerilim değeri fazla bir değişkenlik göstermez. Polimer zincirleri birbiri üzerinden kaymaya devam ederken polimerde de uzama devam eder. Plastik bölgede polimer zincirleri birbirleri üzerinden kayarak çekme kuvveti doğrultusunda kısmen yönlendirler böylece deformasyona karşı direnç de artar, bu durum C-D boyunca devam eder. D noktası ise çekme deneyinin sonlandığı kopma noktasıdır [4].

Liflerin ve sert polimerlerin elastisite modülleri ve kopma gerilimleri oldukça yüksektir, ancak kopma uzamaları düşüktür. Bu nedenle şekil değiştirmeye karşı oldukça direnç gösterirler. Camsı geçiş sıcaklıkları oda sıcaklığı üzerinde olan polistiren (PS), polietilen tereftalat (PET) gibi termoplastikler sert polimerlere örnektir. Yumuşak polimerlere örnek olarak polietilen (PE), polipropilen (PP) verilebilir. Elastisite modülleri ve kopma gerilimleri orta düzeydedir. Elastomerler, elastisite modülleri düşük malzemelerdir.

2.2. Kompozit Malzemeler

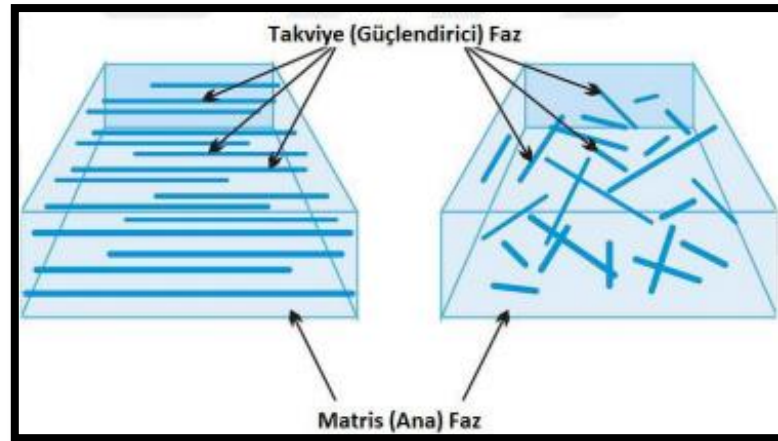
2.2.1. Kompozit Malzeme Tanımı

Kompozit malzemeler; en az iki malzemenin istenilen özellikleri sağlamak için makro boyutta birleştiği malzemelerdir. Kompozit üretimindeki amaç, tek başına istenilen özellikleri vermeyen, birbiri içerisinde çözünemeyen malzemeleri kullanım alanlarına uygun özellikleri verebilecek duruma getirmek için bir araya getirerek malzemeye yeni özellikler katmaktır (Dayanım, hafiflik, esneklik, maliyet, vb.).

Kompozit malzemeler makro ölçekte homojen özellikler gösterebilirler bile mikro ölçekte heterojen yapıya sahiptirler [6].

Kompozit malzemede genelde iki koşul aranmaktadır; kimyasal bileşimleri birbirinden farklı, belirli ara yüzeylerle ayrılmış en az iki malzemenin bir araya getirilmiş olması ve kompoziti oluşturan malzeme bileşenlerinin birbirleriyle reaksiyona girmemesi veya alaşım oluşturmaması.

Bu koşullara göre kompozit malzemeler, mikroskobik açıdan heterojen bir malzeme özelliği göstermekte, ancak makroskobik açıdan homojen bir malzeme gibi davranmaktadır. Kompozit malzemeler iki veya daha fazla sayıda bileşenden oluşurlar. Şekil 2.4'de gösterildiği gibi matris fazı, takviye edici faz olmak üzere iki kısımdan oluşur. Matris fazı; malzemenin büyük kısmını oluşturur ve yapının genel özelliklerini karakterize eder. Takviye edici faz ise, fiziksel ve kimyasal özellikleri iyileştirmek üzere yapı içine katılır [7].



Şekil 2.4. Kompozit malzeme yapısı [8].

Kompozitlerde takviye malzemesi olarak farklı özelliklere sahip malzemeler kullanılmaktadır. Takviye malzemesinin kullanımındaki temel amaç; malzeme üzerine gelen yükün taşınması, matrisin rijitliğinin ve dayanımının arttırılmasının sağlanmasıdır. Kompozit malzeme içinde matrisin fonksiyonu ise, çoğu gevrek ve kırılğan olan takviye elemanlarını dış ve çevresel etkilere karşı korumak, kompozit malzeme üzerine gelen yükü takviye elemanlarına iletmek ve tüm kompozit yapıyı bir arada tutmaktır [9].

2.2.2. Kompozit Malzemelerin Sınıflandırılması

Yapılarında çok sayıda farklı malzeme kullanılabilen kompozitlerin gruplandırılmasında kesin sınırlar çizmek mümkün olmamakla birlikte, kompozit malzemeleri, yapılarını oluşturan malzemeler ve yapı bileşenlerinin şekillerine göre iki şekilde sınıflandırmak mümkündür. Ana malzemenin türüne göre (plastik kompozitler, metalik kompozitler, seramik kompozitler vb.) bir gruplandırma yapılabildiği gibi yapı bileşenlerinin şekillerine göre de (parçacık esaslı kompozitler, fiber esaslı kompozitler, dolgulu “kafes” kompozitler, tabaka yapılı kompozitler şeklinde) sınıflandırılabilir.

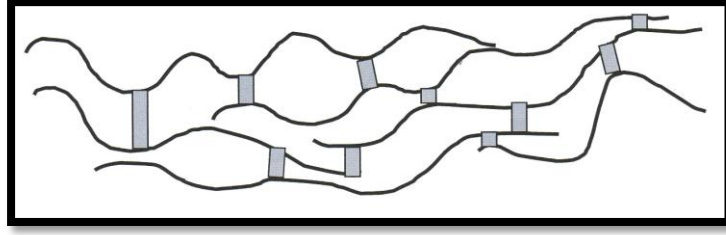
2.2.2.1 Matris Türüne Göre Kompozit Malzemeler

2.2.2.1.1 Polimer Matrisli Kompozitler

Polimerler, metal ve seramiklere göre çok daha karmaşık yapıdaki malzemelerdir. Matris olarak kullanılan polimerler düşük elastisite modüle ve düşük kullanım sıcaklığına sahiptirler. Termoset ve termoplastikler olarak iki gruba ayrılan polimer matrisler genelde sürekli fiberlerle kullanılır. Polimer kompozitlerin en önemli özellikleri yüksek mukavemet ve yüksek elastiklik modülüdür, dolayısıyla diğer malzemelere göre bu yönden üstün durumdadır [10].

Termosetler

Termoplastiklerin tersine Şekil 2.5’de gösterildiği gibi yüksek oranda çapraz bağ yapısına sahip olan termosetler soğutulup ısıtıldıktan sonra tekrar şekillenemeyen sert ve kırılğan plastiklerdir.



Şekil 2.5. Termoset polimer zincirlerin çapraz bağlanması [11].

Termosetler özel sentetik reçinelerden yapılmışlardır. Bu maddeler ısıtıldıklarında yumuşar ve eriyik hale gelir ve basınç altında akarak kalıpları doldururlar. Bu esnada malzeme çapraz bağ reaksiyonları neticesinde sertleşir ve tekrar ergimez hale gelir. O yüzden bu maddeler bir defa kullanılırlar. Termosetlerin piyasada birçok türleri vardır. Kendilerine has özelliklerinden ötürü termoset polimerler tek başlarına kullanılmaz ancak diğer maddeler ile karıştırılarak kullanılırlar [12].

Termoset polimerlerin özellikleri şunlardır;

- ❖ Termoset malzemeler ısıtıldıkları zaman sıvı hale geçmeden bozunurlar. Ateş veya ısıyla herhangi bir erime olmadığı için koruyucu bir özellik sergileyebilir ve bu özellikten dolayı tercih edilir.
- ❖ 3 boyutlu yapı ve çapraz bağların varlığından ötürü ısı karşısında termosetlere göre daha kararludur.
- ❖ Zincirler arası bağlar, makro moleküllerin yer değiştirmesine engel olduğu için genel sürünme özellikleri daha iyidir.
- ❖ Üretimde çevrim sürelerini arttıran çapraz bağlanmayı oluşturan kimyasal reaksiyonlar uzun zaman alır ve ek bir maliyet getiren ısıtma işlemi gerekir.
- ❖ Üretim sürecinin takibi termoplastik malzemelere göre zordur [13].

Termoplastikler

Yapıları genelde düz zincirli veya hafif dallanmış olup, üzerine ısı uygulandığında ergime dışında hiçbir özellik değişmesi göstermeyen, soğutulduğunda ise, tekrar aynı özellikleri gösteren maddelerdir. İstenildiği kadar ısıtma soğutma yapılabilen geri dönüşümlü olan plastiklerdir. Yarı kristal termoplastikler (PP, PE, POM, PA vb.) beyaz ve donuk bir görünüme sahiptirler. Amorf (şekilsiz) termoplastikler (PC, PMMA, PS, PVC vb.) molekül yapısı şeffaflık bakımından cama benzeyen şekilsiz plastiklerdir. Sıkça kullanılan mühendislik termoplastikleri aşağıdaki gibidir:

Akrilonitril Butadien Stiren (ABS), Poliamid (PA – Naylon), Polietilen (PE), Düşük Yoğunluklu Polietilen (DYPE), Yüksek Yoğunluklu Polietilen (YYPE), Polikarbonat (PC), Polipropilen (PP), Polivinil Klorür (PVC), Polimetil Metakrilat (PMMA), Poliasetal (POM), Polisülfon (PSU), Polibütilen Tereftalat (PBT), [12].

Günümüzde dünya çapında üretilen polimerlerin yaklaşık %85'ini termoplastikler oluşturmaktadır. Termoplastik malzemeler termosetlere göre daha sünek ve tokurlar. Bazı sıcaklık parametreleri Tablo 2.1'de, bazı mekanik özellikleri ise Tablo 2.2'de belirtilmiştir. Tekrar tekrar eritilip soğutulularak şekillendirilebilirler fakat yeni üretimde oluşturulan ürünün özelliklerinde molekül yapısındaki değişim nedeniyle düşüş görülmektedir [14].

Tablo 2.1. Bazı termoplastiklerin termal özellikleri [14].

Polimer	Camsı Geçiş Sıcaklığı (°C)	Erime Sıcaklığı (°C)
Polietilen	-70 / -60	105 / 130
Polipropilen	-20 / 5	160
Poli Metil Metakrilat	85 / 110	130 / 140
Polistiren	70 / 100	240
Poli Eter keton	145	340
Poli Laktik Asit	50 / 80	170 / 180

Tablo 2.2. Bazı termoplastiklerin mekanik özellikleri [14].

Malzeme	Malz. Özgül Ağırlığı (gr/cm ³)	Çekme Mukavemeti (°C)	Elastisite Modülü (Mpa)	Kullanma sıcaklığı (°C)
Polietilen (PE)	0,92-0,93	7-17	105-280	80
Polivinilklorür(PVC)	0,95-0,96	20-37	420-1260	100
Polipropilen (PP)	1,50-1,58	40-60	2800-4200	110
Polistiren (PS)	0,90-0,91	50-70	1120-1500	105
Acrylonitrile butadiene styrene (ABS)	1,08-1,10	35-68	2660-3150	85
Teflon (PTFE)	1,11-1,20	50-90	2450-3150	125
Naylon 6.6 (PA 6.6)	2,1-2,3	17-28	420-560	120

Termoplastikler, çoğunlukla ekstrüzyon ve enjeksiyon kalıplama üretim tekniklerinde kullanılır. Termoplastik malzemeler özellikle havacılık ve otomotiv endüstrilerinde yüksek sıcaklıklarda dahi yüksek performans düşük maliyet gibi gereksinimler için termoset kompozitlere oranla daha geniş yer almaktadır. Termoplastiklerin başlıca özellikleri aşağıdaki gibidir.

- ❖ Hammadde olarak raf ömürleri uzundur.
- ❖ Geri dönüşüm kabiliyetleri bulunmaktadır.
- ❖ Yüksek süneklik oranına (% 1-500) sahiptirler.
- ❖ Termoplastik malzemeler, işlem sonrası tekrar ısıtılıp şekillendirilebilirler.
- ❖ Bazı çeşitlerinin kompozit malzeme üretiminde matris olarak kullanılmaları zor ve maliyetleri yüksektir.
- ❖ Oda sıcaklığında işlenmeleri zordur.
- ❖ Bazı termoplastikleri istenilen şekillere sokabilmek için çözücülere ihtiyaç duyulur.
- ❖ Termoplastik hammaddeleri, termoset malzemelere göre daha pahalıdır [14].

Polietilen

Polietilen, çok çeşitli ürünlerde kullanılan bir termoplastiktir. İsmi monomer haldeki etilen molekülünden almaktadır. Etilen molekülü C_2H_4 , çift bağ ile bağlanmış iki tane CH_2 ' den oluşmaktadır ($CH_2=CH_2$). Polietilenin üretim şekli, etilenin polimerizasyonu ile olmaktadır [15].

Etilen molekülleri, yüksek sıcaklık ve yüksek basınçta katalizör veya katalizörler yardımıyla polimerleştirilerek, birbirinden farklı özelliklerde polietilen (PE) ürünleri elde edilir [16].

Polietilenlerin genel karakteristik özellikleri şöyledir:

- a) Sağlamdır,
- b) Asit, baz ve çözücülere dayanıklıdır,
- c) Dielektrik özellikleri üstündür,
- d) Çevre şartlarına dayanıklıdır,
- e) Kolay işlenebilirler.

Polietilen, oda sıcaklığında hiçbir çözücüde çözünmez ancak uzun süre alifatik, aromatik ve hidrokarbonlarda kaldığında şişer. Suyu karşı çok dayanıklıdır. Toluene, ksilen ve petrol eterinde yaklaşık $70\text{ }^\circ\text{C}$ 'de çözünürler. Polietilen, yüksek dielektrik özelliğine

sahip apolar bir polimerdir. Bu nedenle polar sıvıların buharını çok az geçirebilir, apolar sıvıların buharını ise nispeten daha fazla geçirir. Polietilen su buharını az geçirdiğinden dolayı birçok malzemenin kaplanması yaygın olarak kullanılmaktadır.

Polietilen malzemelerin üretim teknolojisine bağlı olarak değişik yoğunluk, erime aralığı ve moleküler yapıları bulunur. Bu nedenle polietilen malzemelerin sınıflandırılması gereği duyulmuştur. Bu sınıflandırma Tablo 2.3'te verilmiştir.

Tablo 2.3. Polietilenlerin yoğunluğa göre sınıflandırması [17].

Yoğunluk [g/cm ³]	Kullanılan İsim	Sembolü	PE Sınıflandırma Dünya Standartları		
			ASTM	ISO DIS	DIN
			D 1248(1)	1872(2)	16776(2)
0,910-0,925	Düşük Yoğunluklu Polietilen	DYPE	I	14,18,23	15,20,25
0,926-0,940	Orta Yoğunluklu Polietilen	OYPE	II	27,33,40	30,35,40
0,941-0,959	Yüksek Yoğunluklu Polietilen	YYPE	III	45,50,57	45,50,55

Yüksek yoğunluklu polietilen (YYPE)

Yüksek yoğunluklu polietilen 0,941 – 0,967 g/cm³ yoğunluk aralığındadır. Bu hammaddenin üretimi, tepkimelerin düşük basınçta ve sıcaklıkta gerçekleşebilmesini sağlayan yeni katalizörlerin keşfedilmesi sayesinde mümkün olmuştur. Bazı teknik özellikleri Tablo 2.4'de belirtilmiştir.

Tablo 2.4. Yüksek yoğunluklu polietilen teknik özellikleri [18].

Teknik Özellikler	Birim	Değer	Test Metodu
Erime Akış Hızı (19085 °C -2 ,16KG)	g/10 dk	5,5	ASTM D-1238
Yoğunluk	g/cm ³	0,966-0,970	ASTM D-1505
Akmada Gerilme Dayanımı	MPa	29	ASTM D-638
Kopmada Gerilem Dayanımı	MPa	24	ASTM D-638
Kopmada Uzama	%	>500	ASTM D-638
Izod Darbe Dayanımı	J/m	50	ASTM D-526
Sertlik (Shore D)	-	66	ASTM D-1706
Vicat Yumuşama Noktası	°C	124	ASTM D-1525

YYPE, doğrusal yapısı ve kısa dallı zincirleri dolayısıyla daha kristalimsidir. Ambalaj filmi, altyapı ve su boruları, şişe, meşrubat kasası, oyuncak, bidon, benzin deposu gibi kullanım alanları bulunmaktadır. YYPE'nin geniş bir kullanım alanı vardır. Üretilen YYPE'lerin %40'ı hava üflemleri döküm yöntemi kullanılarak; içecek, yiyecek, temizlik ürünlerinin şişeleri, mutfak ve ev eşyaları ile oyuncaklar gibi plastik parça üretiminde kullanılır. YYPE pazarının %30'unu ise enjeksiyon kalıplama tekniği ile üretilen parçalar oluşturur. Geri kalan YYPE ürünleri ise çoğunlukla ekstrüzyon yöntemiyle üretilir. Özellikle paketleme, ince film kaplama, boru, tüp ve kablo üretim endüstrilerinde bu yöntem kullanılır [18].

Düşük yoğunluklu polietilen (DYPE)

Düşük yoğunluklu polietilen, yüksek basınçta peroksit katalizörler yardımıyla etilenin polimerizasyonu sonucu oluşur. Tübüler ve otoklav proses olmak üzere iki çeşit üretim yöntemi vardır.

DYPE süt beyaz renkte, opak, dokunulduğunda mum hissi veren, PVC'den biraz sert, film halinde puslu, çok ince ise saydam olabilen bir malzemedir. DYPE, korozyona ve kimyasal maddelere karşı dayanıklı bir plastiktir. Oda sıcaklığında hiçbir çözücü çözmez, fakat sıcakta benzen ve karbontetraklorür gibi çözücülerde şişer. DYPE'yi 100 °C'de tuz asiti, sülfat asiti ve derişik nitrat asiti 24 saatlik bir zaman periyodunda etkilemez. Basınç altında kimyasallara karşı direnci düşerek çatlamalara uğrar. Katkı maddeleri olmayan ve dallanmış yapıda bulunmayan polietilen ışığa ve açık hava şartlarına pek dayanıklı değildir. Yer altı kablolarında olduğu gibi hava ve ışık teması kesilen polietilen bozulmadan yıllarca dayanır. DYPE 80-85 °C'ye kadar kullanılabilir, yüksek sıcaklıkta gitgide yumuşar ve nihayet mum kokusu vererek parçalanır Bağıl yoğunluğu ASTM standartlarında, Tip I olarak tanımlanan için 0.910- 0.925 gr/cm³ 'dür. Mekanik dayanımı orta derece olup uzaması ve darbe (vurma) dayanımı yüksektir. DYPE özellikleri Tablo 2.5'de belirtilmiştir [19].

Tablo 2.5. Düşük yoğunluklu polietilen özellikleri [19].

ÖZELLİKLER	BİRİM	DEĞER	TEST METODU
Erime Akış Hızı (2160g.190°C)	g/10 dk	1,7-3,0	ASTM D-1238
Yogunluk,23°C	g/cm ³	0,918-0,922	ASTM D-1505
Parlaklık	-	70	ASTM D-2457
Erime Noktası (DSC)	°C	110	ASTM E-794
Vicat Yumuşama Noktası	°C	80	ASTM D-1525
Akmada Gerilme Dayanımı	kg/cm ²	80	ASTM D-638
Kopması Gerilme Dayanımı	kg/cm ²	125	ASTM D-638
Kopmadı Uzama	%	560	ASTM D-638
Sertlik (Shore D)	-	44	ASTM D-1706
Camsı Geçiş Sıcaklığı	°C	-80/-90	R.F.Boyer , Rubber Chem Tech 36,5(1963)

DYPE enjeksiyon, ekstrüzyon, şişirme, film haline getirme, kaplama gibi çeşitli süreçlerde kullanılmaya elverişlidir. Tüketimde bu malzemenin %10'u kablo yalıtımında, %60'ı film ve ambalajlamada, kalanı da köpük ve diğer parça üretiminde kullanılır. Ticari hayatta film halinde sera örtüleri, ambalaj torbaları yapımında, şişirme yöntemiyle şişe, bidon üretiminde, enjeksiyon yöntemi ile de beyaz eşya, oyuncak ve çeşitli makine parçaları üretiminde kullanılır.

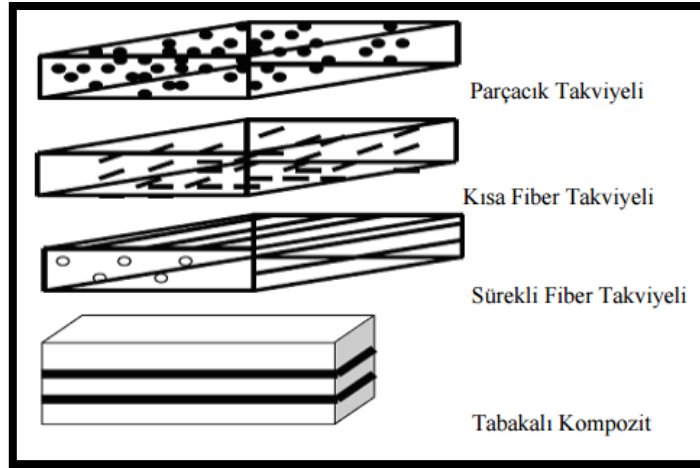
2.2.2.1.2. Seramik Matrisli Kompozitler

Seramik malzemeler, hafif oldukları ve yüksek sıcaklığa dayanıklı oldukları için yüksek sıcaklıkta çalışması gereken parçalar için oldukça elverişlidir. Sert ve kırılğan malzemeler olan seramik malzemeler, çok düşük süneklik gösterirler, düşük tokluğa sahiptirler ve termal şoklara karşı dayanıksızdırlar. Bu nedenle liflerle takviye edilirler. Buna karşılık çok yüksek elastiklik modülüne ve çok yüksek çalışma sıcaklıklarına sahiptirler [20].

2.2.2.1.3. Metal Matrisli Kompozitler

Ana malzemeleri çeşitli metal ve metal alaşımı olan ve takviyesinde ise çok çeşitli malzemeler kullanılabilen kompozitlerdir. Takviye elemanları sürekli fiber, partikül ve whisker şeklindedir ve bunlar genellikle oksit, karbür veya nitrür bileşimindedir. Metallerin ve metal alaşımlarının birçoğu yüksek sıcaklıkta bazı özellikleri sağlamlarına rağmen kırılğan olmaktadır [2].

2.2.2.2. Katkı Türlerine Göre Kompozit Malzemeler



Şekil 2.6. Takviye türlerine göre bazı kompozitler [2].

2.2.2.2.1. Fiber Katkılı Kompozit Malzemeler

Bu kompozit tipi ince elyafların ana malzeme de yer almasıyla meydana gelmiştir. Elyafaların matris içindeki yerleşimi kompozit yapının mukavemetini etkileyen önemli bir unsurdur. Uzun elyafların ana malzeme içinde birbirlerine paralel şekilde yerleştirilmeleri ile elyaflar doğrultusunda yüksek mukavemet sağlanırken, elyaflara dik doğrultuda düşük mukavemet elde edilir [21].

2.2.2.2.2. Partikül Katkılı Kompozit Malzemeler

Bir ana malzeme içinde başka bir malzemenin parçacıklar halinde bulunması ile elde edilirler. Kullanım miktarları bakımından, kompozitlerin üretiminde en yaygın kullanılan katkı malzemeleri arasında mikrondan, nanometreye kadar değişen boyutları ile parçacıklar ve partiküller yer almaktadır. Boyutları 1 μm 'den daha büyük olanlar parçacık, 1 μm 'den daha küçük boyutlular ise partikül olarak adlandırılmaktadır. Parçacık ya da partikül ile katkıli kompozitlerde ana malzeme içerisindeki takviye fazının hemen hemen homojen dağılım sergilemesi nedeniyle, kompozitin mekanik özellikleri aşağı yukarı eş yönlüdür. Partikül katkıli kompozitlerde, ana malzemenin içerisinde yer alan partiküller nedeniyle dağılım sertleşmesi ile mekanik özellikleri iyileşmektedir. [21].

Kompozit malzemelerde takviye malzemeleri inorganik maddelerden meydana gelmektedir. Aşağıdaki şemada görüldüğü gibi malzemenin fiziksel özelliklerinin iyileştirilmesi amacıyla kullanılır. Kullanılan katkı malzemesi polimer matrise kimyasal

olarak bağlandığından malzemenin kimyasal yapısında değişiklik oluşturur. Katkılı polimer malzeme özellikleri Tablo 2.6’de, katkı malzemelerinin mekanik özelliklere etkisi Tablo 2.7’de belirtilmiştir.

Tablo 2.6. Takviyeli polimer malzeme özellikleri [21].

Takviyeli Polimerde	Önemli Parametreler
o Kopma Dayanımı Artar	o Parçacık Büyüklüğü
o Basınç Dayanımı Artar	o Parçacık Büyüklüğü Dağılımı
o Elastik Modülü Artar	o Dispersiyon/Isınma
o Sünme Modülü Artar	o Yüzey Kaplama Malzemesi
o Maksimum Kullanım sıcaklığı Artar	o Bağdaştırıcı Uyumluluğu
o Darbe Dayanımı Artar	o İşçi Sağlığı
o Parça anizotropik olabilir.	o Statik Elektriklenme

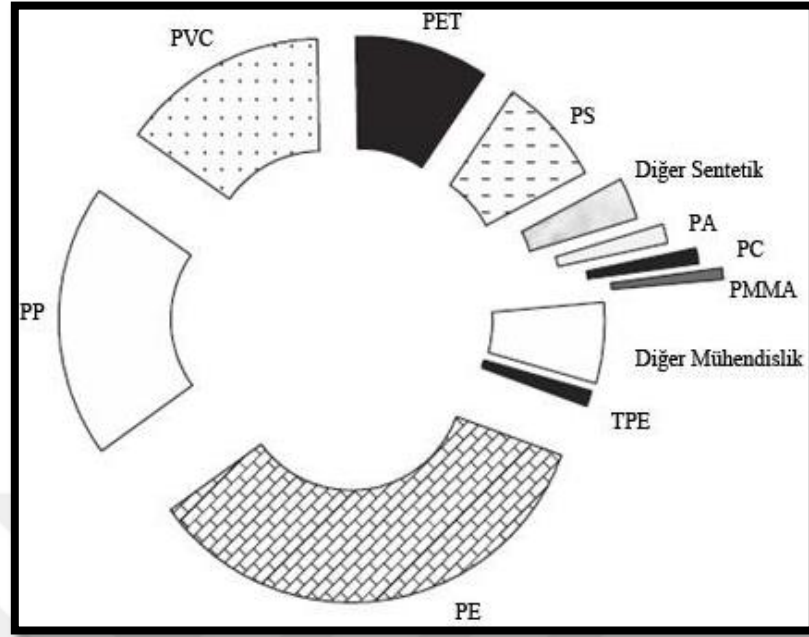
Tablo 2.7. Katkı malzemelerinin mekanik özelliklere etkisi [21].

Özellik	Cam Elyaf	Mika	Talk	Kaolin	Cam Kürecik	Kalsit
Çekme Mukavemeti	+++	+	+	+	+	+
Esneklik Modülü	+++	(+)(+)	++	(+)+	+	+
Darbe Mukavemeti	(-) (+)	(+) (-)	-	-	-	-
Genleşme	-	-	-	-		(+) (-)
Kalıp Çekmesi	-	-	-	-	-	-
İzotropi / Tolerans	(-) (-)	+	+	+	++	++
Isı İletkenliği	+	+	+	+	+	++
HDT	++++	++	+	+	+	+
Elektrik Mukavemeti	0	++		++	0	0
Isısal Kararlılık	0	+	(+) (-)	+	0	0
Sertlik	+++	+	+	+	++	0

2.2.3 Polimer Matrisli Kompozit Malzemelerin Kullanım Alanları

Polimer matrisli kompozit malzemelerin kullanım alanları son yıllarda artış göstermektedir. Otomotiv parçaları, spor malzemeleri, uzay aracı parçaları, ambalaj, deniz ve petrol endüstrisi gibi birçok alanda kullanılmaktadır [22]. Termoplastikler ambalaj endüstrisinde %30 paya sahiptir ve ambalaj endüstrisinde metal ve cam ile beraber önemli yer oluşturmaktadır. Bu oran Avrupa’daki tüketim miktarları dikkate alındığında %37’ye yükselmektedir. Şekil 2.7’de görüldüğü gibi plastik matrisli kompozit malzeme alanında

polietilen ve onu takiben polipropilen çok kullanılan polimerler arasında yer almaktadırlar [22].



Şekil 2.7. Önemli polimerler ve kullanım oranları [22].

Tablo 2.8’de belirtildiği gibi Avrupa’da plastikler için ikinci büyük pazarı yapı- inşaat sektörü oluşturmaktadır. Ambalaj endüstrisinin ardından gelen inşaat alanında, tüm plastiklerin %25’i kullanılmaktadır [22].

Tablo 2.8. Polimer kompozitlerin sektörlere dağılımı [22].

SEKTÖR	%
Ambalaj	37 - 39
İnşaat ve Sivil Mühendislik	18 - 24
Otomaotiv ve Ulaşım	18 - 13
Elektrik ve Elektronik	7 - 9
Spor ve Günlük	2 - 5
Mobilya	2 - 4
Tarım	2
Medikal	1
Diğer	7 - 11

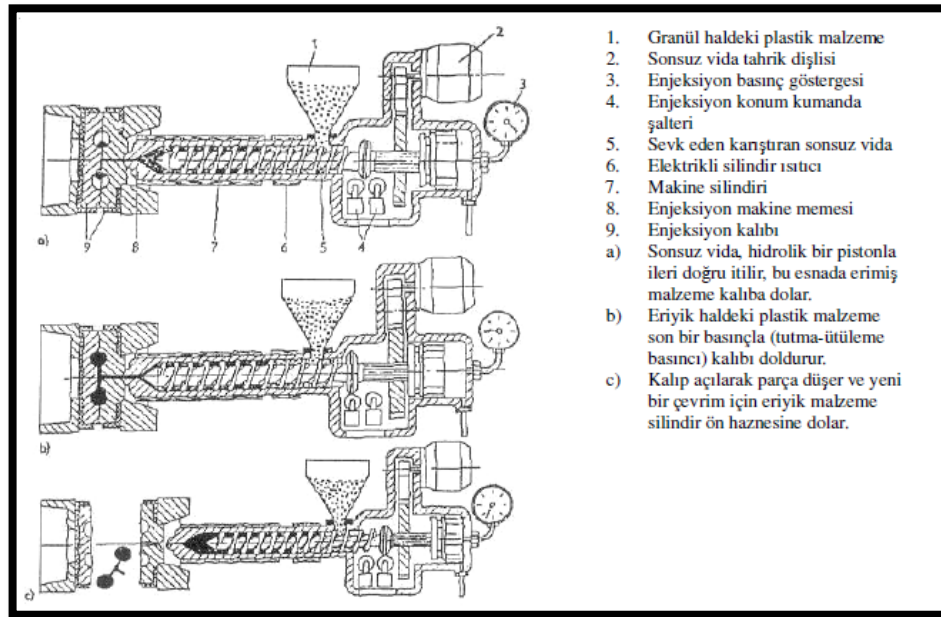
2.3. Plastik Enjeksiyon Yöntemi

Enjeksiyon kalıplama, plastik ürün üretiminde kullanılan en önemli proseslerden biridir. Termoplastiklerin üçte biri, tüm plastik gruplarının neredeyse yarısından fazlasında bu yöntem kullanılır [23]. Enjeksiyon yöntemi plastik hammaddenin ısı yardımıyla eritilerek kalıp içerisinde şekillendirilmesi işlemidir.

Plastik enjeksiyon yöntemi, büyük veya küçük hacimlerde karmaşık şekilli parçaların hızlı bir şekilde imal edilebilmesi, düşük maliyet, otomasyona uygunluk, son işleme gereksinim duymama, farklı yüzey, renk ve şekillerde parça imalatı, hurda oranının seri üretimde düşük olması, aynı makinede ve kalıpta farklı özelliklerde parçaların basılabilme imkanı gibi konularda avantaj sağlamaktadır.

2.3.1. Plastik Enjeksiyon Prensibi

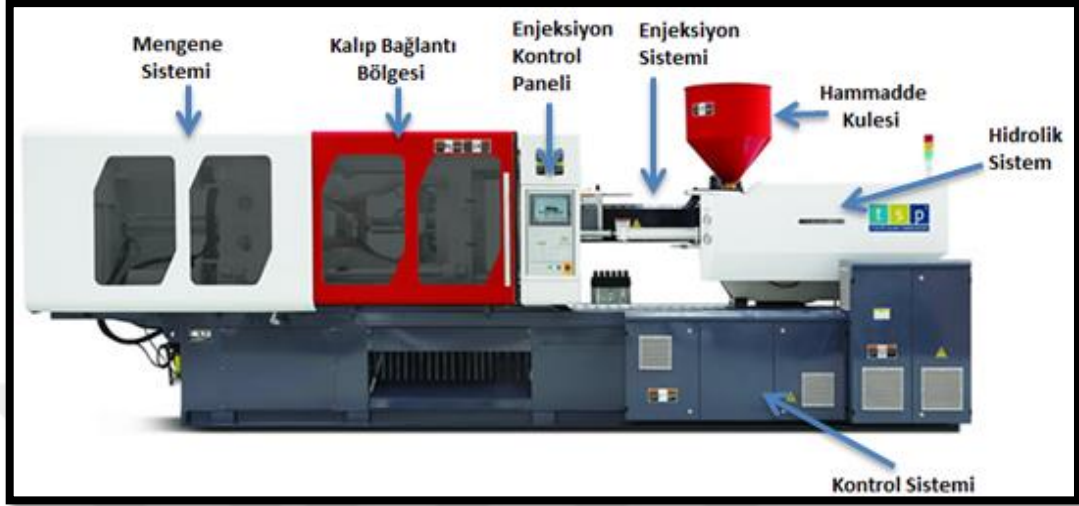
Enjeksiyon yönteminde; plastik hammadde birçok bölgeden ısıtılan ocak içerisinde eritilip vida yardımıyla uç kısımdaki memeye iletilir ve meme kalıp boşluğunu eriyik hammadde ile doldurur, yüksek basınç ve kalıbın özelliklerine bağlı olarak kalıp içerisinde hammadde soğutularak kalıbın şeklini alması sağlanır (Şekil 2.8). Plastik enjeksiyon işleminden önce hammadde ısıtılarak nem alma işlemi yapılır, ısıtma işlem sıcaklığı ve süresi kullanılacak olan plastik hammaddenin yapısına göre değişiklik gösterir.



Şekil 2.8. Plastik enjeksiyon makinesinin çalışma prensibi [24].

2.3.2. Plastik Enjeksiyon Makinesi

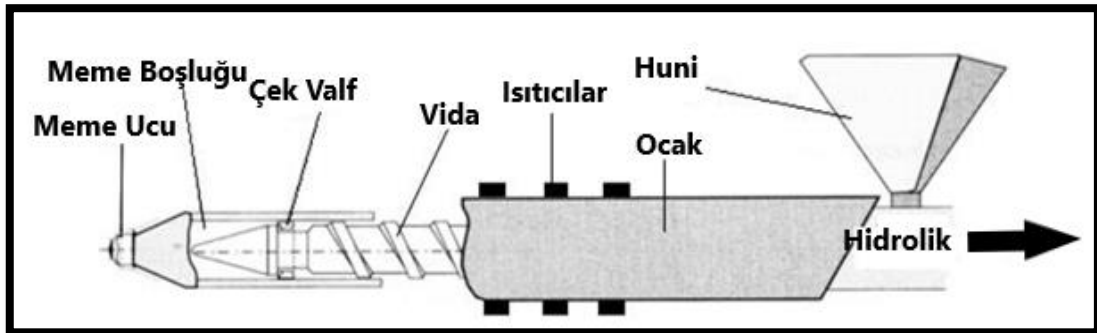
Şekil 2.9’da görüldüğü gibi enjeksiyon makinası 4 fonksiyonel bölümden oluşmaktadır.



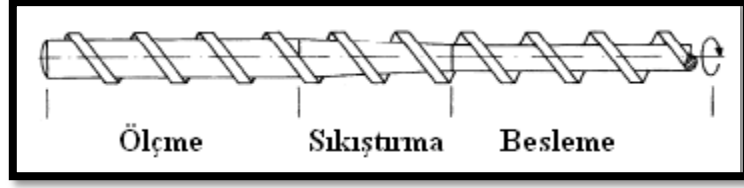
Şekil 2.9. Enjeksiyon makinesi ana bölümleri [25].

Plastikleştirme ve enjeksiyon ünitesi

Enjeksiyon ünitesi birimleri Şekil 2.10’de gösterilmiştir. Huni, plastik malzemenin koyulduğu ve düzenli bir şekilde ocağa aktarıldığı yerdir. Ocak, üzerinde hammaddenin eritilmesini sağlayan ısıtıcıların, içerisinde dönme hareketiyle eriyen hammaddenin ocak içerisinden enjeksiyon memesine aktarılmasını sağlayan sonsuz vida bulunan kısımdır. Sonsuz vida Şekil 2.11’de görüldüğü üzere besleme, sıkıştırma, ölçme olarak üç bölümden oluşmaktadır.



Şekil 2.10. Enjeksiyon ünitesi birimleri [25].



Şekil 2.11. Vida bölümleri [25].

İyi bir eritme performansı, kısa sürede malzeme taşınması, katkı maddelerinin homojenliğini sağlayacak şekilde etkili eritme, karıştırma ve iletim sonsuz vida mekanizmasından beklenen temel özelliklerdir [19].

Mengene ünitesi

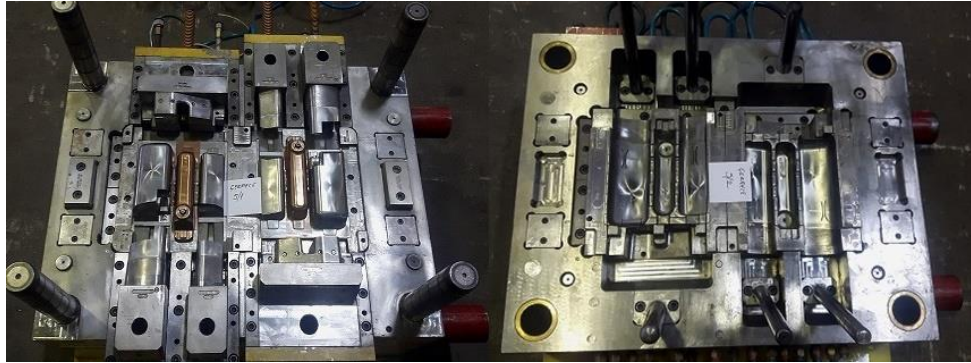
Kalıbın kapanıp, açılmasını ve kalıbın yüksek basınçla kapalı kalmasını sağlayan sistemdir.

Kontrol ünitesi

Enjeksiyon için gerekli sıcaklık, basınç, hız, zaman gibi tüm ayar parametrelerinin düzenlendiği PLS ünitedir.

2.3.3. Plastik Enjeksiyon Kalıpları

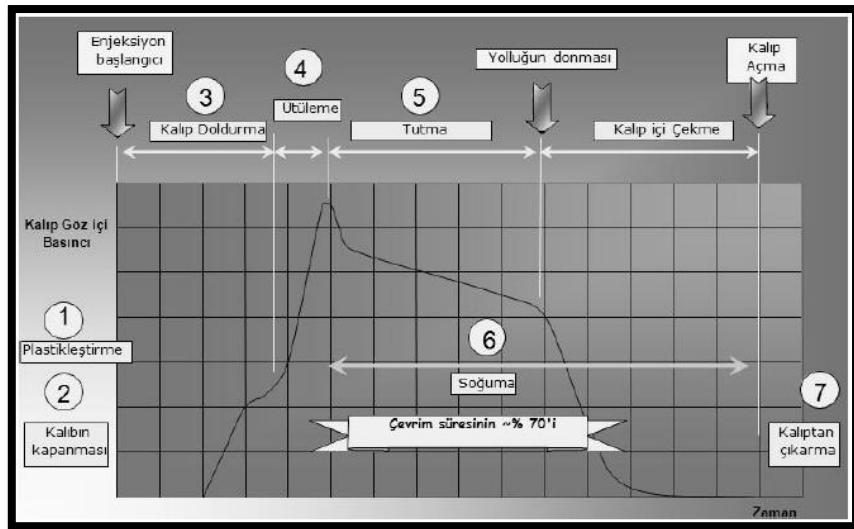
Enjeksiyon kalıpları; parça geometrisi oluşması için gerekli kalıp boşluğundan, kalıp boşluğuna eriyik plastiği getiren yolluk sisteminden, parçanın homojen soğumasını sağlayan soğutma kanallarından, parçanın kalıptan çıkarılmasını sağlayan itici sistemlerden oluşur, Şekil 2.12’de Vestel çamaşır makinesi fabrikasına ait, deterjan çekmecesi plastik enjeksiyon kalıbı gösterilmiştir.



Şekil 2.12. Enjeksiyon kalıbı dişi (sağ) ve erkek kalıp bölümleri

2.3.4. Plastik Enjeksiyon Çevrimi

Plastik enjeksiyon çevrimi, plastikleştirme, kalıbın kapatılması, kalıbın doldurulması, ütüleme, tutma, soğutma ve parçanın kalıptan çıkarılması işlemlerinden oluşmaktadır. Toz veya granül haldeki hammaddenin huniye konulmasıyla işlem başlar. Vida döndükçe huniden ocağa granül hammadde alınır. Granüller ısıtıcılardan aktarılan ve vida dönme hareketinin yarattığı sürtünme ile ortaya çıkan ısı ile eriyik haline dönüşür, eriyen plastik önde vida boşluğuna ulaşır. Vida boşluğunda biriken plastik vidayı geriye doğru iter ve limit şaltere değmesi ile geri itilme otomatik olarak durur, limit şalter huniden silindire alınan malzeme miktarını ayarlamış olur, plastikleştirme aşaması tamamlanır. Vidanın hidrolik piston tarafından ileri itilmesiyle eriyik plastik kalıp boşluğuna dolar, kalıp gözünü doldurmak için gerekli olan basınç bu sırada artmaktadır. Yüksek basınçla itilen malzeme kalıp içinde sıkışmaya ve soğumaya başlar bu sırada basınç artmaya devam etmektedir çünkü soğuyan plastiğin viskozitesi artmaktadır. Kalıp gözü hemen hemen dolarken veya yolluk girişi donmaya başlarken akışkanlığa direnç oldukça yüksektir ve vida bu oranda basınç veremez. Bu noktada hız kontrolden basınç kontrole geçilir. Bu nokta hızdan basınca geçiş noktası olarak adlandırılır. Parça katılaştırırken vida ilave bir basınçla (tutma basıncı) eriyiği basmaya devam eder. Bu sayede kalıpta donmadan ötürü ortaya çıkan çekme telafi edilir. Tutma aşaması yolluk girişi donuncaya kadar devam eder, yolluk donduktan sonra parça kalıp içinde soğumaya devam eder. Yeterince soğuyan parça kalıbın açılmasıyla iticiler yardımı ile dışarı alınır ve enjeksiyon çevrimi tamamlanmış olur. Şekil 2.13’de şematik olarak enjeksiyon çevrim prosesi gösterilmiştir.



Şekil 2.13. Enjeksiyon prosesinin şematik gösterimi [26].

Tablo 2.9. Plastik enjeksiyon yönteminde son ürün özelliklerinin bağlı olduğu proses parametreleri [27]

Etkili Parametre	Son Ürün Özelliği
Enjeksiyon Hızı	Mekanik Özellikler
Eriyik Sıcaklığı	
Kalıp Sıcaklığı	
Kalıp İçi Basıncı	
Ütüleme Basıncı	
Eriyik Sıcaklığı	Boyutsal Kararlılık, Çarpılma
Kalıp Sıcaklığı	
Kalıp İçi Basıncı	
Ütüleme Basıncı	
Enjeksiyon Hızı	Yüzey Kalitesi
Eriyik Sıcaklığı	
Kalıp Sıcaklığı	
Basınç	Diğerleri
Sıcaklık	

2.4. Literatür Özeti

M.Tanniru ve çalışma arkadaşları 2005 yılında gerçekleştirdikleri çalışmada polietilene kalsiyum karbonat (CaCO_3) katkısı ile oluşan kompozit yapının yüzey deformasyonunda kalsiyum karbonatın rolünü incelemişlerdir. Kalsiyum karbonat takviyeli yüksek yoğunluklu polietilen kompozitlerinin aşınma dirençleri saf yüksek yoğunluklu polietilene göre önemli ölçüde geliştirilmiştir.

Çalışma tamamlandığında; %5, %10 ve %20 oranında CaCO_3 takviyeli Polietilen malzemelerin mekanik ve fiziksel özelliklerinde genel olarak artış görülmüştür. Yüksek yoğunluklu Polietilenin CaCO_3 ile %5-%20 oranında takviye edilmesi polimer kompozitin elastisite modülünü artırmıştır. Bu sayede kompozitin kristalleşmesi, elastikliği ve aşınmaya karşı direnci arttırmaktadır [28].

Misra ve arkadaşları tarafından 2004 yılında gerçekleştirilen çalışmalarda polietilen malzemeye farklı oranlarda kalsiyum karbonat takviye edilmiştir. Elde edilen kompozit yapıda %20 CaCO_3 oranına kadar numunelerin kristallik yüzdelерinin arttığı tespit edilmiştir. Katkısız polietilen malzeme içinde kristalleşme yüzdesi %43'ten artarak %5, %10 ve %20 oranları için sırasıyla %53, %57 ve %67 olarak belirlenmiştir. Gerçekleştirilen çalışmalarda polimer malzemelerde kristalizasyon derecesinin kalsiyum karbonat katkısıyla değiştiği gözlemlenmiştir, kristalizasyon derecesi dayanım özelliklerini

etkilemektedir. Kalsiyum karbonatın polimer içerisine fazla miktarda katılması ve polietilen içerisinde homojen olarak dağıtılmaması mekanik özellikleri olumsuz etkilenmiştir

Bunun yanı sıra %5, %10 ve %20 kalsiyum karbonat katkı polietilen malzemelerin yüzey deformasyonu ve kırılma prosesleri katkısız polietilen ile karşılaştırılmıştır. Kalsiyum karbonat katkı polietilen malzemelerde çekme hızı artırıldığında mekanik özelliklerde azalma gözlemlenmiştir. Çekme deneyi sonrasında %20 oranında CaCO₃ katkı polietilen malzemelerin saf polietilen malzeme ile çok yakın akma dayanımı değerlerine sahip olduğu, %5 ve %10 katkı numunelerde akma dayanımı değerlerinin saf polietilene oranla arttığı belirlenmiştir [29].

Lazeri ve arkadaşları 2005 yılında gerçekleştirilen çalışmalarında polimerlere katkı eklendiğinde meydana gelen dayanım artışını incelemişlerdir. Çöktürme yöntemiyle üretilmiş kalsiyum karbonat takviyeli yüksek yoğunluklu polietilen malzemelerin mekanik ve reolojik özelliklerine yüzey etkileşiminin etkisini incelemişlerdir. Çalışmalarında hacimce %10 oranında kalsiyum karbonat takviyeli numuneler kullanmışlardır. Kullandıkları kalsiyum karbonatın ortalama tane büyüklüğü 70 nm'dir. Yüzey etkileşimi incelenirken stearik asit kullanılan ve stearik asit kullanılmayan numuneler üzerinde çalışmalarını gerçekleştirmişlerdir. Hacimce %10 kalsiyum karbonat ilavesi ile üretilmiş yüksek yoğunluklu polietilen numunelerde elastiklik modülü ve akma gerilmesinde artış tespit etmişlerdir ve aynı zamanda darbe dayanımında net bir düşüş görmüşlerdir [30].

Şahin ve Şahin yaptıkları bir çalışmada; soğuk çekmenin farklı oranlardaki kalsiyum karbonat katkı polipropilen random kopolimer malzemenin mekanik özelliklerine etkisini incelemişlerdir. Mekanik özelliklerindeki değişimler çentik darbe ve çekme deneyi ile incelenmiştir.

Polipropilenin (PP) özel türü olan polipropilen random kopolimer; boru üretiminde hammadde olarak kullanılan granül şeklinde elde edilmiştir. %5, %15 ve %30 olmak üzere üç değişik oranda kalsiyum karbonat katkı maddesi özel olarak harmanlanarak enjeksiyon kalıbında kalıplandırılmıştır.

Bulgular incelendiğinde; CaCO₃ oranı arttıkça kırılma enerjisinde azalma meydana gelmiştir. %5 ve %15 katkı malzemelerde; kırılma enerjilerinde yönlendirme miktarına

bağlı olarak dikkate değer artışlar meydana gelmiştir. %30 CaCO₃ katkılı polipropilen random kopolimer malzemede yönlendirme miktarı arttıkça kırılma enerjisinde düşüş meydana geldiği için; yönlendirmenin bu malzemede dezavantajlı olduğu görülmüştür.

Sonuçlar incelendiğinde; polipropilen random kopolimere CaCO₃ ilavesi ve yönlendirme uygulanması darbe özelliklerini iyileştirirken, sertlik değerlerini olumsuz etkilediği belirlenmiştir. Bunun yanı sıra CaCO₃ katkı maddesi arttıkça, çatlak başlatma enerjilerinde düşüş; çatlak ilerletme enerjilerinde artış gözlenmektedir. Yönlendirme miktarı arttıkça da her bir katkı oranlı malzemede çatlak başlatma enerjilerinde düşüş görülmesi, olumlu bir sonuç olarak tespit edilmiştir [31].

Teixeira ve arkadaşları 2005 yılında yaptıkları çalışmada yüksek yoğunluklu polietilen ve farklı oranlarda kalsiyum karbonat karışımları üzerine yürüttükleri deneysel çalışmada, kalsiyum karbonatın tane büyüklüğü, türü ve işleme şartlarına göre deneysel ürün tasarımı üzerinde çalışmışlardır. Çalışmalar kapsamında CaCO₃ katkılı yüksek yoğunluklu polietilen malzemelerin akma mukavemeti, çekme mukavemeti gibi mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Elde ettikleri verilerden incelenen özellikler üzerindeki en büyük etkiyi katkı oranının oluşturduğu sonucuna varmışlardır. Yüksek yoğunluklu polietilene %10 ve %20 oranında katılan CaCO₃, mekanik özelliklerini, çekme mukavemetini, elastisite modülünü arttırmıştır [32].

Zhang ve arkadaşları 2004 yılında yaptıkları çalışmada farklı oranlarda nano boyutta kalsiyum karbonat katkısı ekleyerek polipropilen kalsiyum karbonat nano kompozit yapının mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Kalsiyum karbonat nano partiküllerinin kompozit yapıda elastisite modülü ve yüzde uzamayı arttırtırken, akma mukavemetini azalttığı görülmüştür.

Tez çalışmasında ise polietilen, kalsiyum karbonat kompozitinin farklı oranlarda homojen olarak karıştırılmasında ekstrüder kullanmadığımız için alternatif bir yöntem araştırılmıştır.

T.Drzal ve arkadaşları tarafından kullanılan bu yöntemle göre polipropilenin izopropil alkol varlığında grafit ile kaplanması sağlanmıştır. Burada kullanılan grafit izopropil alkol içinde oda sıcaklığında homojenizasyon ile dağılır. Polipropilen çözeltiye toz olarak ilave edilir ve homojenizasyon 30 dakika boyunca devam eder. Son olarak,

çözücü 80 °C'de buharlaştırılır ve sonuçta toz polipropilen parçacıklarının tamamen grafen ile kaplanması sağlanır. Bu yöntemin temel avantajı homojenizasyonun ekstrüder kullanılmadan sağlanması ve topaklanmanın önlenerek homojen bir yapı elde edilmesidir, bu yöntemle elde edilen ürünler enjeksiyon kalıplama için kullanıma uygundur [34].

Darzal ve arkadaşları tarafından geliştirilen bu yöntemi kullanarak bizde tez çalışmamızda DYPE, CaCO₃ ile izopropil alkol varlığında kaplanmıştır. Eriyik halde birleştirmeye alternatif bir yöntem olarak, ekstrüder kullanmadan partikül katkılı kompozit malzeme üretimi amaçlanmıştır.

2.4.1. Tezin amacı

Ekstrüder kullanmadan partikül katkılı polimer kompozit üretmek, üretilen kompozit yapıda saf malzemeye göre mukavemet değerlerini artırarak, maliyeti düşürmek amaçlanmıştır.

3. DENEYSEL KISIM

3.1. Materyal

Deneysel çalışmalarda polimer ortamı olarak Düşük Yoğunluklu Polietilen (DYPE) kullanılmıştır. Kullanılan hammadde, Petkim tarafından üretilmiş olan PETİLEN I22-19T marka Düşük Yoğunluklu Polietilen (DYPE)'dir. Düşük Yoğunluklu Polietilen fiziksel özellikleri ve mekanik özellikleri ise Tablo 3.1 'de belirtilmiştir.

Tablo 3.1. Petilen I22-19T fiziksel özellikleri

FİZİKSEL ÖZELLİKLER	DEĞER	BİRİM	DENEY METODU
Erime Akış Hızı (190°C/2.16 kg)	22	g/10 min	ASTM D1238
Yoğunluk, (23°C)	0.919	g/cm ³	ASTM D1505
Erime Noktası	105-115	°C	ASTM D3418
Vicat Yumuşama Noktası (10 N)	82	°C	ASTM D1525
MEKANİK ÖZELLİKLER	DEĞER	BİRİM	DENEY METODU
Akmada Gerilme Dayanımı	7,5	MPa	ASTM D638
Kopma Gerilme Dayanımı	7,8	MPa	ASTM D638
Kopmada Uzama	400	%	ASTM D638
Sertlik (Shore D)	45	-	ASTM D2240

Oluşturulan polimer kompozit yapı için kullanılan katkı maddesi olarak, Tekkim marka %99 saflıkta kalsiyum karbonat (CaCO₃) kullanılmıştır, Partikül boyut aralığı 5-27 mikron arasındadır.

Oluşturulan polimer kompozit yapı için kullanılan diğer bir katkı maddesi olarak Sigma-Aldrich marka su içerisinde disperse halde bulunan çinko oksit (ZnO) kullanılmıştır. Bileşimi %20 ZnO %80 H₂O'dir ve partikül boyutu, 40-100 nm arasındadır.

Deneysel çalışmalarda DYPE ile katkıların homojen karıştırılması için sıvı ortam olarak izopropil alkol kullanılmıştır.

Deneysel çalışmalarda izopropil alkol içerisinde düşük yoğunluklu polietilen ve katkı maddelerinin homojen olarak karıştırılabilmesi için Bandelin Sonoplus-Hd-2070 marka ultrasonik karıştırıcı kullanılmıştır.

Homojenizasyon işlemiyle oluşan katkıli polimer yapıyı sıvı ortamından ayırmak için mavi bant filtre kâğıdı kullanılmıştır. Gözenek boyutu 2-4 nm ve boyutu 90 mm'dir.

3.2. Yöntem

3.2.1. CaCO₃ ve ZnO Katkıli Toz Polimer Kompozit Malzeme Üretimi

Kompozit malzeme üretilirken polimer matris olarak Düşük Yoğunluklu Polietilen kullanılmıştır. Partikül katkısı olarak Tablo 3.2'de gösterildiği gibi farklı oranlarda CaCO₃ ve ZnO katkıları kullanılmıştır.

Tablo 3.2. Üretilen kompozit malzemenin partikül katkıları ve oranları

POLİMER	PARTİKÜL KATKISI
DYPE	%5 CaCO ₃
	%10 CaCO ₃
	%20 CaCO ₃
	%0,5 ZnO
	%1 ZnO
	%5 CaCO ₃ + % 0,5 ZnO
	%5 CaCO ₃ + % 1 ZnO
	%10 CaCO ₃ + % 0,5 ZnO
	%10 CaCO ₃ + % 1 ZnO
	%20 CaCO ₃ + % 0,5 ZnO
	%20 CaCO ₃ + % 1 ZnO

Kalsiyum karbonat katkıli düşük yoğunluklu polietilen üretim aşamaları şu şekildedir;

- ❖ 1 gr kalsiyum karbonat, 250 ml izopropil alkol içerisinde ultrasonik karıştırıcı yardımıyla 60 dk karıştırılmıştır. Ultrasonik karıştırıcı genlik ayarı, yapılan denemelerde belirlenen en uygun değer olan %80 olarak ayarlanmış olup, mod olarak sürekli dalga modu seçilmiştir.
- ❖ Ardından beher içerisindeki karışıma 20 gr toz düşük yoğunluk polietilen eklenerek Şekil 3.1'de gösterilen şekilde tekrar 60 dk süre ile karıştırılmıştır.



Şekil 3.1. Ultrasonik karıştırıcıda DYPE ve kalsiyum karbonatın karıştırılma işlemi

- ❖ Ultrasonik karıştırıcıda 2 saatlik karıştırma işlemi bittikten sonra beher içerisinde manyetik karıştırıcıda Şekil 3.2’de gösterildiği gibi 15 dk daha karıştırılmıştır.



Şekil 3.2. Manyetik karıştırıcıda karıştırma işlemi

- ❖ Manyetik karıştırma işlemi bittikten sonra homojen olarak karışmış hammadde kantitatif filtre kağıdında süzülmüştür. Süzme işlemi şekil 3.3’de gösterildiği gibi düzenek hazırlanarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.3. Üretilen kompozit hammaddenin süzülme işlemi

- ❖ Süzme işlemi tamamlandıktan sonra petri kabında toplanan karışım hammadde etüvde 60 °’de 24 saat bekletilerek kurutulmuştur.
- ❖ Yukarıda kalsiyum karbonat katkılı düşük yoğunluklu polietilen üretimi %5 kalsiyum karbonat katkısı için anlatılmıştır, hammadde üretimi %10 ve %20 kalsiyum karbonat katkılı hammadde elde edilmesi için tekrarlanmış olup Tablo 3.3’de üretilen numune bilgileri paylaşılmıştır, her katkı yüzdesi için çekme ve eğme testleri için 2 şer adet üretilmiştir.
- ❖ Belirtilen proses kullanılarak yalnız çinko oksit ile çinko oksit ve kalsiyum karbonatın birlikte takviye edildiği hammaddeler de üretilmiştir.
- ❖ Çinko oksitin su içerisinde disperse halde bulunduğu göz önünde bulundurularak karışımdaki yüzdesi hesaplanmıştır.

Tablo 3.3. Üretilen CaCO₃, ZnO ve CaCO₃ + ZnO katkılı DYPE hammadde bilgileri

NUMUNE NO	OLUŞTURULAN KOMPOZİT HAMMADDE
Hammadde 1.1	DYPE + %5 CaCO ₃
Hammadde 1.2	DYPE + %10 CaCO ₃
Hammadde 1.3	DYPE + %20 CaCO ₃
Hammadde 2.1	DYPE+ %0,5 ZnO
Hammadde 2.2	DYPE+ %1 ZnO
Hammadde 3.1	DYPE + %5 CaCO ₃ + %0,5 ZnO
Hammadde 3.2	DYPE + %5 CaCO ₃ + %1 ZnO
Hammadde 4.1	DYPE + %10 CaCO ₃ + %0,5 ZnO
Hammadde 4.2	DYPE + %10 CaCO ₃ + %1 ZnO
Hammadde 5.2	DYPE + %20 CaCO ₃ + %0,5 ZnO
Hammadde 5.3	DYPE + %20 CaCO ₃ + %1 ZnO

3.2.2. Plastik Enjeksiyon Yöntemi İle Numune Üretimi

Tez Çalışmamızda plastik enjeksiyon yöntemi ile katkılı polimer kompozit malzeme üretimi Celal Bayar Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü bünyesinde bulunan Polimer Malzeme Laboratuvarında gerçekleştirilmiştir. Cihaz MSE marka IM_2500_20_300 model dikey plastik enjeksiyon cihazıdır ve özellikleri Tablo 3.4’de belirtilmiştir.



Şekil 3.4. Dikey plastik enjeksiyon cihazı

Tablo 3.4. Dikey plastik enjeksiyon cihazı özellikleri

ÜRÜN KODU	MAX. SICAKLIK (°C)	BASINÇ (MPa)	KOVAN (IDXH) (mm)
IM_2500_20_300	300	80	20 x 150

- ❖ Plastik enjeksiyon cihazı bölümleri Şekil 3.5’de numaralandırılmış ve açıklanmıştır. Bölümlerden enjeksiyon kovanı ve kalıbın bulunduğu kısım ayrıntılı olarak Şekil 3.6’da belirtilmiştir.

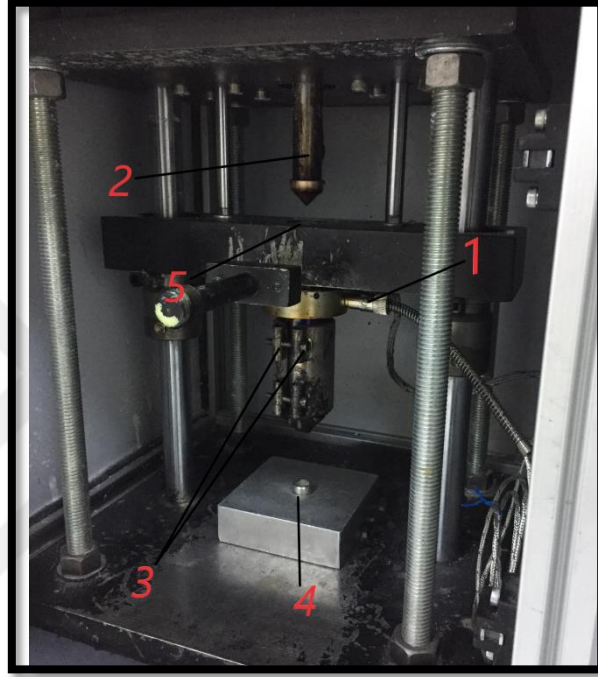


Şekil 3.5. Plastik enjeksiyon cihazı bölümleri

Bölümlerin açıklamaları şu şekildedir;

1. Elektrik anahtarı; 0’dan 1’e getirilerek enjeksiyon cihazına enerji verilen bölümdür.
2. Isı anahtarı; Açık konuma getirilerek rezistanslara ısı verilmesinin ve ısı kontrol ve programlama cihazının çalıştırıldığı bölümdür.
3. Isı kontrol ve programlama bölümü; bu bölümde Ordell-PC491 Model cihaz bulunmaktadır, endüstriyel ortamlardaki bir çok proses değişkeninin ölçümü ve kontrolü amacı ile kullanılan bu cihaz enjeksiyon ısısının kontrolünü ve programlanan değerlerde çalışmasını sağlamaktadır.
4. Kilit kontrol anahtarı; Pistonun aşağı ve yukarı doğru hareketini sağlamaktadır. Kademeli olarak kontrol edilebilmektedir.
5. Enjeksiyon kontrol anahtarı; Koçun kovana içerisine aşağı yönlü hareketini ve enjeksiyon sonrası yukarı yönlü hareketini sağlamaktadır.

6. Kovan bölümü; Hammaddenin içerisinde eridiği kovan, etrafında ısınmayı sağlayan rezistans, ısıyı ölçen thermocouple, kalıp boşluğunun eriyik hammadde ile doldurulmasını sağlayan enjeksiyon memesinin bulunduğu kısımdır.
7. Kalıp yerleştirme alanı; Buraya istenilen numuneye uygun kalıp yerleştirilir ve enjeksiyon işlemi yapıldıktan sonra kalıp çıkarılır.
8. Manometre; Enjeksiyon için gerekli, koç hareketini sağlayacak basınç, buradan kontrol edilir.

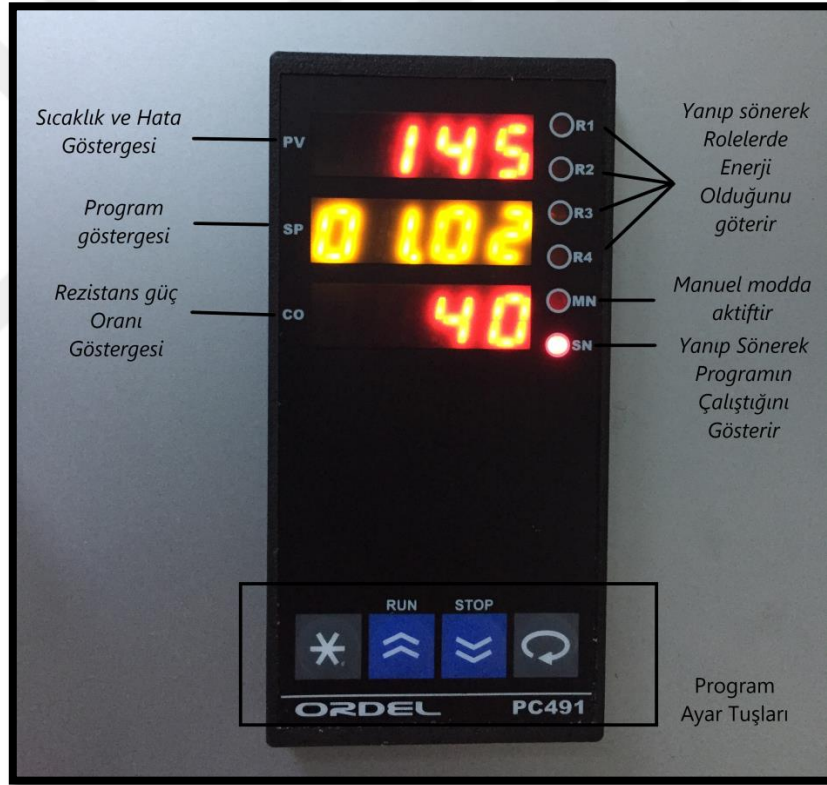


Şekil 3.6. Plastik enjeksiyon cihazı, hammadde ergitme ve enjeksiyon bölümleri

1. Thermocouple; sıcaklığın ölçülmesinde kullanılan cihazdır, thermocouple ile elde edilen veriler dijital ekrandan kontrol edilir.
2. Koç; Kovan içerisinde eriyen hammaddenin sıkıştırılarak enjeksiyon memesinden kalıp boşluğunu doldurulmasını sağlayan metaldir. Şekil 3.5’de 5 numara ile belirtilen enjeksiyon kontrol anahtarı ile kontrol edilir. Aşağı yönlü hareketi ile enjeksiyon işlemi gerçekleşir.
3. Rezistans; Kovanın ısınmasıyla hammaddenin eritilmesini sağlayan, kovani saran pirinç yapıdır.
4. Kalıp tablası, Bu bölüm kalıbın oturtularak enjeksiyon işleminin yapıldığı bölümdür, temel amacı kalıbın enjeksiyon sırasında sabit kalmasını sağlamaktır.
5. Hammadde doldurulma boşluğu; Bu bölümden hammadde kovana boşaltılır.

Plastik enjeksiyon ile partikül katkılı termoplastik, ASTM standartlarına uygun çekme ve eğme numuneleri üretim aşamaları şu şekildedir;

- ❖ İlk olarak Şekil 3.5’de 1 numara ile gösterilen güç anahtarı, 0 konumundan 1 konumuna getirilerek cihaza enerji verilir. Daha sonra 2 numara ile gösterilen ısı anahtarı çalıştırılarak rezistansların ısınması ve thermocuple devreye girmesi sağlanır.
- ❖ Hava kompresörü açılarak, manometre 0,6 bara ayarlanır.
- ❖ Güç anahtarı 0’dan 1 konumuna getirilerek cihaza enerji verilir.
- ❖ Isı anahtarı 0’dan 1 konumuna getirilerek rezistansların ısınması sağlanır, böylece kontrol paneli de çalışmaya başlayacaktır.
- ❖ Şekil 3.7’de gösterilen Ordell-PC491 marka ısı prosesi kontrol cihazından programlama yapılır.



Şekil 3.7. Proses ısı kontrol cihazı

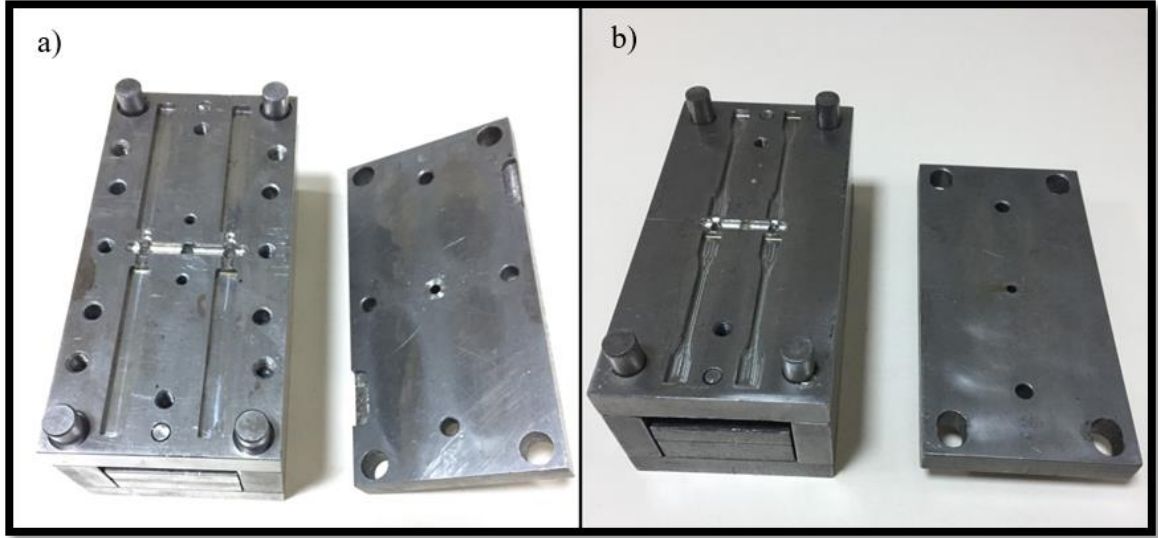
- ❖ Oluşturulan program her farklı katkılı hammadde için farklı olup program örneği Tablo 3.5’de belirtilmiştir. Literatür araştırmalarında düşük yoğunluklu polietilenin enjeksiyon çalışma sıcaklığı 200-250 °C olarak belirlenmiştir. Çalışma sıcaklığı belirlenirken her bir numune için hammadde erime durumuna ve akışkanlığa gözle kontrol yapılarak karar verilmiştir. Programa girilen değer 145 °C olarak girildiğinde

harici termocouple ile ölçülen değer 210 °C' dir. Bu nedenle -65 °C fark olduğu belirlenmiş program girdileri ona göre ayarlanmıştır. Bu fark termocouple'ın konumunun yanlış olması kaynaklı olduğu makine üretici firma yetkilisi tarafından bildirilmiştir.

Tablo 3.5. Sıcaklık prosesi program ayarları

PRGRAM 1 GİRDİLERİ	AÇIKLAMA	AYARLANAN DEĞERLER
S_01	çıkılacak sıcaklık	145 °C
t_01	belirlenen sıcaklığa çıkış süresi	30 dk
S_02	çalışma sıcaklığı	145 °C
t_02	çalışma sıcaklığında tutulma süresi	sürekli
S_03	soğuma sıcaklığı	23 °C (oda sıcaklığı)
t_03	soğuma sıcaklığına düşme süresi	30 dk

- ❖ Ayarlanan program sıcaklık değer göstergesi (pv) istenilen sıcaklığa çıkartılır. Kurutulmuş hava almayan poşette bekletilen hammadde hassas terazide tartılır ve 17 g hammadde kovan içerisine yerleştirilir. Belirlenen sürede bekletilir. Hammaddenin ergime süresi yapılan denemelerde 4 dakika olarak belirlenmiştir.
- ❖ Kalıplar etüvde 80 °C'de 1-2 saat enjeksiyon işleminden önce ısıtılır, ayrıca her enjeksiyon işleminden öncede etüv içerisinde tutulur. Kalıbın ısıtılma sebebi; kalıp soğuk olduğunda sıcak olarak enjeksiyon memesinden kalıp memesine gelen hammaddenin daha sonrasında soğuk olan kalıp yolluğuna geldiğinde kalıbı homojen olarak değil keskin köşelerden doldurmasıdır, kalıp ısıtılarak numunelerde boşluk hatası oluşması engellenir.
- ❖ Kullanılan çekme ve eğme test numune kalıpları Şekil 3.8'de gösterilmiştir. Kalıplar eşit boyutlarda olup en 9 cm, boy 19 cm, yükseklik 9 cm'dir.

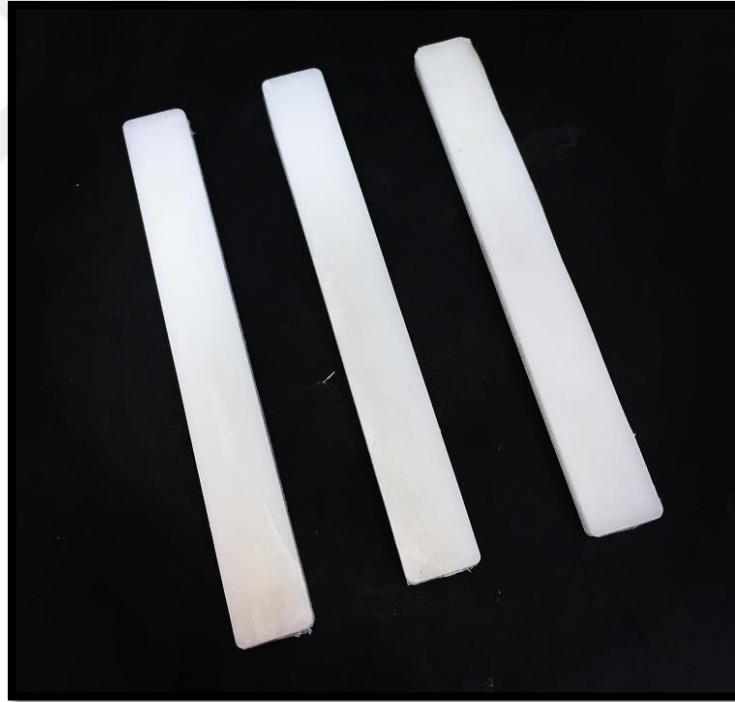


Şekil 3.8. a) Eğme testi, b) çekme testi plastik enjeksiyon kalıpları

- ❖ Isıtılan kalıp içerisine kalıp ayırıcı silikon sıkılarak numunelerin ve yolluğun kalıba yapışması engellenir. Kalıp kovan altındaki kalıp tablası üzerine oturtulur, kalıp yerleştirildikten sonra kilit kontrol 0'dan 1 konumuna getirilerek enjeksiyon memesi ile kalıp memesi birleştirilir.
- ❖ Enjeksiyon kontrol anahtarı 0'dan 1 konumuna getirilerek koçun kovan içerisinde ergimiş hammaddeyi sıkıştırarak enjeksiyon memesinden, yolluk yardımıyla ilerleyip kalıp boşluğunu doldurması sağlanır, enjeksiyon işlemi 18 sn sürmektedir, daha sonra enjeksiyon anahtarı 1 kere kaldırılıp, indirilerek koçun kovana artı bir basınç uygulaması sağlanır, buna ütüleme basıncı denilmektedir.
- ❖ Enjeksiyon işlemi bittikten sonra kalıp içerisinde numunenin 1-2 dk soğuması beklenerek, numuneler kalıp içerisinden çıkartılır.
- ❖ Yukarıda belirtilen enjeksiyon prosesi tabloda belirtilen hammaddeler için uygulanmıştır, Üretilen numune bilgileri Tablo 3.6'de belirtilmiştir. Hammaddelerin farklı oranlarda bileşim içermesinden dolayı her bir enjeksiyon baskısından sonra kovan, koç ve kalıp temizlenmiştir, burada kalıbın temizlenmesi selülozik tiner ile yapılmıştır. Kovan ve koç; kovan içerisinde şeffaf olan polistiren ergitilip boş bir metal kap içerisine enjeksiyon yapılarak temizlenmiştir. Şekil 3.9'da üretilen eğme test numuneleri, şekil 3.10' da çekme test numuneleri gösterilmiştir.

Tablo 3.6. Enjeksiyon sonucu üretilen eğme, çekme test numune dağılımı

SIRA NO	HAMMADDE BİLEŞİMİ	BASKI ÇEŞİDİ	NUMUNE ADEDİ
1	DYPE + %5 CaCO ₃	ÇEKME + EĞME TEST NUMUNESİ	4+4
2	DYPE + %10 CaCO ₃	ÇEKME + EĞME TEST NUMUNESİ	4+4
3	DYPE + %20 CaCO ₃	ÇEKME + EĞME TEST NUMUNESİ	4+4
4	DYPE + %0,5 ZnO	ÇEKME + EĞME TEST NUMUNESİ	4+4
5	DYPE + %1 ZnO	ÇEKME + EĞME TEST NUMUNESİ	4+4
6	DYPE + %5 CaCO ₃ + %0,5 ZnO	ÇEKME + EĞME TEST NUMUNESİ	4+4
7	DYPE + %5 CaCO ₃ + %1 ZnO	ÇEKME + EĞME TEST NUMUNESİ	4+4
8	DYPE + %10 CaCO ₃ + %0,5 ZnO	ÇEKME + EĞME TEST NUMUNESİ	4+4
9	DYPE + %10 CaCO ₃ + %1 ZnO	ÇEKME + EĞME TEST NUMUNESİ	4+4
10	DYPE + %20 CaCO ₃ + %0,5 ZnO	ÇEKME + EĞME TEST NUMUNESİ	4+4
11	DYPE + %20 CaCO ₃ + %1 ZnO	ÇEKME + EĞME TEST NUMUNESİ	4+4
TOPLAM		22	88



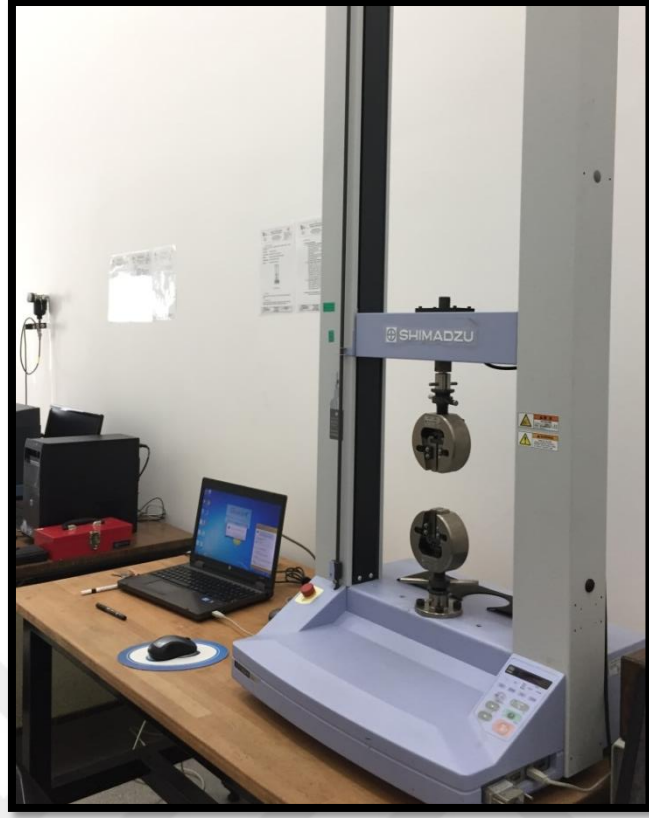
Şekil 3.9. Üretilen eğme test numuneleri



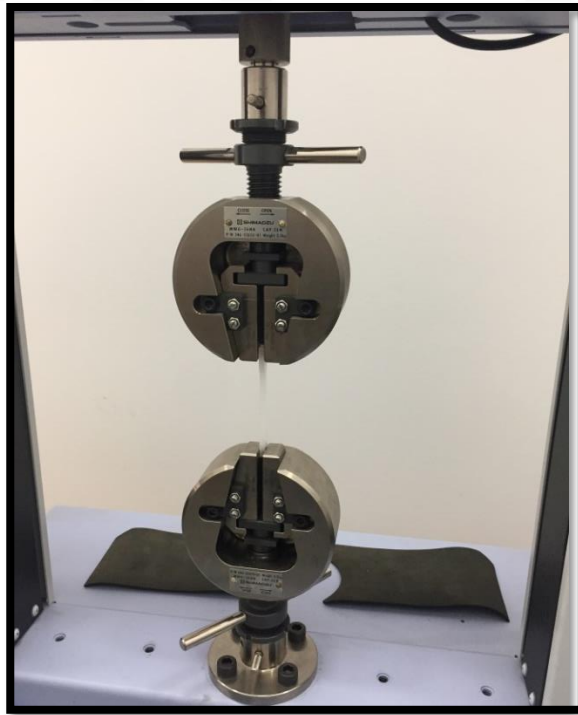
Şekil 3.10. Üretilen çekme test numuneleri

3.2.3. Çekme Testi

Çekme deneyleri, Şekil 3.11’de gösterilen Shimadzu-Autohraph A65-X cihazı kullanılarak, İzmir Katip Çelebi Üniversitesi Makine Mühendisliği laboratuvarında gerçekleştirilmiştir. Deneylerde ASTM D638-00 standardına uygun olarak hazırlanmış ve Şekil 3.10’da belirtilen numuneler kullanılmıştır. Çekme testi numune ölçüleri Tablo 3.7’de belirtilmiştir. Çekme testlerinde çekme hızı 5mm/dak. olarak sabitlenmiş ve deneyler oda sıcaklığında (23 ± 2 °C) gerçekleştirilmiştir. Çekme deneylerinin sonucunda çekme mukavemeti, kopma % uzama miktarı ve elastisite modülü değerleri elde edilmiştir.



Şekil 3.11. Çekme test cihazı



Şekil 3.12. Çekme testi deney düzeneği

Tablo 3.7. Çekme test numuneleri ve ölçüleri

İSİM		%5 CaCO ₃ Katkılı LDPE	%10 CaCO ₃ Katkılı LDPE	%20 CaCO ₃ Katkılı LDPE	%0,5 ZnO Katkılı LDPE	%1 ZnO Katkılı LDPE	%5 CaCO ₃ + %0,5 ZnO Katkılı LDPE	%5 CaCO ₃ + %1 ZnO Katkılı LDPE	%10 CaCO ₃ + %0,5 ZnO Katkılı LDPE	%10 CaCO ₃ + %1 ZnO Katkılı LDPE	%20 CaCO ₃ + %0,5 ZnO Katkılı LDPE	%20 CaCO ₃ + %1 ZnO Katkılı LDPE	Saf LDPE
EN	1.	4,89	4,92	4,97	4,98	4,95	4,96	4,93	4,96	4,92	4,89	4,87	4,99
	2	5,02	4,98	4,95	4,96	4,94	4,98	4,92	4,95	4,92	4,94	4,94	5,02
	3	4,92	4,95	4,95	4,99	4,96	4,9	4,93	4,96	4,91	4,95	4,92	5,03
	4	4,84	5,07	4,92	4,89	4,92	4,9	4,94	4,85	4,93	4,96	4,94	5,01
BOY	1.	86,94	87,7	86,73	86,72	86,95	86,82	86,91	86,71	86,96	86,83	86,68	86,72
	2	87,17	86,69	86,62	76,68	86,87	86,91	86,99	86,71	86,77	86,92	86,97	86,99
	3	86,95	86,37	86,72	86,62	86,9	86,83	86,92	86,66	86,9	86,91	86,87	86,92
	4	86,91	86,82	86,8	86,73	86,83	86,75	86,99	86,57	86,91	86,9	87,01	86,83
KALINLIK	1.	4,01	3,95	4,1	3,98	3,96	3,98	3,97	3,98	3,96	3,93	3,92	4,18
	2	4,14	3,96	3,91	3,97	3,97	3,95	3,99	3,97	3,95	3,95	3,96	4,19
	3	4,14	3,94	3,9	3,99	3,95	3,98	3,95	3,93	3,9	3,98	3,91	4,21
	4	4,02	4,24	3,92	4,03	3,96	3,9	3,95	3,93	3,99	3,99	3,98	4,18
GRAMAJ	1.	2,09	2,285	2,288	2,138	2,121	2,23	2,111	2,244	2,278	2,32	1,838	2,228
	2	2,18	2,282	2,31	2,136	2,128	2,221	1,917	2,233	2,253	2,37	2,07	2,138
	3	2,13	2,274	2,3	2,135	2,125	2,28	1,952	2,24	2,246	2,374	1,99	2,365
	4	2,21	2,281	2,316	2,133	2,126	2,192	1,919	1,869	2,278	2,289	2,099	2,323

3.2.4. Eğme Testi

Eğme testleri Şekil 3.13’de gösterilen Shimadzu AG-I 250kN marka cihazda İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Makine mühendisliği Laboratuvarında gerçekleştirilmiştir. Testler için üç nokta eğme metodu kullanılmıştır. Testlerde ASTM 790-03 standardına uygun eğme testi numuneleri kullanılmış olup, ölçüleri Tablo 3.8’de belirtilmiştir. Eğme testlerinde eğme hızı 1,75 mm/dak. mesnetler arası mesafe 64 mm olarak belirlenmiştir ve deneyler oda sıcaklığında (23±2 °C) gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.13. Eğme test cihazı

Tablo 3.8. Eğme test numuneleri ve ölçüleri

İSİM		%5 CaCO ₃ Katkılı LDPE	%10 CaCO ₃ Katkılı LDPE	%20 CaCO ₃ Katkılı LDPE	%0,5 ZnOKat kılı LDPE	%1 ZnOKat kılı LDPE	%5 CaCO ₃ + %0,5 ZnO Katkılı LDPE	%5 CaCO ₃ + %1 ZnO Katkılı LDPE	%10 CaCO ₃ + %0,5 ZnO Katkılı LDPE	%10 CaCO ₃ + %1 ZnO Katkılı LDPE	%20 CaCO ₃ + %0,5 ZnO Katkılı LDPE	%20 CaCO ₃ + %1 ZnO Katkılı LDPE
EN	1.	9,98	10,11	9,98	10,03	10,01	10,07	10,14	10,04	10,32	10,15	10,01
	2	10,01	10,14	10,07	10,04	10,09	10,10	10,07	10,11	10,11	10,14	10,03
	3	10,01	10,12	9,98	10,03	10,08	10,10	10,07	10,07	10,32	10,01	10,01
	4	10,03	10,15	10,07	10,10	10,09	10,18	10,07	10,06	10,21	10,02	10,10
BOY	1.	79,94	80,07	79,98	80,01	80,17	79,86	79,57	79,36	80,21	79,67	79,45
	2	80,01	80,33	80,05	80,10	80,19	79,74	79,75	79,96	80,11	79,67	79,98
	3	79,98	80,21	80,11	79,56	79,99	80,09	79,85	79,99	80,20	79,48	79,58
	4	79,90	80,19	80,19	79,54	80,17	79,94	79,95	79,22	80,21	79,46	79,84
KALINLIK	1.	3,97	4,09	4,01	4,05	4,00	3,97	3,94	3,91	4,11	4,00	3,96
	2	4,05	4,10	4,06	4,01	4,10	3,98	3,96	3,94	4,14	3,96	3,98
	3	4,04	4,11	3,99	3,96	3,96	3,97	3,94	4,00	4,09	3,96	3,96
	4	3,98	4,06	4,10	3,95	3,97	3,97	3,93	3,96	4,08	3,96	4,00
GRAMAJ	1.	2,66	2,88	2,85	2,73	2,75	2,80	2,69	2,58	2,88	2,90	2,84
	2	2,58	2,73	2,86	2,69	2,77	2,79	2,70	2,67	2,76	2,85	2,97
	3	2,95	2,71	2,84	2,60	2,63	2,81	2,67	2,44	2,82	2,58	2,85
	4	2,71	2,79	2,82	2,60	2,65	2,83	2,67	2,36	2,83	2,88	2,99

3.2.5. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi

Taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizi, Konya Selçuk Üniversitesi bünyesinde bulunan İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezinde Şekil 3.14'de gösterilen ZEISS EVO LS10 marka cihazda yapılmıştır. Numuneler öncelikli olarak Şekil 3.15'de gösterildiği şekilde, yüksek vakumlu ortamda, argon gazı altında nano boyutta altın ile kaplanmıştır.

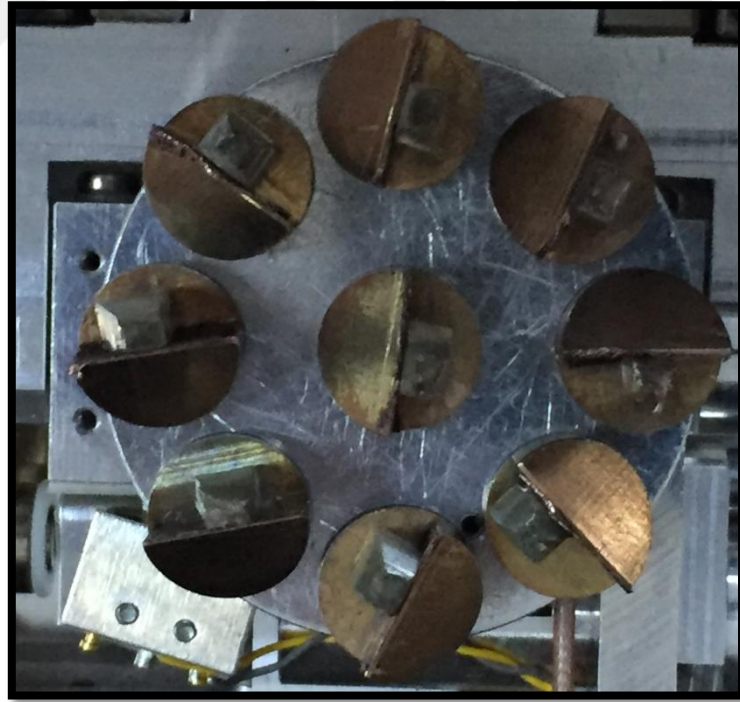


Şekil 3.14. SEM analiz cihazı



Şekil 3.15. SEM numunelerinin altın kaplanması

Nano boyutta altın kaplanan numunelerin SEM cihazına yerleştirilmiş görüntüsü Şekil 3.16'da gösterilmiştir.



Şekil 3.16. Altın kaplı numunelerin SEM cihazı görüntüsü

3.2.6. Dinamik Mekanik Analiz (DMA) Analizi

DMA testleri, Şekil 3.17’de gösterilen TA-DMA Q800 cihazı kullanılarak, İzmir Katip Çelebi Üniversitesi Makine Mühendisliği laboratuvarında gerçekleştirilmiştir. Single Cantilever modu kullanılmıştır, işlem sıcaklığı 30-120 °C ’dir, sıcaklık artış hızı 3 °C /dk ’dır. Test sonucunda numunelerin; depoloma modülü, kayıp modülü değerleri, dinamik viskoelastik özellikleri belirlenmiştir.



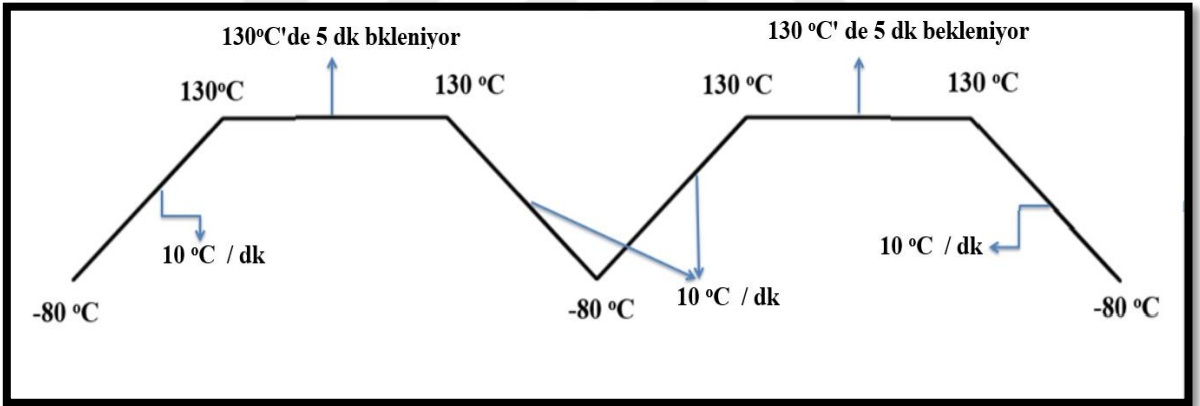
Şekil 3.17. DMA cihazı

3.2.7. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analizi

DSC testleri, Şekil 3.18’de gösterilen TA DS 250 marka cihazı kullanılarak, Manisa Celal Bayar Üniversitesi bünyesinde bulunan Deneysel Fen Bilimleri Uygulama ve Araştırma Merkezinde gerçekleştirilmiştir. DSC testi için proses verileri Şekil 3.19’da belirtilmiştir. Test sonucu numunelerin camsı geçiş sıcaklığı, erime sıcaklığı, kristalleşme sıcaklığı, kristalleşme derecesi hakkında bilgi edinilmiştir.



Şekil 3.18. DCS cihazı



Şekil 3.19. DSC analizi proses verileri

4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

Tez çalışmasında DYPE polimerine farklı oranlarda ZnO ve CaCO₃ katkıları eklenerek kompozit hammadde üretimi gerçekleştirilmiştir. Üretilen hammaddeler plastik enjeksiyon cihazı ile kalıplanarak çekme ve eğme numuneleri üretilmiştir. Üretilen numuneler için Çekme testi, Eğme testi, DMA analizi, SEM analizi, DSC analizi yapılmıştır.

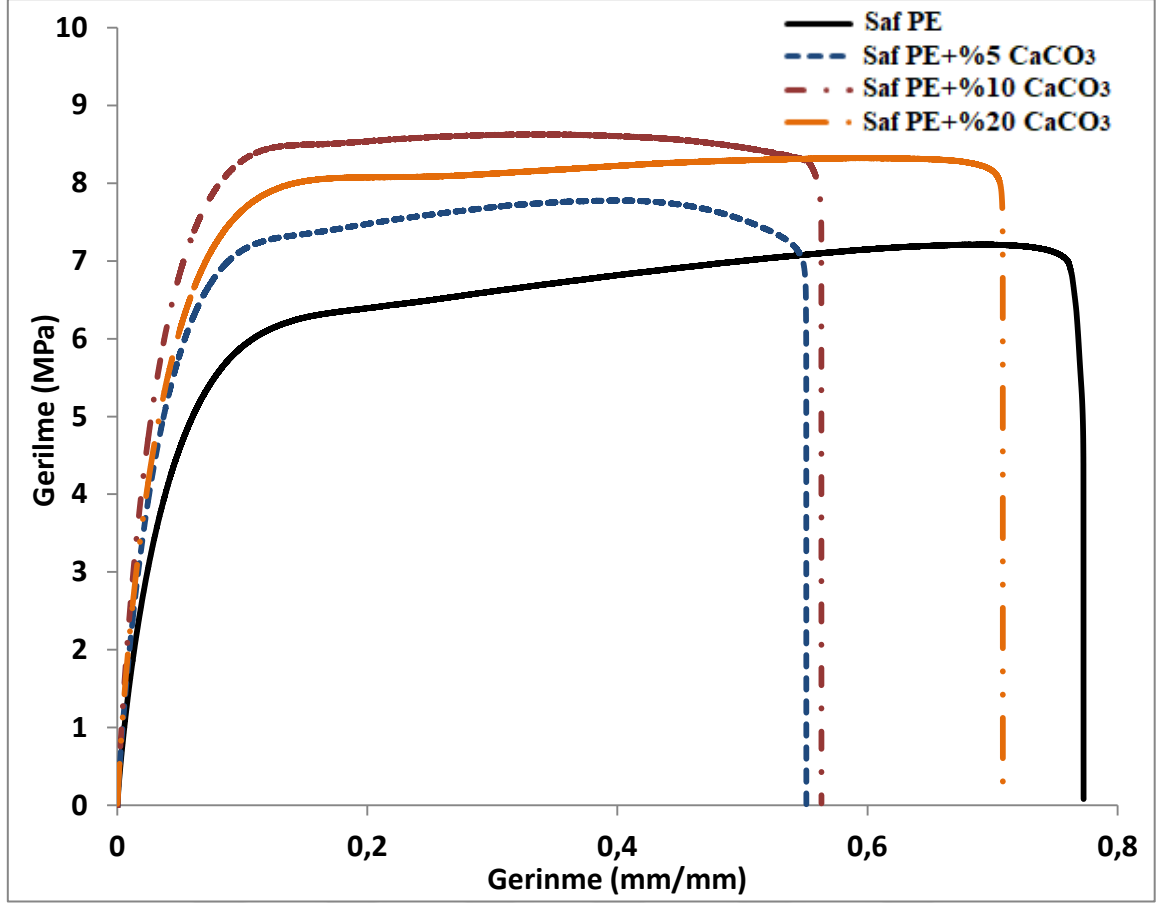
4.1. Çekme Testi Sonuçları

Çekme testi sonucu elde edilen farklı konsantrasyonlarda ZnO ve CaCO₃ katkılı DYPE'ye ait ortalama elastisite modülü ve çekme mukavemeti ortalama değerleri, standart sapmaları, Tablo 4.1'de, gerilme gerinme grafikleri ise Şekil 4.1, 4.2,4.3 v 4.4' de belirtilmiştir.

Tablo 4.1. Çekme test sonucu numunelere ait ortalama elastisite modülü ve ortalama çekme mukavemet değerleri

Numune İsmi	Ortalama Elastisite Modülü (MPa)	Ortalama Çekme Mukavemeti (MPa)
Saf PE	139,80 (±17,08)	7,27 (±0,29)
DYPE + %5 CaCO ₃	171,92 (±15,34)	8,12 (±0,59)
DYPE + %10 CaCO ₃	215,18 (±15,39)	8,52 (±0,32)
DYPE + %20 CaCO ₃	191,93(±12,25)	8,39 (±0,06)
DYPE + %0,5 ZnO	152,11 (±2,33)	8,46 (±0,05)
DYPE + %1 ZnO	159,13 (±5,21)	8,37 (±0,08)
DYPE + %5% CaCO ₃ + 0,5%ZnO	169,43 (±6,55)	8,33 (±0,07)
DYPE + %10 CaCO ₃ + 0,5%ZnO	180,74 (±14,66)	8,68 (±0,07)
DYPE + %20 CaCO ₃ + 0,5%ZnO	243,56 (±10,15)	9,37 (±0,06)
DYPE + %5 CaCO ₃ + 1%ZnO	132,10 (±18,66)	7,05 (±0,44)
DYPE + %10 CaCO ₃ + 1%ZnO	177,73 (±1,48)	8,94 (±0,14)
DYPE + %20 CaCO ₃ + 1%ZnO	186,39 (±10,37)	7,50 (±0,21)

Çekme test sonuçları incelendiğinde DYPE'ye eklenen farklı konsantrasyonlarda katkıların neredeyse tamamının elastisite modülü ve çekme mukavemetini Saf DYPE'ye göre arttığı görülmektedir. Burada sadece %5 CaCO₃ / %1 ZnO/ PE kompozitinin elastisite modülü ve çekme mukavemeti saf DYPE'ye göre düşüktür.

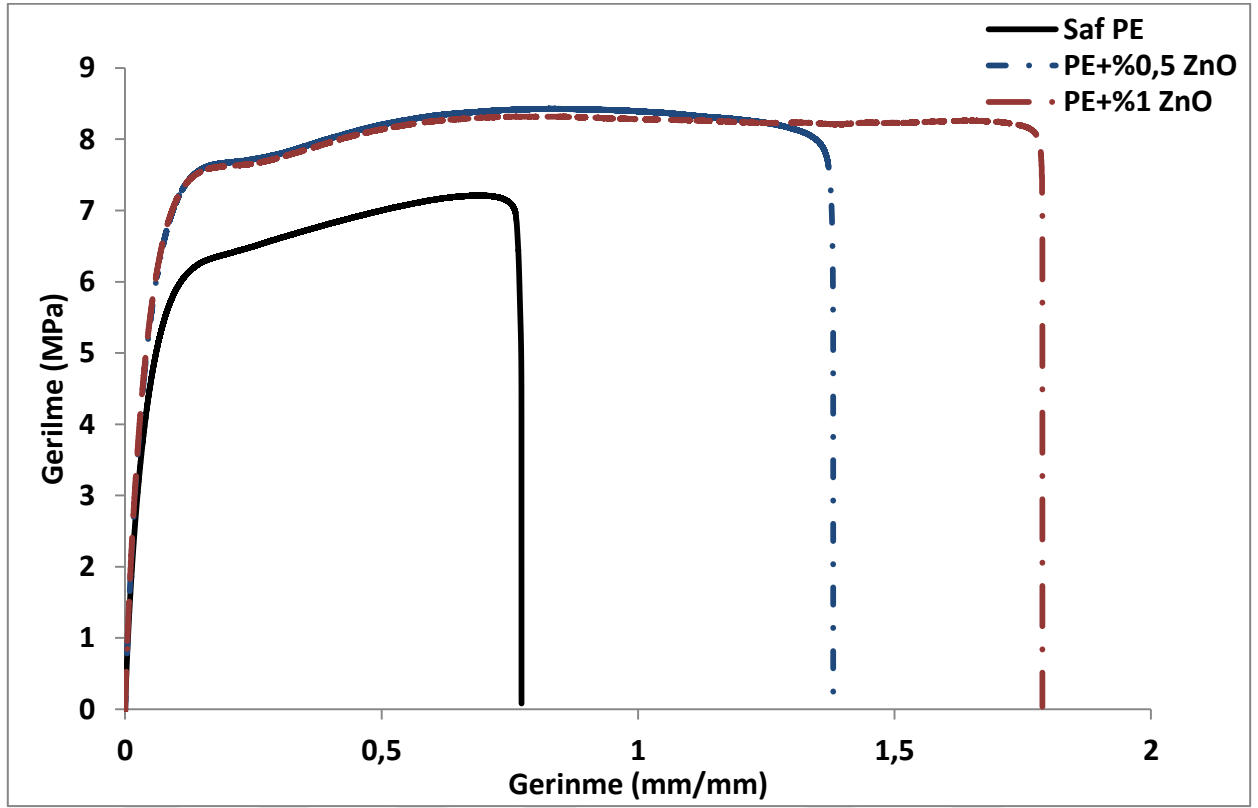


Şekil 4.1. Farklı konsantrasyonlarda CaCO₃ katkılı DYPE gerilme-gerinme grafiği

Tek başına CaCO₃ katkısının çekme mukavemeti ve elastisite modülüne etkisi Şekil 4.1'de gerilme-gerinme eğrisinde ve Tablo 4.1'de gösterilmiştir. CaCO₃ katkısının tüm konsantrasyonlarda çekme mukavemetini ve elastisite modülünü artırdığı görülmektedir. %5 CaCO₃ katkısı elastisite modülünde saf DYPE'ye göre %23, çekme mukavemetinde %12 artış sağlamıştır. %10 CaCO₃ katkısı elastisite modülünde saf DYPE'ye göre %54 artış ve çekme mukavemetinde %17 artış sağlamıştır, elastisite modülünde %5'lik CaCO₃ katkısına göre %25, çekme mukavemetinde %5 artış sağlanmıştır. Böylece tek başına CaCO₃ katkı konsantrasyonları içerisinde en yüksek değeri vermiştir. %20 CaCO₃ katkısı elastisite modülünde %37'lik, çekme mukavemetinde %15 artış sağlanmıştır, bu artış %10 CaCO₃ katkısına göre daha düşüktür.

Normal şartlarda CaCO₃ katkısının artmasıyla, CaCO₃ partiküllerinin polietilen molekül zincirler arasında tutunması ve zincir hareketliliğini azaltması kaynaklı rijitliğin aynı oranda artması beklenir fakat Misra ve arkadaşları tarafından 2004 yılında gerçekleştirilen çalışmalarda da belirtildiği gibi %20 ve daha fazla oranda CaCO₃ katkısı

mekanik özellikleri %5-%10 CaCO₃ katkısına göre daha az arttırmaktadır [29]. Bizim bulgularımızda bu durumu desteklemektedir.



Şekil 4.2. Farklı konsantrasyonlarda ZnO katkılı DYPE gerilme-gerinme grafiği

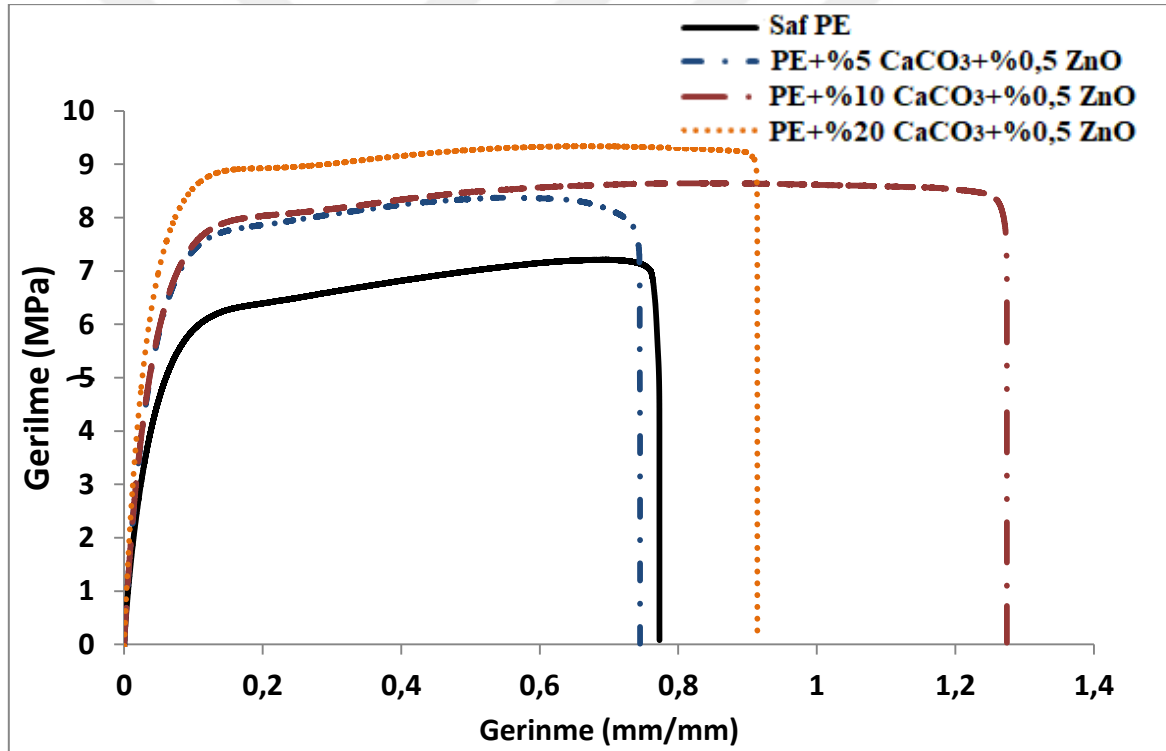
Tek başına ZnO katkısının çekme mukavemeti ve elastisite modülüne etkisi Şekil 4.2’de gerilme-gerinme eğrisinde ve Tablo 4.1’de gösterilmiştir. ZnO katkılı numunelerde saf DYPE numunelerine göre çekme mukavemetinin ve elastisite modülünün arttığı görülmektedir. 0,5 gibi az bir oranda ZnO katkısı elastisite modülünü %9 artırmıştır. Elastisite modülündeki bu artış tek başına CaCO₃ katkısına bakıldığında tüm konsantrasyonlarından daha azdır, özellikle %10 CaCO₃ katkısına göre %46 daha az bir artış gerçekleşmiştir. 0,5 ZnO katkısında çekme mukavemetine baktığımızda saf DYPE’ ye göre %16 artış gözlenmiştir. Bu artış %20 ve %5 CaCO₃ bakıldığında, %20 CaCO₃ katkısına göre %1, %5 CaCO₃ katkısına göre % 4,7 artmıştır fakat %10 CaCO₃ katkısına göre ise %0,8 daha az bir artış gerçekleşmiştir.

%1 ZnO katkısında elastisite modülüne bakıldığında saf DYPE’ ye göre %13,8 artış gerçekleşmiş olup, %0,5 ZnO katkısıyla kıyaslandığında elastisite modülünde %5 lik bir yükselme vardır. Bu artış sadece CaCO₃ eklenmiş kompozitler ile karşılaştırıldığında daha

azdır. Ayrıca Çekme mukavemet değeri açısından %1 ZnO ilavesi baktığımızda saf DYPE'ye göre %15,1'lik bir artış göstermektedir. Çekme mukavemetinde ki bu artış %0,5 çinko katkısına oranla %1,3 daha az olmakla beraber CaCO₃ katkılarıyla kıyaslandığında sadece %5 CaCO₃ katkısı içeren örneklere oranla %3,4 lük artış belirlenmiştir.

Özetle ZnO katkısı elastisite modülünü ve çekme mukavemetini saf DYPE'ye göre artırmıştır, fakat bu artışın tek başına CaCO₃ eklendiğinde daha fazla olduğu sonucuna varılmıştır.

Şekil 4.2'deki gerilme-gerinme grafiği incelendiğinde ZnO katkısının tokluk ve süneklik parametrelerini geliştirdiği görülmektedir. Süneklik ve tokluk değerlerindeki artış %1 ZnO katkısında daha belirgindir.



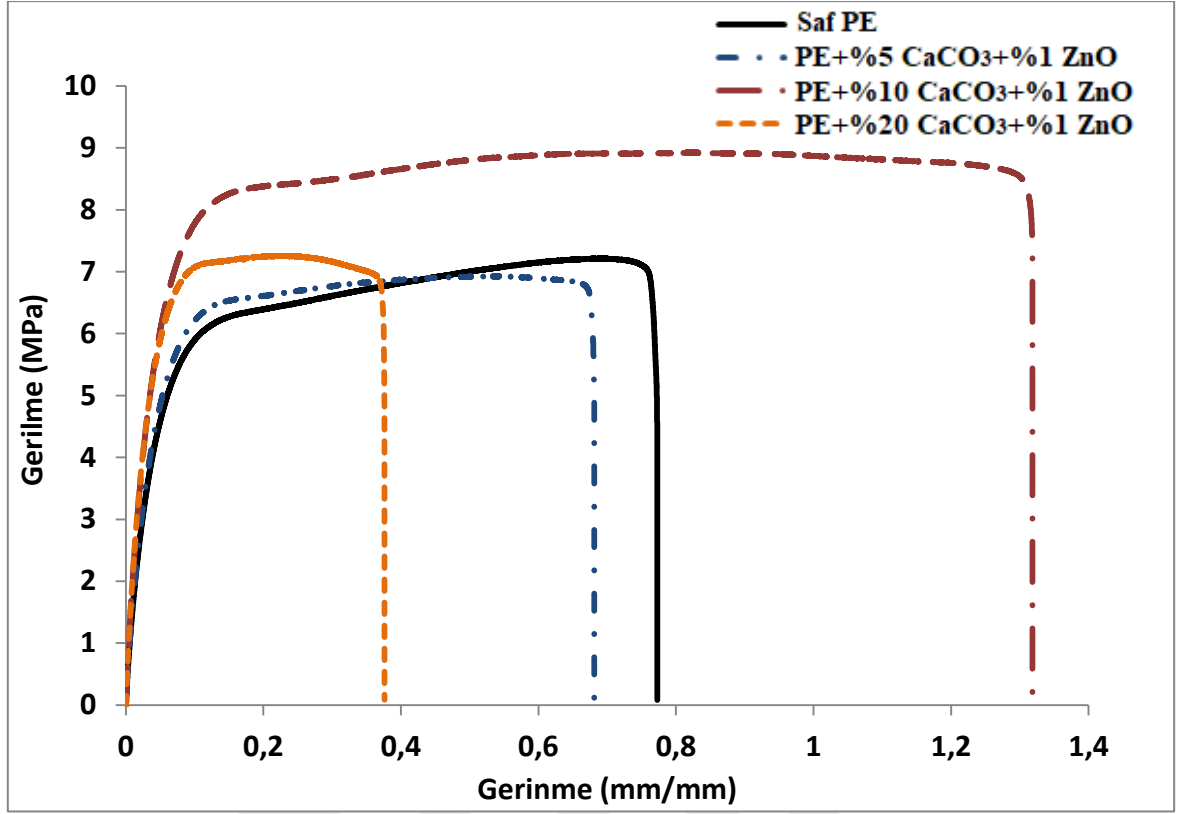
Şekil 4.3. Farklı konsantrasyonlarda CaCO₃ ve % 0,5 ZnO katkılı DYPE gerilme-gerinme grafiği

Ağırlıkça %5,%10,%20 konsantrasyonlarda CaCO₃ ve %0,5 ZnO ilavesinin çekme mukavemeti ve elastisite modülüne etkisi Şekil 4.3'de gerilme-gerinme eğrisinde ve Tablo 4.1'de gösterilmiştir. Bahsedilen tablo incelendiğinde %5 CaCO₃ ve %0,5 ZnO katkılı

DYPE kompozitlerinin elastisite modülü deęerleri saf DYPE'ye gre %21,2 ve sadece %0,5 ZnO katkılı numuneye oranla %11,4 lk bir artıř sergilemiř olup, sadece %5 CaCO₃ eklenmiř numuneye gre ise %1,5 oranında azalmıřtır. ekme mukavemeti deęeri ise saf DYPE'ye gre %14,6 lık bir artıř gstermiř fakat sadece %0,5 ZnO katkılı numuneye gre bu artıř %1,5 daha azdır. Sadece %5 CaCO₃ katkılı numuneye gre %2,6 lık bir artıř gstermiřtir. Bu durum %5 CaCO₃ ve %0,5 ZnO birlikte katkı olarak kullanılması durumunun sadece sadece %5 CaCO₃ katkısına gre olumsuz sonu verdięini gstermektedir.

Aęırlıka %10 CaCO₃ ve %0,5 ZnO ieren kompozit numuneler'e ait elastisite modl deęerleri kıyaslandıęında saf DYPE'ye gre %29,3'lk ve sadece %0,5 ZnO eklenmiř numuneye oranla %18,8 lik artıř gzlenmiř olup, tek bařına %10 CaCO₃ katkılı numuneye gre ise %16 azalmıřtır. ekme mukavemeti aısından ise aynı kompozitler saf DYPE'ye %0,5 ZnO/DYPE ve %10 CaCO₃/DYPE numunelerine gre sırasıyla %19,4, %2,6 ve %1,9 oranında ykselme gstermiřtir. Burada da %10 CaCO₃ ve %0,5 ZnO birlikte katkı olarak kullanılması durumunun sadece %10 CaCO₃ katkısına gre olumsuz sonu verdięini gstermektedir.

Aęırlıka %20 CaCO₃ ve %0,5 ZnO ilave edilmiř kompozit rneklerin elastisite modl deęerleri karřılařtırıldıęında saf DYPE'ye gre %74,2'lik tek bařına %0,5 ZnO katkılı numuneye oranla %60'lık ve sadece %20 CaCO₃ katkılı numuneye gre %26,9'lık bir oranda artmıřtır. ekme mukavemeti aısından deęerlendirildięinde ise bahsi geen kompozitler saf DYPE, %0,5 ZnO/DYPE ve %20 CaCO₃/DYPE numunelere gre sırasıyla %28,9, %10,7 ve %11,7'lik artıřlar gstermektedir. Bu durum %20 CaCO₃ ve %0,5 ZnO katkılarının birlikte kullanılmasının olumlu sonu verdięini, elastisite modln ve ekme mukavemetini iyi derecede artırdıęını gstermektedir.



Şekil 4.4. Farklı konsantrasyonlarda CaCO₃ ve % 1 ZnO katkılı DYPE gerilme-gerinme grafiği

Şekil 4.4 ve Tablo 4.1’de görüldüğü gibi %5 CaCO₃ ve %1 ZnO katlı DYPE’ye ait elastisite modülü ve çekme mukavemeti değerine baktığımızda saf DYPE’ye göre azalma meydana geldiği görülmektedir. Bu sonuç beklenmeyen bir sonuç olup, yapı içerisindeki katkıların topaklanması ve homojen karışım sağlanmaması nedenlerinden kaynaklandığı düşünülmektedir.

%10 CaCO₃ ve %1 ZnO katlı DYPE’ye ait elastisite modülü değerine baktığımızda saf DYPE’ye göre %27,1 lik bir artış, sadece %1 ZnO katkılı numuneye oranla %16,8 lik bir artış, sadece %10 CaCO₃ katkılı numuneye göre %17,6 azalmıştır. Çekme mukavemeti değeri ise saf DYPE’ye göre %23, sadece %1 ZnO katkılı numuneye göre %5,7, Sadece %10 CaCO₃ katkılı numuneye göre %5 lik artış göstermektedir. Burada da %10 CaCO₃ ve %1 ZnO birlikte katkı olarak kullanılması durumunun sadece %10 CaCO₃ katkısına ve %10 CaCO₃ ve %0,5 ZnO katkısının birlikte kullanımına göre olumsuz sonuç verdiğini göstermektedir. Burada grafiği incelediğimizde sünekliğin ve tokluğun da arttığı görülmektedir.

%20 CaCO₃ ve %1 ZnO katlı DYPE'ye ait elastisite modülü ve çekme mukavemeti değerine baktığımızda saf DYPE'ye, ve sadece %1 ZnO katlı numuneye göre artış gözlenmekte fakat, %20 CaCO₃ ve % 0,5 ZnO katkısının birlikte kullanımına göre olumsuz sonuç verdiğini göstermektedir.

Çekme test sonuçlarını genel olarak değerlendirdiğimizde CaCO₃ ve ZnO katkısının elastisite modülünü ve çekme mukavemetini artırdığı görülmektedir. CaCO₃ katkısı daha iyi sonuçlar vermiştir. En yüksek değeri ise CaCO₃ ve ZnO katkısının beraber kullanıldığı %20 CaCO₃ ve %0,5 ZnO konsantrasyonunda elde edilmiştir.

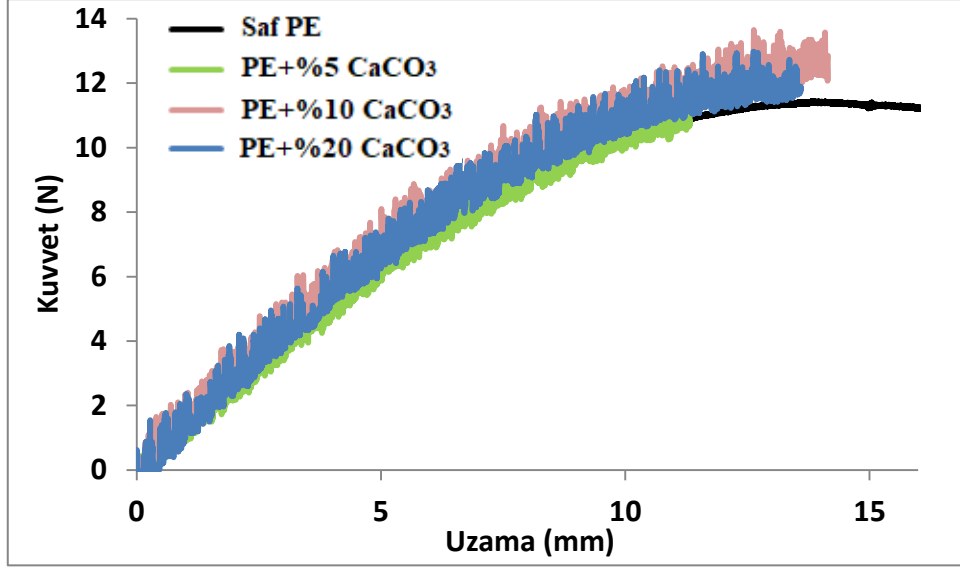
4.2. Eğme Testi Sonuçları

Üç nokta eğme testi sonucu elde edilen farklı konsantrasyonlara ait ZnO ve CaCO₃ katkılı DYPE'ye ait ortalama gerilme ve ortalama maksimum kuvvet değerleri, standart sapmaları, Tablo 4.2'de, kuvvet uzama grafikleri ise Şekil 4.5, 4.6, 4.7 ve 4.8' de belirtilmiştir.

Tablo 4.2. Eğme test sonucu numunelere ait gerilme ve maksimum kuvvet değerlerinin ortalamaları

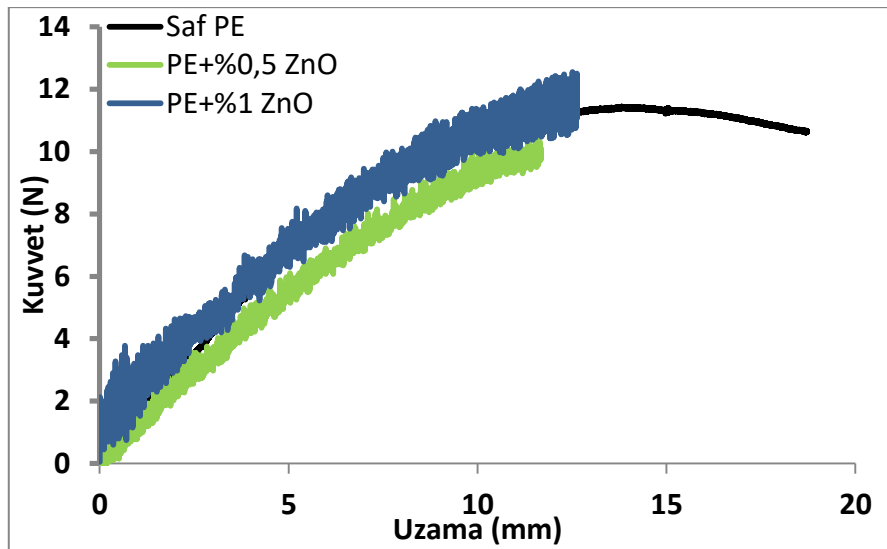
Numune İsmi	Ortalama Gerilme (MPa)	Ortalama Maks. Kuvvet (N)
Saf PE	6,15 (±0,15)	11,17 (±0,33)
5% CaCO ₃ /PE	6,95 (±0,37)	11,63 (±0,72)
10% CaCO ₃ /PE	7,50 (±0,14)	13,38 (±0,29)
20% CaCO ₃ /PE	7,67 (±0,24)	12,94 (±0,66)
0,5% ZnO/PE	6,19 (±0,16)	10,63 (±0,77)
1% ZnO/PE	6,43 (±0,28)	11,21 (±1,26)
5% CaCO ₃ /0,5%ZnO/PE	6,89 (±0,22)	11,43 (±0,39)
10% CaCO ₃ /0,5%ZnO/PE	7,54 (±0,63)	12,41 (±1,31)
20% CaCO ₃ /0,5%ZnO/PE	7,84 (±0,60)	13,03 (±1,15)
5% CaCO ₃ /1%ZnO/PE	7,22 (±0,17)	11,83 (±0,26)
10% CaCO ₃ /1%ZnO/PE	8,58 (±0,07)	15,50 (±0,21)
20% CaCO ₃ /1%ZnO/PE	8,46 (±0,49)	13,90 (±0,90)

Eğme test sonuçlarına incelendiğinde DYPE'ye farklı konsantrasyonlarda eklenen katkıların tamamının gerilme ve maksimum kuvvet değerlerini artırdığı görülmektedir.



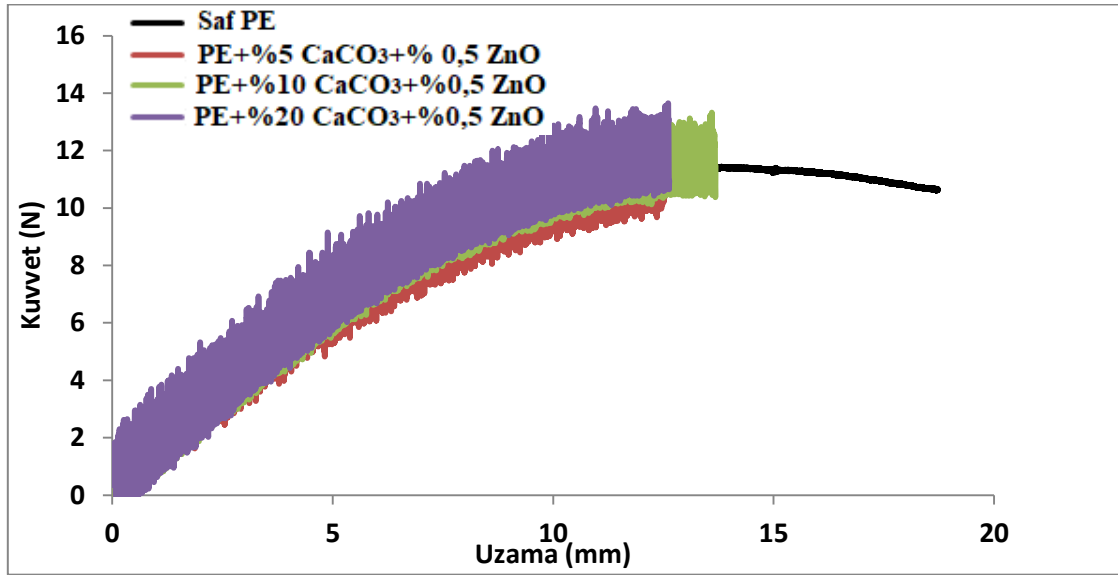
Şekil 4.5. Farklı konsantrasyonlarda CaCO₃ katkılı DYPE kuvvet/uzama grafiği

Şekil 4.5’de belirtilen kuvvet uzama grafiği ve Tablo 4.2 incelendiğinde CaCO₃ katkısı gerilme değerini CaCO₃ katkı oranının artmasına bağlı olarak artırmıştır. %5 CaCO₃ katkısında gerilme değeri %13 artarken maksimum kuvvet değeri %4,1 artmıştır. %10 CaCO₃ katkısında gerilme değeri %22 artmıştır bu oran %5 CaCO₃ katkısına göre 2 kat daha fazladır. Maksimum kuvvet değerine baktığımızda artış %5 CaCO₃ katkısına oranla yaklaşık 5 kat artarak %19.8 artmıştır. %20 CaCO₃ katkısında gerilme değeri %10 CaCO₃ katkısına oranla az bir artış göstererek %24,7 artmıştır. Bu durum beklendiği gibi gerçekleşmiş ve literatürde belirtilen çalışmaları desteklemiştir.



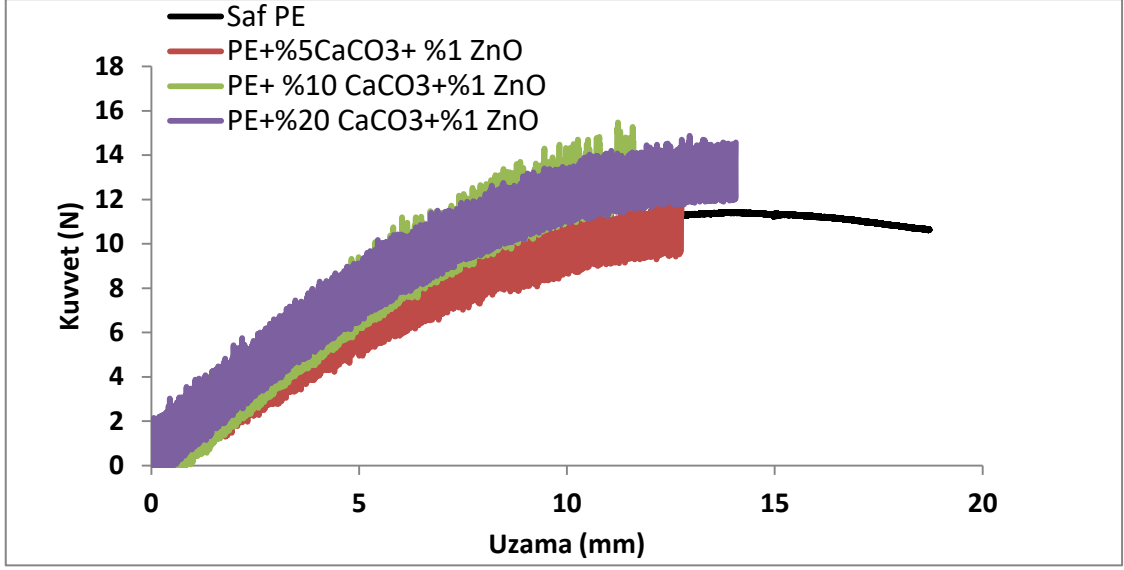
Şekil 4.6. Farklı konsantrasyonlarda ZnO katkılı DYPE kuvvet/uzama grafiği

Şekil 4.6 ve Tablo 4.2'yi incelediğimizde saf DYPE'ye göre gerilme değerinde %0,5 ve %1 ZnO katkısında çok az bir artış gözlemlenmiştir. Bu artış tek başına CaCO₃ oranına göre çok düşük kalmıştır. Sonuç olarak tek başına ZnO katkısı istenilen eğme mukavemeti değerlerini sağlamamıştır.



Şekil 4.7. Farklı konsantrasyonlarda CaCO₃ ve % 0,5 ZnO katkılı DYPE kuvvet/ uzama grafiği

Şekil 4.7 ve Tablo 4.2'yi incelediğimizde, %5, %10, %20 CaCO₃ konsantrasyonlarıyla birlikte %0,5 ZnO katkısının gerilme ve maksimum değerlerinde saf DYPE'ye ve sadece %0,5 ZnO katkısına oranla artışa neden olduğu gözlenmiştir, fakat sadece %5 ve %10 CaCO₃ katkısına oranla azalma görülmektedir. Burada en olumlu sonuç %20 CaCO₃ ve %0,5 ZnO katkılı numunede görülmektedir ve elastisite modülünde saf DYPE'ye göre % 24,5, sadece %0,5 ZnO katkısına göre %26,7, sadece % 20 CaCO₃ katkısına göre ise %2,2 artış görülmektedir.



Şekil 4.8. Farklı konsantrasyonlarda CaCO₃ ve % 1 ZnO katkıli DYPE kuvvet/ uzama grafiği

Şekil 4.8 ve Tablo 4.2'yi incelediğimizde %5 CaCO₃ ve %1 ZnO katkıli numunenin gerilme değerinin saf DYPE, sadece ZnO ve sadece %5 CaCO₃ katkısına göre önemli derecede arttığı görülmektedir. Özellikle burada %5 CaCO₃ ve %0,5 ZnO göre gerilme değerinde % 24,5 lük bir artış gözlenmektedir.

% 10 CaCO₃ ve %1 ZnO katkıli numunenin gerilme ve maksimum kuvvet değeri tüm CaCO₃ ve ZnO katkıli konsantrasyonlarının içerisinde en iyi gerilme ve maksimum kuvvet değerini vermiştir. Gerilme değeri Saf DYPE'ye göre %39,5 artmıştır.

%20 CaCO₃ ve %1 ZnO katkıli numunenin gerilme ve maksimum kuvvet değeri %20 saf DYPE, sadece %1 ZnO, sadece %20 CaCO₃ katkısına göre önemli oranda artış göstermiştir özellikle CaCO₃ ve %0,5 ZnO katkıli numuneye göre %4 artış göstermiştir. Fakat %10 CaCO₃ ve %1 ZnO katkıli numunenin gerilme değerine göre bu değer %1 daha azdır.

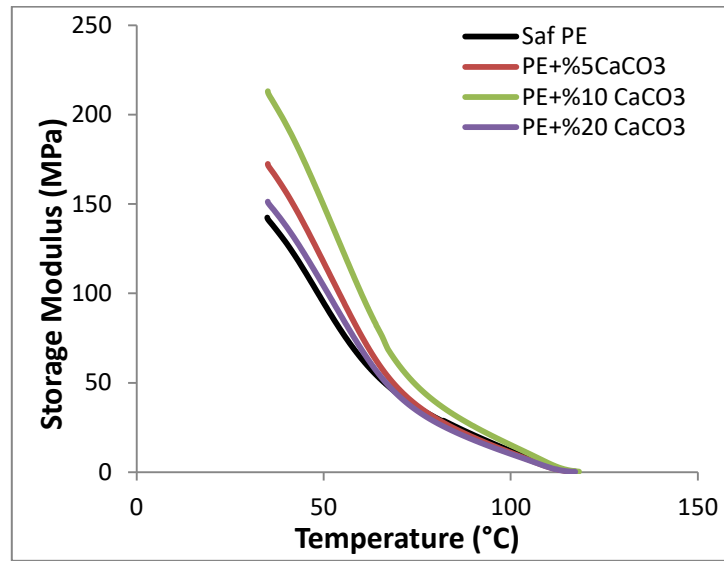
Eğme testi sonuçlarını genel olarak değerlendirdiğimiz de tek başına ZnO katkısı eğme gerilmesi değerinde çok küçük artış sağlamıştır. Tek başına CaCO₃ katkısı çekme gerilmesi değerini önemli oranda artırmıştır. Burada en yüksek çekme gerilmesi değerleri %1 ZnO ve %10 CaCO₃ katkılarının birlikte kullanılmasıyla gerçekleşmiştir.

4.3. Dinamik Mekanik Analiz (DMA) Analizi Sonuçları

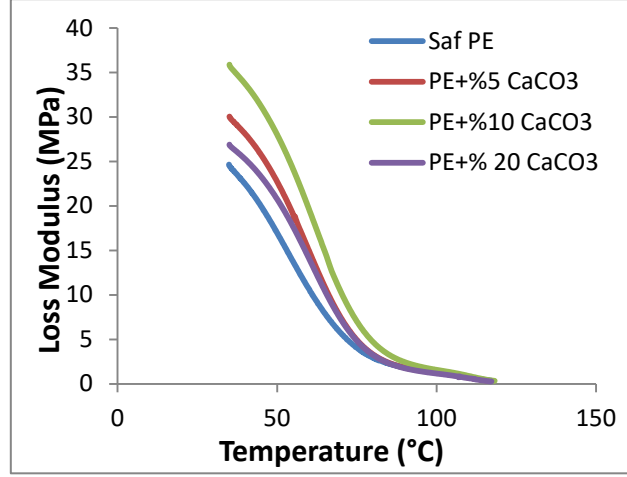
DMA testi sonucu elde edilen farklı konsantrasyonlara ait ZnO ve CaCO₃ katkılı DYPE'ye ait 35 °C' deki storage modulus ve loss modülüs değerleri Tablo 4.3'de belirtilmiştir.

Tablo 4.3 ZnO ve CaCO₃ katkılı DYPE'ye ait 35 °C' deki depoloma modülü ve kayıp modülü değerleri

Numune İsmi	Storage Modulus (Depolama Modülü) (MPa)	Loss Modulus (Kayıp Modülü) (MPa)
Saf PE	142,44	24,65
5% CaCO ₃ /PE	172,43	30,04
10% CaCO ₃ /PE	213,1	35,88
20% CaCO ₃ /PE	151,35	26,89
0,5% ZnO/PE	147,25	25,85
1% ZnO/PE	174,11	28,51
5% CaCO ₃ /0,5%ZnO/PE	180,26	29,31
10% CaCO ₃ /0,5%ZnO/PE	114,93	19,89
20% CaCO ₃ /0,5%ZnO/PE	204,12	33,96
5% CaCO ₃ /1%ZnO/PE	135,65	24,01
10% CaCO ₃ /1%ZnO/PE	201,54	33,21
20% CaCO ₃ /1%ZnO/PE	220,25	35,78

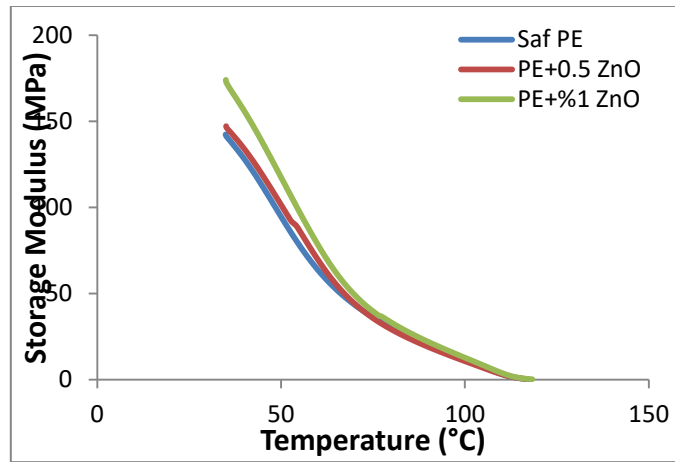


Şekil 4.9. Farklı konsantrasyonlarda CaCO₃ katkılı DYPE' ye ait depolama modülü, sıcaklık grafiği

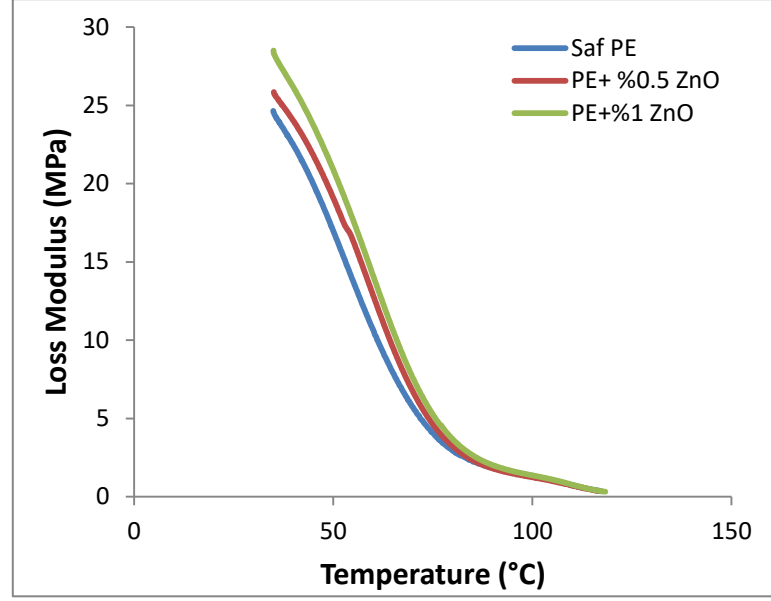


Şekil 4.10. Farklı konsantrasyonlarda CaCO₃ katkılı DYPE' ye ait kayıp modülü, sıcaklık grafiği

Tablo 4.3, Şekil 4.9 ve 4.10 incelendiğinde CaCO₃ katkısı depolama modülü değerini artırmıştır. Özellikle CaCO₃ %5 'den %10'a çıktığında depolama modülü de artmıştır. Bunların içerisinde %50 artış ile en yüksek depolama modülünü değerini %10 CaCO₃ katkısı vermiştir. Kayıp modülünü değerlendirdiğimizde, viskoz anlamda modül değeri de yükselmiştir. En yüksek kayıp modülü, depolama modülünde olduğu gibi %10 CaCO₃ katkısında gerçekleşmiştir. Burada kayıp modülündeki artış %46'dır. Depolama modülü ve kayıp modülünde %10 CaCO₃ daha fazla artış olması, tek başına %20 CaCO₃ katkısında topaklanmaların artması olarak görülmektedir, bu durum literatürde belirtilen çalışmalardaki sonuçları da desteklemektedir [28].

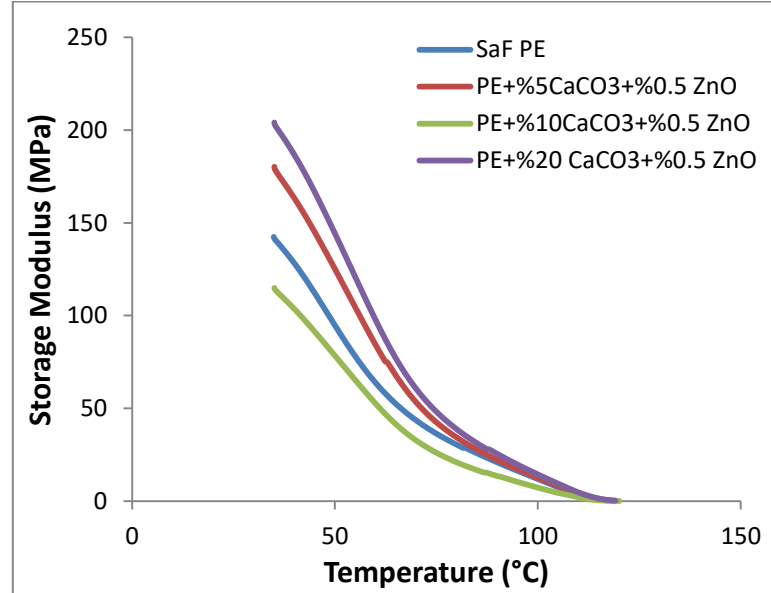


Şekil 4.11. Farklı konsantrasyonlarda ZnO katkılı DYPE' ye ait depolama modülü, sıcaklık grafiği

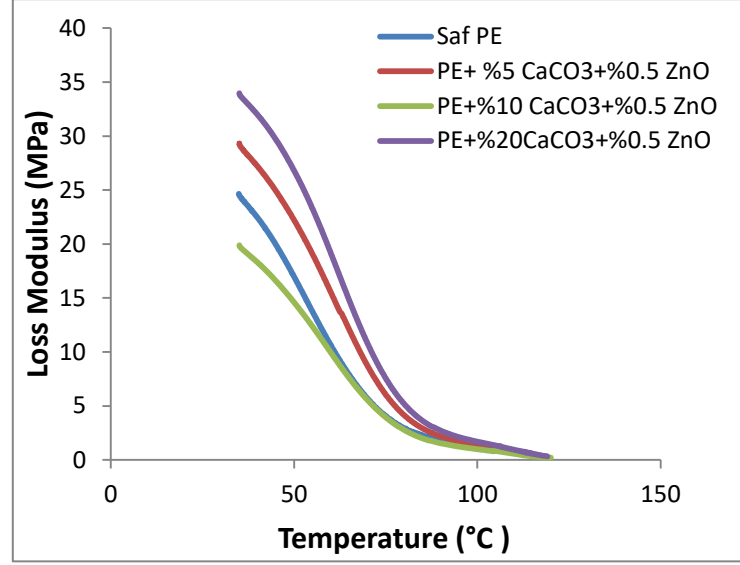


Şekil 4.12. Farklı konsantrasyonlarda ZnO katkılı DYPE' ye ait kayıp modülü, sıcaklık grafiği

Tablo 4.3, Şekil 4.11 ve 4.12 incelendiğinde % 0,5 ZnO katkısı depolama modülünü çok küçük oranda değiştirmiştir. %1 ZnO katkısı ise CaCO_3 katsına göre daha az oranda, %22 oranında depolama modülünü artırmıştır. Kayıp modülüne baktığımızda benzer şekilde değişim gerçekleşmiştir.

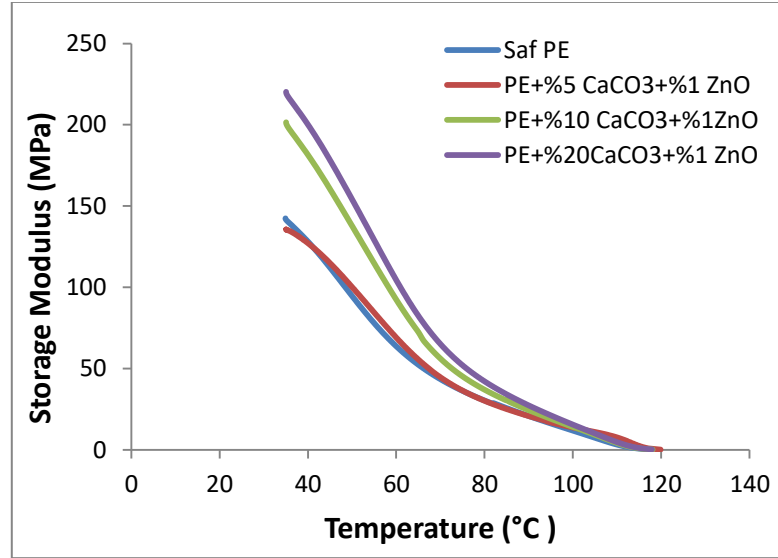


Şekil 4.13. Farklı konsantrasyonlarda CaCO_3 ve % 0,5 ZnO katkılı DYPE' ye ait depolama modülü, sıcaklık grafiği

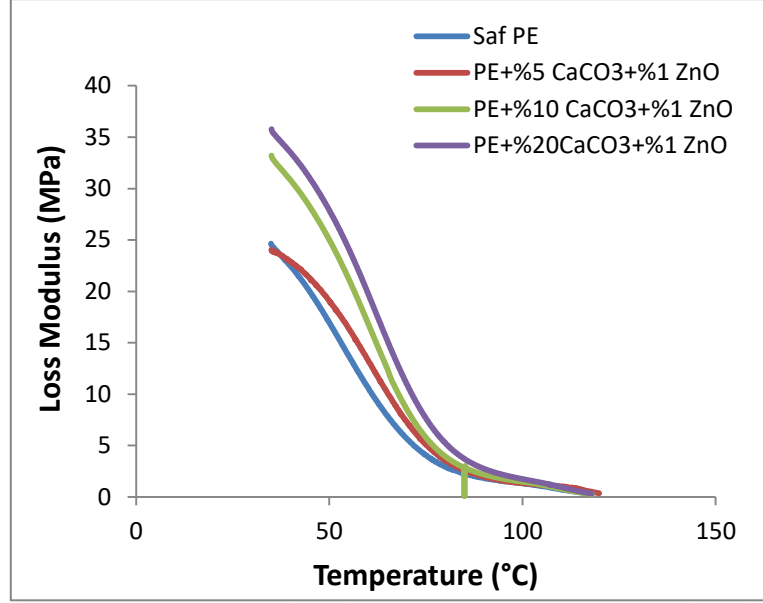


Şekil 4.14. Farklı konsantrasyonlarda CaCO_3 ve % 0,5 ZnO katkılı DYPE'ye ait kayıp modülü, sıcaklık grafiği

Tablo 4.3, Şekil 4.13 ve 4.14 incelendiğinde %5 ve %20 CaCO_3 katkısı, CaCO_3 oranının artmasıyla birlikte depolama modülünü artırmıştır. Özellikle %20 CaCO_3 , %0,5 ZnO katkılı numunede %43 lük bir artış görülmektedir. %10 CaCO_3 katkılı numunede görülen düşüşün sebebi, topaklanmalar, boşluk oluşumu ve proses sırasında oluşan baloncuk oluşumu olarak görülmektedir. Kayıp modülüne baktığımızda, depolama modülü ile aynı doğrultuda değişiklik göstermiştir.



Şekil 4.15. Farklı konsantrasyonlarda CaCO_3 ve % 1 ZnO katkılı DYPE'ye ait depolama modülü, sıcaklık grafiği



Şekil 4.16. Farklı konsantrasyonlarda CaCO_3 ve % 1 ZnO katkılı DYPE'ye ait kayıp modülü, sıcaklık grafiği

Tablo 4.3, Şekil 4.15 ve 4.16 incelendiğinde %10 ve %20 CaCO_3 katkısı, CaCO_3 oranının artmasıyla birlikte depolama modülünü ve kayıp modülünü artırmıştır. Burada en yüksek artış %20 CaCO_3 , %1 ZnO katkılı numunede gerçekleşmiştir. Depolama modülü %55, kayıp modülü %45 artmıştır. Bu artış tüm konsantrasyonlar içerisinde de en yüksek değerdir.

Sadece CaCO_3 eklenmesi DMA sonuçlarını hep artırırken, %0,5 ve %1 ZnO katkılarında depolama modülünde saf DPYE'ye göre düşüşler meydana geldiği gözlemlenmiştir. Bu durumun sebebi iki farklı toz malzemenin DPYE'ye üzerinde homojen dağılmaması ve topaklanmalar oluşturması ile açıklanabilir.

4.4. Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) Analizi Sonuçları

DSC testi sonucu elde edilen farklı konsantrasyonlara ait ZnO ve CaCO_3 katkılı DYPE'ye ait erime sıcaklıkları, erime entalpileri, kristallenme sıcaklıkları, kristallenme entalpileri, kristallenme dereceleri ve camsı geçiş sıcaklıkları Tablo 4.4'de belirtilmiştir. Burada erime piki grafikleri çizilirken 1. Soğuma, kristallenme piklerine ait grafikler çizilirken 2.ısıtma değerleri baz alınmıştır.

Tablo 4.4. ZnO ve CaCO₃ katkılı DYPE'ye ait DSC analiz sonuçları

Numune Tipi /İsmi	T _e Erime) (°C)	DH _m Erime (j/g)	T _c Kristal (°C)	DH _c Kristal (j/g)	X _c (%)	T _g (°C)
Saf PE	104,58	65,22	91,96	62,99	22,75	35,23
5% CaCO ₃ /PE	104,97	65,99	92,17	56,95	22,76	42,06
10% CaCO ₃ /PE	107,42	58,75	91,98	58,28	20,26	44,2
20% CaCO ₃ /PE	105,01	53,4	91,86	51,86	18,04	44,04
0,5% ZnO/PE	105,42	67,19	92,07	55,74	23,16	45,14
1% ZnO/PE	104,54	66	92,46	60,19	22,76	44,5
5% CaCO ₃ /0,5%ZnO/PE	103,64	58,71	92,24	52,22	20,24	44,9
10% CaCO ₃ /0,5%ZnO/PE	104,21	49,82	92,62	48,68	17,18	46,77
20% CaCO ₃ /0,5%ZnO/PE	104,29	52,15	92,62	39,86	17,98	48
5% CaCO ₃ /1%ZnO/PE	104,2	59,94	92,37	48,13	20,66	46,12
10% CaCO ₃ /1%ZnO/PE	104,31	55,95	92,32	43,22	19,29	46,2
20% CaCO ₃ /1%ZnO/PE	104,39	48	92,53	38,89	16,55	44,59

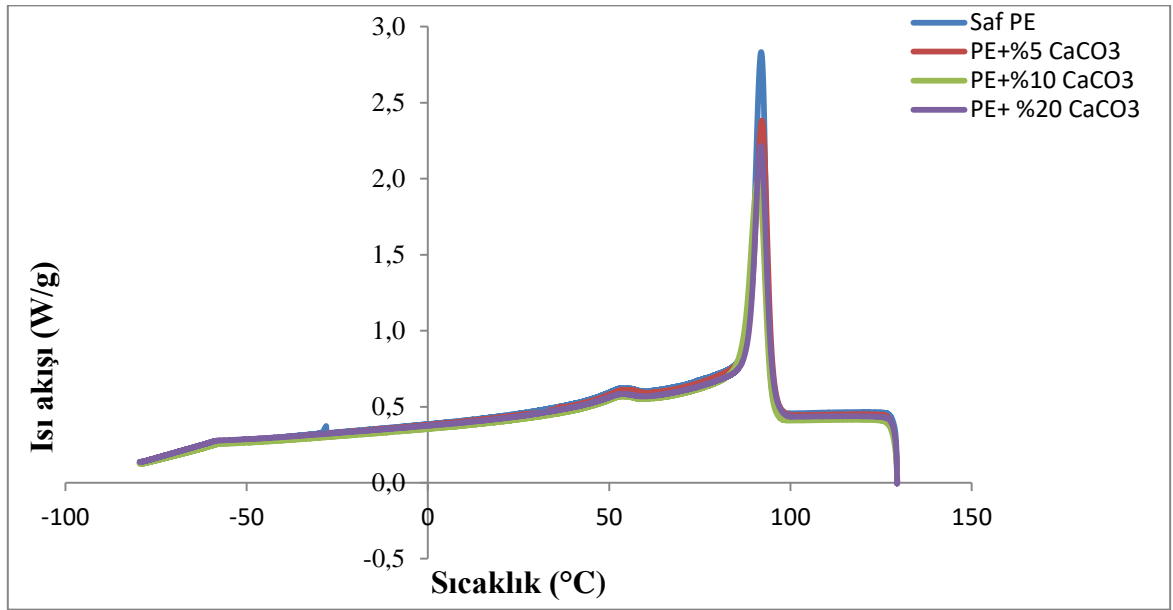
Tablo 4.4'ü incelediğimizde ZnO ve CaCO₃ katkısı erime sıcaklığını önemli derecede artırmamıştır. Erime sıcaklığında en büyük artış 10% CaCO₃ katkısında gerçekleşmiş olup erime sıcaklığında 3 °C'lik bir artış gözlenmiştir. Bu durum CaCO₃ ve ZnO katkısı için beklenen bir durumdur.

Kristallenme sıcaklığına baktığımızda çok önemli artış olmamıştır. En büyük artış 1 °C' lik artış ile %10 ve %20 CaCO₃ katkısı ile birlikte %0,5 ZnO katkılı numunelerde gerçekleşmiştir.

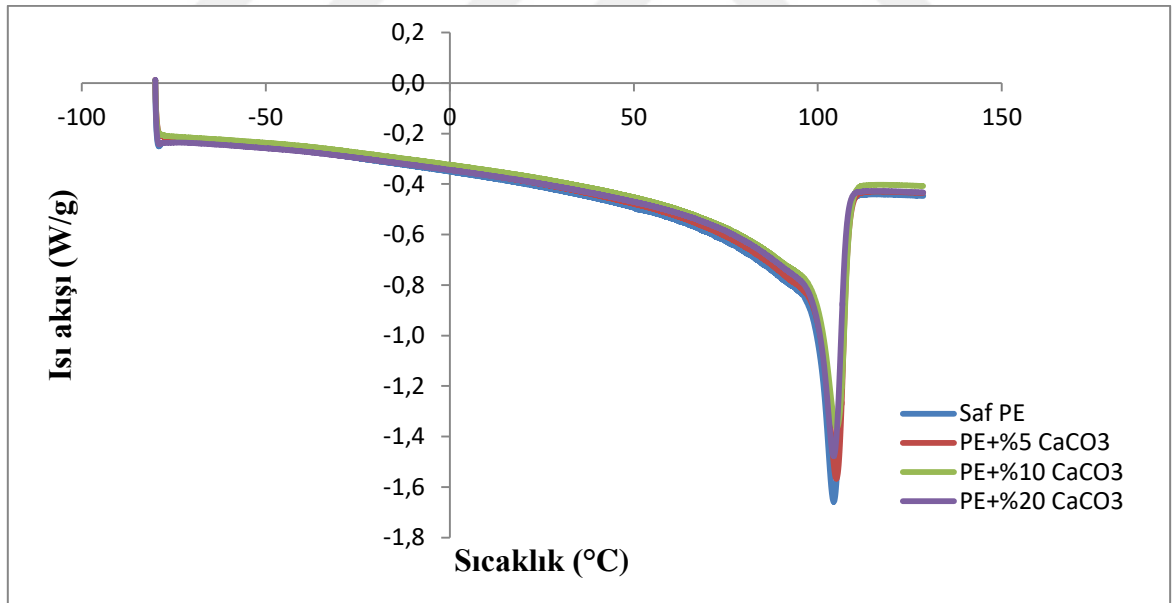
Kristallenme derecesi değerlendirdiğimizde, ZnO katkısı kristallenme yüzdesini değiştirmemiştir. CaCO₃ katkısı ve ZnO, CaCO₃ birlikte ilavesi kristallenme yüzdesini düşürmüştür. Kristallenme derecesindeki en önemli düşüş %10 CaCO₃ katkısı ve %0,5 ZnO katkılı numunede gerçekleşmiştir. Burada katkı ilavesi ile kristallenme derecesinin azalması, katkı partiküllerinin polietilen moleküllerin kristalleşme alanını azalmasına bağlıdır.

Camsı geçiş sıcaklığı değerlendirildiğinde katkı ilavesi ile tüm numunelerde saf polietilene göre camsı geçiş sıcaklığında artış gözlenmiştir. En büyük artış %20 CaCO₃ katkısı ve % 0,5 ZnO katkılı numunede gerçekleşmiştir ve 13 °C camsı geçiş sıcaklığı

artırılmıştır. %37'lik bu artış literatür çalışmalarına göre fazladır, M. Tannuri ve arkadaşları yaptıkları çalışmada camsı geçiş sıcaklığını 6 °C, %5 artırmışlardır [28].



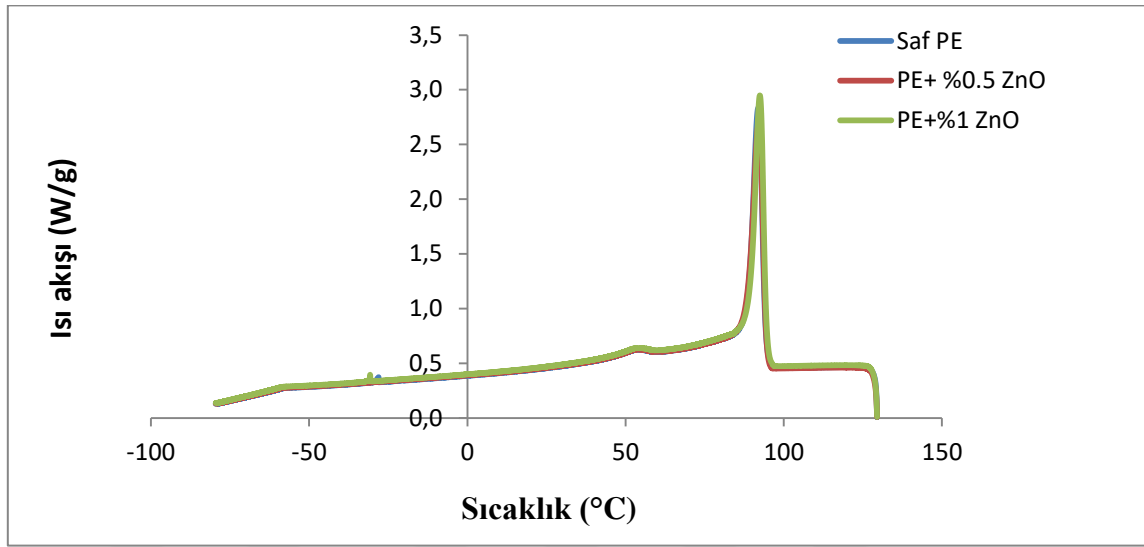
Şekil 4.17. Farklı konsantrasyonlarda CaCO₃ katkılı DYPE' ye ait kristallenme piki



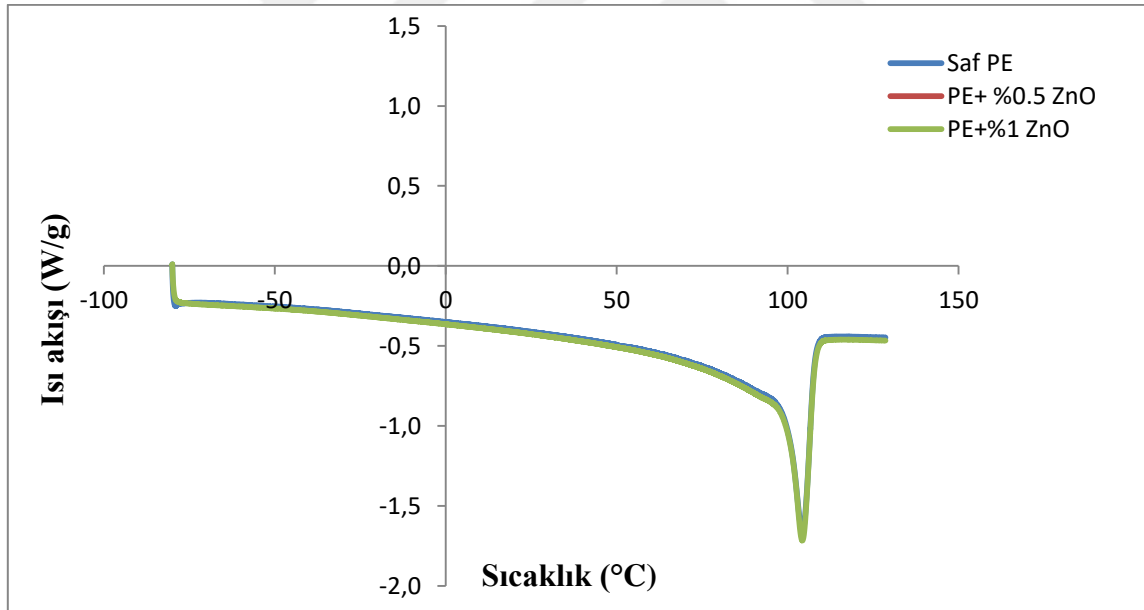
Şekil 4.18. Farklı konsantrasyonlarda CaCO₃ katkılı DYPE' ye ait erime piki

Şekil 4.17, 4.18 ve Tablo 4.4 incelendiğinde, CaCO₃ katkısı arttıkça kristallenme yüzdesinde azalma meydana gelmiştir. Burada en fazla azalma %20 CaCO₃ katkısında %20 oranında azalmıştır.

CaCO₃ ilavesi camsı geçiş sıcaklığında artış meydana gelmiştir. Burada en fazla %10 CaCO₃ katkısı ile gerçekleşmiştir. Artış oranı %25'dir.



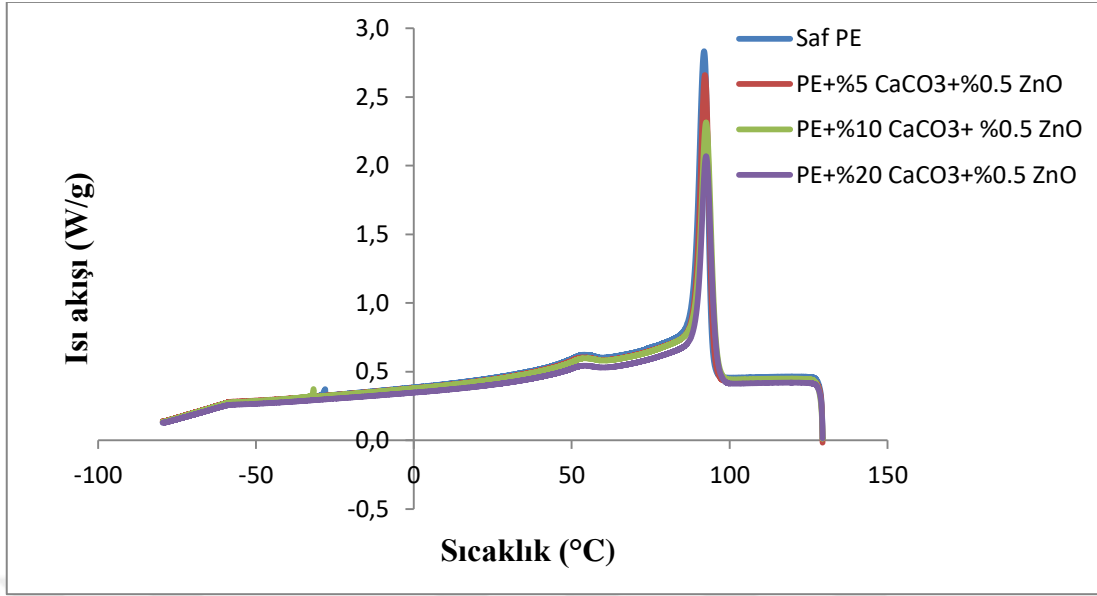
Şekil 4.19. Farklı konsantrasyonlarda ZnO katkılı DYPE' ye ait kristallenme piki



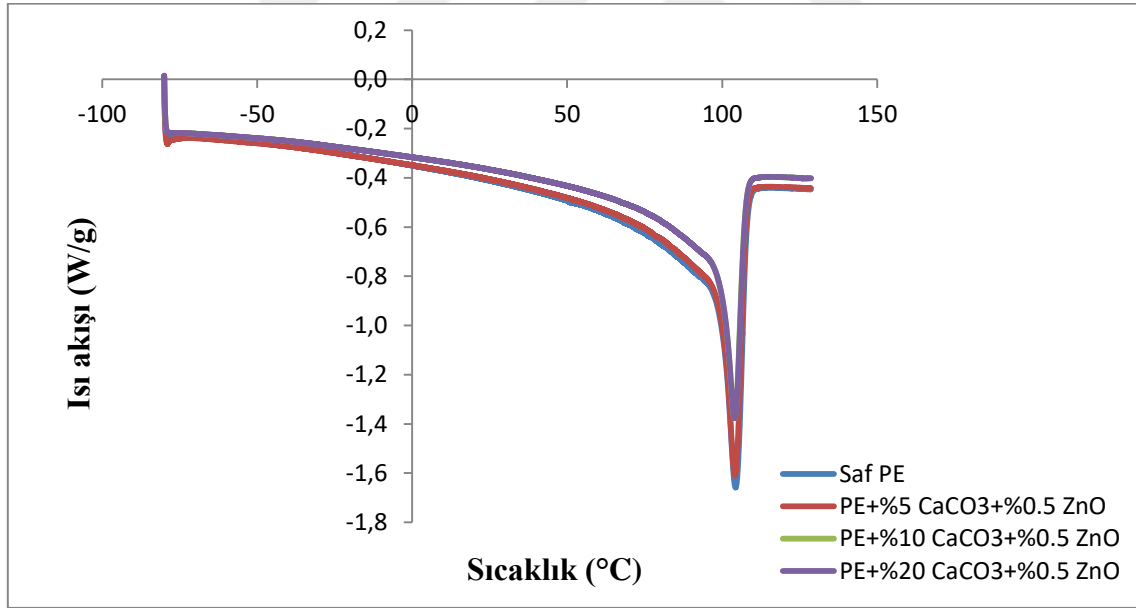
Şekil 4.20. Farklı konsantrasyonlarda ZnO katkılı DYPE' ye ait erime piki

Şekil 4.19, 4.20 ve Tablo 4.4 incelendiğinde, ZnO katkısı kristallenme yüzdesini değiştirmemiştir.

ZnO ilavesi camsı geçiş sıcaklığında artış meydana gelmiştir. Burada %0,5 ZnO katkısında saf polietilene göre %28 artış gerçekleşmiştir.



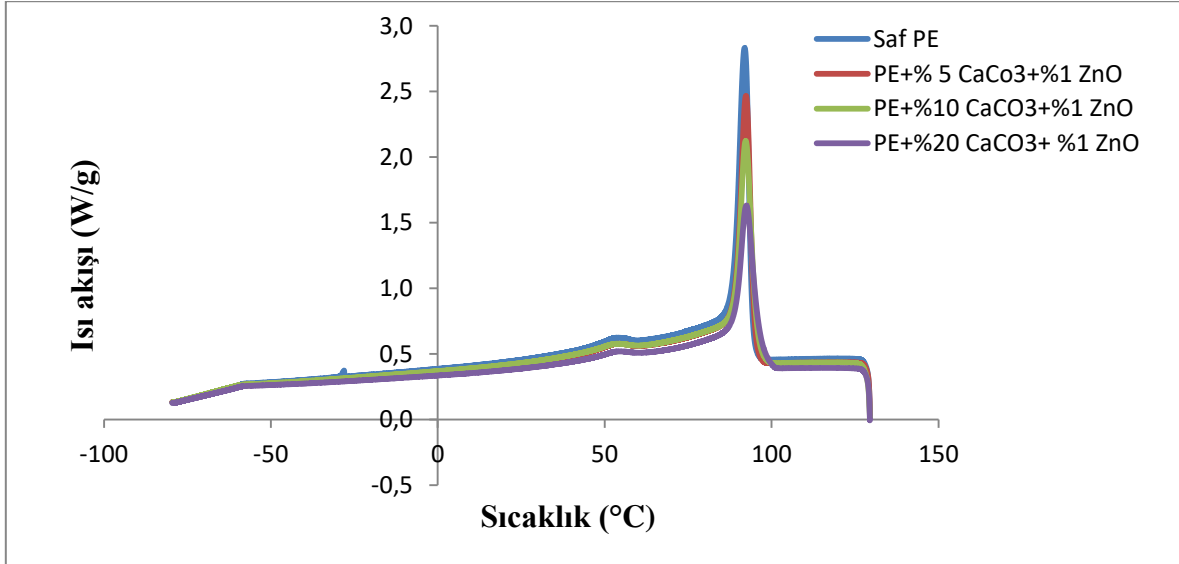
Şekil 4.21. Farklı konsantrasyonlarda CaCO₃ ve %0,5 ZnO katkıli DYPE' ye ait kristallenme piki



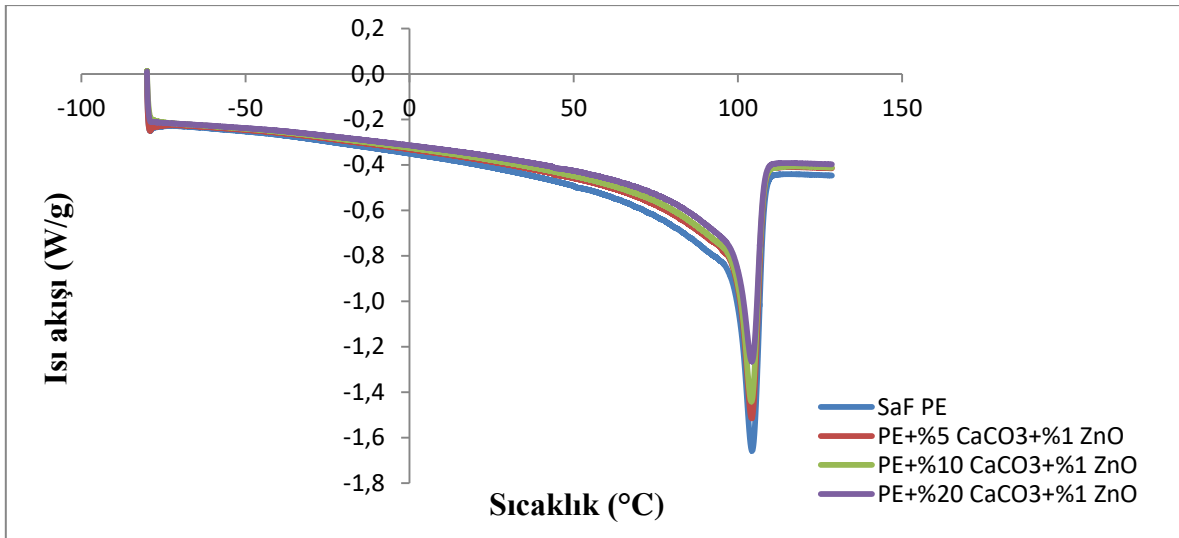
Şekil 4.22. Farklı konsantrasyonlarda CaCO₃ ve %0,5 ZnO katkıli DYPE' ye ait erime piki

Şekil 4.21, 4.22 ve Tablo 4.4 incelendiğinde, %0,5 ZnO ve CaCO₃ katkısı saf polietilene, sadece ZnO ve sadece CaCO₃ katkısına göre kristallenme yüzdesi azalmıştır. En fazla azalma %10 CaCO₃ ve %0,5 ZnO katkısında gerçekleşmiştir.

%0,5 ZnO ve CaCO₃ katkısı ile camsı geçiş sıcaklığı saf polietilene, sadece ZnO ve sadece CaCO₃ katsına göre artış gözlenmiştir. Burada en büyük artış %20 CaCO₃ ve %0,5 ZnO katkısında gerçekleşmiş olup, camsı geçiş sıcaklığındaki artış %36'dır. Bu artış tüm katkı konsantrasyonlarında en iyi artış değeridir.



Şekil 4.23. Farklı konsantrasyonlarda CaCO₃ ve %1 ZnO katkılı DYPE'ye ait kristallenme piki



Şekil 4.24. Farklı konsantrasyonlarda CaCO₃ ve %1 ZnO katkılı DYPE'ye ait erime piki

Şekil 4.23 4.24 ve Tablo 4.4 incelendiğinde, %1 ZnO ve CaCO₃ katkısı ile CaCO₃ katkısı arttıkça kristallenme yüzdesi kademeli olarak azalmıştır.

%1 ZnO ve CaCO₃ katkısı camsı geçiş sıcaklığında artış sağlamıştır. Bu artış saf polietilen ve sadece ZnO, sadece CaCO₃ göre yüksek olup, %0,5 ZnO ve CaCO₃ katkısına oranla daha azdır.

DSC analiz sonuçlarından tablo oluşturulurken, kristallanme derecesi;

$$X_c = \frac{DH_m}{DH_m^0} \times 100$$

X_C : Kristallik yüzdesi

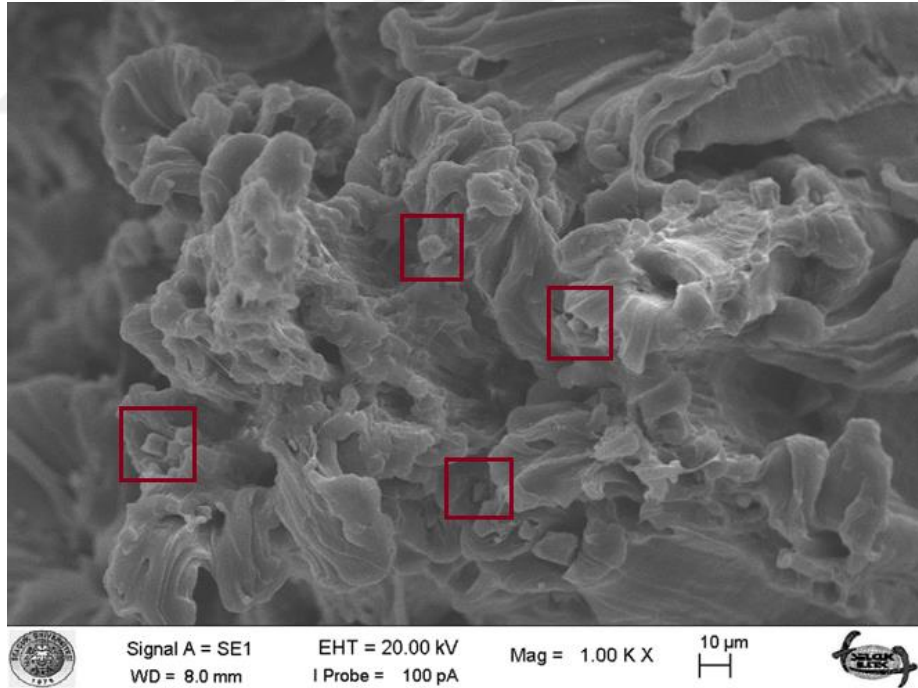
DH_m :Mevcut polimerin erime entalpisi

DH_m⁰:100 % kristal polimerin erime entalpisi

Formülüyle hesaplanmıştır.

4.5. Taramalı Elektron Mikroskop (SEM) Analizi Sonuçları

Farklı konsantrasyonlarda CaCO₃ ve ZnO katkılı DYPE kompozitinin çekme testi sonucu oluşan kırılma yüzeylerinin mikro yapısı SEM ile incelenmiştir. Farklı katkı konsantrasyonlarına ait görüntüler Şekil 4.25, 4.26, 4.27, 4.28, 4.29’da belirtilmiştir.

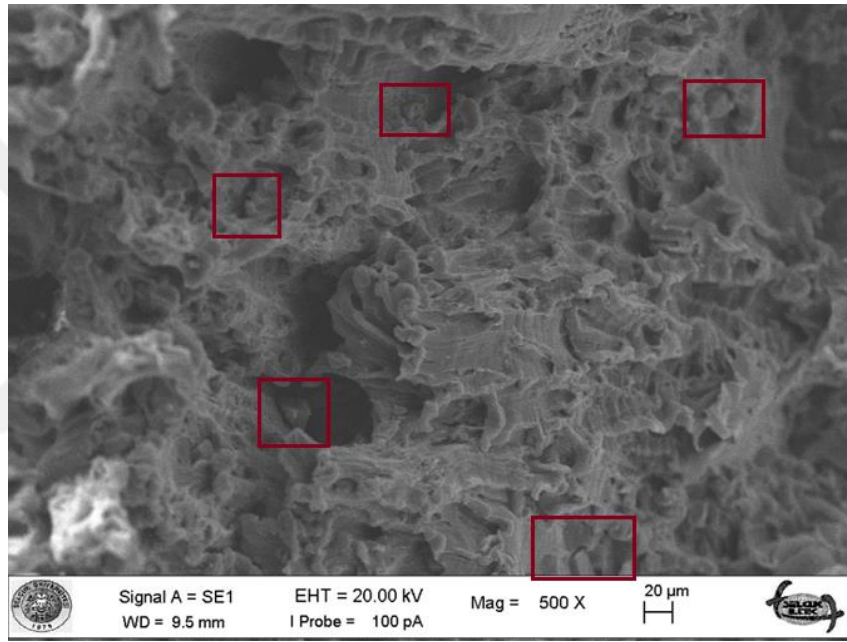


Şekil 4.25. %5 CaCO₃ katkısına ait kırılma yüzeyi SEM görüntüsü (1KX)

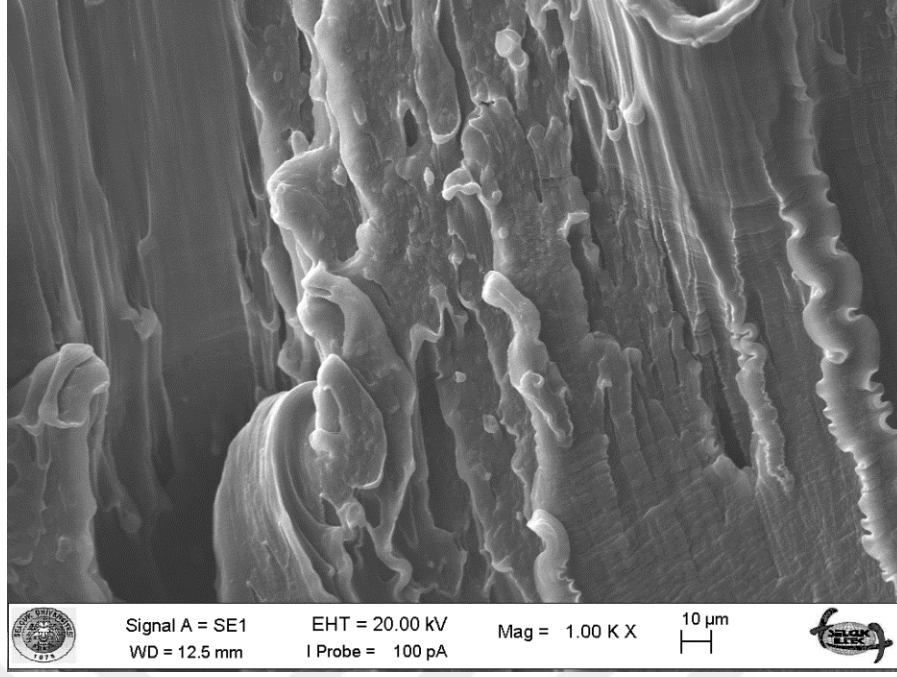
Şekil 4.25’de %5 CaCO₃ katkılı DYPE’ye ait kırılma yüzeyi SEM görüntüsü incelendiğinde CaCO₃ partikülleri belirgin olarak görülmektedir. CaCO₃ partiküllerinin homojen olarak dağılım gösterdiği görülmekte bu durum çekme testi sonuçlarıyla da

desteklenmektedir. Bazı bölümlerde az miktarda topaklanmalar meydana geldiği görülmektedir. Bu topaklanma durumları heterojenliğe ve gerilim birikme noktalarının oluşmasına sebep olarak, mekanik özellikleri olumsuz etkileyen bir durumdur. Camsı geçiş sıcaklığındaki artış sebebi ile polimer zincirleri arasında yerleşen toz partikülleri mukavemeti artırmıştır.

Şekil 4.26'da %20 CaCO₃ katkılı DYPE'ye ait kırılma yüzeyi SEM görüntüsüne baktığımızda CaCO₃ oranının artmasına karşın homojen dağılım gösterdiği görülmektedir, bu durum elastisite modülü ve çekme mukavemetinin artmasını sağlamıştır.

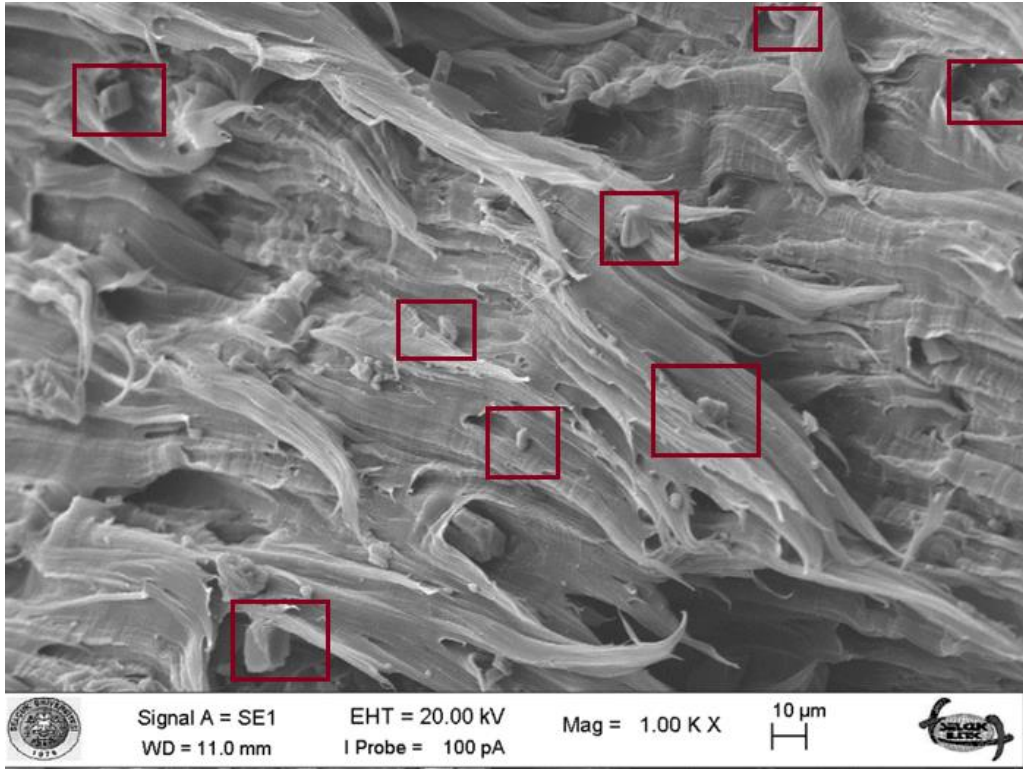


Şekil 4.26. %20 CaCO₃ katkısına ait kırılma yüzeyi SEM görüntüsü (500 X)



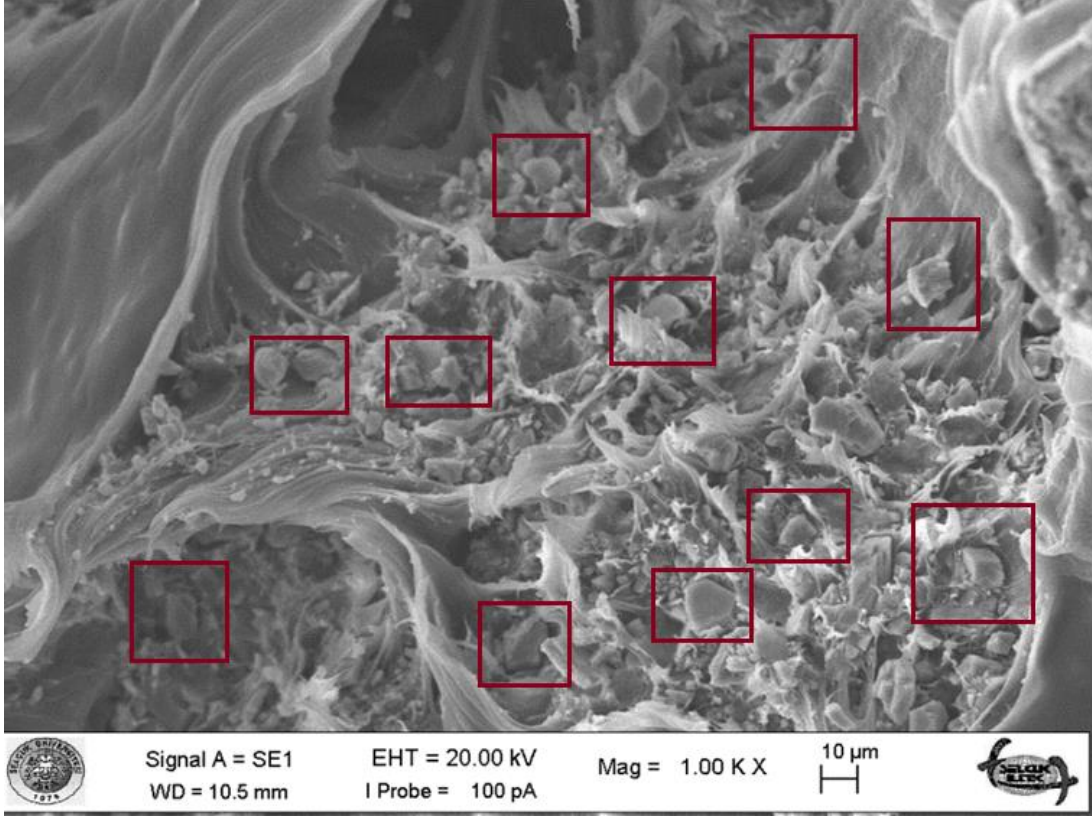
Şekil 4.27. %1 ZnO katkısına ait kırılma yüzeyi SEM görüntüsü (1KX)

Şekil 4.27’de %1 ZnO katkılı DYPE’ye ait kırılma yüzeyi SEM görüntüsüne baktığımızda ZnO partiküllerinin dağılımı nano boyutta olmaları kaynaklı görülememektedir.



Şekil 4.28. %10 CaCO₃ %0,5 ZnO katkısına ait kırılma yüzeyi SEM görüntüsü (1KX)

Şekil 4.28’de %10 CaCO₃, %0,5 ZnO katkıli DYPE’ye ait kırılma yüzeyi SEM görüntüsüne baktığımızda ZnO ve CaCO₃ partiküllerinin dağılımı net olarak görülmektedir. Burada ZnO ve CaCO₃ partiküllerinin DYPE fazları arasında homojen dağıldığı fakat CaCO₃ partiküllerinde topaklanma olduğu gözlenmiştir. Şekil 4.29’da %20 CaCO₃, %0,5 ZnO katkıli DYPE’ye ait kırılma yüzeyi SEM görüntüsüne baktığımızda ise CaCO₃ katkısında topaklanmalar olmasına karşın homojen dağılım görülmektedir.



Şekil 4.29. %20 CaCO₃ %0,5 ZnO katkısına ait kırılma yüzeyi SEM görüntüsü (1KX)

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

- 1) Tez kapsamında DYPE ile Çinko oksit, kalsiyum karbonat katkı malzemeleri ekstrüder olmadan kaplama (coating) yöntemiyle homojen olarak karıştırılarak kompozit yapı elde edilmiştir.
- 2) Yapılan çekme, üç nokta eğme, DSC, DMA testleri ve SEM görüntülerinden elde edilen sonuçlar birbirini destekler nitelikte olup, mekanik özelliklerde artış belirlenmiştir.
- 3) Çekme testinden elde edilen sonuçlar değerlendirildiğinde saf DYPE'ye göre ZnO, CaCO₃ katkısının çekme mukavemeti ve elastisite modül değerlerini tüm konsantrasyonlarda artırdığı belirlenmiştir. Tek başına CaCO₃ katkısı, en fazla %10 CaCO₃ katkısında çekme mukavemetini 7,27 MPa'dan 8,52MPa'a %17 artırmıştır, bu durum literatür çalışmalarında rastlanmamış durumdur, literatürde YYPE'e yapılan CaCO₃ katkısında çekme mukavemetinde en fazla artış %5'dir. Elastisite modülü değerine baktığımızda literatürde YYPE'e yapılan CaCO₃ katkısında en fazla %10 CaCO₃ katkısında 189 MPa'dan 245 MPa'a %29 artırırken bizim çalışmamızda bu oran; 139 MPa'dan 215 MPa'a %54'dür. ZnO ve CaCO₃ katkısının beraber kullanılması çekme mukavemetini ve elastisite modülünü daha çok arttırmıştır. En yüksek artış %20 CaCO₃ katkısı ve % 0,5 ZnO katkısında gerçekleşmiş olup Elastisite modülünü %74, çekme mukavemetini %29 artırmıştır.
- 4) Bazı numunelerde boşluk oluşumu ve aglomerasyonlar belirlenmiştir.
- 5) Eğme testi sonuçları değerlendirildiğinde saf DYPE'ye göre tüm katkı konsantrasyonlarında eğme gerilmesi ve maksimum kuvvet değerinin arttığı gözlemlenmiştir. Bu durum çekme testi sonuçlarıyla paralellik göstermektedir. Sadece CaCO₃ katkısı ile saf DYPE' ye göre eğme gerilmesi değeri 6,15 MPa'dan 7,67 MPa'a %25 artırılmıştır. (%20 CaCO₃ katkısında). Eğme mukavemetini CaCO₃ ve ZnO katkılarının birlikte kullanılması en iyi oranda arttırmıştır. %10 CaCO₃ ve %1 ZnO katkısının birlikte kullanılmasıyla eğme gerilmesi değeri 6,15 MPa'dan 8,58 MPa'a %40 artırılmıştır.
- 6) DMA testi sonuçları değerlendirildiğinde saf DYPE'ye göre depolama modülü ve kayıp modülü değerleri sadece %10 CaCO₃, %0,5 ZnO katkısında düşüş

göstermiştir. Bu sonuç yapı içerisindeki boşluk oluşumuna ve topaklanmalara bağlıdır. Sadece CaCO_3 katkısı depolama modülü ve kayıp modülü değerlerini önemli derece arttırırken tek başına ZnO katkısında çok az bir artış gözlenmiştir. Yine en iyi sonuçlar CaCO_3 ve ZnO katkılarının birlikte kullanılması ile elde edilmiştir.

- 7) DSC testi sonuçları değerlendirildiğinde kristallenme sıcaklığına baktığımızda çok önemli artış olmamıştır. En büyük artış $1\text{ }^\circ\text{C}$ ' lik artış ile %10 ve %20 CaCO_3 katkısı ve %0,5 ZnO katkılı numunede gerçekleşmiştir. Kristallenme yüzdesini değerlendirdiğimizde, ZnO katkısı kristallenme yüzdesini değiştirmemiştir. CaCO_3 katkısı ve ZnO, CaCO_3 'ın birlikte ilavesi kristallenme yüzdesini düşürmüştür. Kristallenme yüzdesindeki en önemli düşüş %10 CaCO_3 katkısı ve %0,5 ZnO katkılı numunede gerçekleşmiştir. Burada katkı ilavesi ile kristallenme derecesinin azalması, katkı partiküllerinin polietilen moleküllerin kristalleşme alanını azaltmasına bağlanmaktadır. Camsı geçiş sıcaklığı değerlendirildiğinde katkı ilavesi ile tüm numunelerde saf polietilene göre camsı geçiş sıcaklığında artış gözlenmiştir. En büyük artış %20 CaCO_3 katkısı ve % 0,5 ZnO katkılı numunede gerçekleşmiştir ve $13\text{ }^\circ\text{C}$ camsı geçiş sıcaklığı artırılmıştır. %37'lik bu artış literatür çalışmalarına göre fazladır, M. Tannuri ve arkadaşları yaptıkları çalışmada camsı geçiş sıcaklığını $6\text{ }^\circ\text{C}$, %5 arttırmışlardır [28].
- 8) Yapılan testler sonucu ZnO ve CaCO_3 katkılı DYPE kompozit yapısının en iyi konfigürasyonu olarak %20 CaCO_3 / %0,5 ZnO belirlenmiştir. Saf DYPE'ye göre elastisite modülünü %74, çekme mukavemetini %29, eğme gerilmesi değerini %27, Depolama modülü değerini %43, kayıp modülünü %38, camsı geçiş sıcaklığını %38 arttırmıştır.
- 9) Öneri olarak; katkı partiküllerinin topaklaşması (aglomerasyonu) malzemede heterojenliğe ve gerilim birikme noktalarının oluşmasına sebep olmaktadır. Bu durumu engellemek ve polimer matris ile katkılar arasındaki adezyonu arttırmak için bağlayıcı ve uyumlayıcı ajanlar kullanılabilir.

KAYNAKLAR

- [1] Akyüz, Ö., Plastikler ve Plastik Enjeksiyon Teknolojisine Giriş. PAGEV Yayınları, İstanbul, Türkiye, 2001, 350 s.
- [2] Baysal, B., Polimer Kimyası. ODTÜ yayınları, Ankara, Türkiye, 1994, 442 s.
- [3] Düşünceli, N. Polimer Malzemelerin Viskoelastik-Viskoplastik Davranışlarının Belirlenmesi ve Modellenmesi. Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, İstanbul, 98 s. (Doktora Tezi).
- [4] Callister, W., Rethwisch, D., Malzeme Bilimi ve Mühendisliği (K. Genel, çev.). Nobel Akademik Yayıncılık, Ankara, Türkiye, 2013, 570-575 s.
- [5] Hull, D., Clyne, T.W., An Introduction to Composite Materials, Cambridge Solid State Science Series, 1996, 1(1), 1-177.
- [6] Sahin, Y., Kompozit Malzemelere Giriş, Seçkin Yayıncılık San. ve Tic. Aş, Ankara, Türkiye, 2006, 424 s.
- [7] Ateş, B. H., Çevresel Etkilerin PPS (Polifenilensülfid) Kompozitlerin Mekanik Özelliklerine Etkileri, Kocaeli Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim dalı, Kocaeli, 2002, 111s. (Yüksek Lisans Tezi).
- [8] Karadurmuş, M., Epoksi Reçine ile Hazırlanan Kompozit Malzemelerin Mekanik ve Tribolojik Özelliklerinin İncelenmesi, Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, Samsun, 2017, 97 s. (Yüksek Lisans tezi).
- [9] Scwartz, M. M., Composite Materials, Properties, Non Destructive Testing and Repair, Prentice Hall Inc., New jersey, USA, 1996, 415 s.
- [10] Ekinci, V. Ş., Alümina Takviyeli Alüminyum Matrisli Kompozit Malzeme Üretimi ve Mekanik Özelliklerinin Araştırılması, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Metal Eğitimi Anabilim Dalı, Ankara, 2007, 111 s. (Yüksek Lisans Tezi).
- [11] Biron, M., Thermoplastics and Thermoplastic Composites, Technical Information for Plastic Users, Butterwoth-Heinemann, Oxford, UK, 1999, 867 s.
- [12] Buckleitner, E. V., Plastics Mold Engineering Handbook, 5th Edition, USA, 1995, 688 s.
- [13] Marsoğlu, M., Plastik Malzemeler, Arpaz Matbaacılık, İstanbul, Türkiye, 1986, 445 s.
- [14] Çoban O., Polimer Matrisli Kompozitlerde Partikül Takviyesinin Malzeme İç Yapısına, Mekanik ve Tribolojik Özelliklerine Etkisi, Kocaeli Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, Kocaeli, 2011, 129 s. (Doktora Tezi).
- [15] Kimya Teknolojisi, Etilen Türevleri ve Prosesleri, MEB, Ankara, Türkiye, 2010, 81 s.

- [16] Palın G.R., Teknolojide Plastikler, (M. Çiğdemoglu Çev.). Makine Mühendisleri Odası Yayınları,1971, 144 s.
- [17] Ezlesir, A., Erbay, E., Taskıran, İ., Yağcı, M.A., Cöbek, M., Bilgiç, T., Polimerler, Pagev yayınları, İstanbul, Türkiye, 1999, 520 s.
- [18] PETKİM, Petrokimya Holding AS. Müşteri Eğitim sunuları KKTSM YYPE, İzmir, 2009, 4 s.
- [19] PETKİM, Kalite Kontrol ve Teknik Servis Müdürlüğü, YYPE Film Ekstrüzyonunda Karşılaşılan Sorunlar, Nedenleri ve Önlemler 2004, 12s.
- [20] Kaya, T., Sol-jel Yöntemi ile $ZrO_2-Al_2O_3$ Seramik Kompozit Oksit Üretimi, Karakterizasyonu ve ZrO_2 'nin Parametrik Etkilerinin İncelenmesi , Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, Ankara, 2006, 116s. (Yüksek Lisans Tezi).
- [21] Mert E., Savurma Döküm Yöntemiyle Metal Matriksli Kompozit Malzeme Üretimine Araştırılması, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim dalı, Afyon, 2004, 70s. (Yüksek Lisans Tezi).
- [22]. Pritchard, G., Plastic Additives, Rapra Technology Limited, Shawbury, UK, 2005, 210 S.
- [23] Gramann, P., Osswald, T., Injection Moulding Handbook, 2nd Edition, Carl Hanser Publishers, Munich, 2008,755 s.
- [24] Demirer A., Enjeksiyon Kalıplarında Sıcak Yolluk Sistemlerinin Kalıplama Prosesine Etkilerinin Deneysel Olarak incelenmesi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim dalı, Sakarya, 2002, 168s. (Doktora Tezi).
- [25] Palabıyık, M., Polimer Esaslı Kompozitler İle Konstrüksiyon, İ.T.Ü, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makina Mühendisliği Anabilim dalı, İstanbul, 2007, 108 s. (Yüksek Lisan Tezi).
- [26] Köse, E., Plastik Enjeksiyonda Proses ve Kalıp Kaynaklı Sorunların Giderilmesi, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Makina Mühendisliği Anabilim dalı, İstanbul, 2006, 111 s (Yüksek Lisans Tezi).
- [27] Shahrudin, A. I. S., Salit, M.S., Zainudin, E. S., 2006. A Review of the Effect of Moulding Parameters on the Performance of Polymeric Composite mInjection Moulding, TUBITAK, 2005, 30(2006), 23-34.
- [28] Tanniru, M., Misra, R.D.K., Berbrand, K., Murphy, D., The determining role of calcium carbonate on surface deformation during scratching of calcium carbonate reinforced polyethylene composites, Materials Science and Engineering, 2005 404, (1-2), 208-220.

- [29] Misra, R. D. K., Nerikar, P., Bertrand, P., Murphy, D., Some Aspects of Surface Deformation and Fracture of 5-20% Calcium Carbonate-Reinforced Polyethylene Composites, Elsevier, Materials Science and Engineering, 2006, 384, 284-298.
- [30] Lazzeri, A., Zabarjad, S.M., Pracella, M., Calvalier, K., Rosa, R., “Filler toughening of plastics. Part 1—The effect of surface interactions on physico-mechanical properties and rheological behaviour of ultrafine CaCO₃/HDPE nanocomposites”, 2004, 46, 827-844.
- [31] Şahin, Ş., Şahin, T., Kalsiyum Karbonat Katkili Polipropilen Random Kopolimer Malzemenin Mekanik Özelliklerine Soğuk Çekmenin Etkisi, 8. Uluslar Arası Kırılma Konferansı, İstanbul, Türkiye, 2007, 320 – 329 s.
- [32] Teixeira S.C.S., Moreira M.M., Lima A.P., Santos L.S., Rocha B.M., Lima E.S., Costa R.A.A.F., Silva A.L.N, Rocha M.C.G., Coutinho F.M.B., Study of blends of HDPE and different grades of CaCO₃. Part I. Factorial experimental design, 2005, 24, 983–987.
- [33] Zhang, Q.X.; ve diğerleri “Crystallization and Impact Energy of Polypropylene / CaCO₃ Nanocomposites With Nonionic Modifier”, Polymer, 2004, 45, 5985-5994.
- [34] Kalaitzidou, K., Fukushima, H., Drzal, T., “new compounding method for exfoliated graphite–polypropylene nanocomposites with enhanced flexural properties and lower percolation threshold”, Composites Science and Technology, 2007, 67, 2045–2051.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Uğur YÜCEL

Doğum Yeri ve Yılı : Ankara, 1993

Medeni Hali : Bekar

Yabancı Dili : İngilizce

E-posta : ugur.yucel@enkaplastik.com.tr

Eğitim Durumu

Lise : Kırıkkale Yıldırım Beyazıt Anadolu Lisesi, 2006-2010

Lisans : Manisa Celal Bayar Üniversitesi, Malzeme Mühendisliği Bölümü,
2010-2015

Yüksek Lisans :Manisa Celal Bayar Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği
Bölümü 2015-2019

Mesleki Deneyim

Kurum bilgisi : ENKA Kalıp ve Plastik Sanayi 2015-...(halen)