KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ * FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

TALK MİNERAL DOLGU MADDESİ İLE POLİPROPİLEN BLOK KOPOLİMER BORULARIN KISA SÜRELİ İÇ BASINÇ PERFORMANS ÖZELLİKLERİNİN OPTİMİZASYONU

YÜKSEK LİSANS

Makina Müh. Erkut FINDIK

Anabilim Dalı: Makina Mühendisliği

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Şenol ŞAHİN

KOCAELİ, 2009

KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ * FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

TALK MİNERAL DOLGU MADDESİ İLE POLİPROPİLEN BLOK KOPOLİMER BORULARIN KISA SÜRELİ İÇ BASINÇ PERFORMANS ÖZELLİKLERİNİN OPTİMİZASYONU

YÜKSEK LİSANS

Makina Müh. Erkut FINDIK

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih: 15 Haziran 2009

Tezin Savunulduğu Tarih: 01 Temmuz 2009

Tez Danışmanı	Üye	Üye
Yrd.Doç.Dr.Şenol ŞAHİN	Prof.Dr.Paşa YAYLA	Prof.Dr.Abdullah MİMAROĞLU
(.....)	(.....)	(.....)

KOCAELİ, 2009

ÖNSÖZ

Sanayi devriminden bu yana, endüstriyel alanda plastiklerin ve katkı malzemelerinin kullanımının gözle görülür artışını, gerek konuyla ilgili bilimsel çalışmalardan, gerekse üreticilerin piyasaya sürdükleri yeni ürünlerden takip etmekteyiz. Buna karşılık, endüstride konvansiyonel olarak imal edilen dövme ve döküm gibi ağır parçaların kullanımının, mühendislik plastiklerin kullanımının artması ile orantılı olarak azaldığını görmekteyiz. Bu plastiklerde, mineral katkılandırma uygulamalarında ve bilimsel çalışmalarda da oldukça ileri seviyelere gelinmiştir.

Termoplastik (ısıtılarak şekil verilebilen) poliolefin grubu malzemelerle başta maliyeti düşürmek sonra da mekanik özellikleri arttırmak üzere mineral dolguların (karbon fiber, bor, cam fiber, talk, kalsiyum karbonat, vs.) ilave edilmesi üzerine çalışmalar yapılmış olmakla beraber sözü geçen bu dolguların özellikle basınçlı borularda kullanımı üzerine litaratürde çok az sayıda yayın bulunmaktadır. Bu doğrultuda Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırmalar Kurumu (TÜBİTAK) tarafından desteklenen 105M220 numaralı "Mineral Dolgulu Poliolefin Boruların Kısa ve Uzun Süreli İç Basınç Performans Özelliklerinin Optimizasyonu" isimli deneysel araştırma projesi kapsamında yapılan bu çalışmada inorganik dolguların polipropilen boruların iç basınç performans özellikleri araştırılmış ve mineral katkılandırılmış basınçlı boruların çevresel gerilme - sıcaklık - zaman eğrileri çalışılmıştır.

Talk dolgulu poliolefin granüllerimizin imalatını gerçekleştiren ve bunların yanında enjeksiyon numune üretmine katkılarından dolayı EMAŞ Plastik A.Ş.'ye ve enjeksiyon numunelerin basılmasında yardımlarından dolayı AKSU TOST'a teşekkür ederim. Bazı deneylerin yapılması için labratuvarlarını bizlere açan PİMAŞ'a ve boru üretimini gerçekleştirdiğimiz NOVAPLAST A.Ş.'ye ve İBG PakPlastik'e teşekkürlerimi sunarım.Tüm hayatım boyunca bana olan desteklerini hiç bir zaman eksik etmeyen başta çok değerli anneme, hayata gözlerini yuman babama ve tüm aileme teşekkür ederim. Çalışma esnasında bilgi ve tecrübelerini, bizlere sunduğu bilgi kaynaklarını paylaştığım Sayın Prof. Dr. Paşa YAYLA'ya teşekkür ederim. Yüksek lisans eğitimimin başlangıcından tezimi hazırladığım güne kadar bilgi birikimi ve tecrübeleriyle beni bir hamur gibi şekillendiren çok değerli yol göstericim Sayın Yrd. Doç. Dr. Şenol ŞAHİN'e sonsuz minnet ve şükranlarımı sunar teşekkür ederim. Ayrıca deneylerin yapılmasındaki yardımlarından ötürü değerli arkadaşlarım Mak. Müh. Neşe BAHÇECİ'ye, Mak. Müh. Levent SÖZEN'e ve deneysel süreçde verdiği desteklerinden ötürü Sayın Yrd. Doç. Dr. Tülin ŞAHİN'e teşekkür ederim. Yine çok değerli meslakdaşım Yük. Mak. Müh. Halit Erdem KARACAN'a bana yol gösterdiği tezinden dolayı teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ i
İÇİNDEKİLER ii
ŞEKİLLER DİZİNİ iv
TABLOLAR DİZİNİ vi
SİMGELER ve KISALTMALAR vii
ÖZET x
İNGİLİZCE ÖZET xi
1. GİRİŞ 1
1.1. Problemin Açıklanması ve Hedefin Belirlenmesi 3
1.2. Genel Bilgiler 6
1.2.1. Endüstride polipropilenin önemi 7
1.2.2. Plastik boruların geçmişinin kısa değerlendirilmesi 7
1.2.3. Endüstride mineral dolgu maddelerin kullanımı 8
1.2.4. Talk dolgusunun polipropilen malzemelere etkileri 9
2. LİTERATÜR ÇALIŞMASI 11
2.1. Temel Bilgiler 11
2.1.1. Polipropilenin özellikleri 11
2.1.2. Polipropilen blok kopolimer 12
2.2. Polipropilende Mineral Dolguların Kullanımı 12
2.3. Talk Mineralinin Fiziksel ve Mekanik Özelliklere Etkisi 13
2.3.1. Çekme özelliklerine talk mineralinin etkisi 14
2.3.2. Charpy darbe mukavemetine talk mineralinin etkisi 16
2.3.3. Polipropilenin sertlik özelliklerine talk mineralinin etkisi 17
2.3.4. Polipropilenin yoğunluğuna talk mineralinin etkisi 17
2.3.5. Polipropilenin ısı iletkenliğine talk mineralinin etkisi 18
2.3.6. Talk mineralinin polipropilen kristalleşme oranına etkisi 18
2.4. Boruların İç Basınç Özelliklerine Talk Mineralinin Etkisi 18
3. MALZEME ve DENEYSEL YÖNTEMLER 21
3.1. Kullanılan Malzemeler 21
3.1.1. Polipropilen blok kopolimer hammaddesi 21
3.1.2. Mineral dolgular 22
3.2. Ön Çalışmalar 22
3.2.1. Hammaddelerin üretimi 22
3.2.2. Deney numunesi üretimi 23
3.3. Deney Programı 27
3.4. Deney Şartları, Araçlar, Makineler ve Donanımlar 27
3.4.1. Çekme numunesi ve çekme deneyi 28
3.4.2. Charpy numunesi ve enstrümante edilmiş Charpy deneyi 30
3.4.3. Shore D sertlik numunesi ve sertlik deneyi 32
3.4.4. Termomekanik analiz (TMA) deneyi ve numunesi 33

3.4.5. Erime akış hızı (EAH) deneyi 34
3.4.6. Yoğunluk deneyi ve numunesi 35
3.4.7. Diferansiyel taramalı kalorimetre deneyi 36
3.4.8. Vicat yumuşama sıcaklığı tayini 36
3.4.9. Hidrostatik iç basınç deneyi 38
4. BULGULAR ve TARTIŞMA 40
4.1. Çekme Deneyleri 40
4.1.1. Çekme özelliklerine mineral madde miktarının etkisi 40
4.1.2. Çekme özelliklerine mineral madde tane boyutunun etkisi 42
4.1.3. Çekme deneyleri sonuçları genel yorumu 46
4.2. Charpy Çentik Darbe Deneyleri 46
4.2.1. Charpy darbe özelliklerine mineral madde miktarının etkisi 46
4.2.2. Charpy çentik darbe özelliklerine mineral madde tane boyunun etkisi 48
4.2.3. Charpy darbe deneyleri sonuçları genel yorumu 52
4.3. Shore D Sertlik Özelliklerine Mineral Miktarının ve Boyunun Etkisi 53
4.4. Yoğunluk Özelliklerine Mineral Miktarının ve Tane Boyunun Etkisi 54
4.5. Erime Akış Hızına (EAH) Mineral Madde Miktarının ve Boyunun Etkisi 56
4.6. TMA (Termomekanik Analiz) Deneyleri 58
4.6.1. Termal genleşme katsayısına talk mineralinin etkisi 58
4.6.2. Camsı geçiş sıcaklığına talk mineralinin etkisi 60
4.7. Vicat Yumuşama Sıcaklığına Talk Mineralinin Etkisi 62
4.8. DSC Deneyleri 63
4.9. İç Basınç Deneyleri 65
5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER 69
5.1. Fiziksel ve Mekanik Özelliklere Talk Mineralinin Etkileri 69
5.2. Boruların İç Basınç Performans Özelliklerine Talk Mineralinin Etkisi 72
5.3. Talk Katkılandırması ile Yapıcak İleriki Çalışmalar 73
KAYNAKLAR 74
EKLER 80
ÖZGEÇMİŞ 97

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1 .Önemli bazı termoplastiklerin 1987-1997 arasındaki tüketim artışı (Brenner, 2000).....6
Şekil 2.1 Talk Mineralinin Kristal Kafes Yapısı (Mikron's A.Ş.).....14
Şekil 2.2 Talk mineralinin Elastisite Modülüne Etkisi (Mondo Mineral's).....15
Şekil 2.3 Polipropilenin farklı minerallerinin katkı oranına göre darbe dayanımı (Mondo Minerals, 2009).....16
Şekil 2.4 PP/Talk kompozitin katkı oranına bağlı ısıl iletim katsayısındaki değişim.(Mondo Minerals,2009).....17
Şekil 2.5 Bazı borular için logaritmik gerilme zaman grafikleri (Ant ve Claus 1997) 20
Şekil 3.1 Enjeksiyon kalıbının üstten görünüşü.....24
Şekil 3.2 Çekme numunesinin boyutları.....28
Şekil 3.3 Charpy numunesi.....30
Şekil 3.4 Enstrümante edilmiş Charpy deneyinde PPB malzemesi için elde edilen tipik bir kuvvet-zaman diyagramı.....30
Şekil 3.5 Shore D sertlik ölçüm noktaları.....32
Şekil 3.6 TMA-50 Shimadzu.....33
Şekil 3.7 Sartorius marka BP2105 model hassas terazi.....36
Şekil 3.8 Vicat Deney Cihazı (Zwick).....37
Şekil 3.9 Boru numunesi boyutları.....38
Şekil 4.1 Naturel PP'in % dolgu oranına göre akma gerilmesi ve akma uzamalarındaki değişim.....41
Şekil 4.2 Naturel PPB göre kopma gerilmesi ve kopma uzamalarının değişimi 41
Şekil 4.3 PPB'in elastisite modülünün partikül büyüklüğüne göre değişimi 43
Şekil 4.4 Naturel PPB'nin % dolgu miktarına göre Elastisite modülündeki değişimi 44
Şekil 4.5 PPB'nin akma gerilmesi ve akma uzamasının partikül büyüklüğüne göre değişimi 44
Şekil 4.6 PPB'nin kopma gerilmesi ve kopma uzamasının partikül büyüklüğüne göre değişimi 45
Şekil 4.7 Katkısız PPB'ne göre Talk5XH mineralinin Charpy darbe özelliklerine etkisi.....47
Şekil 4.8 Katkısız PPB'e göre PremierTalk mineralinin Charpy darbe özelliklerine etkisi.....48
Şekil 4.9 Charpy çentik darbe dayanımlarının Talk türüne ve katkı oranına bağlı (C_v) değişimi.....49
Şekil 4.10 Talk ilavesine ve türüne bağlı olarak numunelerin Charpy çatlak başlatma enerjilerinin ($C_v)_{Fmaks}$ değişimi. 49
Şekil 4.11 Talk ilavesine ve türüne bağlı olarak numunelerin Charpy çatlak ilerletme enerjilerinin (Cv_{ileri}) değişimi 50

Şekil 4.12 Katkısız PPB'ye göre Charpy Çentik darbe mukavemetinin (Cv) tane boyutuna bağlı değişimi.....51
Şekil 4.13 Katkısız PPB'ye göre Charpy Maksimum çatlak başlatma enerjisi ($(C_v)F_{maks}$) değişimi. 51
Şekil 4.14 Katkısız PPB'ye ve mineral tane boyutuna göre Charpy Çatlak ilerletme enerjisi (C_{vileri}) değişimi.....52
Şekil 4.15 Enjeksiyon kalıplama ile üretilen numuneler üzerinde ölçülen Shore D sertlik değerlerinin talk oranına bağlı olarak değişimi. 53
Şekil 4.16 Enjeksiyonla üretilmiş PPB malzemenin yoğunluğunun talk hacim oranına göre değişimi. 54
Şekil 4.17 Ekstrüzyonla üretilmiş borudan PPB malzemenin yoğunluğunun talk hacim oranına göre değişimi.....55
Şekil 4.18 Mineral dolgu oranına göre hammaddelerin EAH.....57
Şekil 4.19 Talk oranına bağlı olarak farklı sıcaklıklardaki termal genleşme katsayısının değişimi.(Talk5XH).....60
Şekil 4.20 Talk oranına bağlı olarak farklı sıcaklıklardaki termal genleşme katsayısının değişimi.(PremierTalk).....61
Şekil 4.21 Talk katkı oranına bağlı olarak camsı geçiş sıcaklığının (T_g) değişimi..61
Şekil 4.22 Talk katkısının Vicat yumuşama sıcaklığının değişimi, üretimden 3 hafta sonra.....62
Şekil 4.23 Talk katkısının Vicat yumuşama sıcaklığının değişimi, üretimden 12 ay sonra.....63
Şekil 4.24 Ekstrüzyonla üretilmiş borunun iç yüzeyindeki kristalleşme derecesinin ve kristalin erime sıcaklığının talk dolgu miktarına bağlı değişimi. 64
Şekil 4.25 Enjeksiyonla üretilmiş numunelerin kristalleşme derecesinin ve kristalin erime sıcaklığının talk dolgu miktarına bağlı değişimi. 64
Şekil 4.26 Katkısız Ø63mm borunun 20 ^oC sıcaklıktaki regrasyon eğrisi.....65
Şekil 4.27 5XHTalk ilaveli borularda çevresel gerilmenin % değişimi.....66
Şekil 4.28 PremierTalk ilaveli borularda çevresel gerilmenin % değişimi.....67

TABLOLAR DİZİNİ

Tablo 1.1 Çeşitli katkı minerallerinin Mohs sertlik değerleri (Chang, 1995).....10
Tablo 3.1 PP-B malzemenin fiziksel ve mekanik özelliklerine ait üretici verileri (Borealis 2004).....21
Tablo 3.2 Mineral dolguların fiziksel özelliklerine ait imalatçı verileri (Mikron'S) 22
Tablo 3.3 Boru hammaddelerinin hazırlanmasında kullanılan yüksek üretim kapasiteli ikiz vidalı ekstruderin teknik bilgileri. (EMAŞ, 2007).....22
Tablo 3.4 ALLROUNDER 370 CMD model enjeksiyon makinesinin teknik özellikleri. (ARBURG, 2007) 23
Tablo 3.5 HTF90W (MA900/300) model enjeksiyon makinesinin teknik özellikleri (HAITIAN, 2007) 24
Tablo 3.6 Deney numunesi üretiminde kullanılan enjeksiyon ayarları ile soğutma suyu sıcaklıkları, ALLROUNDER 370 CMD. 24
Tablo 3.7 Deney numunesi üretiminde kullanılan enjeksiyon ayarları ile soğutma suyu sıcaklıkları. 25
Tablo 3.8 Tek vidalı plastik boru ekstrüzyon makinesine ait teknik bilgiler (IBG Pakplastik, Krauss- Maffei, 2007). 25
Tablo 3.9 Tek vidalı boru ekstrüzyon makinesine ait teknik bilgiler (NOVAPLAST, 2007). 26
Tablo 3.10 Boru üretimindeki ekstrüzyon sıcaklıkları (IBG Pakplastik Konya, 2007) 26
Tablo 3.11 Boru üretimindeki ekstrüzyon sıcaklıkları (Novaplast A.Ş., 2009).....26
Tablo 3.12 Enstrümante Charpy deneyinde deney programı ayarları.....32
Tablo 3.13 TMA deney ayarları.....34
Tablo 3.14 İç basınç deney numunelerin boyları.....38
Tablo 4.1 MFI deneylerinden elde edilen MFR ve MVR değerleri.....59
Tablo 4.2 Talk5XH mineralenin katkı oranına bağlı basınç – hasar ve süre tablosu 67
Tablo 4.3 PremierTalk mineralenin katkı oranına bağlı basınç – hasar ve süre tablosu 68

SİMGELER ve KISALTMALAR

AO	: Ağırlık oranı
b	: Darbe numunesi genişliği, (mm)
C	: Karbon
$CaCO_3$	: Kalsiyum karbonat, kalsit
$(C_v)_{Fmaks.}$	: Maksimum çatlak başlatma enerjisi, (kJ/m^2)
cm^3	: Santimetreküp
C_v	: Charpy çentik darbe mukavemeti, (kJ/m^2)
$(C_v)_{iler.}$	: Çatlak ilerletme enerjisi, (kJ/m^2)
%c	: Kristalleşme derecesi
D, Ø	: Boru çapı, (mm)
D/t	: Boru çapı / boru et kalınlığı, (mm)
dak.	: Dakika
E	: Elastisite modülü, (N/m^2)
F	: Kuvvet, (N)
g.	: Gram
h	: Darbe numunesi kalınlığı, (mm)
H	: Hidrojen
HO	: Hacim oranı
j.	: Joule
kg.	: Kilogram
kg/h.	: Ekstrüder üretim kapasitesi
kg/sa.	: Enjeksiyon makinesi eritme kapasitesi
kN.	: Kilo Newton
kW.	: Kilo Watt
L/D	: Boru boyu / boru çapı
l_1	: Toplam boru boyu, (mm)
l_2	: Borunun başlıklar içerisinde kalan kısmının uzunluğu, (mm)
log t	: Logaritmik zaman
log σ	: Logaritmik gerilme
m	: Metre
mm	: Milimetre
ms.	: Milisaniye
N	: Newton
^{o} C	: Derece Santigrat
^{o} F	: Derece Fahrenhayt
s	: Saniye
t	: Boru et kalınlığı, (mm), süre, (s)
T_g	: Camsı geçiş sıcaklığı, (°C)
T_m	: Erime Sıcaklığı, (°C)
ε_B	: Kopma uzaması
ε_y	: Akma uzaması

ρ	: Yoğunluk, (kg/cm^3)
σ_B	: Kopma gerilmesi, (N/m^2)
σ_{teo}	: Teorik mukavemet, (N/m^2)
σ_y	: Akma gerilmesi, (N/m^2)
Φ_c	: Charpy geometrik düzeltme faktörü
W	: Darbe enerjisi, (joule)
W_{Fmax}	: Maksimum kuvvetteki darbe enerjisi, (joule)

Kısaltmalar

ABD	: Amerika Birleşik Devletleri
A.Ş.	: Anonim Şirketi
ABS	: Akrilonitril Bütadien Stiren
ASTM.	: American Society for Testing Materials (Amerikan Malzeme Test Birliği)
Bec5015	: Borealis firmasından temin edilen polipropilen blok kopolimer
DSC	: Differantial Scanning Calorimeter (Diferansiyel taramalı kalorimetre)
EAH	: Erime Akış Hızı
HDPE	: High Density Polyethylene (yüksek yoğunluklu polietilen)
IPT	: Insitut für Prüftechnick (test tekniği enstitüsü)
ISO	: Uluslararası standart organizasyonu (Intarnational standart organisation)
iPP	: İzotaktik Polipropilen
LLDPE	: Lineer Low Density Polyethylene (Liner düşük yoğunluklu polietilen)
LDPE	: Low Density Polyethylene (Düşük Yoğunluklu Polietilen)
maks.	: Maksimum
MFR	: Melt Flow Rate (Erime Akış Hızı)
MVR	: Melt Volume.Rate
MPa	: Megapaskal
PA	: Poliamid
PE	: Polietilen
PP	: Polipropilen
PPB	: Polipropilen blok kopolimer
PPC	: Polipropilen heterofazlı kopolimer
PPH, Tip1	: Polipropilen Homopolimer
PPRC, Tip 3	: Polipropilen random kopolimer
PS	: Polistiren
PVC	: Polivinilklörür
PVC-U	: Sert polivinilklörür

SDR	: Standart dimension rate (standart boyut oranı)
SEM	: Scanning Electeron Microscopy (Taramalı elekteron mikroskobu)
Tip 2	: Polipropilen blok kopolimer
Tip I,II	: Monoklin formda α (alfa) kristalin kafes sistemi
Tip III, IV	: β (beta) formda kafes sistemi
TMA	: Termomekanik Analiz
TÜBİTAK	: Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu
TSE	: Türk Standartları Enstitüsü
TS	: Türk Standardı
yy.	: Yüzyıl
YYPE	: Yüksek Yoğunluklu Polietilen
VYS	: Vicat yumuşama sıcaklığı

TALK MİNERAL DOLGU MADDESİ İLE POLİPROPİLEN BLOK KOPOLİMER BORULARIN KISA SÜRELİ İÇ BASINÇ PERFORMANS ÖZELLİKLERİNİN OPTİMİZASYONU

Erkut FINDIK

Anahtar Kelimeler: Polipropilen blok kopolimer, talk, mineral dolgu, iç basınç özellikleri, regresyon eğrileri

Özet: Bu çalışmada, poliolefin grubu plastiklerden olan ve basınçlı boru sistemlerinde kullanılan polipropilen blok kopolimer (PP-B) borunun kısa süreli iç basınç performans özelliklerine talk mineral dolgu maddesinin etkisi çalışılmıştır. Çift vidalı ekstrüzyon makinesinde hacimce %10, %15, %17,5 ve %20 oranlarında talk mineral dolgu maddesi granül haldeki PP-B boru hammaddesine toz halinde ilave edilerek granül halde mineral dolgulu poliolefin karışımlar elde edilmiştir. Mineral dolgulu PP-B boru hammaddesi elde edildikten sonra enjeksiyon makinesinde daha önceden özel olarak hazırlanmış enjeksiyon kalıbına basılarak çok amaçlı deney numuneleri elde edilmiştir. Elde edilen numuneler çekme, enstrümente edilmiş Charpy darbe, shore D sertlik, termomekanik analiz, erime akış hızı, Vicat yumuşama sıcaklığı tayini, diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC), termomekanik analiz (TMA) ve yoğunluk testlerine tabi tutulmuştur. Ayrıca aynı hammadde karışımlarından tek vidalı sürekli ekstrüzyonla üretilen mineral dolgulu poliolefin borulara iç basınç testleri uygulanmıştır. Saf (dolgusuz) PP-B malzemesine göre yapılan tüm testlerde talk dolgulu PP-B malzemenin özelliklerindeki farklılıklar, mineral dolgu oranına ve tane boyuna bağlı olarak açıklanmaya çalışılmıştır. Ayrıca elde edilen verilerle boruların çevresel gerilme - sıcaklık - zaman (regrasyon) eğrileri çizilmiştir.

OPTIMISATION OF SHORT TIME INTERNAL PRESSURE PERFORMANCE PROPERTIES OF MINERAL FILLED POLYPROPYLENE PIPES

Erkut FINDIK

Keywords: Polypropylene block copolymer, talc, mineral fillers, internal pressure properties, hoop stress-tempreture-time (regression) curves.

Abstract: In this study, the effect of talc as a mineral filler on short time internal pressure preformance properties of polypropylene block copolymer (PP-B) which is from polyolefin group of plastics and used at pressured pipe systems was studied. Talc mineral filler added in to granule form PP-B pipe raw material at ratios of %10, %15, %17,5 and %20 by volume and extruded with a twin screwed extruder machine, so mineral filled polyolefin compounds were obtained in granule form. PP-B pipe raw material was injected in to the mould which was specially prepared before, after that the samples were prepared with injection moulding machine. Various experiments; tensile, enstrumented Charpy impact resistance, Shore D hardness, Differantial Scanning Calorimeter analysis (DSC), thermomechanical analysis (TMA) and also physical experiments; melt flow index (MFI), density calculation were applied to these specimens. Furthermore internal pressure experiments were carried out on the pipes manufactured from the same raw material compounds by single screwed extruder machine. For all tests, differences between the PP-mineral filler composites and natural PP-B were explained with the dependence on added talc filler ratios. Finally, the hoop stress - tempreture - time (regression) curves of pipes were obtained to the talc filler effects.

1. GİRİŞ

Bu çalışma 105M220 numaralı "Mineral Dolgulu Poliolefin Boruların Kısa ve Uzun Süreli İç Basınç Performans Özelliklerinin Optimizasyonu" isimli Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK) destekli olarak yürütülen projenin temel konularından birini ele almak üzere gerçekleştirilmiştir. Bu çalışma kapsamında, ülkemizdeki plastik boru üretici ve kullanıcılarının yanında plastik işleme sektöründe faaliyet gösteren birçok hammadde ve mamül üreticisi ile ithalatçılar için boru ve mamüllerin fiziksel özelliklerini ihtiyaçlara uydurabilmek, maliyet/iş başarı indisini optimize etmek ve işlemeyi geliştirebilmenin yanında boru ve mamülün fiyatını belirlemede gerekli olan veriler için temel bilgilerin elde edilmesi hedeflenmiştir. Plastik boruların hem maliyetlerini düşürüp kalitelerini yükseltmek hem de kullanım alanlarını genişletmek için ana polimer içine birtakım dolgu ve katkı maddeleri katılmaktadır. Bu katkıların doğru ve uygun oranlarda kullanımı, katkının sağladığı yararı maksimize etmek için bir zorunluluktur. Bu dolgulardan biri olan talk mineral dolgu maddesinin poliolefin grubu boruların iç basınç performans özelliklerine etkisi konusunda ciddi bir çalışma yapılmamış olmasının yanı sıra mineral dolgulu poliolefin grubu boruların Çevresel Gerilme - Sıcaklık - Zaman eğrileri olarakta bilinen regresyon eğrileri hala belirsizliğini korumaktadır.

Sekizinci Beş Yıllık Kalkınma Planı verilerine göre plastik sektöründeki tüketim miktarı 1994-1999 yılları arasında 1.230.324 tondan 1.933.471 tona çıkarak büyük bir ilerleme kaydetmiş fakat bu rakamların yaklaşık olarak termoplastik malzemeler için 1.200.000 tonunun yurt dışından ithal edildiği bildirilmektedir (DPT, 2001b). Yurt içi üretim açısından bakıldığında, 2006 yılında Petrokimya A.Ş. (PETKİM) tarafından 611.000 ton hammadde üretilmiş ve plastik hammadde üretimi 2005'e oranla Alçak Yoğunluklu Polietilen (AYPE)'de %41, Polivinilklorür (PVC)'de %1, Polipropilen (PP)'de %115, Yüksek Yoğunluklu Polietilen (YYPE)'de ise %23 olmakla birlikte toplamda %35 artış göstermiştir. (Plastik-Tr.com)

2008 yılında yerli plastik hammadde üretimi, 670.000 ton olarak gerçekleşmiştir. 2009 yılının ilk 3 ayında plastik hammadde üretiminin 167.250 ton olarak

gerçekleştiği ve üretimin 2009 yılı sonunda da 2008 yılı seviyelerinde ve yaklaşık 670.000 ton olarak gerçekleşeceği tahmin edilmektedir. (Pagev, 2009)

Yurt dışı ithalat açısından bakıldığında ise, 2006 yılında Türkiye plastik hammadde ithalatına 5,3 milyar ABD doları, plastik mamül ithalatına da 1,4 milyar ABD doları olmak üzere toplam 6,7 milyar ABD doları döviz ödemiştir. 2007 yılında ise bu rakam sadece plastik ithalatında 6,6 milyar ABD doları olarak %25 artışa karşılık gelmektedir. Türkiye İstatistik Kurumu (TUİK) ve Dış Ticaret Müsteşarlığı (DTM) verileri temel alındığında 2008 yılında plastik hammadde ithalatı 2007 yılına kıyasla miktar bazında %4, dolar bazında da %15 artarak sırasıyla 3.900.000 ton ve 7,3 milyon ABD doları olarak gerçekleşmiştir. (Pagev 2009, Plastik-Tr.com 2009)

PlasticsEurope (Avrupa Plastik Üreticileri Birliği) istatistiklerine göre Avrupa Birliği (AB) ülkeleri içinde plastik işleme kapasitesi 3.000.000 tonu aşan 7 ülke mevcut durumdadır. Plastik işleme kapasitesi açısından Türkiye 2007 yılı itibariyle Almanya, İtalya, Fransa, İngiltere ve İspanya'nın ardından ve Polonya'nın bir sıra üzerinde 6. sırada yer almıştır. 2008 yılı sonu başgösteren küresel ekonomik kriz öncesi, AB ülkeleri ve Türkiye'nin plastik üretim artış hızı temel alınarak yapılan tahminler, Türkiye'nin 2009 yılında İtalya'dan sonra 3. 2013 yılında Almanya'dan sonra 2. ve 2014'te Almanya ile birlikte AB'nin en büyük plastik işleme kapasitesine sahip olabileceğini göstermekteydi. (Pagev, 2009) Ancak 2008 yılı sonu başgösteren küresel ekonomik kriz sonrası ise 2009 yılının ilk iki çeyreğindeki verilere göre Türk plastik sektörünün İngiltere ile birlikte AB ülkeleri içinde süreç kapasitesi ile 5. sırasını koruyacağı tahmin edilmektedir. (Pagev,2009)

Ancak ileriye yönelik tahminler, Türkiye dışındaki ülkelerde plastik üretim artış hızının %2,4 - %5 arasında gerçekleşeceğini göstermektedir. PlasticsEurope'un üretim artış tahminleri ile Türk plastik sektörünün yıllık %15 büyüme hedefi temel alınarak yapılan "Plastik İşleme Kapasitesi Tahminleri" 2014 yılında Türk plastik sektörünün, Almanya ile birlikte yılda 13 milyon ton işleme kapasitesine sahip olabileceğini göstermektedir.

Sonuç olarak; ülkemizdeki tek petrokimya tesisi PETKİM'dir ve ülkemizde plastik sektörünün ihtiyacı olan plastik hammaddelerinin ancak % 30-35'i PETKİM tarafından karşılanmaktadır. Talebin geriye kalan kısmı ithal edilmektedir. (DPT Kimya Sanayii Özel ihtisas komisyonu raporu 2007 Ankara sayfa.12) Plastik sektörünün işleme kapasitesi 2006 yılında da geçmiş yıllarda olduğu gibi, %15 büyüme göstermiştir. Plastik sektörünün 9. 7 Yıllık Kalkınma Planı için temel vizyonu; "2013 yılında Türk Plastik Sektörünü, işleme kapasitesi ile AB ülkeleri içinde 3. sektör konumuna yükseltmek" şeklinde belirlenmiş olmasına rağmen, yıllık %15 büyüme hızının sürdürülebilmesi halinde 9. 7 Yıllık Plan Dönemi sonunda Türk Plastik sektörünün AB ülkeleri içinde Almanya ile birlikte en büyük plastik işleme kapasitesine sahip olacağı tahmin edilmektedir. (Pagev,2009)

1.1. Problemin Açıklanması ve Hedefin Belirlenmesi

Plastik hammaddeler çeşitli yöntemlerle ürünlere dönüştürülürken nihai ürünün gerek maliyetlerini azaltmak, gerekse kalitesini iyileştirmek için şekillendirme esnasında ana plastiğe birtakım katkı ve dolgu maddeleri ilave edilirler. PVC'den üretilen ürünlerde bu katkılar dünyada olduğu gibi ülkemizde de yıllardır kullanılmaktadır. Ancak insan sağlığının ön planda olduğu ürünlerde kullanılması ve kullanım sonrası imha edilmesi sırasında çevreye zarar vermesi ile ilgili sürekli tartışma konusu olan PVC'nin yerine farklı malzemelerin kullanılması konusunda çalışmalar gelişmiş ülkelerde hızla devam etmektedir. Poliolefin grubu plastiklerden olan Polietilen (PE) ve Polipropilen (PP) hammaddelerinden üretilen ürünlerde de bu katkıların kullanılabileceği konusunda son yıllarda sürdürülen birtakım araştırmalar mevcuttur (Chu J. ve Rumao L., 1998, Huneault 1999, Şahin ve Yayla 2005, Martinez, J. MA. Garcia ve diğerleri 2002) .

Literatürde var olan bu çalışmaların ortak sonuçları değerlendirildiğinde talk mineral dolgu maddelerinin doğru oranlarda kullanılması ile termoplastiklerin bazı özelliklerinin olumsuz bazı özelliklerinin de olumlu yönde etkilenebileceği görülebilmektedir. Genel olarak talk minerali dolgu amacıyla ve ağırlıkça %20 - %40 oranları arasında enjeksiyon kalıplama yöntemi ile üretim yapılarak kullanılmaktadır. (Ferrage, E., 2002, Chang, H.S., 1995) Birim maliyetlerinin günümüz koşullarındaki

önemini düşünecek olursak, talk ve benzeri mineral dolgularının, üretim teçhizatlarında yarattığı ek tahribat, örneğin makine tertibatlarında daha hızlı aşınma göz önünde bulundurulduğunda, bu dolguların ilave oranlarının optimize edilmesi ve sağladıkları olumlu mekanik – fiziksel özelliklerin maksimize edilmesi çok önemlidir.

Granül halde polipropilen blok kopolimer PPB boru hammaddesi Avrupa'da poliolefin (PP ve PE) grubu boru hammaddelerinin üretiminde lider konumda olan Boralis A/S firmasından temin edilmiştir. Talk mineralleri ise toz halde Mikron'S A.Ş., firmasından, ortalama 5,5 mikrometre (μm) ve 13 μm partikül boyutlarında temin edilmiştir.

Yerli ve yabancı literatürde daha çok enjeksiyon kalıplama (Ou, Y. ve diğerleri 1998, Fujiyama, M., 1999 ve Obata, Y. , Matsuda, M., 2001) ve ısı ile şekillendirme gibi yöntemlerle üretilen plastik malzemelerin fiziksel ve mekanik özelliklerine mikro tane boylu mineral dolgu maddelerinin etkileri konulu birçok çalışma bulmak mümkündür. Ancak ekstrüzyon yöntemiyle üretilen ve basınçsız ve özellikle basınçlı boru sistemlerinde kullanılan boruların hem fiziksel ve mekanik hemde iç basınç performans özelliklerine mikro tane boylu mineral dolgu maddelerinin etkilerini inceleyen herhangi bir eser bulunamamaktadır.

Yapılan çalışmada talk mineral dolgusunun ekstrüzyon yöntemiyle üretilen ve basınçlı boru sistemlerinde kullanılan boruların iç basınç performans özellikleri üzerine etkileri öncelikli hedef olarak belirlenmiştir. Ayrıca çalışma ile elde edilecek sonuçların kullanılabilir ve dolayısıyla güvenilirliğini arttırmak üzere talk mineralinin enjeksiyon kalıplama yöntemiyle poliolefin grubu plastik malzemelerin fiziksel ve mekanik özellikleri üzerine etkileri de literatürde var olan çalışmalarla karşılaştırma amaçlı olarak ayrıca araştırılmıştır.

Farklı yönde paralel dönen çift vidalı ekstrüzyon makinesinde granül halde bulunan poliolefin hammaddesi ile toz halde bulunan iki farklı partikül büyüklüğüne sahip talk mineralleri ayrı ayrı farklı yüzde hacim oranlarında (10, 15, 17.5 ve 20) harmanlanarak granül halde mikro tane boylu mineral dolgulu boru hammaddeleri

elde edilmiştir. Elde edilen granül haldeki boru hammaddeleri literatürdeki çalışmalar ile karşılaştırmak üzere özel olarak hazırlanmış enjeksiyon kalıbına enjeksiyonla kalıplama yöntemi ile basılmış ve elde edilen standart deney numunelerinin mekanik ve fiziksel özellikleri üzerine;

a) Mineral dolgunun partikül büyüklüğüne göre (mikro tane boyuna göre) değişimi,

b) Farklı oranlarda mineral dolgu maddesi miktarına, bağlı olarak değişimi incelenmiştir.

Enjeksiyon kalıplama yöntemiyle üretilmiş saf ve mineral dolgulu boru malzemelerin mekanik ve fiziksel özellikleri tek eksenli çekme, enstrümante edilmiş Charpy darbe, Shore D sertlik, termomekanik analiz (TMA), yoğunluk, erime akış hızı (MFR), Vicat Yumuşama (VYS) sıcaklığı tayini, diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) deneyleri uygulanarak belirlenmeye çalışılmıştır. Ayrıca yapılan enstrümante edilmiş Charpy darbe deneyi numunelerinin kırılma yüzeylerinin yorumlanması amacıyla dijital fotoğraf makinesi ile makro ölçekli resimleri çekilmiştir.

İç basınç testi uygulanacak olan 63 mm dış çaplı borular ise tek vidalı ekstrüzyon yöntemi ile ilgili standartlarda belirtilen SDR (standart dimention rate = standart boyut oranı) 11 çap/et kalınlığı oranına bağlı olarak üretilmiştir. Elde edilen borulardan kesilerek alınan hidrostatik iç basınç deney numunelerine 20°C ortam sıcaklığında statik iç basınç deneyleri uygulanarak borunun çevresel gerilme - sıcaklık - zaman eğrilerinin belirlenmesine çalışılmıştır. Sonuçların saf (katkısız) boru hammaddesinden üretilen borular ile karşılaştırılması yapılarak mineral katkılı karışımlardan elde edilmiş boruların iç basınç performans özellikleri üzerine;

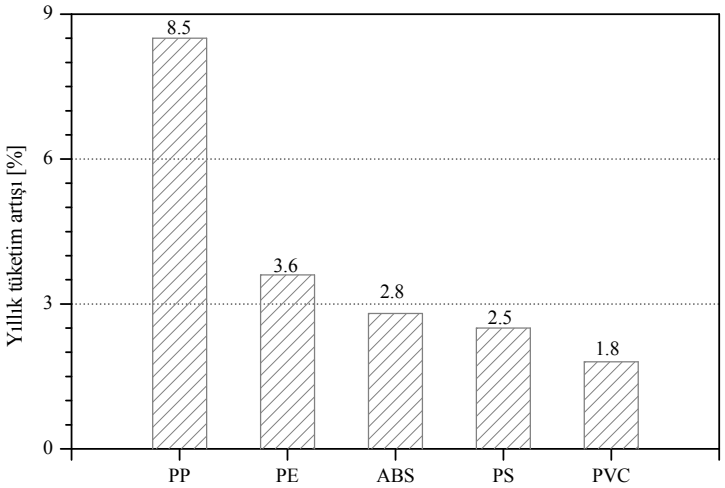
a) Mineral dolgu partikül büyüklüğünün,

b) Farklı yüzde hacim (veya yüzde ağırlık) oranlarında mineral dolgu maddesi ilave edilmesinin araştırılması yapılmıştır.

1.2. Genel Bilgiler

Temiz su iletimi ile dağıtımında, atık suların toplanıp atılmasında, gıda maddelerinin, yüksek derecede saf sıvıların, kimyasalların ve gazların nakliyesinde, ısıtma ve soğutma, basınçsız, basınçlı ve vakumlu sistemlerin uygulamalarında farklı malzemelerden yapılmış çok farklı türlerde boru iletim sistemleri yaygın olarak kullanılmaktadır. Kesintisiz, temiz ve ekonomik bir iletim, dağıtım ve aktarmanın sağlanabilmesinin yanında sistemin güvenilir bir şekilde uzun süre çalışması boru iletim sistemlerinde öncelikli olarak beklenen özelliklerdendir. (Şahin, 2002)

Evsel, endüstriyel (enerji, çimento, kimya v.s.) ve tarımsal sulama gibi değişik kullanım alanlarına sahip olan boru iletim sistemlerinde, boru hattının döşendiği ortam koşulları (ortam sıcaklıklarının değişmesi, borunun iç ve dış basınçlara maruz kalması, boru iç ve dış yüzeylerinin korozyon etkisine maruz kalması) ile taşınacak madde özelliklerinin ihtiyaçlara bağlı olarak değişmesi (maddenin fiziksel hallerinin değişmesi yanında kimyasal tutarlılıklarının değişmesi diğer bir ifade ile kimyasal ve zehirli maddelerin taşınması) ve benzeri birçok nedenden dolayı kullanılan malzemelerin özelliklerinin ve boru bağlantı şekillerinin de sürekli geliştirilmesi gerekmektedir. (Ant ve Claus 1997, Yayla 2002, Duran 2005)



Şekil 1.1 Önemli bazı termoplastiklerin 1987-1997 arasındaki tüketim artışı (Brenner, 2000)

1.2.1. Endüstride polipropilenin önemi

20.yy'ın ortalarından itibaren Ziegler-Natta polimerizasyonunun keşfedilmesi ile YYPE üretilebilmesinin başarılması sonrasında plastik malzeme üretiminde büyük bir ilerleme kaydedilmiş ve yeni malzemelerin üretilebilmesine ivme kazandırmıştır. 1960'lı yıllarda ticari üretime geçilen PP düşük fiyatı nedeniyle büyük bir ilgi görmüştür. (Friedrich 1978, Yaşar 2001) Poliolefin grubu plastikler yaklaşık olarak dünya plastik endüstri üretiminin %50'sini oluşturmakta ve bunların içerisinde PP'in ise %20'lik bir payı bulunmaktadır. (Francis 2004) 1960'lı yıllarda ticari anlamda üretilmeye başlanan PP, başta düşük yoğunluk (yaklaşık yoğunluğu 0,9 g/cm^3), iyi işlenebilirlik kabiliyeti, düşük maliyeti gibi avantajlar göstermesi nedeniyle Şekil 1.1'den de görülebileceği üzere plastik malzemeler içerisinde 1987-1997 yılları arasında yıllık tüketim artışında en büyük oranı elde etmiştir. (Brenner, 2000) Polipropilen, homopolimer (PP-H veya Tip1), blok kopolimer (PP-B veya Tip2), random kopolimer (PPRC, PP-R veya Tip 3) ve heterofazlı kopolimer (PPC) olarak piyasaya sürülmektedir. Bunlara ilave olarak piyasada polimer harmanları ve katkılı polipropilenler de bulunabilmektedir (Şahin, 2002).

1.2.2. Plastik boruların geçmişinin kısa değerlendirilmesi

1930'lu yılların ortalarında, yumuşatıcı katkısız sert polivinilklorür (PVC-U) plastik malzemesi ile başlayan plastik boru üretimi, ilk olarak kimya endüstirisi ve içme suyu şebekelerinde kullanım alanı bulmuştur. (Ant ve Claus 1997) Metal borulara nazaran korozyona uğramamaları, paslanma ve kireçlenme yapmamaları, kir ve tortu barındırmamaları (Akar 1994, Ant ve Claus 1997) üretim teknolojilerinin hızla geliştirilmesini sağlamış ve kolay döşenebilirlik, hafiflik gibi özellikleri de tüketiminin hız kazanmasına neden olmuştur. (Osman ve diğerleri 2004)

1953 yılında Ziegler tarafından keşfedilen yöntem ile elde edilen PE'nin içme suyu tesisatlarında, basınçlı ve basınçsız iletimler ile kablo koruyucu borularda kullanımları ile ikinci plastik malzeme boru üretimi için sektöre girmeyi başarmıştır. Bunun yanında farklı yöntemlerle elde edilen çapraz bağlanma metotları ve derecelerinde üretilen sıcaklığa karşı dayanımı arttıran çarpraz bağlı polietilen (PE-

X) günümüzde başta yerden ısıtma sistemleri olmak üzere büyük bir kullanım alanı bulmuştur. (Şahin 1996, Ant ve Claus 1997, Yayla 2002)

Hafiflikleri, taşımadaki kolaylıkları, yalıtıma gerek duyulmaması, döşenmelerindeki kolaylıklar, montajın firesiz ve kolay yapılabilmesi, korozyona dayanıklılığı, içme suyunun tadı bozulmadan taşınabilmesi ve uzun ömürlü olmaları gibi özellikleri, termoplastik malzemesinden üretilen boruların bu derece başarılarında en önemli etken olmuştur. (Akar 1994, Ant ve Claus 1997, Yayla 2002)

1.2.3. Endüstride mineral dolgu maddelerin kullanımı

Plastik hammaddelerin farklı yöntemlerle ürünlere dönüştürülmesi esnasında son ürünün gerek maliyetini azaltmak gerekse de mekanik özellikler, görünüm vb. özelliklerini iyileştirmek için şekillendirme esnasında ana plastiğe bir takım mikro tane boylu katkı ve dolgu maddeleri ilave edilmektedir. Bu bağlamda partikül dolgulu plastik malzemeler yıllardan beri uygulamalarda birçok alanda büyük oranlarda kullanılmaktadır. (Mareri ve diğ. 1998, Karger 1999, Mısra 2004, Şahin ve Yayla, 2005)

İstenilen amaca uygun mineral dolgu maddeleri kendi aralarında inorganik ve organik olmak üzere iki grupta toplanır. Esas itibari ile plastik malzemelere ilave edilen rijit partiküller bu sınıflandırmanın birinci kısmı yani inorganik dolgular içerisinde yer almakla birlikte daha az sıklıkla organik dolgular da kullanılmaktadır. İnorganik dolgu maddeleri içerisinde talk, mika, wollastonit, kaolin, kalsit ($CaCO_3$) termoplastik malzemeler ile beraber kullanılanlar arasında sayılabilir. Bunlar içerisinde talk (magnezyum silikat) ve kalsiyum karbonat (kalsit veya $CaCO_3$) en çok kullanılanlardır. (Silva ve diğ. 2002, Marisa ve diğ. 2005)

Polimer yapısı ve morfolojisini modifiye etmenin en yaygın yollarından biri de polimer içindeki kristalleşme oranını arttırıcı katkılar/dolgular ilave edilmesidir. (Chacko 1982, Rabello ve White 1997) Başlarda polimer yığınını (zincir sayısı ve yoğunluğu) arttırmak sureti ile hammadde maliyetini düşürmek hedeflenmiştir. Daha sonra yapılan çalışmalarda mekanik özelliklerde bir dizi iyileştirme kabiliyetlerinin

fark edilmesi üzerine plastik malzemelerde dolgu maddelerinin kullanımına olan ilgi daha da artmıştır. (Osman ve diğ.2004)

Dolgular katı parçacıklar olup kompozisyon ve yapı olarak plastik matrisinden farklıdır. Bununla bereaber sertlikleri yüksek olan bu minerallerin kalıp maliyetlerini arttırdığı ve ömürlerini düşürdüğü görüşü piyasada yer etmiştir. Özellikle cam fiber takviyeli kompozitlerde oldukça belirli olan bu kalıp aşınması artışı talk, mika, kalsiyum karbonat, karbon fiber gibi takviyerlerde de görülmektedir. (Handbook of Plastic Process, s.11, 2006) Ancak bu katkıların eklenmesinin öncelikli nedeni mekanik ve fiziksel özelliklerini iyileştirmek, bunun ardından maliyetleri düşük olan bu mineralleri kullanarak polimer hammadde birim maliyetini de düşürmektir.

1.2.4. Talk dolgusunun polipropilen malzemelere etkileri

- Rijitliği (Yüksek Elastisite Modülü) arttırması
- Isıl iletiminin yükselmesi
- Kristalleşme oranını arttırması
- Darbe Dayanımını yükseltmesi* ve düşürmesi
- Sünme Dayanımını arttırması
- Gıda ambalajlarında su baharı ve oksijen geçişini azaltması
- Kimyasallara karşı direnci arttırması

* (Ağırlıkça % 1'talk ilavesine kadar)

Talk en yumuşak dolgu maddelerinden bir tanesidir (Mohs sertlik değeri, 1) ve kaygan özelliğe sahiptir. Seramik, boya, plastik, kağıt, kozmetik gibi sektörlerde pazardaki yerini almıştır. Talkın lifli, laminar, iğne şeklinde veya modüler şekillerde olmasına rağmen ticari olarak laminar yapısına sahip olanlar genel olarak polimerlerde kuvvetlendirici olarak kullanılmaktadır. (Gachter ve Müller 1990, Karrad ve diğ. 1998) Plastics Additives and Compunding dergisinin Mart, Nisan 2006 sayısında belirtildiği üzere; ABD'de her yıl 1,8 milyon ile 1,9 milyon ton arasında katkı minerali plastiklerin içerisine katılmaktadır. Bununn %25'lik kısmını

ise otomotiv sektörü oluşturmaktadır. Otomotiv sektörünü ele aldığımızda %20 hacimsel talkın kullanımı ile genel olarak plastik araba parçalarının rijitlikleri arttırılmakta, çalışma sıcaklıkları yükseltilmekte ve çizilmeye karşı dirençleri artırılmaktadır. (Plastic Additives and Compounding Mart/Nisan 2006) Otomotiv sektöründe sürekli bir hafifleştirme eğiliminin devam etmesi, bu trendin sonucunda kullanılan kırılgan reçinelerin yerine, PP/talk kompozit kullanımını arttırmaktadır. Yoğun olarak otomobillerin ön tamponunda ve iç panallerde kullanıldığını görmekteyiz.

Tablo 1.1 Çeşitli katkı minerallerinin Mohs sertlik değerleri (Chang, 1995)

Mohs Derecesi	Standart Mineral	Diğer Mineraller
1	Talk	
2	Kalsiyum Sülfat	Pirofilit
3	Kalsit	Mika, Klorit, Bakır
4	Florit	Demir
5	Apetit	Vollastonit, Asbest
6	Ortoklaz	Tungusten
7	Kuartz	Çakmak Taşı
8	Topaz	Sertleştirilmiş Çelik
9	Korindon	Safir
10	Elmas	

2. LİTERATÜR ÇALIŞMASI

2.1. Temel Bilgiler

Uygun temel maddeler (monomerler) kullanılarak kimyasal yollarla suni olarak üretilen ve farklı özelliklerde organik yapıya sahip (makromolekül) malzemeler plastik olarak adlandırılmaktadır. Doğada bulunmazlar, yay veya zincir şeklinde bir yapıya sahip olabilirler. Birbirleri ile kuralsız olarak dallanmış (termoplastikler) veya birbirleri ile bir yerlerinden düğümlenmiş (elastomerler) yapıya sahip olabilirler. (Şahin, 1996)

2.1.1. Polipropilenin özellikleri

Yüksek erime sıcaklığı (yaklaşık 165°C), düşük yoğunluk (0,9 g/cm3), yüksek kimyasal durgunluk, elastomerler ile sertleştirilebilme, yüksek kimyasal direnç, sertlik, çok iyi yüzey parlaklığı, iyi yönlendirilebilme özelliği, mükemmel fiyat/verim oranı, çok iyi mekanik özelliklere sahip olması dolayısıyla PP yiyecek paketleme, elektrik, otomotiv, boru endüstrisi gibi geniş bir kullanım aralığında yer bulmaktadır. (Neissl ve Ledwinka 1993, Tjong ve Li 1997, Brenner 2000)

Genel olarak mekanik özeliklerinin iyi olmasına rağmen PP' lerin düşük sıcaklıklarda darbe özelliği zayıftır. (Kimberly ve diğ. 2000) Değişik polimerler veya elastomerler ile harmanlamalar yapılarak toklaşma verimi arttırılabilmektedir. Silane vb. kimyasaylarla işlenebilir kristaleşme oranı arttırılabilir. (Qui W. ve diğerleri , 2006) Polipropilenin bu şekilde harmanlanmasında uyumluluk önemli bir faktördür. PP, PE ile sertleştirilebilir ve PP kopolimerlerinin özellikleri fiziksel olarak karıştırılmış PP-PE karışımından çok daha iyidir. Bunun sebebi kopolimerde zincir zincire bağlantı elde edilmesidir. (Wang, 1996) Diğer taraftan;

1) Yüksek derecede kristaliniteyi muhafaza edebilme kabiliyeti,
2) Düşük sıcaklıklarda daha iyi darbe dayanımı,
3) Yüksek esneklik kabiliyeti ile birlikte ısı etkilerine karşı şeklini daha iyi koruyabilme kabiliyeti göstermektedir. (Hsien-Tang ve Wei-Ming 1998)

2.1.2. Polipropilen blok kopolimer

Kimyasal yapıya bağlı olarak polimerler homopolimer ve kopolimer olmak üzere iki grupta sınıflandırılırlar. Homopolimerlerde zincir boyunca tekrar eden birim aynıdır. Homopolimer polipropilenin (PP-H) kopolimere nazaran yüksek camsı geçiş sıcaklığına (Tg) sahiptir ve düşük sıcaklıklarda tatmin edici olmayan özellikler (zayıf darbe dayanımı gibi) sergilerler. PP'in üretim proseslerinden bir tanesi olan Novolen gaz fazı prosesi üretiminde katalizör sistemi ve polimerizasyon reaksiyon şartlarına bağlı olarak dizilim şeklinin değiştirilerek random veya blok kopolimer yapmak mümkündür.

Kopolimerler iki veya daha fazla değişik tür monomerden elde edilmektedir. Monomerlerin reaktivitesi, katalizör doğası, polimerizasyon prosedürü ve reaksiyon parametrelerine bağlı olarak kopolimerler random (rasgele), alternatif (ardarda), blok ve graft (aşı) olmak üzere kendi içerisinde gruplara ayrılırlar. (Cornelia 2000, Savaşçı ve diğ. 2002)

2.2. Polipropilende Mineral Dolguların Kullanımı

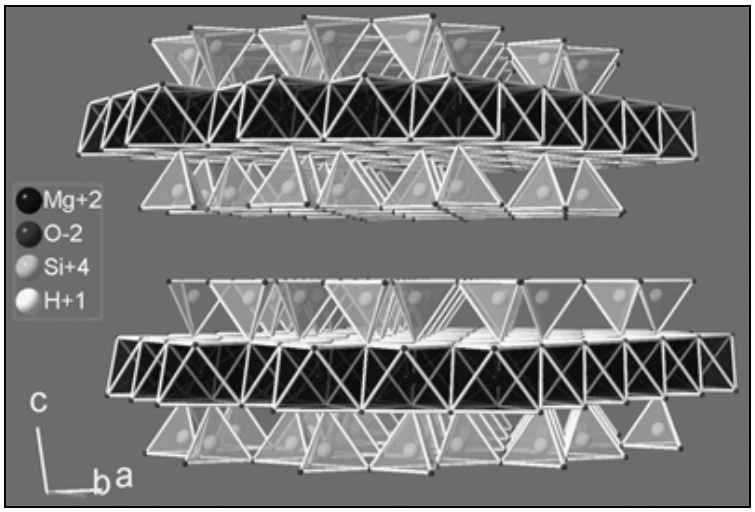
Dolgular polimerlerin hacmini arttırmak ve özelliklerini iyileştirmek için hammadde içerisine ilave edilen, plastik matrislerinden yapı ve oluşum olarak farklı olan katı katkılardır. (Marisa ve diğ. 2005) Bu çalışmaların çokluğundan ziyade günümüzde bazı bilim adamları, plastik malzemelerin daha doğal ve zararsız katkılarla katkılandırılması konularında da çalışmaktadır. Öte yandan doğal kaynaklar olan bitkiler ve bunların artıklarından katkı olarak yararlanılabileceği ve mekanik özelliklerin iyileştirilebileceği görülen çalışmalar vardır. (Md. R. Rahman, 2009) Bunların çok ötesinde yapılan bir takım araştırmalar ve çalışmalarla, dünyada tüketimi korkunç hızlarla artan elektronik kartların (polipropilen - camfiber esaslı elektronik devre kartlarının) geri dönüştürülerek polipropilen dolgu maddesi olarak kullanılabilirliği araştırılmaktadır. Bu tarz araştırmaların kuşkusuz üretime getireceği artı maliyetlerden çok tehlikeli boyutlara ulaşan çevre kirlenmesinin önüne geçebileceği ve tekrar üretime katılacağı tartışılmaktadır. (Y. Zheng, Z. Shen ve diğerleri 2008)

Bunların yanısıra, plastik eriyiklerin ekstrüzyonu esnasında önemli üretim paremetreleri bulunmaktadır. Bu parametrelerin de incelendiği örnek çalışmalarda, Polipropilen / diatomit (Diotomit: Silis bazlı sert bir mineral) kalıp geometrisinin ve ekstrüzyon koşullarının (Sıcaklık, Yük, v.b.) üretim paremetresine etkileri incelenmektedir. (J.Z. Liang, 2008)

Talk minerali suya karşı direnç gösterir ve kimyasal olarak inert (durağan) haldedir. Su buharı ve oksijen, paketlemede yiyecek ve içeceklerin raf ömürleri açısından, önem arz etmektedir. Paketleme yapılan malzemenin geçirgenliğinin derecesi, o malzemenin kuşkusuz kalitesinin bir göstergesi olmaktadır. Dolayısıyla gıda endüstrisinde paketleme ambalajlarında talk kullanımı ile paketlerdeki su buharı ve oksijenin geçişi azaltılmakta yiyeyceklerin ve içeceklerin, raf ömrü uzatılmaktadır.

2.3. Talk Mineralinin Fiziksel ve Mekanik Özelliklere Etkisi

Talk mineralinin otomotiv başta olmak üzere boya, ev eşyaları ve benzeri alanlarda Polipropilene katkı amacıyla kullanılmasının ana nedeni elastisie modülünü arttırmasıdır. Birçok bilimsel çalışmada ve makalede bu olgu ispatlanmış olmakla birlik talk ilavesinin türü, katkılandırılan polipropilenin türü, katkı oranı gibi oldukça belirleyici olan faktörlerin etkileri belirtilmiştir. Aşağıda talk mineralinin çeşitli mekanik ve fiziksel özelliklere etkisi alt başlıklarla sunulmuştur. Talk mineralenin kristal kafes yapısına bakıldığında; su bazlı bir magnezyum tabakası olarak karakterize edilebilen talkın $Mg_3 Si_4O_{10} (OH)_2$ şeklindedir. Şekil 2.1 Talk mineralini oluşturan bu sandöviç kafes yapısındaki zayıf Wan Der Wall's bağları sebebiyle talk minerali kolaylıkla ayrılabilir, bozunabilir yapıdadır. Ayrıca sabunsu, kaygan bir his vermesi de bu sebepten ötürüdür. Talk mineralinin çeşitli tipleri olmasına rağmen plastik endüstrisinde sadece saf ve lamelli olanları verimli bir şekilde kullanılmaktadır. (Mondo Mineralleri Teknik Bülten, 1301)

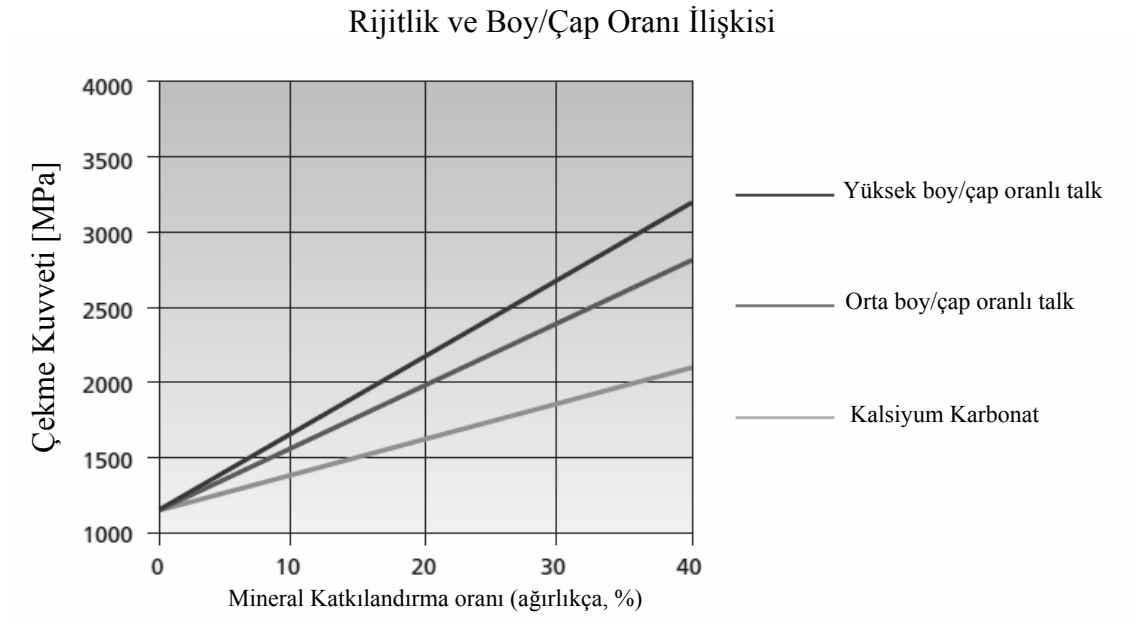


Şekil 2.1 Talk Mineralinin Kristal Kafes Yapısı (Mikron's A.Ş.)

2.3.1. Çekme özelliklerine talk mineralinin etkisi

Talk mineralinin ham polipropilen içerisine katkılandırılması, meydana gelen kompozitin elastisite modülünü (rijitliğini) arttırır. Elastisite modülünü arttırmada talkın mineral yapısının etkisi bulunmakla beraber lamelli yüzeye sahip, yapışma özellikleri iyi olanların etkisi daha fazla olmaktadır. (Şekil 2.2) Uygulamada ve litaratürde talk mineralinin ağırlıkça %40'a kadar katkılandırma amacıyla kullanıldığı görülmektedir. Ağırlıkça %3 oranında nano boyutta talk ilavesi kullanılmasıyla saf (naturel) polipropilene göre çekme dayanımında %13 artış, darbe dayanımında %5 artış meydana geldiği görülmüştür. (Oya A. & Kurokawa Y., 2000) Mineral oranın hacimce %5 – 6 olarak belirlenen aralığın üzerine çıkmasıyla çekme ve akma dayanımının düştüğü görülmektedir. (Hadal, H.S. 2003)

Talk mineralinin (ortalama partikül çapı 5µm – 6,3 µm) saf olarak PP içerisine katkılandırılması sonucu elastisite modülünü arttırma, akma ve çekme dayanımını düşürme etkisi bulunmaktadır. Akma ve kopma uzaması da paralel olarak düşmektedir. Bunların yanısıra katkının artmasıyla kopmadaki uzaması önemli ölçüde düştüğünden darbe dayanımının zayıfladığı görülmektedir. (Leong Y.W. ve diğerleri, 2003)



Şekil 2.2 Talk mineralinin Elastisite Modülüne Etkisi (Mondo Mineral's)

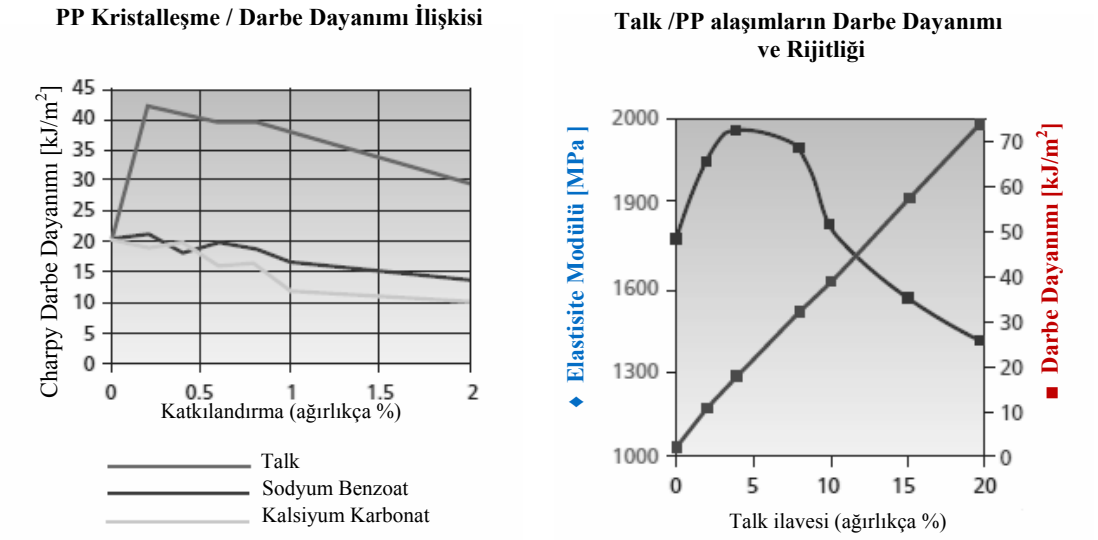
Saf talk minerali ve polipropilen blok kopolimerin kompozit için kullanılmasının yanı sıra uygulamada ve deneysel çalışmalarda talk mineralenin kimyasal yüzey işlemlerine tabi tutulduğu görülmektedir. Ayrıca talk ve polipropilenin meydana getirdiği kırılgan kompozitin elastisite modülünü düşürmek ve kırılma dayanımı arttırmak amacıyla hacimsel olarak %20'lere kadar elastomer ilavesi yapılmaktadır. Bu işlemler sayesinde talk mineralinin serbest yüzey enerjisi başta olmak üzere polimer matrisi ile etkileşimi arttırılmakta ve daha iyi yapışma sağlanmaktadır. (M. Alonso ve diğerleri 1996,) Denac ve arkadaşlarının yaptığı çalışmalarda elastomer ilavesinin elastisete modülü üzerine etkileri incelendiğinde hacimce %10 elastomer katkısıyla elastisite modülünde %100 düşüş elde edilmesinin yanısıra çentik darbe mukavemetinde de aynı şekilde bir yükselme meydana gelmektedir. (M. Denac ve diğerleri 2004)

Ortalama partikül çapı 2µm talk ilaveli polipropilen ile yapılan deneylerde ağırlıkça %30'a kadar talk katkısıyla meydana gelen kompozitin akma gerilmesi ve çekme dayanımının "metallocene ethylene-octene" gibi kimyasalların (modifiye ediciler) üretim prosesine katılımıyla %9 ~ %16 oranında arttırıldığı çalışmalar da bulunmaktadır. (Huneault, M., A., 1999, M. Longerey, 1998)

Sonuç itibariyle talk ilaveli polipropilen kompozitlerin tek başına kullanılması ile istenen düzeyde darbe dayanımı ve elastiklik elde edilmesinin ancak bir takım yüzey modifikatörleri ve kimyasallarla optimize edilebileceği görülmektedir.

2.3.2. Charpy darbe mukavemetine talk mineralinin etkisi

Talk mineral dolgu maddesinin varlığının darbe dayanımına etkisi birçok çalışmada bilim adamlarınca incelenmiştir. Almeida ve arkadaşlarının düşük (ağırlıkça %1 - %4) talk mineral dolgusuyla yapılan çalışmada, talk mineralinin dinamik hasar mekanizmalarında çok önemli rolü olduğu üç boyutlu hacimsel deformasyon gradyanlarının incelendiği yöntemle saptamışlardır. (Almeida O. ve diğerleri 2007) Talk mineralinin PP'ye ağırlıkça %6'dan fazla takviye edilmesiyle beraber darbe dayanımı düşmektedir (Mondo Minerals, 2009). Talk mineralinin polipropilenin kristalleşme oranını arttırdığı bilinmektedir. (Ferrage, E. ve diğerleri, 2002) Dolayısıyla şekil 2.3'den görüleceği üzere, maksimum ağırlıkça % 0,5 Talk ilavesi kompozitin darbe dayanımında %100 artışına sebep olmaktadır. Artan takviye oranı ile sürekli bir düşüş eğiliminde olan darbe dayanımının düşüşünü önlemek üzere yapılan çalışmalar bölüm 2.3.1'de verilmiştir.



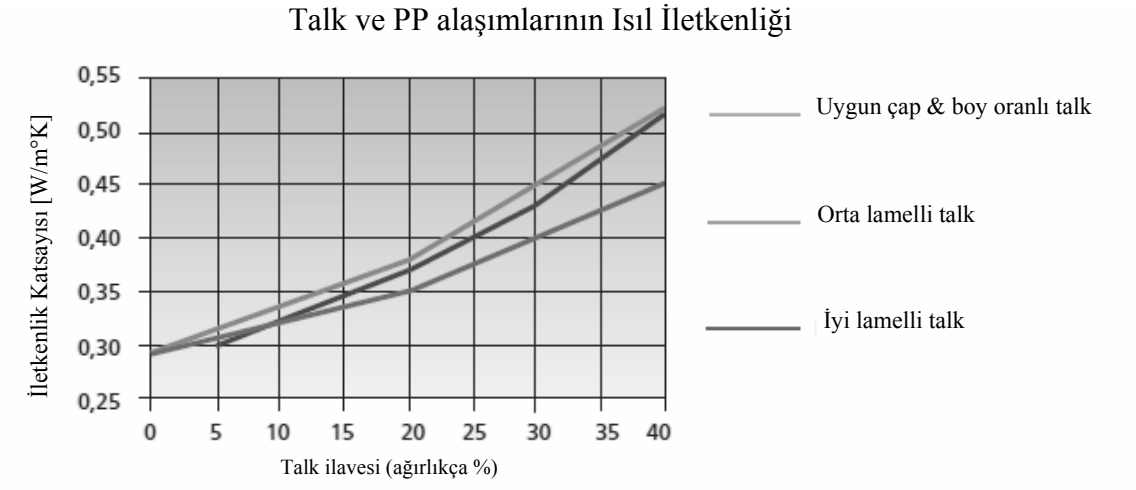
Şekil 2.3 Polipropilenin farklı minerallerinin katkı oranına göre darbe dayanımı (Mondo Minerals, 2009)

2.3.3. Polipropilenin sertlik özelliklerine talk mineralinin etkisi

Talk ilavesinin polipropilenin kristalleşme oranını arttırması sonucu meydana gelen kompozitlerde sertliğin arttığı görülmektedir. Otomobil endüstrisinde iç panellerin tasarımında kullanılan PP-talk kompozitlerde istenen önemli bir özellik de çizilmeye karşı dirençli olmalarıdır. Çizilmeye karşı direnç yüzeyin kaba (pütürlü) bir formda elde edilmesiyle bir noktaya kadar sağlanabilmektedir ancak bunun yanı sıra talk katkısı ile PP-talk kompozitin çizilme direnci, çizilme sertliği gibi özellikleri iyileştirilebilmektedir. Bunun için talk ilaveli PP kompozit malzemenin üretim sürecinde ağırlıkça %9 oranında katkılandırma yapılmaktadır. Talk katkılandırılmasıyla meydana gelen genel olgulardan elastisite modülünün artması ve çentik darbe dayanımının düşmesinin yanı sıra önemli bir diğer özellik kalıplama sonrası büzüşme (shrinkage) de azalmaktadır. (Suzuki K. ve diğerleri, 2000, Dasari ve diğerleri, 2008)

2.3.4. Polipropilenin yoğunluğuna talk mineralinin etkisi

Talk ilavesinin Polipropilen ile meydana getirdiği kompozit malzemede yoğunluğun değişimi öncelikle üretim yöntemine bağlı olmakla beraber değişiklikler göstermektedir. Literatürde göze çarpan uygulamalarda talk katkısına bağlı olarak yoğunluğun saf polipropilene göre düşük bir oranda arttığı çalışmaları görmekteyiz. (Suzuki, 2000)



Şekil 2.4 PP/Talk kompozitin katkı oranına bağlı ısıl iletim katsayısındaki değişim.(Mondo Minerals,2009)

2.3.5. Polipropilenin ısı iletkenliğine talk mineralinin etkisi

Talk mineralinin polipropilene göre oldukça yüksek ısı iletim katsayısından ötürü, talk ile katkılandırılmış mamülün üretimi sırasında ısı çok daha hızlı bir şekilde iletilmektedir. Üretim sonundaki soğutma safhasında ise aynı şekilde soğuma naturele göre çok daha hızlı olmaktadır. (Chang, s.183) Şekil 2.4'de görülen grafikten talk ilavesinin oranına bağlı olarak ısı iletiminin arttığını ve talk mineralinin morfolojik yapısına göre bir miktar değişiklik gösterdiği görülmektedir.

2.3.6. Talk mineralinin polipropilen kristalleşme oranına etkisi

Talk mineralinin ağırlıkça %3 oranına kadar polimer matrisi içerisinde kristal fazı oranını arttırmaktadır. (Mondo Minerals, 2009) Bunun yanı sıra talk ilavesi ile kristalleşme sıcaklığında da düşüş meydana gelmektedir. (Albano, 2003, Naiki, M., 2000) Bu olgu üretim maliyetleri açısından önem arz etmektedir. Talk mineralinin modifikatörler ile kimyasal olarak harmanlama öncesinde işlenmesiyle kristalleştirme derecesinde daha büyük bir artış meydana getirdiği incelenen eserlerde görülmektedir. Talk oranın hacimce %20 olarak sabit tutulduğu zaman PP içerisindeki kristalleşme faaliyetlerinin arttığı görülmüştür. (Alonso, 1996, Hadal R.S., 2004)

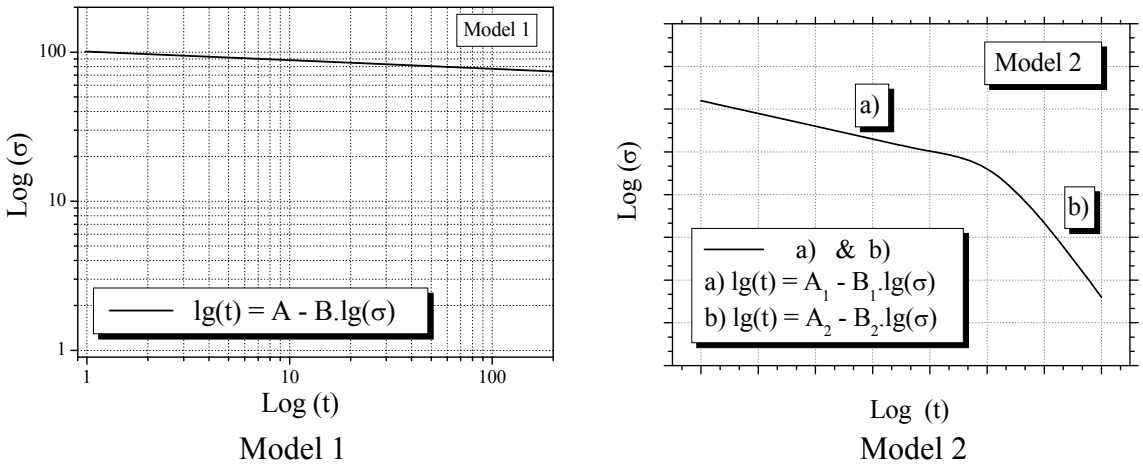
2.4. Boruların İç Basınç Özelliklerine Talk Mineralinin Etkisi

Enjeksiyon kalıplama, ısı ile şekillendirme (ısı ile vakumsuz presleme) ve ekstrüzyon yöntemleriyle üretilmiş talk mineral katkılı termoplastikler üzerine yapılmış çalışmalara raslamak mümkündür. Ancak ekstrüzyon yöntemiyle mikro partikül boylu talk mineral takviyeli poliolefin hammaddelerden üretilmiş boru ve bu borular üzerinde yapılmış çalışmalar ile ilgili herhangi bir yayın bulunmamaktadır. Enjeksiyon kalıplama ve ısı ile şekillendirme (ısı ile vakumsuz presleme) ve boru üretim sistematiği dışındaki ekstrüzyon yöntemlerinde, granül veya eriyik haldeki hammaddenin, basma kuvvetleri ve/veya kayma kuvvetleri etkisi altında ilgili kalıp boşluğunu doldurması ve/veya şeklini alması sağlanarak mamül üretimi gerçekleştirilebilmektedir. Oysa ekstrüzyon yöntemiyle boru üretim sistematiğinde eriyik haldeki hammadde ancak matrise kadar basma ve/veya kayma kuvvetlerinin

etkisi altında bulunmaktadır. Matristen sonra, kontinü (sürekli) boru üretiminde, eriyik ilgili boru çapı kalıbından (matristen) geçtikten sonra, yarı mamül (boru) haldeki eriyik, hem vakum hemde ilerleme hareketi nedeniyle, ayrıca çekme kuvvetlerine de maruz kalmaktadır. Bu nedenle, diğer mamül üretim yöntemlerine göre ekstrüzyonla boru üretiminde farklı kuvvetlerin (çekme) tesiri altında üretilen mamülde (boruda), reçine ile mikro tane boylu mineral maddeler arasındaki yapışma (bağlanma) derecesinin de daha düşük olduğu veya olabileceği aşikardır. (Müllner, H., W., 2006)

Plastik boruların faydalı servis ömür süreleri boruların 3 veya 4 farklı sıcaklıkta farklı çevresel gerilme derecelerine maruz bırakılarak ve her bir koşulda hasar sürelerinin kaydedilmesi ile hesaplanmaktadır. Hasar boru içerisindeki basıncın devamlı olarak düşmesi şeklinde tanımlanmaktadır. Tipik çevresel gerilmenin hasar süresine göre logaritmik olarak değişimini veren grafik elde edilmekte ve arzulanan ömür süresine ekstrapole edilmektedir. Yukarıda ifade edilen çevresel gerilmeye ilişkin arzulanan ömür süresi ilgilenilen borunun (yaklaşık emniyet katsayısı ile) tasarım basıncı olarak kullanılmaktadır. (Krishnaswamy ve Lamborn, 2005, Muksing, 2008)

Şekil 2.5'de mukayeseli formüllerin matematiksel olarak anlaşılmasında ve standarda uygun olarak, stabilite kabulleri ile uyumlu olarak elde edilen grafikler bazı boru malzemeleri için çıkarılmıştır ve geçerli malzeme dışında boyutlardan bağımsızdır. Deneylerde deneme süresi önemlidir. En yaygın olan PVC-U, YYPE ve PP borular için bu denemeler 30 yıldan fazla sürdürülmektedir. Planlanan kullanım süresi, borunun çalışma sıcaklığı, emniyet katsayıları, borunun çalışma basıncı şeklinde sıralanan durumların belirlenmesi önemlidir. (Ant ve Claus 1997)



Şekil 2.5 Bazı borular için logaritmik gerilme zaman grafikleri (Ant ve Claus 1997)

3. MALZEME ve DENEYSEL YÖNTEMLER

3.1. Kullanılan Malzemeler

Çalışmada Borealis A/S firmasından alınan naturel polipropilen esaslı hammadde kullanılmıştır. Polipropilen blok kopolimer (PPB) boru üretiminde hammadde olarak kullanılan granül şeklinde temin edilmiştir.

Granül halde bulunan PPB hammaddelerine ilave edilecek olan talk mineral maddeleri Mikron'S Mikronize Mineral Endüstrisi Tic. A.Ş şirketinden toz halde ve iki farklı ortalama tane boylarında (D50) temin edilmiştir.

3.1.1. Polipropilen blok kopolimer hammaddesi

Poliolefin hammadde imalatçı firmaların Türkiye'de bulunan dağıtıcılarının yetkilileri ile yapılan görüşmelerde istenilen malzemenin yüksek elastisite modülü ve düşük sıcaklıklardaki (0 ^{o}C' nin altındaki) Charpy darbe dayanımının yüksek olmasının esas olduğu ifade edilmiş ve bu özelliklere uygun olan hammaddelerden seçim yapılan temin edilmiştir. Bu doğrultuda çalışmada kullanılmak için granül halde bulunan, ticari mamul kodu ile mamul adı BorECO BEC5015 olan PP-B Borealis firmasından temin edilmiştir. Önemli bazı fiziksel ve mekanik özellikleri konusunda, enjeksiyonla kalıplama yöntemiyle üretilen standart deney numunelerinden elde edilmiş imalatçı verileri Tablo 3.1'de bir araya getirilmiştir.

Tablo 3.1 PP-B malzemenin fiziksel ve mekanik özelliklerine ait üretici verileri (Borealis 2004)

	Test	**Test**	**Birim**	**PP Hammaddeleri**
	Metodu	**Şartları**	**Sistemi**	**BEC5015**
Çekme Akma Gerilmesi	ISO 527-2	50 mm/dak	MPa	30
Çekme Akma Uzaması	ISO 527-2	50 mm/dak	%	10
Çekme Elastisite Modülü	ISO 527	1 mm/dak	MPa	1500
Charpy çentikli	ISO 179/1eA	+23^{o}C	kJ/mm^2	70
Charpy çentikli	ISO 179/1eA	-20^{o}C	kJ/mm^2	7
Sertlik	ISO 2039-2	Rocwell –R Scale	-	72
Yoğunluk	ISO 1183-1	(Saf Suda)	g/cm^3	0,9
Eriyik Akış İndeksi	ISO 1133	230^{o}C, / 2,16kg	g/10dak.	0,3

3.1.2. Mineral dolgular

Deneysel çalışmalarda, Mikron's firmasından tedarik edilen ve Ticari isimleri Talk 5XH ve Premier Talk olan ortalama partikül boyları sırasıyla 13 µm ve 5,5 µm olan minerallerin Tablo 3.2'de imalatçı verileri gösterilmiştir.

Tablo 3.2 Mineral dolguların fiziksel özelliklerine ait imalatçı verileri (Mikron'S)

	Test	**Birim**	**Talk Mineral Dolgu Türü**	
	Metodu	**Sistemi**	**PremierTalk**	**Talk5XH**
Ortalama Partikül Çapı	ISO 787-7	Mm	5,5	13
Yoğunluk	ISO 787-10	g/cm^3	2,78	2,78
En Büyük Tane	ISO 787-7	Mm	30µm	45µm
2µm altı tanecikler	ISO 787-7	%	%15	%8
Parlaklık	DIN 53163	%	94	89
Yağ emme oranı	ISO 787-5	g/100g	40	38
Fabrika Çıkış Nem	ISO 787-2	%	0,3	0,3
pH değeri	ISO 787-9	-	8,5	8,5

3.2. Ön Çalışmalar

3.2.1. Hammaddelerin üretimi

Boru üretimi için en uygun hammadde ve mineral seçimi için yapılan ön denemeler ve hammadde ile mineral dolgu seçimi yapıldıktan sonra boru üretimi için gerekli harmanların hazırlanmasında Bursa'da yerleşik EMAŞ Plastik Sanayi ve Ticaret Anonim Şirketi bünyesinde bulunan ve teknik özellikleri Tablo 3.3'de verilen, COPERION Marka ZSK 70 Mcc çift vidalı ekstrüzyon makinesi kullanılmıştır.

Tablo 3.3 Boru hammaddelerinin hazırlanmasında kullanılan yüksek üretim kapasiteli ikiz vidalı ekstruderin teknik bilgileri. (EMAŞ, 2007)

Makine Adı	**ZSK 70 Mcc, Coperion**
L/D	38,5
Burgu boyu	2700 mm
Kesim Şekli	Kafadan Kesme
Sıcaklıklar (^oC)	245-250-250-255-255-255-255-255-260
Devir (1/dak)	1000
Kapasite (kg/h)	1600-1800

Granül halde talk takviyeli hammadde üretiminde harmanlarda soğutma sonrası fiziksel olarak nem görülmemiş olmasına karşın harmanlar nem alma fırınında 80^{o}C'da 4 saat kondisyonlanmıştır ve nem almayan torbalarda oda sıcaklığı koşullarında depolanmıştır.

3.2.2. Deney numunesi üretimi

Granül haldeki saf ve talk takviyeli PP-B hammaddeler, Türk Standartları Enstitüsü'nün (TSE) TS 1149 EN ISO 294 (2002) numaralı standardı dikkate alınarak, enjeksiyon kalıplama yöntemiyle ilgili deneylere ait deney numunelerine basılmıştır. Boruların üretiminde ise TS 8084 ISO 4065 (1998) numaralı standardı göz önüne alınmış ve SDR 11 çap / et kalınlığı (D/t) oranı dikkate alınarak dış çapı 63 mm olan borular tek vidalı ekstrüzyon yöntemiyle üretilmiştir.

3.2.2.1. Enjeksiyon kalıplama yöntemi ile deney numunelerinin hazırlanması

Enjeksiyon numunelerinin üretiminde hem Bursa'da yerleşik EMAŞ Plastik Sanayi ve Ticaret Anonim Şirketi bünyesinde bulunan ve teknik özellikleri Tablo 3.4'de verilen, ARBURG ALLROUNDER Enjeksiyon makineleri firmasına ait 370 CMD Model Enjeksiyon Makinesi hemde İstanbul'da yerleşik AKSU TOST Makinaları Sanayi ve Ticaret Limited Şirketi bünyesinde bulunan ve teknik özellikleri Tablo 3.5'de verilen, HAITIAN PLASTICS MACHINERY Enjeksiyon makineleri firmasına ait HTF 90W Model Enjeksiyon Makinesi kullanılmıştır.

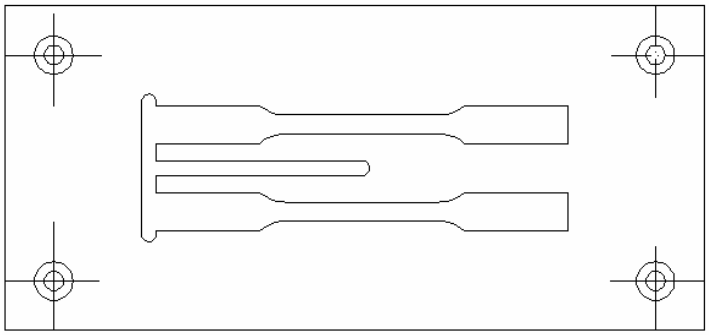
Tablo 3.4 ALLROUNDER 370 CMD model enjeksiyon makinesinin teknik özellikleri. (ARBURG, 2007)

Enjeksiyon Ünitesi	**Birim Sistemi**	**Boyutları**
Vida çapı	mm	20 / 25 / 30
Etkili vida uzunluğu	L / D	25 / 20 / 16,7
Vida hızı	devir/dak	42 / 52 / 63
Vida stroku (maksimum)	mm	100
Maksimum enjeksiyon hacmi	cm^3	31 / 49 / 70
Spesifik enjeksiyon basıncı	kg/cm^2	2500 / 2240 /1550
Enjeksiyon meme dayanma kuvveti	kN	50
Eritme kapasitesi	kg/sa	5,5 / 8 /9,5
Isıtma gücü	kW	4,3
Isıtma bölgesi	bölge	4

Tablo 3.5 HTF90W (MA900/300) model enjeksiyon makinesinin teknik özellikleri (HAITIAN, 2007)

Enjeksiyon Ünitesi	**Birim Sistemi**	**Boyutları**
Vida çapı	Mm	36
Etkili vida uzunluğu	L / D	20
Vida hızı	devir/dak	295
Vida stroku (maksimum)	mm	100
Maksimum enjeksiyon hacmi	cm^3	153
Spesifik enjeksiyon basıncı	MPa	197
Enjeksiyon meme dayanma kuvveti	kN	900
Eritme kapasitesi	g/s	12,6
Isıtma gücü	kW	6,2
Isıtma bölgesi	bölge	4

Ön görünüşü Şekil 3.1'de verilen kalıba, Naturel PP-B hammaddeleri Tablo 3.4 ve 3.6'de ve katkılandırılmış PP-B hammaddeleri Tablo 3.5 ve 3.7'de verilen enjeksiyon ayarlarında ve kalıp soğutma suyu sıcaklıklarında iki adet çekme numunesinden oluşan çok amaçlı deney parçası grubuna basılmıştır.



Şekil 3.1 Enjeksiyon kalıbının üstten görünüşü

Tablo 3.6 Deney numunesi üretiminde kullanılan enjeksiyon ayarları ile soğutma suyu sıcaklıkları, ALLROUNDER 370 CMD.

<table>
<tr><th>Üretim</th><th>Meme</th><th colspan="2">1. Bölge</th><th colspan="2">2. Bölge</th><th>3.Bölge</th><th colspan="2">4.Bölge</th></tr>
<tr><td>Sıcaklık [°C]</td><td>225^{+5}</td><td colspan="2">225^{+5}</td><td colspan="2">220^{+5}</td><td>220^{+5}</td><td colspan="2">215^{+5}</td></tr>
<tr><td rowspan="3">Basınç ve hızlar</td><td>Enjeksiyon</td><td colspan="3">Ütüleme Bas. (bar)</td><td>Ütüleme Hızı</td><td colspan="2">Enjeksiyon Hızı</td></tr>
<tr><td rowspan="2">1450 bar</td><td>1</td><td colspan="2">2</td><td>3</td><td rowspan="2">6 m /s</td><td>1</td><td>2</td></tr>
<tr><td>650</td><td colspan="2">575</td><td>350</td><td>25 m/dak</td><td>10 m/dak</td></tr>
<tr><td>Bekleme</td><td>60 s</td><td colspan="4">Soğutma Suyu Sıcaklığı</td><td colspan="2">30 ° C</td></tr>
</table>

Tablo 3.7 Deney numunesi üretiminde kullanılan enjeksiyon ayarları ile soğutma suyu sıcaklıkları.

<table>
<tr><th>Üretim</th><th>Meme</th><th>1. Bölge</th><th>2. Bölge</th><th>3.Bölge</th><th colspan="2">4.Bölge</th></tr>
<tr><td>Sıcaklık [^{o}C]</td><td>235^{+5}</td><td>235^{+5}</td><td>230^{+5}</td><td>225^{+5}</td><td colspan="2">220^{+5}</td></tr>
<tr><td rowspan="3">Basınç ve hızlar</td><td>Enjeksiyon</td><td colspan="2">Ütüleme Bas. (bar)</td><td>Ütüleme Hızı</td><td colspan="2">Enjeksiyon Hızı</td></tr>
<tr><td rowspan="2">1400 bar</td><td>1</td><td>2</td><td rowspan="2">5m /dak. ~ 12m/dak.</td><td>1</td><td>2</td></tr>
<tr><td>700</td><td>500</td><td>45 m/dak</td><td>20 m/dak</td></tr>
<tr><td>Bekleme</td><td>60 s</td><td colspan="2">Soğutma Suyu Sıcaklığı</td><td colspan="3">30^{o}C</td></tr>
</table>

Deney numunelerinin şartlandırılması kısmen TS 720 (1999) numaralı standardında belirtilen şekli ile yapılmıştır. Numuneler üretildikten sonra uygun boyutlarda poşetlere yerleştirilip konfor şartlarında depolanmıştır.

3.2.2.2. Ekstrüzyon yöntemi ile boruların imal edilmesi

Boruların üretiminde hem Konya' da yerleşik IBG PAKPLASTİK A.Ş. bünyesinde bulunan ve bazı özellikleri Tablo 3.8'de verilen, Krauss-Maffei firmasına ait KME 60-36 B / R Model tek vidalı ekstrüzyon plastik boru üretim makinesi hemde Kocaeli, Kullar'da yerleşik NOVAPLAST A.Ş. bünyesinde bulunan ve bazı özellikleri Tablo 3.9'da verilen, Krauss-Maffei firmasına ait KME 1-90-30-B model tek vidalı ekstrüzyon plastik boru üretim makinesi kullanılmıştır.

Tablo 3.8 Tek vidalı plastik boru ekstrüzyon makinesine ait teknik bilgiler (IBG Pakplastik, Krauss- Maffei, 2007).

Üretici Firma	Krauss-Maffei
Marka / Model	KME 60-36 B / R
Sıra No	380 50534
İmal Tarihi	2006
Ağırlık (kg)	3200
Maksimum Üretim (kg/h)	400-500
Maksimum Vida Hızı (1/dak)	230
Isıtma / Soğutma Bölgesi Sayısı	5/5
Vida Uzunluğu [L / D]	36
Vida Çapı (mm)	60
Ekstrüzyon Yüksekliği (mm)	1000
Çekiş Uzunluğu (mm)	3150
Huni Yüksekliği (mm)	1980
İç Hadde Ebadı (mm)	90
Dış Hadde Ebadı (mm)	90

Tablo 3.9 Tek vidalı boru ekstrüzyon makinesine ait teknik bilgiler (NOVAPLAST, 2007).

Üretici Firma	**Krauss-Maffei**
Marka / Model	KME 1-90-30B
İmal Tarihi	2003
Ağırlık (kg)	5200
Maksimum Vida Hızı (1/dak)	1765
Isıtma / Soğutma Bölgesi Sayısı	04 / 04
Vida Uzunluğu [L / D]	30
Vida Çapı (mm)	90
Vida Deviri (1/dak)	1765
Vida Hızı (1/dak)	137
Maks. Vida Torku (Nm)	12000
Ekstrüzyon Yüksekliği (mm)	1000
Çekiş Uzunluğu (mm)	3870
Huni Yüksekliği (mm)	2180

Boruların üretimi sırasında tek vidalı ekstrüzyon makinesinde uygulanan sıcaklık parametreleri ise Tablo 3.10'da ve Tablo 3.11'de verilmiştir. Naturel boruların üretimi IBG Pakplastik Konya, 2007'de talk takviyeli boruların üretimi ise NOVAPLAST Kocaeli, 2009'da gerçekleştirilmiştir.

Tablo 3.10 Boru üretimindeki ekstrüzyon sıcaklıkları (IBG Pakplastik Konya, 2007)

	Sıcaklıklar (^{o}C)										
Hammadde	soğutma (°C)	Arka ekstruder				malzeme İç (Net) sıcaklığı	Basınç	Ön kafa kısmı			
Naturel	25^{+5}	200	230	230	230	230	-	230	245	245	260

Tablo 3.11 Boru üretimindeki ekstrüzyon sıcaklıkları (Novaplast A.Ş., 2009)

	Sıcaklıklar (^{o}C)										
Hammadde	soğutma (°C)	Arka ekstruder				malzeme İç (Net) sıcaklığı	Basınç	Ön kafa kısmı			
%10 Katkılı	20^{+5}	160	160	160	160	203	173 bar	170	170	170	170
%15 Katkılı	20^{+5}	155	155	155	155	204	165 bar	165	170	170	170
%17,5 Katkılı	20^{+5}	155	155	155	155	205	160 bar	170	170	170	170
%20 Katkılı	20^{+5}	155	155	155	155	205	148 bar	170	170	170	170

3.3. Deney Programı

Talk mineral dolgu katkılı PP-B malzemelerinin fiziksel ve mekanik özellikleri;

a) Dolgu partikül büyüklüğüne (tane boyuna),

b) Ağırlıkça (veya hacimce %10, %15, % 17.5, % 20 gibi) farklı oranlarda dolgu maddesi miktarına göre hazırlanan hammaddelerden enjeksiyon kalıplama yöntemiyle elde edilen standart deney numunelerine çekme, enstrümante edilmiş Charpy, Sertlik, EAH, TMA, VYS tayini, DSC ve yoğunluk deneyleri uygulanmıştır.

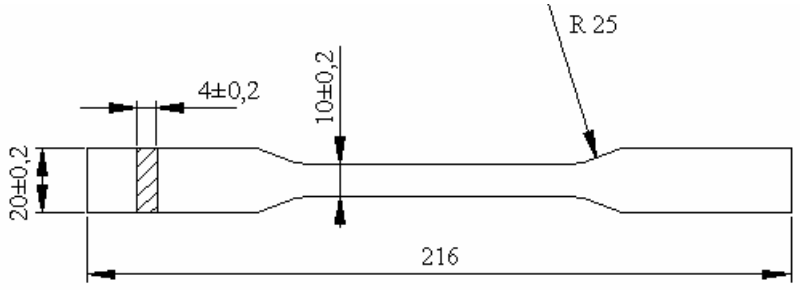
c) Farklı yüzde hacim (veya ağırlık) oranlarında talk mineral dolgu maddesinin boruların iç basınç performans özellikleri üzerine etkilerinin araştırılması için iç basınç deneyleri uygulanmıştır. Ayrıca borulara EAH ve yoğunluk deneyleri ile boruların iç (ve kısmende dış) yüzeylerinden elde edilen ilgili standart deney numunelerine VYS, TMA, DSC deneyleri tatbik edilmiştir.

3.4. Deney Şartları, Araçlar, Makineler ve Donanımlar

PP-B malzemelerin fiziksel ve mekanik özellikleri, enjeksiyon kalıplama yöntemiyle elde edilmiş numunelere uygulanan çekme, enstrümante edilmiş Charpy, Shore D sertlik, EAH, TMA, VYS tayini, DSC ve yoğunluk deneyleri ile belirlenmeye çalışılmıştır. Sıcaklık ve nem oranı belirtilmeyen tüm deneyler $20^{o}C \pm 1^{o}C$ sıcaklık ve %50 ± 10 nem oranındaki deney şartlarında gerçekleştirilmiştir. Her bir deneyden elde edilen değerler, TS 2629 (1977) standardı göz önünde bulundurularak, Chauvenet Kriterine (Holman, 1994) göre istatistiksel olarak değerlendirilmiş ve ortalama değerleri alınarak karşılaştırmalı diyagramları çizilmiştir. Ayrıca numune kırılma yüzeylerinin dijital fotoğraf makinesi ile makro fotoğrafları çekilmiştir.

3.4.1. Çekme numunesi ve çekme deneyi

Çekme deneylerinde, enjeksiyon kalıplama ve makine ile işlenerek üretilmiş bütün çekme numuneleri, TS 1398-2 ISO 527-2 (1997) standardında verilen ve Şekil 3.2'de görülen Tip 1A çekme numunesi kullanılarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.2 Çekme numunesinin boyutları

Çekme numunesi, çekme cihazındaki çekme çenelerine, enjeksiyon girişi sabit çene tarafında olacak şekilde yerleştirilmiştir.

Çekme deneyi, plastik mazemelerin tek eksenli ve sabit bir hızda çekme zorlanmasında özel çekme numunesinin kopmasına kadarki gerilme-uzama davranışının incelenmesine (Schmiedel, 1992) ve bu sayede incelenen malzemenin Hook doğrusunun artmasıyla elastisite (Young's) modülü (E), ilk maksimum gerilme değeri olan akma gerilmesi (σ_y), akma anındaki uzaması (ε_y), kopma gerilmesi (σ_B) ve kopmasındaki uzaması (ε_B) gibi farklı tanım değerlerinin elde edilmesi için uygulanmaktadır.

Çekme deneyleri, TS 1398-1 EN ISO 527-1 (1997) standardı dikkate alınarak gerçekleştirilmiştir. Deneylerden elde edilen gerilme-uzama diyagramlarından;

a- elastisite modülü E [N/mm^2],

b- akma gerilmesi σ_y [N/mm^2] dolayısıyla maksimum gerilme σ_M [N/mm^2] ve kopma gerilmesi σ_B [N/mm^2],

c- akma uzaması ε_y [%] ve kopma uzaması ε_B [%],

gibi malzeme karakteristik büyüklüklerinin belirlenmesinde, çekme hızı olarak, üretici verilerinde de belirtilen, V=50 mm/dak tercih edilmiştir.

3.4.1.1. Instron çekme makinesi ve programı

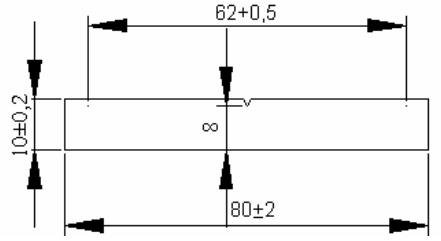
Sistem kodu 4411 H 4240 ve kapasitesi 5 kN olan Instron çekme makinesi, mekanik tahrikli olup düşey hareketi, her iki yanında bulunan vidalı sütunlar sayesinde gerçekleştirmektedir. Kuvvet ve uzunluk değişimlerini elektronik olarak algılayan cihazın, bir kablo ve soket vasıtasıyla, bilgisayarla irtibatı sağlanmıştır. Bilgisayar hafızasında bulunan Bluehill-2 sürüm.2.6 yazılım programı ile bilgisayar klavyesinden kumanda edilen cihaz, test süresince kuvvette ve uzunlukta meydana gelen değişimleri 200 ms'de 1 değer algılayarak hafızasına kaydetmektedir.

Instron marka ekstansometre (Clip-on static extensometer 2630-111, uzama ölçer), iki çift çubuk ayakları, üzerinde bulunan yaylar sayesinde, çekme numunesini her iki yüzeyinden (ölçme uzunluğunda) kavrar ve böylece deney numunesi ile sürekli bir temas halinde bulunur. Çubuk ayaklarında bulunan "strain gauge"'lerin kompanzasyonunu yapan bir sisteme sahip olan eleman uzama ve kuvvet değişimlerini yüksek hassasiyette algılayarak elektronik sinyallerle test programına aktarır. Böylece çekme numunesinin çekme çenelerine bağlanması esnasında numune üzerinde oluşan ön yükleme kuvveti ile bu kuvvette bağlı olarak meydana gelen uzamalar devre dışı bırakılır.

Ayrıca test programının çekme deneyi süresince farklı çekme hızı uygulanabilmesine olanak sağlamasından yararlanılmıştır. Bu nedenle, üretimden sonraki çekme deneylerinde birim uzamanın ε_1=0.0005 mm/mm ve ε_2=0.0025 mm/mm arasındaki elastisite modülü esas alınmış olup elastisite modülünün tespitinde çekme hızı V=1 mm/dak ve ε_2=0.0025 mm/mm birim uzamanın üstünde ise çekme hızı V=50 mm/dak olarak uygulanmıştır.

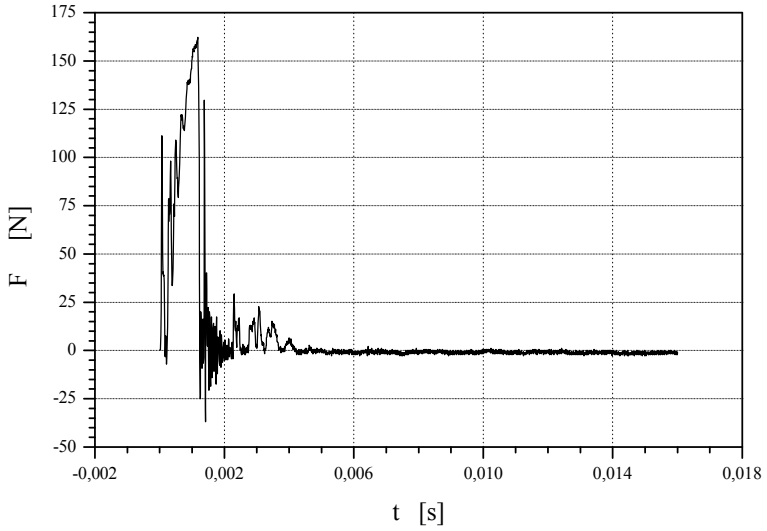
3.4.2. Charpy numunesi ve enstrümante edilmiş Charpy deneyi

Enstrümante edilmiş Charpy deneylerinde, soğuma ve katılaşma etkisinin yarattığı farklı belirsizlikleri ortadan kaldırmak için enjeksiyon kalıplama ile üretilen çekme numunelerinden makine ile işlenerek çıkarılmıştır. Deneylerde TS EN ISO 179-1 (2006) standardında verilen ve Şekil 3.3'te görülen Tip 1'e göre ve enjeksiyon yönünde Charpy numuneleri kullanılmıştır.



Şekil 3.3 Charpy numunesi

Dış şartlara bağlı olarak, her bir numunenin kırılma davranışını belirgin bir şekilde belirleyebilecek deney koşullarını saptayabilmek için hazırlık deneyleri yapılmıştır. Hazırlık deneyleri sonucunda V=2,74 m/s hız ve enerjinin 4,72 J olması durumunda, her bir numunenin kırılma davranışının en uygun Şekil 3.4'e benzer bir şekilde saptanılabildiği sonucuna varılmıştır.



Şekil 3.4 Enstrümante edilmiş Charpy deneyinde PPB malzemesi için elde edilen tipik bir kuvvet-zaman diyagramı

TS EN ISO 179-2 (2006) standardına uygun olarak yapılan enstrümente edilmiş Charpy deneyleri ile elde edilen kuvvet (F) - zaman (t) ve kuvvet (F) - yol (x) diyagramlarından;

a- Maksimum kuvvet F_{Maks} [N],

b- Maksimum enerjisi W [J],

c- Maksimum kuvvetteki enerji W_{Fmaks} [J],

gibi malzeme büyüklükleri saptanmıştır. Her bir deneyden elde edilen enerji (W) değerleri denklem 3.1'de yerine konarak malzemelerin kJ/m^2 cinsinden Charpy Çentik darbe mukavemeti (C_v) hesaplanmıştır.

$$C_V = \frac{W}{h \cdot b \cdot \phi_c} \tag{3.1}$$

Burada;

C_v: Charpy Çentik darbe mukavemeti [kJ/m^2]

h: Malzemenin kalınlığı [m], b: Malzemenin genişliği [m], W: Enerji [J]

Φ_c: Charpy geometri düzeltme faktörü

Charpy geometri düzeltme faktörü (ϕ_c), çentik numunesi geometrisine bağlı olarak Williams tarafından önerilen düzeltme katsayısıdır (Williams, 1987)

3.4.2.1. Kullanılan enstrümante Charpy darbe cihazı ve programı

Sistem kodu 6545/000 olan CEAST Charpy test cihazının, sarkaca bağlı çekicin hareketi elektromanyetik olarak sağlanmaktadır. 7.5 J' luk çekicin ucuna yerleştirilmiş bir uzama ölçer (strain gauge) vasıtasıyla kuvvet değişimleri zamana bağlı bir şekilde elektronik olarak algılanır. Uzama ölçerin, bir kablo ve soket vasıtasıyla, bilgisayarla irtibatı sağlanmıştır. Bilgisayar hafızasında bulunan D.A.S. 2000 (Data Acquisition System = Veri Edinme Sistemi) programı, uzama ölçerin 16 milisaniye (ms) toplam test süresi boyunca her 8 mikro saniyede (μs) kuvvette meydana gelen değişimleri kaydeder. 16 ms'de kaydedilen 2000 adet değer yardımıyla kuvvet Newton (N), enerji Joule (J), yol metre (m) ve zaman saniye (ms) olmak üzere, kuvvet ve enerjinin zaman ve yola bağlı olarak diyagramları her bir test

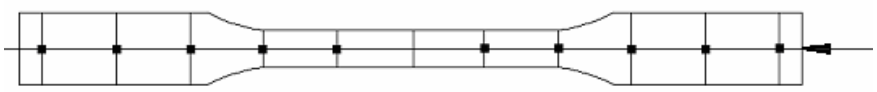
için elde edilmiştir. PP-B malzemelere uygulanan enstümante Charpy deneyi program ayarları Tablo 3.12'de verilmiştir.

Tablo 3.12 Enstrümante Charpy deneyinde deney programı ayarları

Algılanan değer sayısı	2000
Test süresi	16 ms
Değer algılama aralığı	8 µs
Çekiç uzunluğu	0.327 m
Çekiç kütlesi	1.254 kg
Çekiç düşme açısı	100^{o}
Çarpma (darbe) hızı	2.74 m/s
Çarpma enerjisi	4,72 J

3.4.3. Shore D sertlik numunesi ve sertlik deneyi

Shore D metodu kullanılarak sertlik ölçümü yapılmıştır. Bu yöntemde, belirli şartlarda numuneye bastırılan belirli bir ucun batma miktarı ölçülmektedir. Sertlik batma miktarı ile ters orantılıdır ve maddenin elastiklik modülü ile viskoelastik özelliklerine bağlıdır. Değişik tip durometre ile elde edilen sonuçlarla diğer sertlik ölçme cihazıyla elde edilen sonuçlar arasında direkt bir bağıntı basit değildir TS EN ISO 868 (2006). Şekil 3.5.'de deney numuneleri üzerinden yapılan sertlik ölçüm noktaları gösterilmiştir.



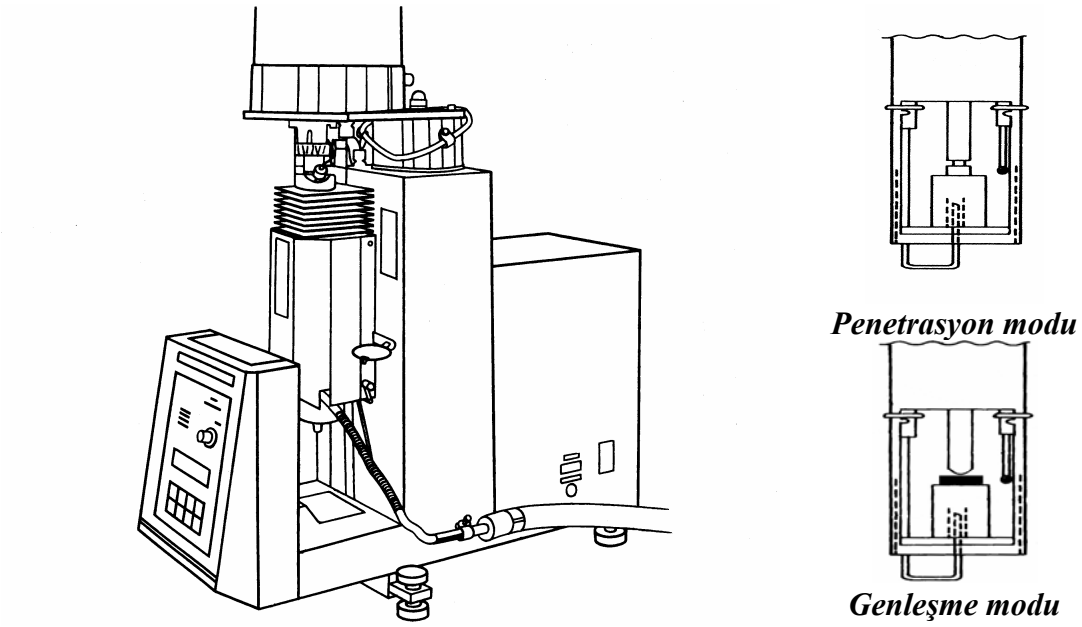
Şekil 3.5 Shore D sertlik ölçüm noktaları

TS EN ISO 868 (2006) numaralı standart göz önünde tutularak gerçekleştirilen sertlik deneyleri, CV Instruments marka Tip D sertlik (Shore D) ölçen durometre ile gerçekleştirilmiştir. Shore D sertlik değerleri Şekil 3.5'de gösterilen çekme numunesinin enjeksiyon giriş tarafından başlamak üzere numunenin orta noktasının beş adet sağından beş adet solundan eşit mesafelerde ön ve arka yüzeyinden 10'ar adet ölçüm yapılarak elde edilmiştir.

3.4.4. Termomekanik analiz (TMA) deneyi ve numunesi

Doğal ve sentetik malzemelerin viskoelastik davranışları ısıl yaşlandırma esnasında değişmektedir. TMA, mekanik özellikleri zaman ve sıcaklığın fonksiyonuna bağlı olarak belirleyen bir metottur. Seçilen ölçme modlarına göre termal genleşme, viskoz akış ve elastik davranışlar araştırılabilmektedir. Statik yük altında yapılan deneyler TMA olarak ve dinamik yük altında yapılan deneyler ise dTMA olarak adlandırılmaktadır. (Şahin, 2004)

TMA' da genleşme (expansion), tek yönlü çekme (elongation), penetrasyon probları veya deformasyon modları vardır. Termoplastikler, elastomerler, kompozit malzemeler ve ağaç gibi birçok malzemenin film, katı ve viskoz sıvı halleri için bu TMA modlarıyla çalışmak mümkündür (Wendlandt 1974, Groenewoud 2001). Aşağıda Şekil 3.6'da TMA cihazının yandan ve TMA problarının önden görünüşleri verilmiştir. (Shimadzu, 2009)



Şekil 3.6 TMA-50 Shimadzu

TMA ile TS 1065-1 ISO 11359-1 (2004), TS 1065-2 ISO 11359-2 (2004) ve TS 1065-3 ISO 11359-3 (2004) standartlarına göre camsı geçiş sıcaklığı, erime ve penetrasyon sıcaklığı, yumuşama sıcaklığı, lineer termal genleşme katsayısı ve

genleşme parametreleri elde edilebilmektedir. Tablo 3.13'de TMA deney ayarları verilmiştir.

Tablo 3.13 TMA deney ayarları

Sıcaklık aralığı	Oda sıcaklığından 120 ^{o}C' ye kadar
Ölçme aralığı	Probun hareket miktarı: 2500 μm;Yük : 0.5 g ve 30 g
Numune yükü	500 g (maks.)
Deney süresi	0 ÷ 99 dakika
Sıcaklık programı	99 adım (maks.)
Ölçme modu	Genleşme
Soğutma sistemi	Hava

Bu çalışmada KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ Makine Mühendisliği Bölümü Konstrüksiyon Anabilim Dalı bünyesindeki TMA-50 Shimadzu marka termomekanik analiz cihazı kullanılmıştır. Bu cihaz ile genleşme modunda deneyler yapılmıştır. Genleşme modunda 5^{o}C/dakika ısıtma hızı ve 0,5 g yük uygulanmıştır. Enjeksiyon kalıplama yöntemi ile basılan ve ekstrüzyon yöntemiyle üretilen boruların iç ve dış yüzeylerinden alınan numuneler deneylere tabi tutulmuş olup, 6 x 6 x 4 mm boyutlarındaki numuneler kullanılmıştır.

3.4.5. Erime akış hızı (EAH) deneyi

Bu deney, özellikle plastik hammaddesi üreten ve işleyen firmaların, üretimlerinin aynı kalitede olmasını kontrol edebilmeleri açısından çok yararlıdır. Deneyde plastiğin erimiş haldeki viskozitesi ölçülmektedir. EAH, (melt flow rate=MFR ve melt flow volume = MVR) deneyi, polimerin bozulma tipini (zincir kopması, çapraz bağlama gibi) ve bozulmanın genişlemesini karakterize etmek için kullanılan basit ama uygun bir metottur. MFR ve MVR polimerin moleküler ağırlığının tersi ile ilişkilidir ve erimiş polimerin akış karakteristiklerini gösterir. Genel bir kural olarak, akmaya direnci daha fazla olan plastiğin (küçük MFR değerine sahip) molekül ağırlığı; direnci daha küçük olana göre (yüksek MFR) daha fazladır (Savaşçı ve diğ. 2002).

Ekstrüderlerde polimerin akış davranışları, hem dış faktörler olan basınç, akış oranı, sıcaklık ve kanal geometrisi (giriş açısı, daralma oranı, uzunluk, çap oranı, seçilen kanalın şekli) gibi faktörler hem de iç faktörlerden olan moleküler zincir yapısı,

moleküler ağırlık, moleküler ağırlık dağılımı ve malzemenin formülünden etkilenir. Mikroreolojik görüş olarak akış, moleküller birbiri içerisine kaydığı zaman meydana gelir ve kolay akış moleküler zincirlerin hareketlerine bağlıdır. (Liang ve Ness, 1999).

EAH deneyleri, TS EN ISO 1133 (2007) standardı göz önünde bulundurularak bir kılcal kanallı erime viskometresi kullanılarak yapılmıştır. Çalışmada KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ Makine Mühendisliği Bölümü Mekanik Anabilim Dalı bünyesinde bulunan Zwick/Roell marka 4106 E model erime akış indeks deney cihazı kullanılmıştır. 20 [mm] ön ısıtma batma derinliği, 116 [mm] hurda alma mesafesinden sonra belirli aralıklarla 3 adet numune hem üretici verilerinde hemde akış durumuna göre 20, 60, 120 ve 240 saniye bekleme süreleri içerisinde 250^{o}C, 230^{o}C ve 180^{o}C sıcaklıklarında 2,16 kg, 5,00 kg ve 21,6 kg yüklerde alınmıştır ve değerler [g/10dak] olarak ifade edilmiştir.

3.4.6. Yoğunluk deneyi ve numunesi

Yoğunluk deneyleri KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ Makine Mühendisliği Mekanik Ana Bilim Dalı bünyesinde bulunan Sartorius marka BP2105 model maksimum kapasitesi 210 gram olan ve 0,1 mg hassasiyetle ölçüm yapabilen, yoğunluk ölçme kitine sahip, terazi kullanılarak yapılmıştır. Deney uygulamasında TS EN ISO 1183-1 (2006) standardı göz önünde bulundurularak standart içerisinde adı geçen A metodu (daldırma metodu) kullanılmıştır. Daldırma sıvısı olarak saf su kullanılmış olup, deney süresince su sıcaklığı sürekli olarak ölçülerek o sıcaklıktaki suyun yoğunluğu ile analiz yapılmıştır. Şekil 3.7'de görülen test cihazının saf suda ölçüm yapmak üzere ek tertibatları cihazın yanında görülmektedir.



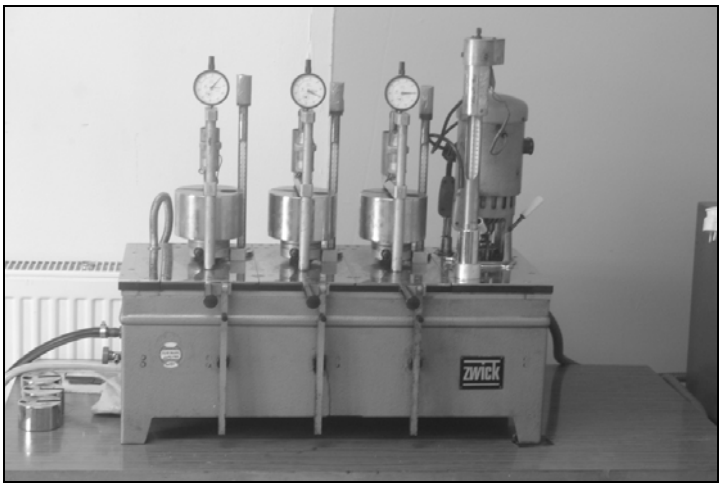
Şekil 3.7 Sartorius marka BP2105 model hassas terazi.

3.4.7. Diferansiyel taramalı kalorimetre deneyi

Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) deneyi, deney numunesine ve referans numuneye kontrollü sıcaklık artım programı uygulanırken, deney numunesi ve referans numune arasındaki ısı akışı (güç akışı) değişimini sıcaklığın ve/veya zamanın bir fonksiyonu olarak ölçerek kaydetme esasına göre işleyen tekniktir. Kocaeli Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Kimya Mühendisliği Bölümünde bulunan Mettler Toledo-Marka DSC cihazı ile numunenin kristalleşme derecesi, kristalleşme sıcaklığı, kristalin erime sıcaklığı, camsı geçiş sıcaklığı, erime ve kaynama sıcaklıkları, öz ısı, reaksiyon kinetiği, ısıl kararlılık gibi termal özellikleri hakkında bilgi edinilebilmektedir.

3.4.8. Vicat yumuşama sıcaklığı tayini

Vicat yumuşama sıcaklığı (VYS) tayini deneyi malzemenin yumuşama sıcaklığını ölçen bir deneydir. Bu deneyde 1,15 mm çapındaki bir silindirin numuneye 1 mm battığı sıcaklık ve bu sıcaklığa kadar geçen süre ölçülmektedir. Bu sıcaklık malzemenin yumuşama sıcaklığını vermektedir. Bu deneyde sıcaklık artışı ^{o}C/saat şeklindedir ve numunenin homojen bir şekilde ısınması için deney numunesi gliserin banyosuna daldırılmakta ve deney boyunca burada tutulmaktadır.

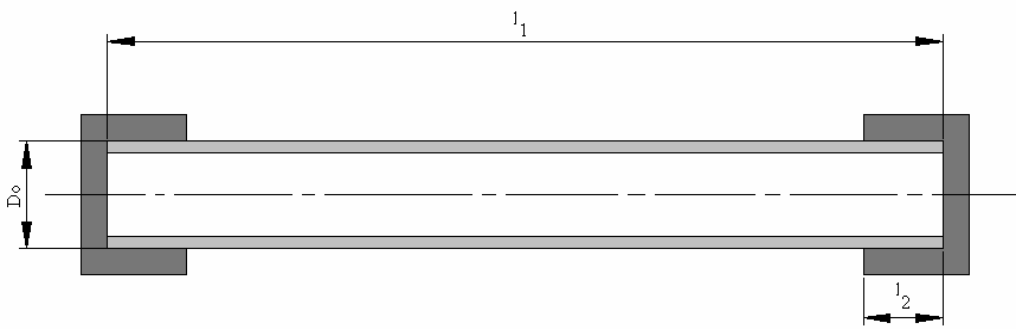


Şekil 3.8 Vicat Deney Cihazı (Zwick).

Deneyler Kocaeli, Gebze, PİMAŞ firması bünyesinde bulunan, Zwick marka (Şekil 3.8) VYS tespit cihazında, TS EN ISO 360 (2006) numaralı standart dikkate alınarak enjeksiyon kalıplama yöntemiyle elde edilmiş çekme numunelerinden 10 mm x 20 mm x 4 mm ölçülerinde ve ISO 2507-1 (1995) numaralı standart dikkate alınarakta ekstrüzyon yöntemiyle elde edilmiş borulardan 4 mm x 10 mm x 20 mm ölçülerinde çıkarılmış vicat numuneleri üzerine uygulanarak gerçekleştirilmiştir. Yine ISO 2507-1 numaralı standardın borularda yumuşama sıcaklığı tayini bölümden bahsedilen et kalınlığı 6 mm'den büyük olan borular için kalınlıklar uygun talaş kaldırma yöntemiyle 4 mm'ye düşürülmüş ve yumuşama sıcaklığı tayini borunun iç yüzeyinden ölçülmüştür. Deneyde belirsizliğin minimize edilmesi için 3'erli gruplar halinde deney yapılmıştır. Herhangi bir homojensizlikten ve/veya hatadan ötürü meydana gelecek 3 farklı probun ikazı arasındaki maksimum 2 dakikalık veya sıcaklıkları arasındaki $1^{o}C$ 'lik sapmadan daha büyük sapmalarda deney iptal edilmiş ve veriler değerlendirmeye alınmamıştır.

3.4.9. Hidrostatik iç basınç deneyi

TS 8084 ISO 4065 (1998) standardı Çizelge 4.'e göre SDR 11 çap / et kalınlığı (D/t) oranında üretilen borulardan TS 9937 (2009) standardı göz önünde bulundurularak çaplara göre Şekil 3.9'da verilen boyutlar 3.2 numaralı formül ile hesaplanmış ve Tablo 3.14'de verilen boylarda kesilerek iç basınç deney numuneleri çıkarılmıştır. Deney numunelerine TS EN ISO 15874-2 (2006) nolu standartta yer alan beklenen mukavemet değerlerine göre hasar süreleri dikkate alınarak hidrostatik iç basınç deneyleri uygulanmıştır.



Şekil 3.9 Boru numunesi boyutları

$$l_1 = 3.Do + 2.l_2 + 250 \quad \text{(mm)} \tag{3.2}$$

Burada,

l_1: toplam boy, (mm)

D_o: boru anma dış çapı (mm)

l_2: uçlardaki tapalar içerisinde kalan kısmın uzunluğunu (mm) ifade etmektedir.

Tablo 3.14 İç basınç deney numunelerin boyları

Çap, D_o (mm)	Boy, l_1 (mm)
63	575

3.4.9.1. Hidrostatik iç basınç deney cihazı

Deneyler KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ Mühendisliği Bölümü Mekanik Ana Bilim Dalı bünyesinde bulunan ve TÜBİTAK 105M220 numaralı araştırma projesi kapsamında IPT (Institut für Prüftechnik) firmasından alınan 1586-0212 model hidrostatik iç basınç deney cihazında gerçekleştirilmiştir. Cihaz deneylerin yapıldığı içi su dolu bir havuz, sisteme veri girişi ile kontrolü ve bilgisayar ile irtibatı sağlayan kontrol ünitesi ve su sıcaklığının istenilen deney şartlarında olmasını sağlayan soğutma ünitesi birimlerinden oluşmaktadır. Havuz içerisinde bulunan 10 adet istasyon aynı anda farklı basınçları uygulanabilmesine olanak sağlamaktadır. Bu istasyonların her birinde aynı basınçta boruların bağlanabilmesine olanak veren 3'er adet bağlantı kısımları bulunmaktadır. Cihaz ile bağlantıda bulunan bilgisayarda var olan IPT Datalogging V4.0 sürüm yazılıma gerekli veriler girilerek direk bilgisayardan aktarılabilme olanağının yanında manüel olarak kontrol ünitesinden de veri girişinin yapılmasına olanak sağlamaktadır. Bu cihaz sadece yapılan deneyler TS EN ISO 1167-1 (2007) standardında belirtilen A tipi boru testleri mümkün olmaktadır. Deneyler her bir borudan alınan en az 5'er adet numunelere uygulanmış ve elde edilen sonuçlar grafikleştirilmiştir.

4. BULGULAR ve TARTIŞMA

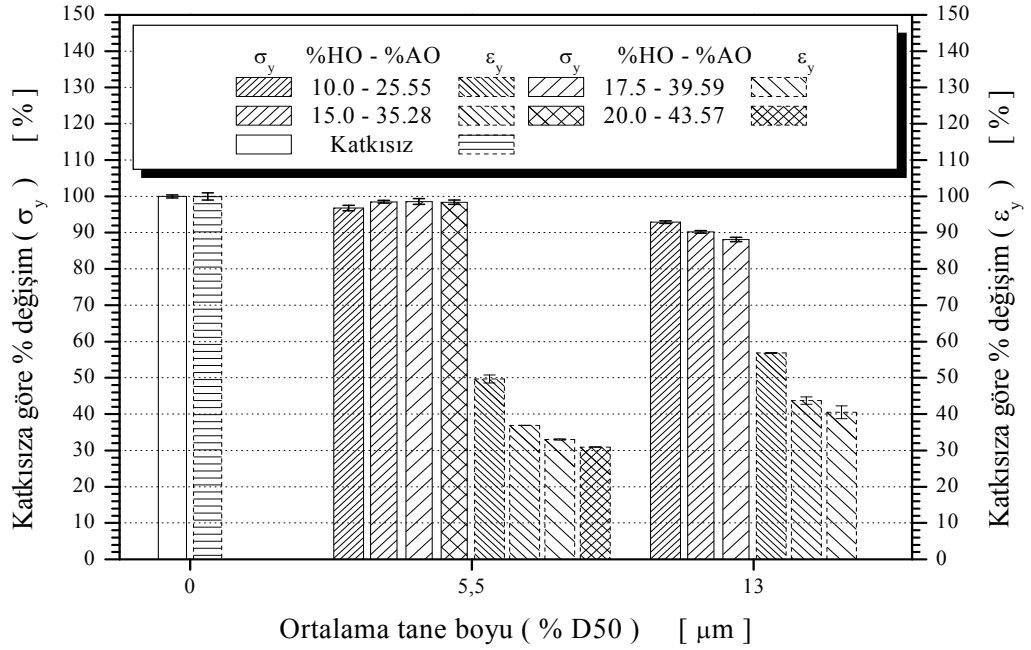
4.1. Çekme Deneyleri

Granül haldeki naturel ve talk takviyeli hammaddeler kullanılarak enjeksiyon kalıplama yöntemi ile elde edilmiş standart deney numunelerine tek eksenli çekme deneyleri uygulanmıştır. Çekme deneyleri naturel ve talk takviyeli malzemelere hem talk mineral dolgu miktarının ve mikro tane boyunun malzemelerin çekme özelliklerine etkisinin tespit edilmesi amacıyla hem de literatürde var olan bilgiler ile karşılaştırmak hedefiyle uygulanmıştır. Elde edilen deney sonuçları aşağıda naturele (katkısıza) göre yüzde değişim olarak grafikleştirilerek verilmiştir. Enjeksiyon kalıplama sonrası çekme numunelerinin makro resimleri EK: A'da düzenlenmiştir.

4.1.1. Çekme özelliklerine mineral madde miktarının etkisi

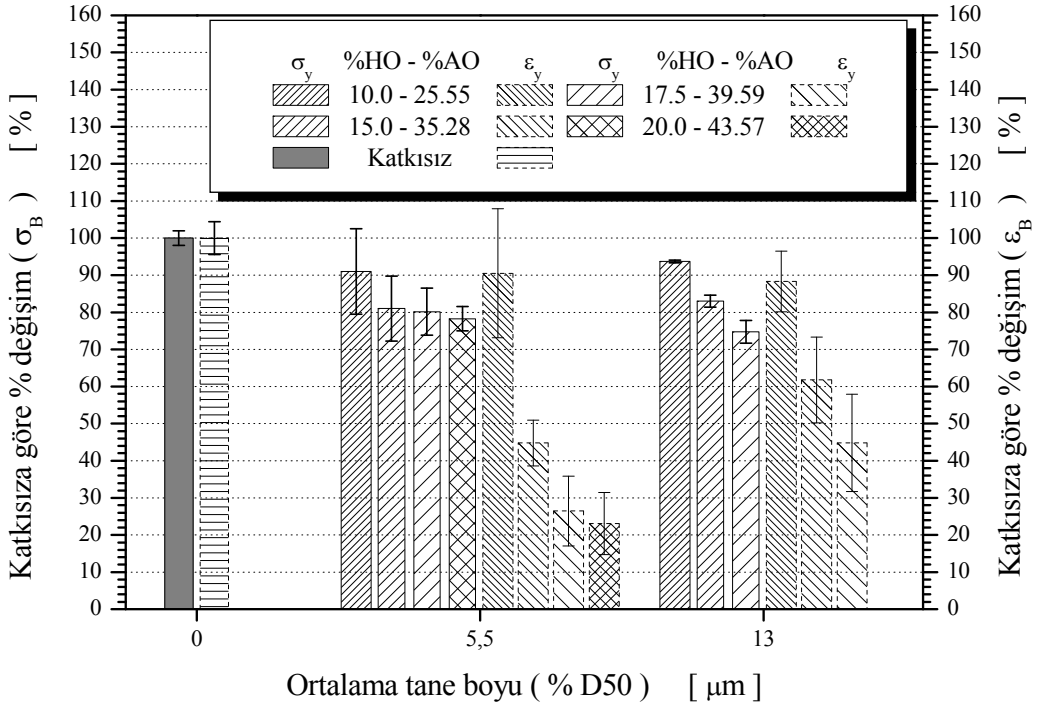
Ticari kodu PPB5015 olan polipropilen blok kopolimerin (PPB) farklı yüzde hacim oranlarında ortalama partikül boyu 5,5 μm ve 13 μm ve ticari isimleri sırasıyla PremierTalk ve Talk5XH olan talk mineral dolgularına bağlı olarak tek eksenli çekme özelliklerinin değişimi tespit edilmiş ve grafikleştirilmiştir. Şekil 4.1 incelendiğinde PP esaslı poliolefin grubu naturel boru malzemesinin çekme özellikleri temel alındığında, artan talk mineral dolgu maddesi miktarına bağlı olarak malzemenin akma gerilmesi değerinin düşme eğiliminde olduğu, talk dolgu miktarının ve mikro tane boyunun artmasıyla malzemenin akma gerilmesi değerinin daha da azaldığı (düştüğü) görülebilmektedir. Elde edilen deneysel sonuç, yapılan literatür araştırmasında da tespit edilmiş ve tane boyunun artması ile malzemenin akma gerilmesi değerinin düştüğünü bildiren (Wah, Chuah Ai ve diğerleri, 1999, S.798, M.S. Huda ve diğerleri, 2006) çalışmalarla örtüşmektedir.

Diğer taraftan katkısız malzemeye göre küçük ortalama tane boylu (5 μm) talk maddesi takviyeli malzemenin akma gerilmesi değeri takviye miktarı arttıkça başlangıç değerine yaklaştığı görülmektedir. Ancak büyük ortalama tane boylu (13 μm) takviyeli de ise artan takviye miktarı ile akma gerilmesi değeri düşmektedir.



Şekil 4.1 Naturel PP'in % dolgu oranına göre akma gerilmesi ve akma uzamalarındaki değişim.

Öte yandan mineral dolgu oranının ve partikül boyutunun akma uzamasında, % 10 hacim oranın (HO)'da yaklaşık olarak %50 düştüğü, dolgu miktarı arttıkça, meydana gelen düşüşün artarak devam ettiği görülmektedir. Ancak bu durumda tane boyutu büyük olanda meydana gelen düşüş küçük olana göre daha az olmaktadır.



Şekil 4.2 Naturel PPB göre kopma gerilmesi ve kopma uzamalarının değişimi

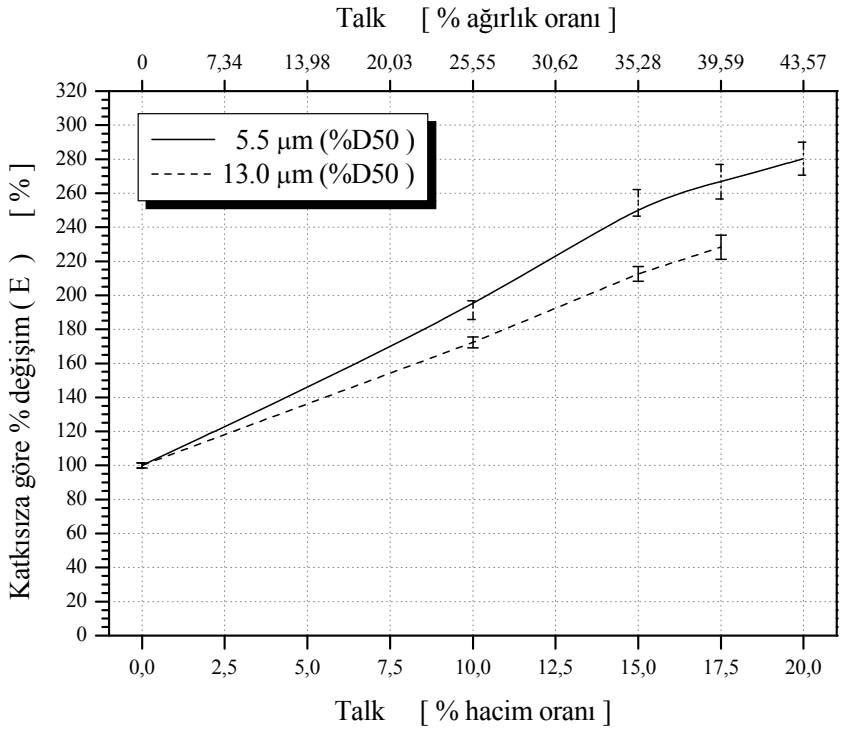
Şekil 4.2'de katkısız PPB baz alınarak, farklı yüzde hacim oranında ve farklı ortalama tane boylu talk mineral madde takviyeli malzemenin kopma gerilmesi ve kopma uzaması değişimleri grafikleştirilmiştir. Katkısıza göre talk takviyeli malzemenin kopma gerilmesi değerinin, artan talk miktarına ve tane boyuna göre farklılık göstermeksizin %10 ~ %20 civarında azaldığı görülmektedir. Hacimce %10'un (ağırlıkça %25,55) üzerinde yapılan katkılandırmada malzemenin kopma gerilmesi değerinin başlangıca göre, tane boyu (5,5 μm) küçük olanda yüzde 10'luk bir değer kaybından sonra sabit kaldığı, tane boyu (13 μm) büyük olanda ise katkı oranının artmasıyla değer kaybınında sürekli arttığı tespit edilmiştir.

Naturel PPB'in farklı oranlarda talk minerali ilave edilmesiyle Elastisite (Young's) modülündeki değişimler Şekil 4.4'de gösterilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre Elastisite (E) modülünde katkısız PPB'e göre tane boyuna bağlı olmak kaydıyla yaklaşık %180'lik bir artış gözlemlenmiştir. Bu veriler litaratürde çok daha az katkılı (ortalama ağırlıkça yüzde 10) olan PP/talk karışımlarında elde edilen sonuçlara benzemekle birlikte, bunun ötesinde daha rijit bir kompozit elde edildiğinin göstergesidir. (Denac, M., Musil, V. ve diğerleri 2004,)

Diğer taraftan mineral dolgu oranının ve partikül boyunun kopma uzmasında da başlangıca göre, % 10 hacim oranında (HO) yaklaşık olarak %10 ~ %20 civarında düştüğü ve hacimce %10'un (ağırlıkça %25,55) üzerinde yapılan katkılandırmada malzemenin kopma uzaması değerinin başlangıca göre, katkı oranının artmasıyla sürekli azaldığı görülmektedir. Ancak bu durumda tane boyu büyük olanda meydana gelen azalması küçük olana göre daha az olmaktadır.

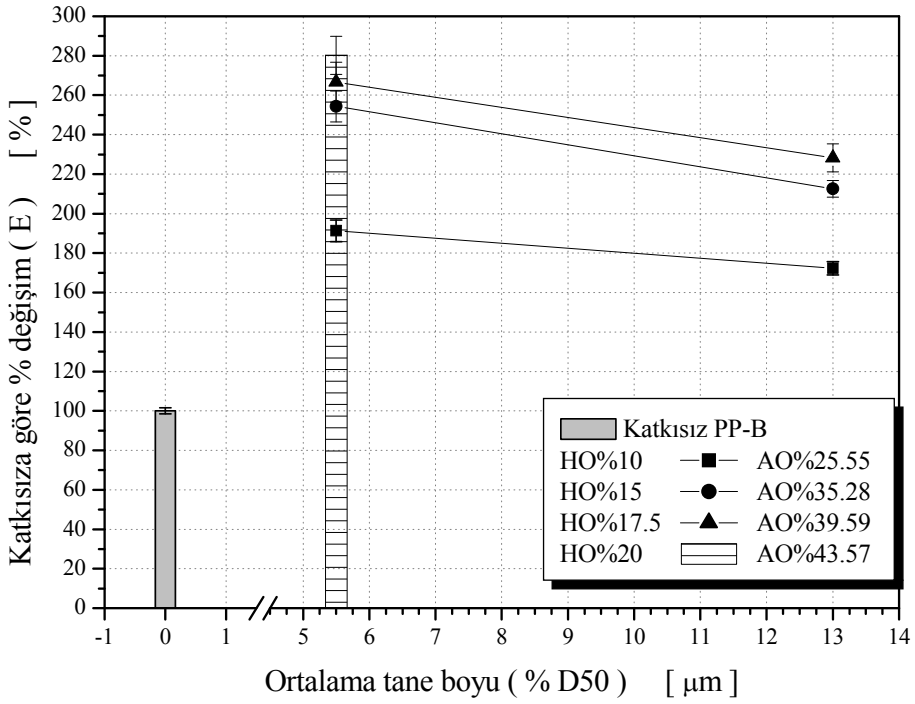
4.1.2. Çekme özelliklerine mineral madde tane boyutunun etkisi

Mikron's şirketinden temin edilen, 5,5 μm ve 13 μm partikül boyutlarındaki talk mineral dolgularının farklı oranlarda katkılandırılmış PPB hammadde karışımlarının çekme özelliklerindeki değişimler sırasıyla aşağıdaki grafiklerde gösterilmiştir.

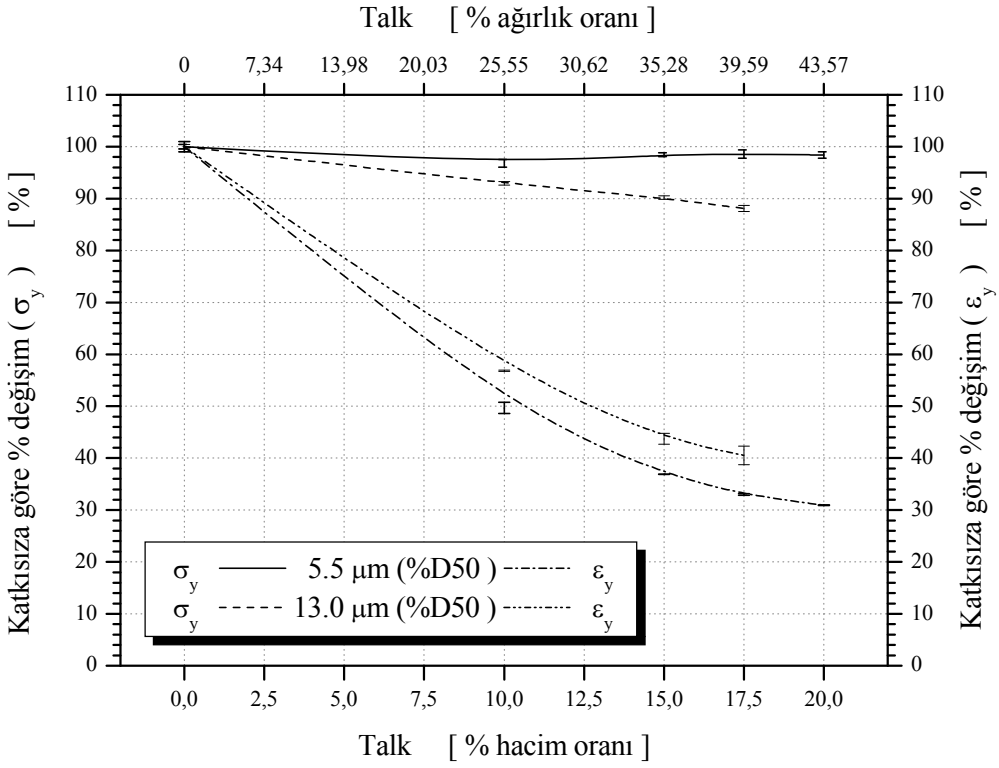


Şekil 4.3 PPB'in elastisite modülünün partikül büyüklüğüne göre değişimi

Şekil 4.3'de farklı partikül boyutlarındaki talk ilavelerine bağlı olarak elastisite modüllünün değişimi incelendiğinde; tane boyutunun elastisite modülüne etkisi hacim oranına bağlı olarak % 10 hacimsel katkılandırmada % 20 arttırdığı, % 15'de %30 ve %17,5 ise yine % 30 arttırdığı sonucu tespit edilmiştir. Elde edilen bu artış literatürde sıkça karşılaşılan, talk mineralinin, PP kompozitte çekirdeklenmeyi arttırdığı ve küresel boyutunu düşürdüğü (Ferrage, E. , Albano, C. ve diğerleri, 2003) olgusu ile de örtüşmektedir. Nitekim küçülen tane boyutu ile rijitlik artmaktadır. Literatürde elde edilmiş "E" değerleri ile bu çalışmada elde edilen değerler örtüşmektedir. Talk mineralinin elastisite modülünü bu şekilde arttırması, bu mineralin PPB için 1. sırada önem arz etmesini sağlamaktadır. (Rotzinger, B., 2006)

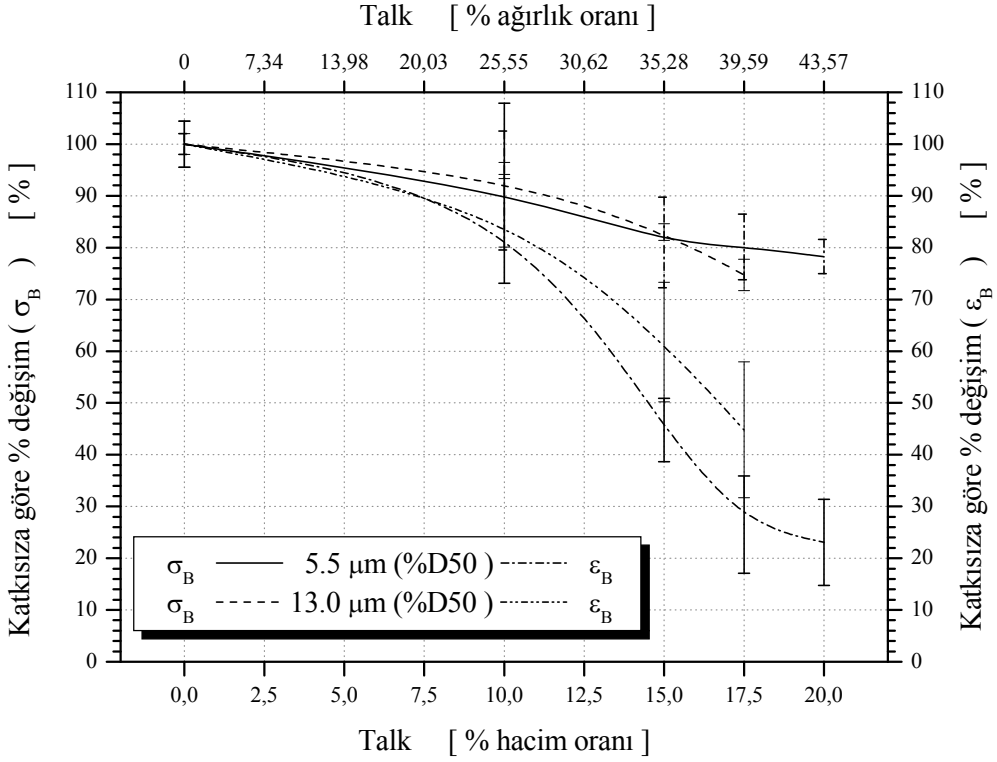


Şekil 4.4 Naturel PPB'nin % dolgu miktarına göre Elastisite modülündeki değişimi



Şekil 4.5 PPB'nin akma gerilmesi ve akma uzamasının partikül büyüklüğüne göre değişimi

Şekil 4.5'de partikül boyutuna ve hacim oranına bağlı olarak akma gerilmesi (σ_y) ve akma uzması (ε_y) değişimleri gösterilmiştir. Küçük tane boyutunun katkı oranı arttıkça σ_y üzerinde belirgin bir etki göstermediği, büyük tane boyutunun ise katkı oranı arttıkça maksimum % 10 düşürdüğü etkisi görülmektedir. Akma gerilmesinin küçük bir değişimine karşılık akma uzamalarında % 60 a varan düşüş görülmektedir. Bu düşüşe tane boyutunun etkisi nispeten az olmakla birlikte, büyük tane boyutunda düşüş daha az olmaktadır.



Şekil 4.6 PPB'nin kopma gerilmesi ve kopma uzamasının partikül büyüklüğüne göre değişimi

Şekil 4.6'da partikül boyutuna ve hacim oranına bağlı olarak kopma gerilmesi (σ_B) ve kopma uzması (ε_B) değişimleri gösterilmiştir. Artan katkı oranına göre σ_B hacimce % 15 katkı oranına kadar partikül boyutundan bağımsız olarak % 20 düşmektedir. ε_B ise artan hacim oranına ve partikül boyutuna bağlı olarak % 17,5 hacim oranına kadar partikül boyutundan bağımsız olarak azalmaktadır. Sonuç itibariyle tane boyutunun ε_B ve σ_B üzerindeki etkisi yüksek (ağırlıkça,%25) katkılandırma oranlarından sonra başlamaktadır. Elde edilen deney sonuçlarındaki yüksek toleranslar tane boyutunun ε_B ve σ_B üzerinden belirgin etkisinin olmadığını göstermektedir.

4.1.3. Çekme deneyleri sonuçları genel yorumu

Yapılan çekme deneylerinde dolgunun partikül boyutu ve hammadde içerisindeki dağılımının çekme özellikleri üzerinde etkili olduğu gözlemlenmiştir. Elastisite modülünde talk mineralinin en önemli özelliğine paralel bir şekilde büyük bir artış tespit edilmiştir. Partikül boyutlarının etkileri incelendiğinde, partikül boyutu küçüldükçe çekme özelliklerinin olumlu yönde etkilendiği gözlenmiştir. Literatürde de geçen partikül dolguların ilave edilmesinin rijitliği artırdığı yönündeki bilgilere dayanarak (Chacko, 1982, Şahin ve Yayla 2005), talk mineral dolgusunun ilave edilmesinin hammaddenin elastisite modülü üzerine arttırıcı etki yaptığı gözlenmiştir.

Kopma gerilmesi, kopma uzması ve akma uzmasında katkısız hammaddeye göre düşüş görülmüştür. Akma gerilmesinde ise küçük tane boyutlu talk katkılı numunelerde katkı oranının artışına bağlı değişim görülmemiştir. Büyük tane boyutlu talk mineral katkısında ise % 10'luk bir düşüş görülmüştür. Küçük tane boyutunda ve hacimsel katkılı olanlarda büyük tane boyutuna ve yüksek hacimsel katkılılara göre daha az bir düşüş gözlemlenmiştir. Bu durum yüksek oranda mineral dolgu yüklenmesine bağlı olarak topaklaşmaların oluşması ve hammadde ile dolgu arasındaki etkileşimin azalmasına bağlanabilir. (Pukanszky, 2004)

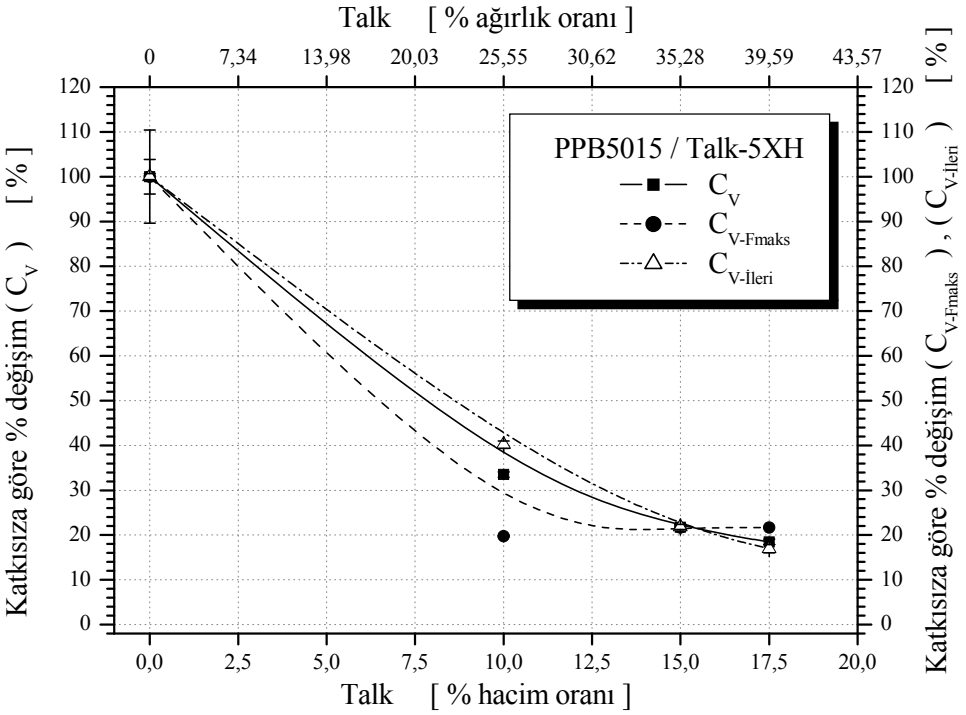
4.2. Charpy Çentik Darbe Deneyleri

Enstrümante edilmiş Charpy darbe deneyi sonrası kırılma şekilleri ve kırılma yüzeylerinin makro ölçekli resimleri karşılaştırmalı olarak EK: B-1 ve EK: B-2 içerisinde gösterilmekte olup çekme deneyi sonuçlarından elde edilmiş veriler doğrultusunda yapılan enstrümante edilmiş Charpy çentik darbe deneyleri sonuçları ile elde edilen grafikler aşağıda sırası ile verilmiştir.

4.2.1. Charpy darbe özelliklerine mineral madde miktarının etkisi

Ticari kodu PPB5015 olan polipropilen blok kopolimerin (PPB) farklı hacim oranlarında ortalama partikül boyutu 13 μm ve ticari ismi Talk 5XH olan talk

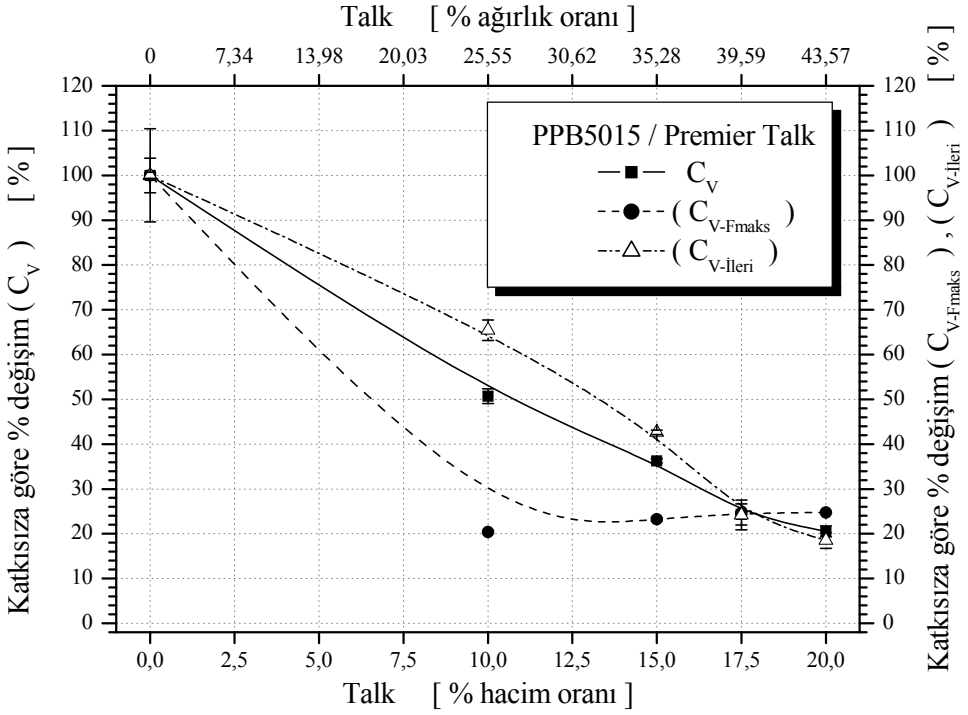
mineral dolgusuna bağlı olarak Charpy darbe özelliklerinin değişimi Şekil 4.7'de verilmiştir.



Şekil 4.7 Katkısız PPB'ne göre Talk5XH mineralinin Charpy darbe özelliklerine etkisi

Şekil 4.7'de PPB'nin farklı hacim oranlarında ortalama partikül boyutu 13 μm ve ticari ismi Talk5XH olan talk mineral dolgusuna bağlı olarak; Çentik darbe mukavemetinin (C_v) artan hacimsel katkı oranına bağlı %80'lere varan düşüşü göze çarpmaktadır. Çatlak Başlatma $(C_v)_{Fmaks}$ ve çatlak ilerletme $(C_v)_{iler}$ enerjilerinde de, literatürde geçen katkı oranı (ağırlıkça %1-%4) miktarına (Almeida 2007) göre çok yüksek olmasından dolayı artan takviye oranı ile düşüş miktarları Cv ile benzerlik göstermektedir.

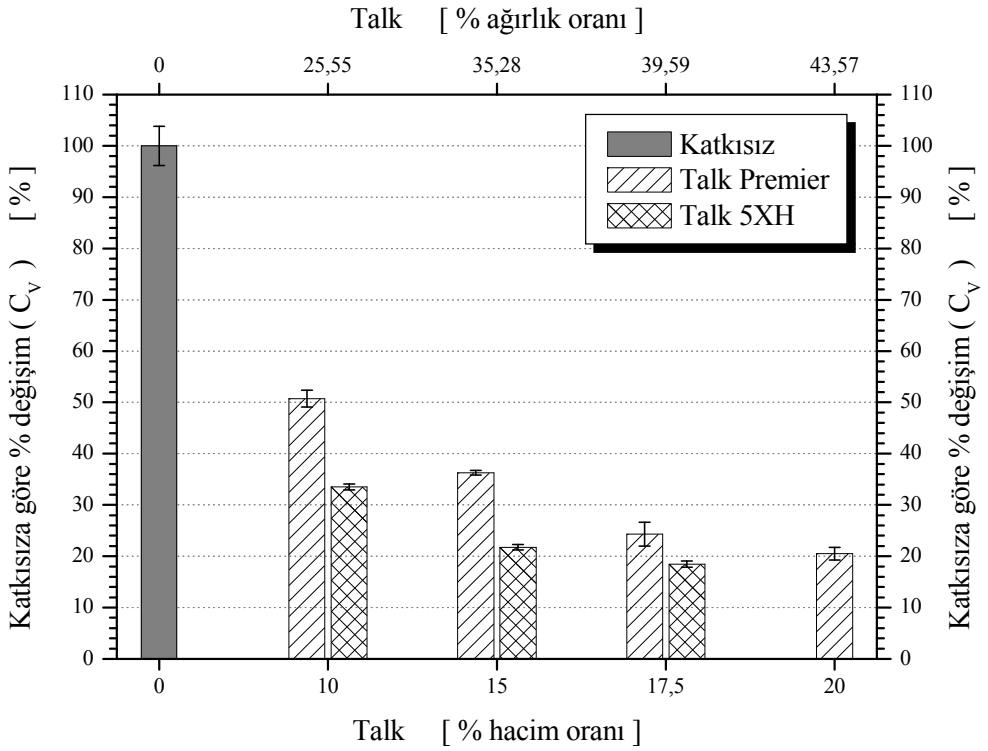
Şekil 4.8'de PPB'nin farklı hacim oranlarında ortalama partikül boyutu 5,5 μm ve ticari ismi PremierTalk olan talk mineral dolgusuna bağlı olarak; Çentik darbe mukavemetinin (C_v) artan hacimsel katkı oranına bağlı %80'lere varan düşüşü göze çarpmaktadır. Çatlak Başlatma $(C_v)_{Fmaks}$ ve çatlak ilerletme $(C_v)_{iler}$ enerjilerinde de, literatürde geçen katkı oranı (ağırlıkça %1-%4) miktarına (Almeida 2007) göre çok yüksek olmasından dolayı artan takviye oranı ile düşüş miktarları Cv ile benzerlik göstermektedir.



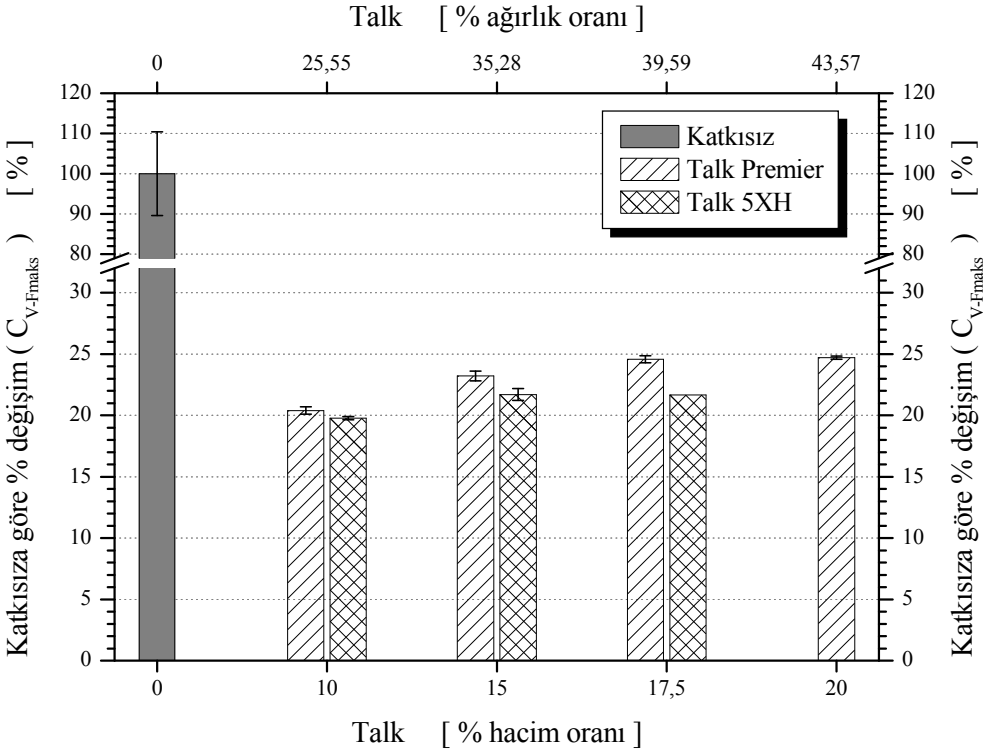
Şekil 4.8 Katkısız PPB'e göre PremierTalk mineralinin Charpy darbe özelliklerine etkisi.

4.2.2. Charpy çentik darbe özelliklerine mineral madde tane boyunun etkisi

Şekil 4.9'da PPB5015 ile Premier Talk ve Talk5XH talk minerallerinin farklı hacim oranlarında katkılandırılması ile hazırlanan karışımlardan elde edilen numunelerin çentik darbe dayanımlarının önceki yapılan yorumlara benzer şekilde artan dolgu oranına bağlı olarak katkısız malzemeye göre düşüş gösterdiği görülmektedir. Mineral tane boyutu açısından değerlendirme yapıldığında ise küçük tane boyutu ihtiva eden numunelerin darbe dayanımları büyük tane boyutluya göre daha iyi olduğu, tane boyutu küçüldükçe Charpy çentik darbe mukavemetindeki azalmanın daha az olduğu gözlemlenmiştir.



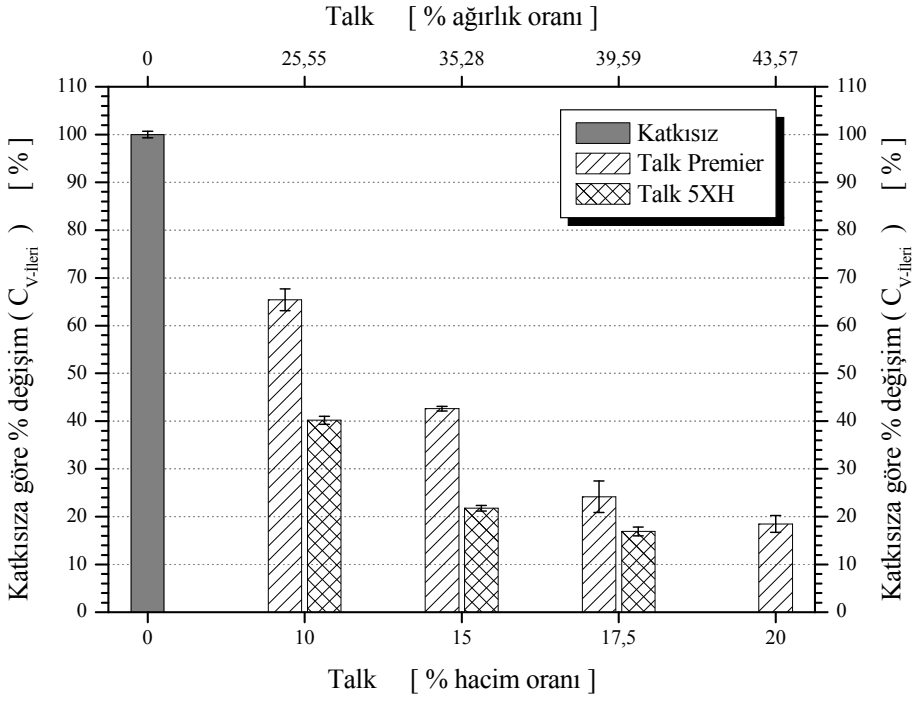
Şekil 4.9 Charpy çentik darbe dayanımlarının Talk türüne ve katkı oranına bağlı (C_v) değişimi.



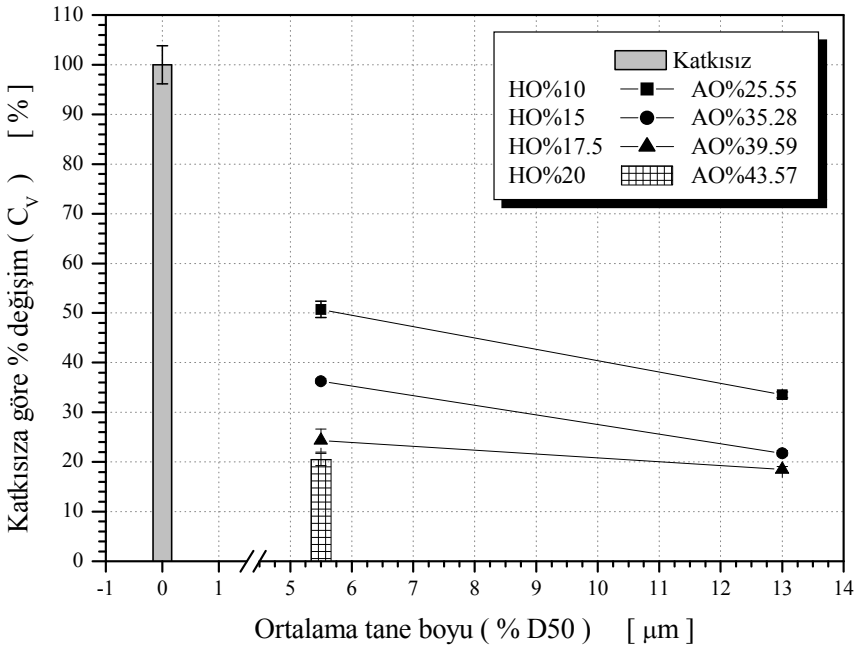
Şekil 4.10 Talk ilavesine ve türüne bağlı olarak numunelerin Charpy çatlak başlatma enerjilerinin ($C_v)_{Fmaks}$ değişimi.

Şekil 4.10'da talk boyuna ve katkı oranına göre $(C_v)_{Fmaks}$'ın değişiminin yaklaşık %2 - %4 olduğu görülmüştür. Hacimsel katkı oranın %10 olması durumunda talk mineralinin boyunun $(C_v)_{Fmaks}$ üzerinde bir etkisi olmadığı sonucuna varılmıştır. Talk katkı oranı arttığında ise talk türüne göre değişimin başlamasının yanı sıra $(C_v)_{Fmaks}$ %5'lik yükselme göstermektedir.

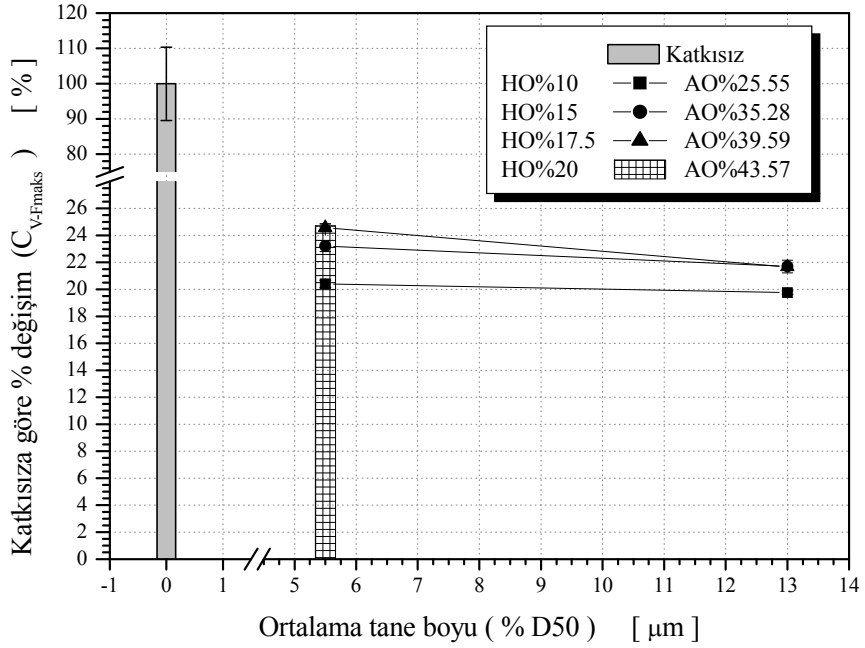
Şekil 4.11'de talk boyunun ve katkı oranına göre çatlak ilerletme enerjisi $(C_v)_{iler}$'nin değişimi görülmektedir. Talk tane boyunun $(C_v)_{iler}$ üzerinde önemli etkisinin bulunduğu elde edilen neticeden fark edilmiştir. Hacimsel %10'luk katklandırmada talk tane boyuna bağlı olarak $(C_v)_{iler}$ %40'lık bir azalma göstermektedir. Bu azalma talk katkılandırma oranının %15 olması durumunda yarı yarıya azaldığı ve %20 olduğu görülmüştür. Şekil 4.12, 4.13 ve 4.14 (C_v), $(C_v)_{Fmaks}$ ve $(C_v)_{iler}$ değerlerinin talk tane boyutuna göre değişimlerinin daha net görülebilmesi adına farklı şekilde grafikleştirilmiştir.



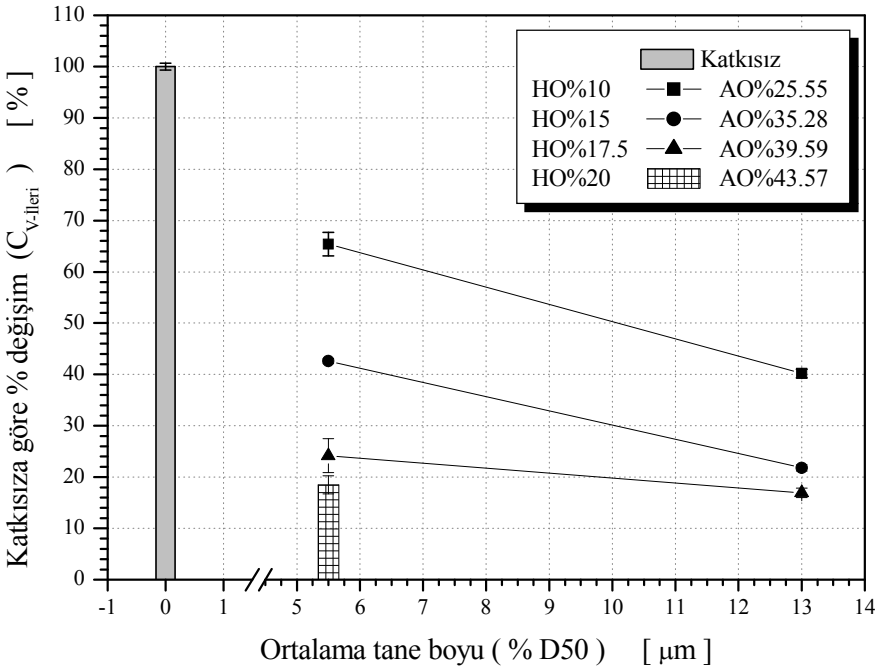
Şekil 4.11 Talk ilavesine ve türüne bağlı olarak numunelerin Charpy çatlak ilerletme enerjilerinin (Cv_{ileri}) değişimi



Şekil 4.12 Katkısız PPB'ye göre Charpy Çentik darbe mukavemetinin (Cv) tane boyutuna bağlı değişimi.



Şekil 4.13 Katkısız PPB'ye göre Charpy Maksimum çatlak başlatma enerjisi ($(C_v)F_{maks}$) değişimi.



Şekil 4.14 Katkısız PPB'ye ve mineral tane boyutuna göre Charpy Çatlak ilerletme enerjisi (C_{vileri}) değişimi.

4.2.3. Charpy darbe deneyleri sonuçları genel yorumu

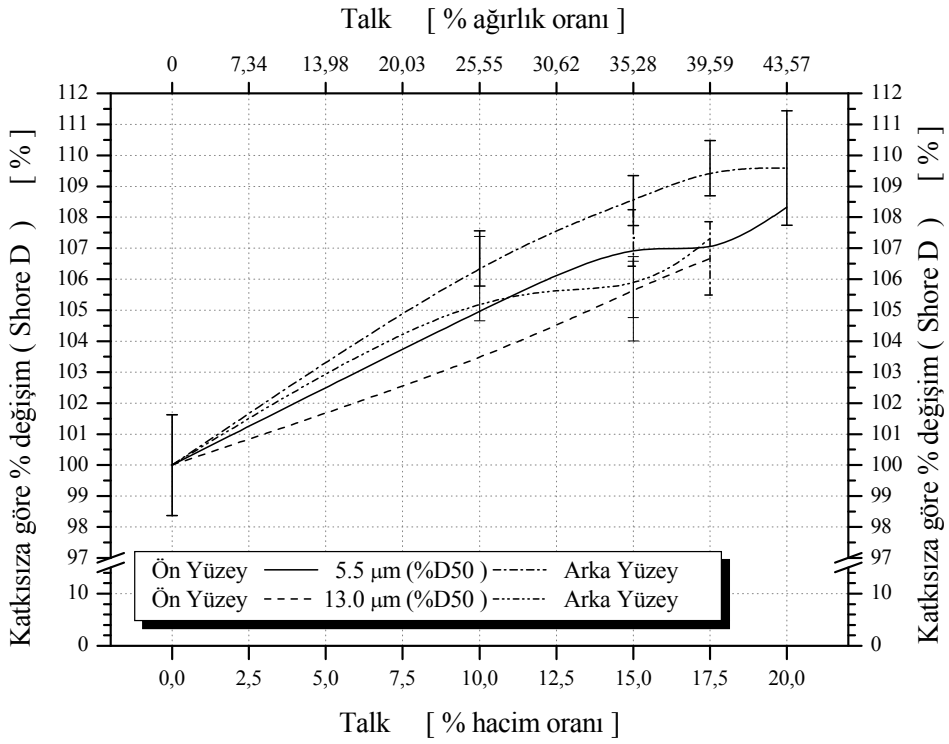
Yapılan enstrümente edilmiş Charpy çentik darbe deneylerinde hammadde içerisine talk dolgusunun ilave edilmesinin katkısız malzemeye göre artan dolgu oranına bağlı olarak darbe dayanımını düşürdüğü tespit edilmiştir. Bu durum literatürde incelenmiş eserlerde de geçmektedir (Zuiderduin ve diğ. 2003, Marisa ve diğ. 2005). Artan talk mineral dolgu içeriğine bağlı olarak malzemenin gevrekleşmesi, malzeme içerisindeki dolgu dağılımın homojen olarak sağlanamaması, topaklaşmaların artması, hammadde ile dolgu etkileşiminin az olması gibi sebepler bu duruma neden olarak gösterilebilir.

Tane boyutu açısından değerlendirme yapıldığında, tane boyunun küçülmesi ile darbe dayanımı özelliklerinin iyileştiği gözlenmektedir.

.

4.3. Shore D Sertlik Özelliklerine Mineral Miktarının ve Boyunun Etkisi

%10, %15, %17,5 ve %20 hacim oranlarında ve farklı tane boyunda talk katkılandırılmış, enjeksiyon kalıplama yöntemiyle elde edilen çekme numuneleri üzerinden alınan sertlik ölçüm değerlerinin katkısız PPB'ye göre % olarak değişen değerleri Şekil 4.15'de grafikleştirilmiştir.

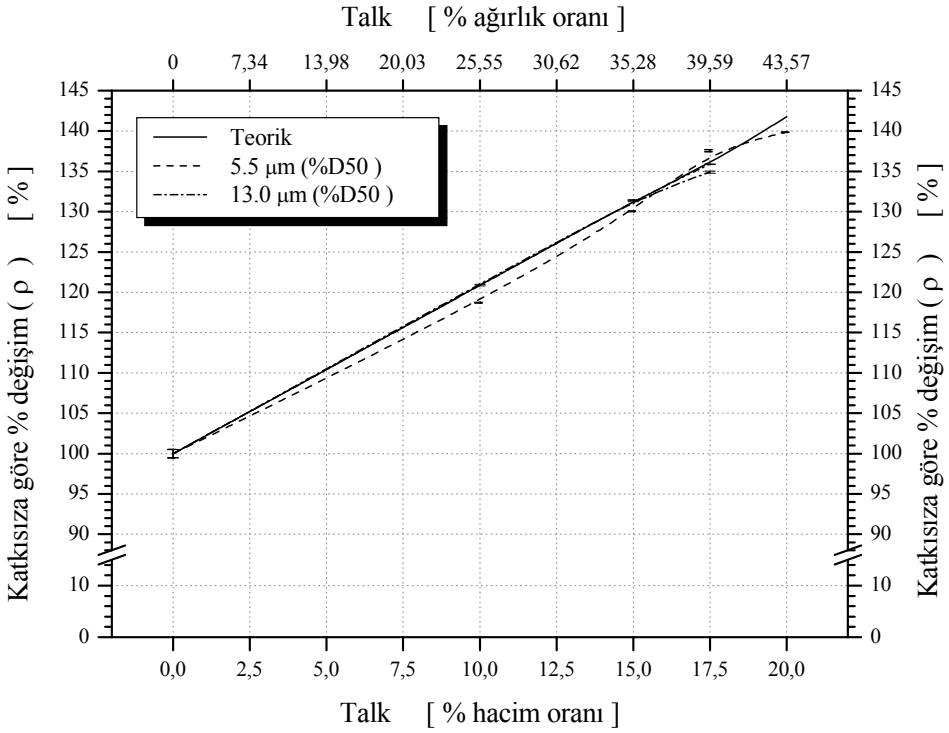


Şekil 4.15 Enjeksiyon kalıplama ile üretilen numuneler üzerinde ölçülen Shore D sertlik değerlerinin talk oranına bağlı olarak değişimi.

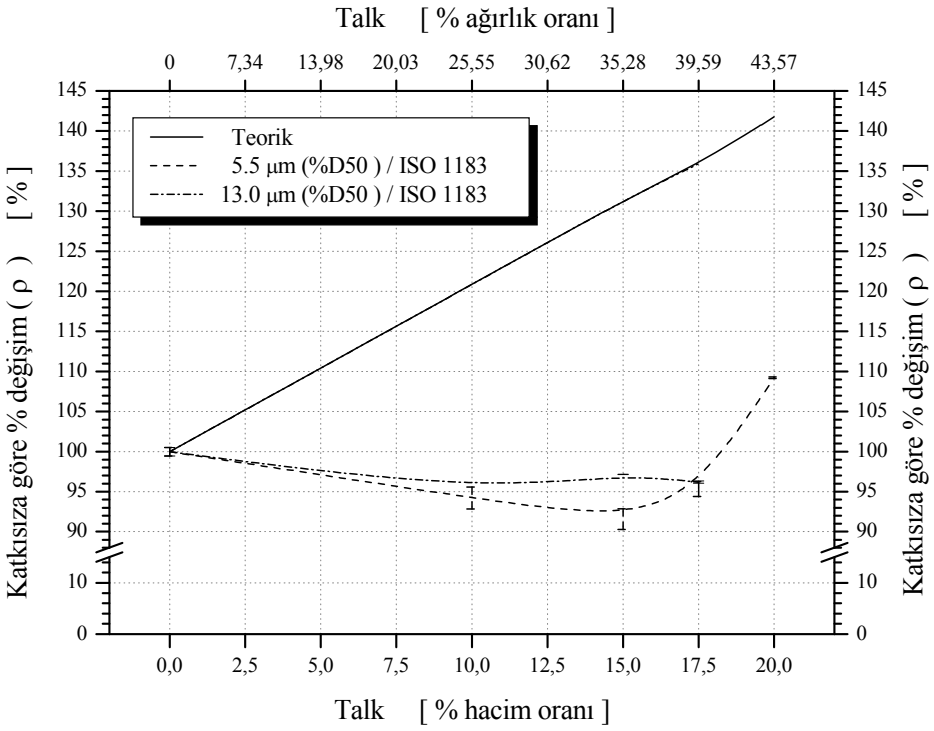
Yapılan sertlik ölçümleri değerleri ile elde edilen Şekil 4.15'deki grafikten de görüleceği üzere artan hacimce dolgu oranına bağlı olarak, çekme deneylerindeki elastisite modüllerinin dolayısıyla rijitliğin artmasına paralel bir şekilde, malzeme sertliğinin de Şekil 4.15'den ayrıca talk dolgu maddesinin ağırlıkça yüzde 25,55 ve üzerindeki miktarlarında tane boyunun sertlik değerine etkisinin olmadığı görülmüştür.

4.4. Yoğunluk Özelliklerine Mineral Miktarının ve Tane Boyunun Etkisi

Yapılan yoğunluk deneylerinde elde edilen sonuçlara göre farklı yüzde hacim oranlarında ve tane boylarında talk takviyeli malzemenin enjeksiyon kalıplama ve ekstrüzyon yöntemiyle elde edilmiş numunelerinin teorik yoğunlukları ile karşılaştırmalı olarak sırasıyla Şekil 4.16 ve Şekil 4.17'de verilmiştir.



Şekil 4.16 Enjeksiyonla üretilmiş PPB malzemenin yoğunluğunun talk hacim oranına göre değişimi.



Şekil 4.17 Ekstrüzyonla üretilmiş borudan PPB malzemenin yoğunluğunun talk hacim oranına göre değişimi.

Şekil 4.16 incelendiğinde görüleceği üzere katkı ilavesiyle birlikte malzemenin deneysel yoğunluk değerinin teorik değeriyle benzer bir şekilde arttığı görülebilmektedir. Farklı partikül boyutlarındaki minerallerin PPB ile karışımlarından elde edilen enjeksiyon numunelerinden alınan örneklerin yoğunlukları arasında da belirgin değişim görülmediği tespit edilmiştir. Ancak yoğunluk deneyleri esnasında yapılan titiz çalışmalara ve gözlemlere rağmen oluşmuş olabilen deney hataları dikkate alınmadığı durumda, büyük tane boylu talk takviyeli malzemelerin deneysel yoğunlukları, küçük tane boylu talk takviyeli malzemelerinkine göre teorik yoğunluk değerlerine çok daha yakın (aynı) çıkmaktadır. Bu sonuç incelenen eserlerde bahsi geçen, tane boyu küçüldükçe malzeme içinde topaklaşmaların arttığını ifade eden çalışmalarla örtüşmektedir.

Şekil 4.17'de ekstrüzyon ile üretilmiş yani hidrostatik iç basınç deneyi uygulanacak borular üzerinden alınan yoğunluk numunelerinin deneysel yoğunluk değerleri bilinen teori ve literatürdeki çalışamalara göre aykırı çıkarak artan talk takviyesine rağmen azalmıştır. EKC-5'de boruların makro kesit resimlerinden görüleceği üzere yapı içerisinde boşluklar (gözenekler) mevcuttur. Bu gözenekli yapı nedeniyle

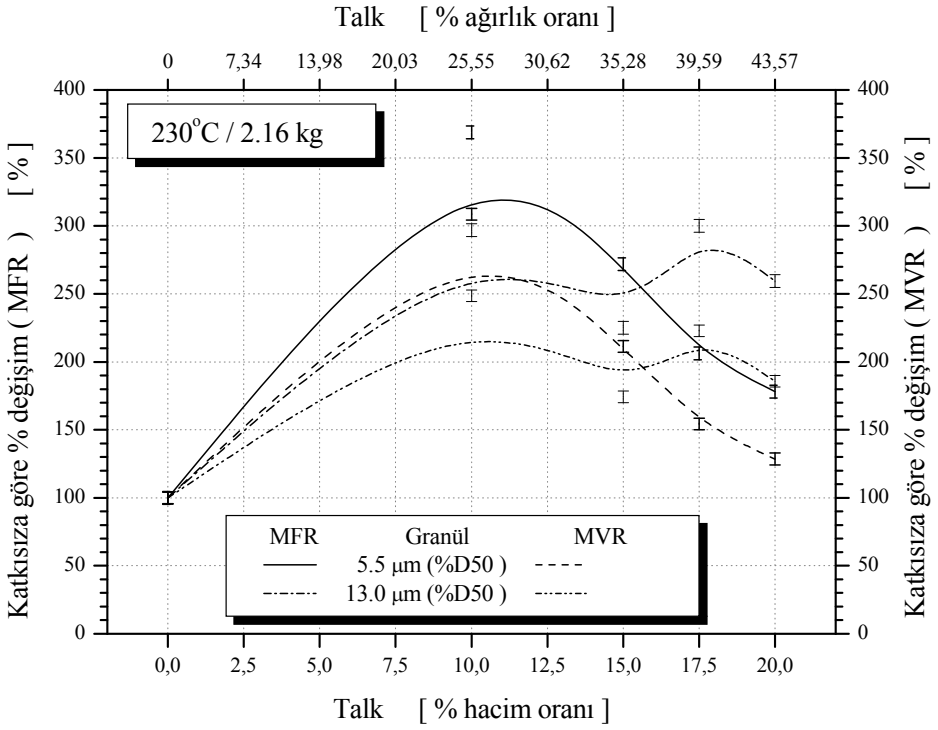
kısmen hacimce yüzde 20 talk takviyeli borular su havuzunda batmamaktadır diğer bir ifade ile su yüzeyinde kalmaktadır (yüzmektedir).

Yoğunluk deneylerinden elde edilen verilerin ışığında ve EKC-6 ve EKC-7'deki makro resimlerden referansla; talk katkılı boruların ekstrüzyon ile üretiminde etkili çekme kuvvetleri partikül ve reçine arası bağların diğer üretim yöntemlerine göre (enjeksiyon kalıplama, ısıyla şekillendirme), zayıflamasına ve hava boşluklarının oluşmasına sebep olmuştur. Bu tezde daha detaylı inceleme ve kesin yargıya varılabilme adına, TS EN 12118 no.lu standartta belirtilen uygun nem ölçümü yapılabilecek teçhizatla ölçümlerin yapılması ve SEM resimlerinin çekilmesi durumunda çok daha net açıklanmasına olanak sağlayacaktır. Nitekim piyasada bu gözenekli içyapının oluşmuş olması öncelikli olarak talk mineralinin içerisinde ihtiva eden nem oranına bağlanmaktadır. Ancak bu olgu hammaddelerin üretimi esnasında da bilindiği için, granüllerin harmanlanması işleminden sonra harmanlar 80°C'de kurutma fırınlarından geçirilerek nemin üretimdeki olumsuz etkisinin önüne geçilmeye çalışılmıştır.

4.5. Erime Akış Hızına (EAH) Mineral Madde Miktarının ve Boyunun Etkisi

Üretim ve şekillendirme parametrelerinin tespit edilebilmesi için granül haldeki naturel ve talk takviyeli hammaddeler Erime akış hızı (EAH) deneyine tabi tutulmuşlardır. Deney sonucunda çıkan numunelerin yüzeylerinin incelenmesi ile optimum (gerçek) üretim ve şekillendirme koşulları öngörülmek istenmiştir. Bu saptama ile, enjeksiyon kalıplama yöntemiyle üretici verileri dikkate alınarak hem farklı tabe boylu hemde farklı yüzde hacim oranlarındaki talk takviyeli PP-B yarı mamülün (eriyiğin) kalıp boşluğuna basılması (doldurulması) sırasında üzerinde çekme kuvvetleri etkisi bulunmamaktadır. Oysa ekstrüzyon yöntemiyle boru üretimi sırasında yarı mamülün (eriyiğin) üzerinde etkili olan çekme kuvvetleri oluşmaktadır. Bu nedenle EAH deneyinden elde edilen veriler ile üretim parametrelerinin (sıcaklık, yük) değiştirilecek en uygun (pürüzsüz) yüzeyli boruların ve dolayısıyla da hem daha ekonomik hem de fiziksel ve mekanik özellikleri iyileştirilmiş boruların elde edilmesi mümkün olabilmektedir. Bundan başka bu sayede de verilerin modellenebilirliği artmaktadır. (J.Z.Liang, 2008)

Üretici verilerine göre 2,16 kg yük ve 230°C sıcaklıkta yapılan EAH deneyleri sonuçlarına göre elde edilen EAH değerleri Şekil 4.18'de grafikleştirilmiştir. Diğer taraftan talk takviyeli granül hammaddelerin en uygun üretim ve şekillendirme parametrelerinin tespiti için farklı sıcaklık ve yükler de yapılan EAH deneyleri sonucu elde edilen numunelerin yüzey pürüzlüğü dikkate alınarak oluşturulan veriler Tablo 4.1'de bir araya getirilmiştir.



Şekil 4.18 Mineral dolgu oranına göre hammaddelerin EAH

Şekil 4.18'den naturel PPB'e ilave edilen farklı oranlarda talk mineral dolgusunun % EAH değerlerinde artış olduğu görülmektedir.

Şekilden çıkarılabileceği gibi hammadde içerisindeki talk oranındaki artışa bağlı katkısız hammaddeye göre yoğunluğun artmasına paralel olarak EAH yüzde değerlerinin %10 H.O.'na kadar arttığı, Daha fazla dolgu yüklemesi yapıldığında ise eğrinin pik yaptığı ve yine katkısıza göre yüksek olmakla birlikte düşüş eğilimi içerisinde olduğu tespit edilmiştir. Mineral yükleme oranı arttığında bazı durumlarda başlangıçta % EAH değerlerinin artması daha sonra artan talk dolgu içeriğine bağlı olarak düşüş eğilimi içerisinde olması; E. Ferrage, F. Martin ve arkadaşlarının belirttiği gibi talk mineral dolgusunun partikül partikül etkileşimlerinin artması

dolayısı ile malzemenin viskozitesini düşürmesine bağlanabilir. (E. Ferrage, F. Martin, 2002) Netice itibariyle EAH değerinin artış eğiliminde olması üretimi kolaylaştırmasını sağlamakta ve önemli üretim parametrelerinden biri olan sıcaklığı düşürmeyi mümkün kılmaktadır.

Tablo 4.1'den alınabileceği gibi farklı sıcaklık ve yük değerlerinde yapılan EAH değerlerinin, EAH deneyi sonucunda elde edilen numunenin yüzey pürüzlülüğünü göstermektedir. Ekstrüzyon yöntemiyle boru üretimi sırasında çok farklı varyasyonlar denenmiş olmasına karşılık, Bölüm 3. Tablo 3.11'de verilen boru üretim parametreleri de hatırlanacak olursa boruların ekstrüzyonunda yaklaşık 200°C ve 170 bar değerleri kullanılabilmiştir.

4.6.TMA (Termomekanik Analiz) Deneyleri

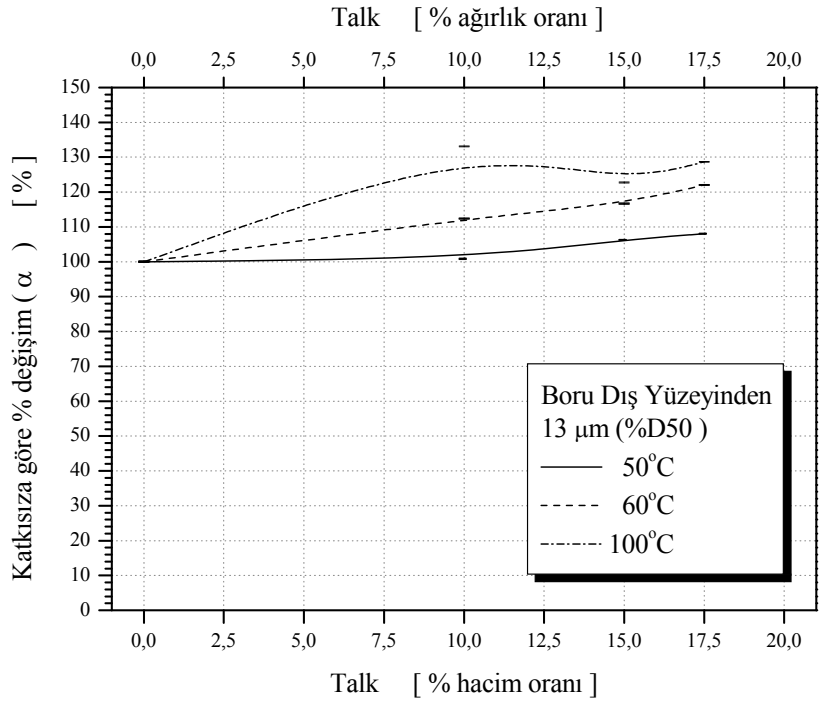
Ekstrüzyon yöntemiyle üretilmiş borunun iç ve dış yüzeyinden ve enjeksiyon kalıplama yöntemiyle basılmış çekme numunesi üzerinden, enjeksiyon ve ekstrüzyon doğrultusunda alınan numunelere TMA deneyleri uygulanmış ve sonuçlar grafikler halinde aşağıda verilmiştir.

4.6.1. Termal genleşme katsayısına talk mineralinin etkisi

Şekil 4.19 ve 4.20'de ekstrüzyonla üretilmiş borunun iç ve dış yüzeylerinin termal genleşme katsayısı (α) talk maddesi miktarının artmasıyla artan sıcaklıkla artmaktadır. Büyük tane boyunda hacim oranı arttıkça termal genleşme katsayısında artış görülmektedir. Ancak küçük tane boyutları için belirgin ve düzenli bir değişiklik tespit edilememektedir.

Tablo 4.1 MFI deneylerinden elde edilen MFR ve MVR değerleri.

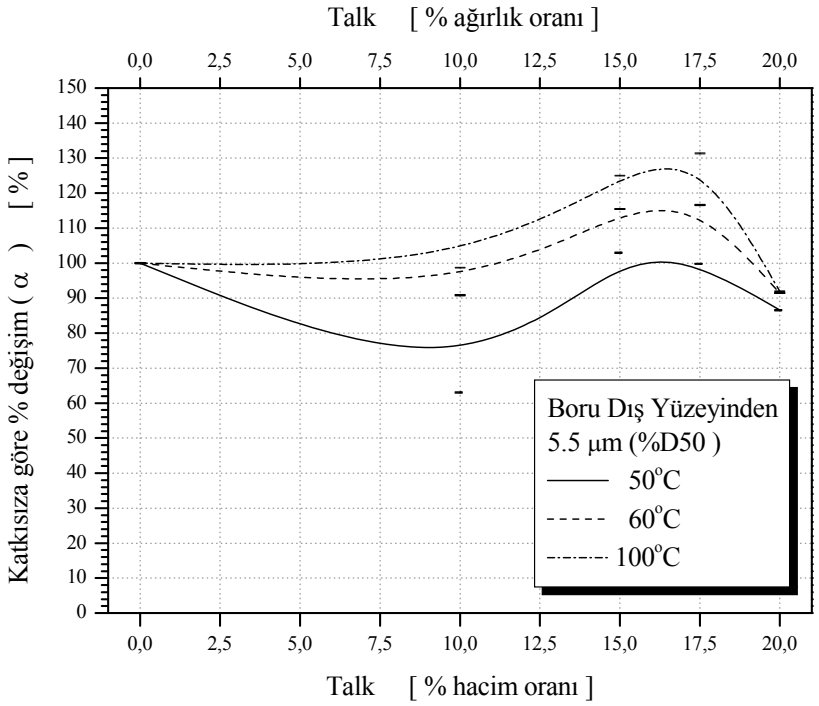
Sıcaklık (°C)	Yük (kg)	Yoğunluk (g/cm³)	Talk ort. tane boyutu (µm)	Katkı oranı (% hacim)	MFR (g/10dk)	MVR (cm³/10dk)	Yüzey Pürüzlülüğü
250	**2,16**	0,9	-	**0**	0,52	0,58	**Pürüzsüz**
		1,088	13µm	**10**	1,44	1,32	*Pürüzlü*
		1,182	13µm	**15**	1,40	1,18	*Pürüzlü*
		1,223	13µm	**17,5**	1,40	1,15	*Pürüzlü*
		1,088	5,5µm	**10**	1,51	1,39	*Pürüzlü*
		1,182	5,5µm	**15**	1,32	1,11	*Pürüzlü*
		1,223	5,5µm	**17,5**	1,39	1,14	*Pürüzlü*
		1,276	5,5µm	**20**	1,22	0,96	*Pürüzlü*
230	**2,16**	0,9	-	**0**	0,32	0,36	**Pürüzsüz**
		1,088	13µm	**10**	0,95	0,87	*Pürüzlü*
		1,182	13µm	**15**	0,72	0,61	*Pürüzlü*
		1,223	13µm	**17,5**	0,96	0,78	*Pürüzlü*
		1,088	5,5µm	**10**	1,18	1,08	*Pürüzlü*
		1,182	5,5µm	**15**	0,87	0,73	*Pürüzlü*
		1,223	5,5µm	**17,5**	0,66	0,54	*Pürüzlü*
		1,276	5,5µm	**20**	0,57	0,45	*Pürüzlü*
230	**5**	0,9	-	**0**	1,85	2,06	**Pürüzsüz**
		1,088	13µm	**10**	3,93	3,61	*Pürüzlü*
		1,182	13µm	**15**	3,58	3,03	*Pürüzlü*
		1,223	13µm	**17,5**	3,78	3,09	*Pürüzlü*
		1,088	5,5µm	**10**	4,47	4,10	*Pürüzlü*
		1,182	5,5µm	**15**	3,70	3,13	*Pürüzlü*
		1,223	5,5µm	**17,5**	3,37	2,76	*Pürüzlü*
		1,276	5,5µm	**20**	3,39	2,65	*Pürüzlü*
180	**5**	0,9	-	**0**	0,62	0,69	**Pürüzsüz**
		1,088	13µm	**10**	1,24	1,14	*Pürüzlü*
		1,182	13µm	**15**	1,02	0,86	**Pürüzsüz**
		1,223	13µm	**17,5**	1,34	1,10	*Pürüzlü*
		1,088	5,5µm	**10**	1,26	1,16	*Pürüzlü*
		1,182	5,5µm	**15**	1,30	1,10	*Pürüzlü*
		1,223	5,5µm	**17,5**	1,09	0,89	*Pürüzlü*
		1,276	5,5µm	**20**	0,98	0,77	*Pürüzlü*
180	**10**	0,9	-	**0**	1,81	2,01	**Pürüzsüz**
		1,088	13µm	**10**	4,81	4,42	**Pürüzsüz**
		1,182	13µm	**15**	5,23	4,42	**Pürüzsüz**
		1,223	13µm	**17,5**	5,03	4,28	**Pürüzsüz**
		1,088	5,5µm	**10**	5,17	4,75	**Pürüzsüz**
		1,182	5,5µm	**15**	5,33	4,51	*Pürüzlü*
		1,223	5,5µm	**17,5**	4,45	3,64	*Pürüzlü*
		1,276	5,5µm	**20**	4,08	3,20	*Pürüzlü*
180	**21,6**	0,9	-	**0**	14,75	16,39	**Pürüzsüz**
		1,088	13µm	**10**	28,95	26,61	**Pürüzsüz**
		1,182	13µm	**15**	29,67	25,10	**Pürüzsüz**
		1,223	13µm	**17,5**	30,95	16,39	**Pürüzsüz**
		1,088	5,5µm	**10**	35,96	30,43	**Pürüzsüz**
		1,182	5,5µm	**15**	29,13	24,65	**Pürüzsüz**
		1,223	5,5µm	**17,5**	26,87	21,97	**Pürüzsüz**
		1,276	5,5µm	**20**	26,98	21,15	**Pürüzsüz**



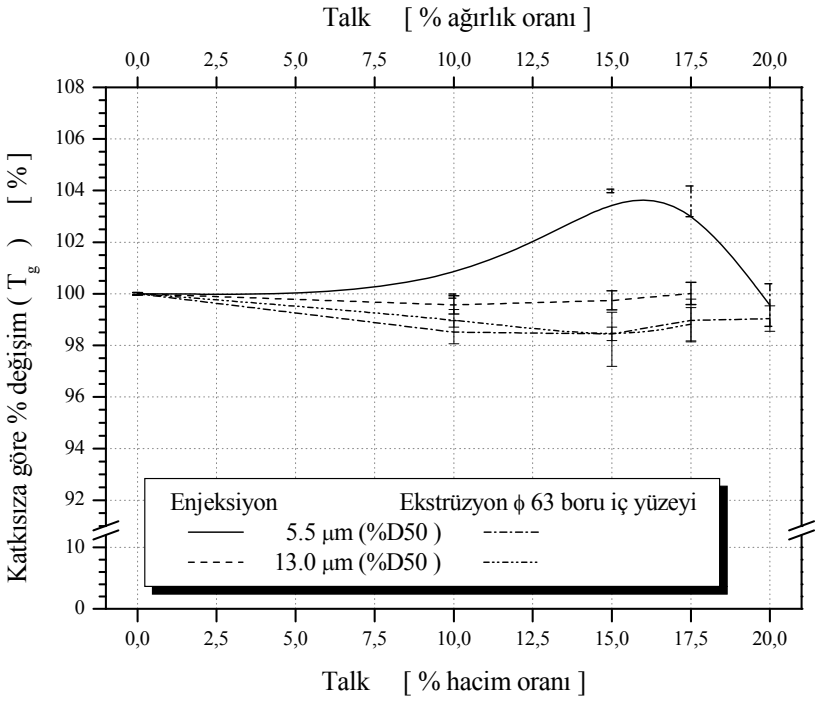
Şekil 4.19 Talk oranına bağlı olarak farklı sıcaklıklardaki termal genleşme katsayısının değişimi.(Talk5XH)

4.6.2. Camsı geçiş sıcaklığına talk mineralinin etkisi

Şekil 4.21'den üretim yöntemine göre aynı partikül boyutu için enjeksiyona nazaran ekstrüzyon yönteminde camsı geçiş sıcaklığında (Tg) düşüş görülmektedir. Ekstrüzyon yönteminde tane boyutunun ve dolgu oranının Tg'ye etkisi belirgin değildir. Enjeksiyon yönteminde ise; dolgu miktarına bağlı olarak, tane boyutu arttıkça Tg'de düşüş görülmektedir. Yine Şekil 4.21'de 63 mm dış çapındaki borunun camsı geçiş sıcaklığı eğrisindeki değişim, hammadde içerisinde artan talk oranına bağlı olarak homojen olmayan mineral dağılımı, meydana gelen topaklaşmalar, üretim kusurları gibi nedenlere bağlanabilir.



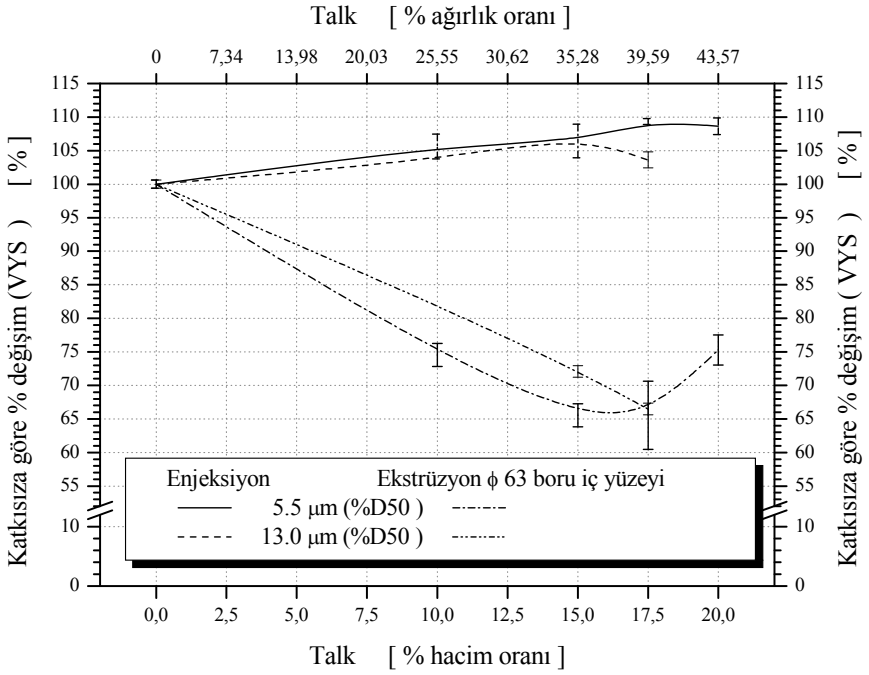
Şekil 4.20 Talk oranına bağlı olarak farklı sıcaklıklardaki termal genleşme katsayısının değişimi.(PremierTalk)



Şekil 4.21 Talk katkı oranına bağlı olarak camsı geçiş sıcaklığının (T_g) değişimi.

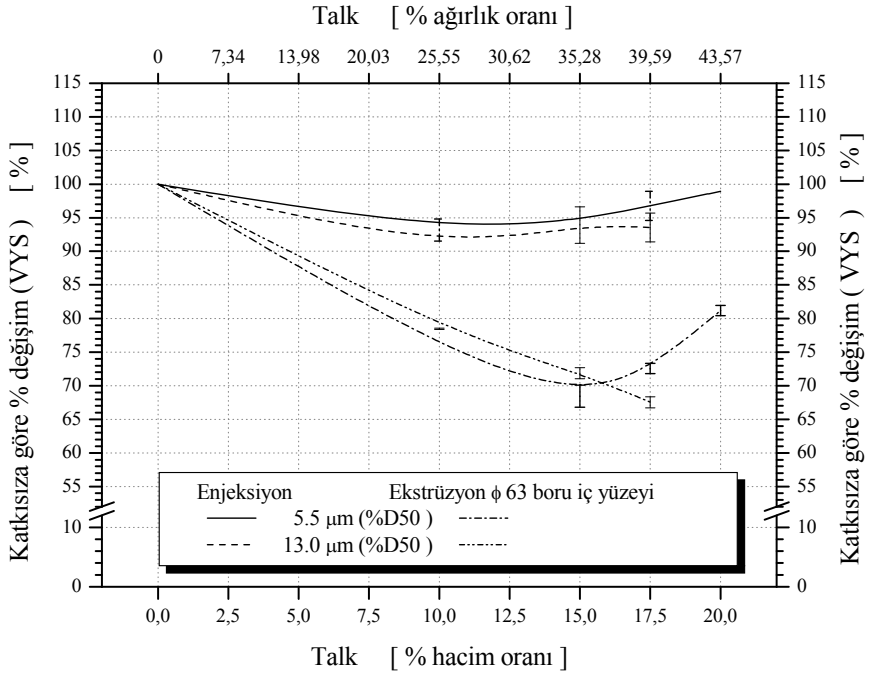
4.7. Vicat Yumuşama Sıcaklığına Talk Mineralinin Etkisi

Ekstrüzyon yöntemiyle üretilmiş borunun iç yüzeyinden ve enjeksiyon kalıplama yöntemiyle basılmış çekme numunesi üzerinden, enjeksiyon ve ekstrüzyon doğrultusunda alınan numunelere Vicat yumuşama sıcaklığı (VYS) tayini deneyleri uygulanmış ve sonuçlar malzemelerin depolanma sürelerine bağlı ve üretim yöntemine göre kıyaslanabilir olarak Şekil 4.22 ve Şekil 4.23'de grafikleştirilmiştir. Üretimden bir kaç hafta sonra enjeksiyonla üretilmiş numunelerden ve ekstrüzyonla üretilmiş borulardan alınan numunelerin üzerinde yapılan deneyler neticesinde yumuşama sıcaklıklarının üretim yöntemine göre değişiklik gösterdiği dikkat çekmektedir. Enjeksiyonla elde edilmiş numunelerde yaklaşık %10 artış gözlenmiş olmasının yanı sıra, ilgili deney standardına göre ekstrüzyonla üretilmiş boruların iç yüzeylerinden alınan numunelerde yaklaşık %30'luk bir düşüş görülmektedir. Ancak üretimin ardından uzun süre geçmesinden sonra tekrarlanan deneylerde ise enjeksiyonla üretimde değişikliğin fark edilebilir olmadığı, ekstrüzyon numunelerinde ise artma olduğu görülmektedir.



Şekil 4.22 Talk katkısının Vicat yumuşama sıcaklığının değişimi, üretimden 3 hafta sonra.

Şekiller 4.23 ve 4.24 birlikte değerlendirildiğinde vicat yumuşama sıcaklığının zamanla değişimini kristalleşmenin zaman içerisinde devam ederek beta fazı yoğunluğunun artarak sabitlendiği olgusuyla açıklanabilir. (Alonso, 1996, Albano, 2003)



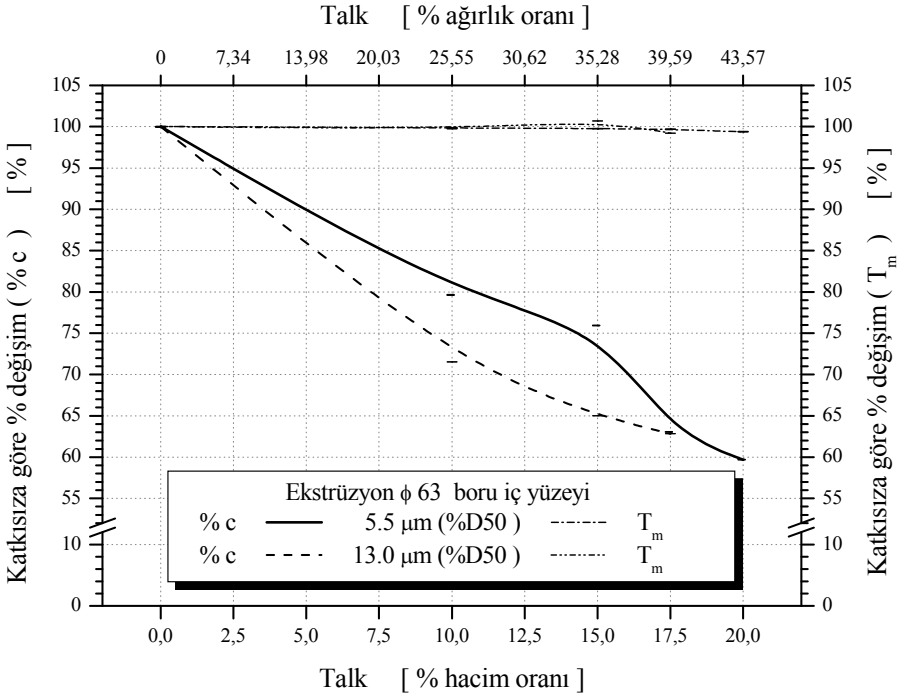
Şekil 4.23 Talk katkısının Vicat yumuşama sıcaklığının değişimi, üretimden 12 ay sonra.

4.8. DSC Deneyleri

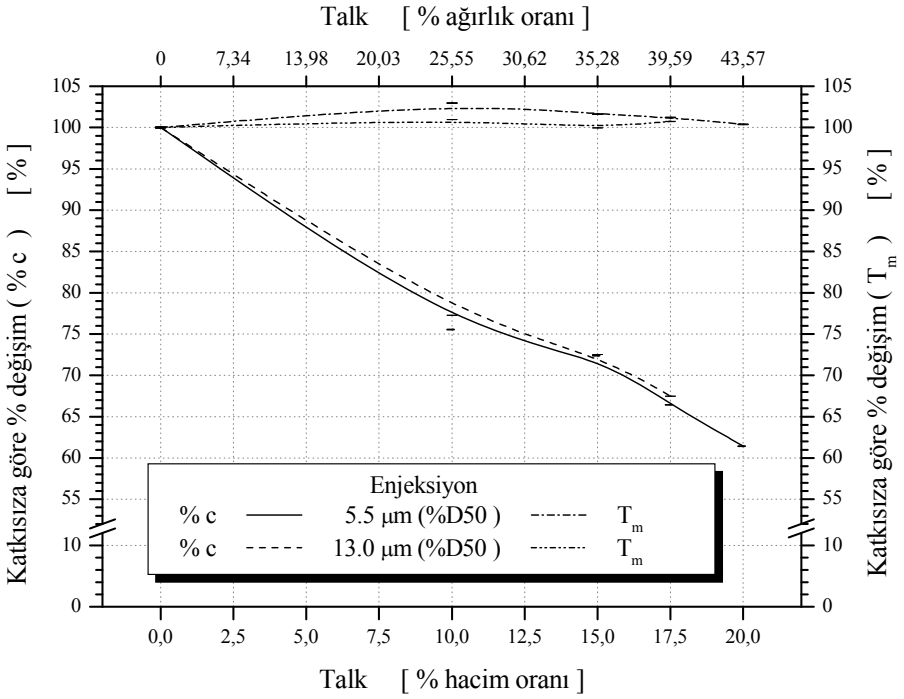
Ekstrüzyon yöntemiyle üretilmiş borunun iç yüzeyinden ve enjeksiyon kalıplama yöntemiyle basılmış çekme numunesi üzerinden alınan numunelere diferansiyel tarama kalorimetre (DSC) deneyleri uygulanmış ve sonuçlar üretim yöntemine göre sırasıyla Şekil 4.24 ve Şekil 4.25'de grafikleştirilmiştir. Şekiller 4.24 ve 4.25 birlikte değerlendirildiğinde her iki üretim yöntemindeki başlangıç malzemesine göre hem kristalin erime sıcaklığının (T_m) hemde yüzde kristalleşme derecesinin (%c) artan talk takviyesine bağlı olarak benzer değişimler gösterdiği görülebilmektedir.

Diğer taraftan artan talk miktarı ile enjeksiyon yöntemiyle üretilen malzemelerin yüzde kristalleşme derecesine (%c) mineral dolgu maddesinin tane boyunun etkisinin olmadığı buna karşın ekstrüzyon yöntemiyle üretilen borunun iç yüzeyinin

yüzde kristalleşme derecesine (%c) ise tane boyunun etkisinin olduğu da tespit edilebilmektedir.



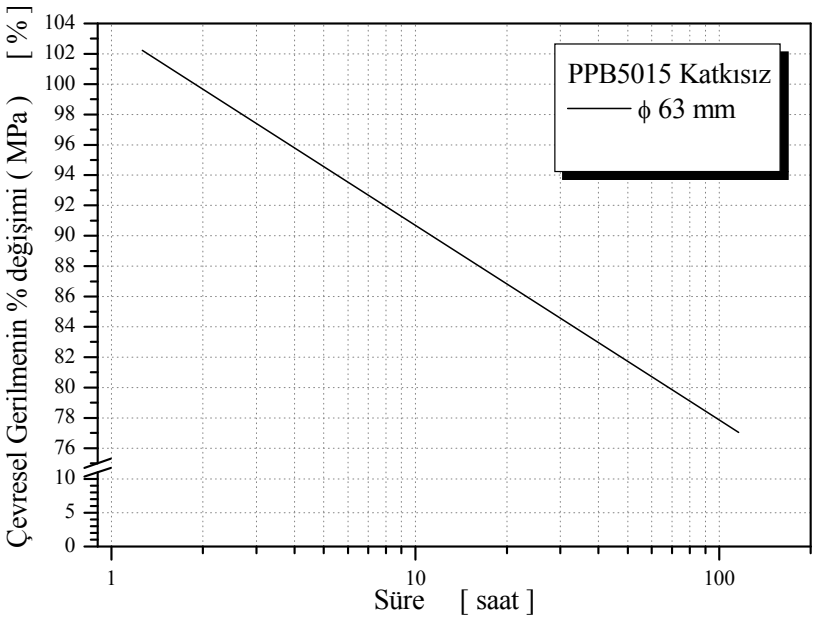
Şekil 4.24 Ekstrüzyonla üretilmiş borunun iç yüzeyindeki kristalleşme derecesinin ve kristalin erime sıcaklığının talk dolgu miktarına bağlı değişimi.



Şekil 4.25 Enjeksiyonla üretilmiş numunelerin kristalleşme derecesinin ve kristalin erime sıcaklığının talk dolgu miktarına bağlı değişimi.

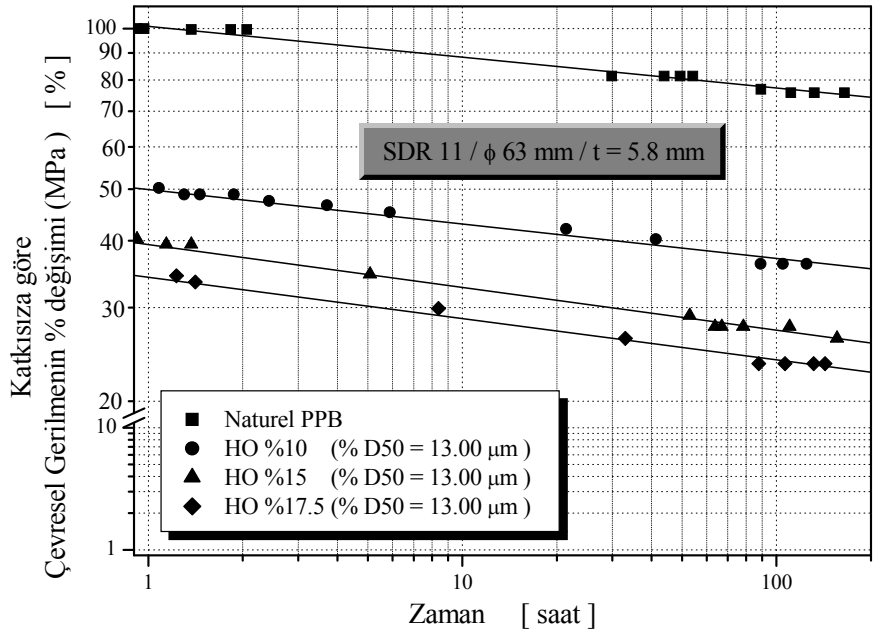
4.9. İç Basınç Deneyleri

Önceki başlıklarda (bölümlerde) PP-B hammaddesinin talk mineral dolgusu ile katkılandırılmasında fiziksel ve mekanik özellikler açısından literatürdeki çalışmalarla paralel olarak belirli hacim oranlarında daha iyi sonuçlar elde edildiği göz önünde bulundurularak bu hammadde karışımlarından üretilen borulara iç basınç testleri uygulanmış ve deney sonuçlarına göre oluşturulan grafikler aşağıda verilmiştir.



Şekil 4.26 Katkısız Ø63mm borunun 20 ^{o}C sıcaklıktaki regrasyon eğrisi

Yapılan hidrostatik iç basınç deneylerinden elde edilen sonuçlara göre çizilmiş olan regrasyon eğrilerinin ortak olarak değerlendirilmesinden, test edilen borularda katkı oranına bağlı olarak uygulanan çevresel gerilmelerin dolayısı ile test basınçlarının düştüğü tespit edilmiştir. Şekil 4.26'deki katkısız borunun çevresel gerilme-zaman eğrisi baz alınarak oluşturulan, şekil 4.27'deki grafiklerde ise hacimce %10, %15 ve %17,5 talk mineral dolgu oranında katkılandırılmış Ø 63 mm çapındaki PP-B esaslı borulara uygulanan çevresel gerilmeye bağlı olarak uygulanan basıncın artan dolgu hacim oranına bağlı olarak katkısız borulara göre düşüş gösterdiği görülmektedir.



Şekil 4.27 5XHTalk ilaveli borularda çevresel gerilmenin % değişimi.

Artan yoğunluk ve erime akış indeksine bağlı olarak akıcılığının yüksek olması ve günümüz ekstrüzyon ile boru üretimi teknolojileriyle üretiminin zor olması sebebi ile hacimce % 20 oranda mineral içeren boruların oldukça pürüzlü olan yüzeyleri ve bu yüzeylerde meydana gelen topaklaşmalar EK-C'deki resimlerde görülmektedir. Boruların üretimleri sırasında karşılaşılan zorluklardan ötürü borular standart boyutlara sahip üretilememiş ve bu nedenle, basınç test cihazına bağlayabilmek için, kenarları ince zımpara yardımıyla, iç yüzeyleri delik tornalama yardımıyla pürüzsüz hale getirlerek iç basınç testine tabi tutulmuşlardır.

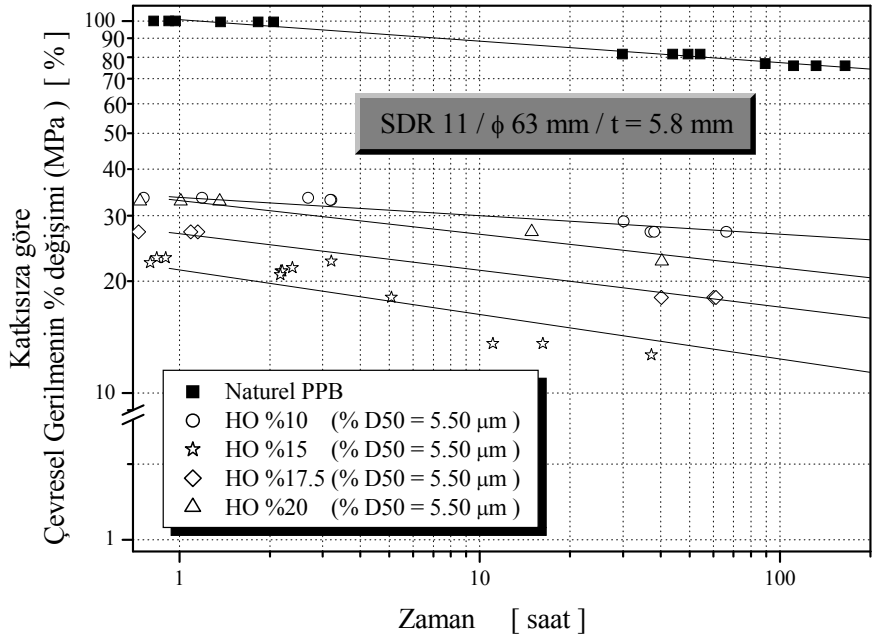
Tablo 4.2 ve Tablo 4.3'de verilen değerlere göre yapılan hidrostatik iç basınç deneylerinden elde edilen sonuçlara göre Şekil 27 ve Şekil 4.28'deki regresyon eğrileri çizilmiştir. Bu eğrilerden görüldüğü üzere katkılı borularda katkı oranına bağlı olarak uygulanan çevresel gerilmelerin (test basınçlarının) düştüğü görülmektedir. Talk mineral boyunun küçülmesiyle ve katkı oranının yükselmesiyle ekstrüzyonla üretim oldukça zorlaşmakta ve üretimde bir takım süreksizlikler meydana gelmektedir.

Tablo 4.2 Talk5XH mineralenin katkı oranına bağlı basınç – hasar ve süre tablosu

	Talk 5XH / Hacimce %10				**Talk 5XH / Hacimce %15**				**Talk 5XH / Hacimce %17,5**			
	Test Ger. [MPa]	**Test Bas. [bar]**	Hasar Süresi & Türü [sa]	Tür	Test Ger. [MPa]	**Test Bas. [bar]**	Hasar Süresi & Türü [sa]	Tür	Test Ger. [MPa]	**Test Bas. [bar]**	Hasar Süresi & Türü [sa]	Tür
1	11,1	**28,04**	0,73	G*	9,9	**23,14**	0,05	G	7,6	**17,74**	0,82	G
2	11	**28,49**	0,57	G	8,9	**20,97**	0,84	G	7,6	**17,74**	0,76	G
3	10,8	**26,95**	1,87	G	8,9	**20,34**	0,63	G	7,6	**17,79**	0,73	G
4	10,5	**26,99**	2,42	G	8,9	**20,49**	0,66	G	7,6	**17,37**	1,23	G
5	10,3	**25,94**	3,7	G	8,7	**20,81**	0,84	G	7,4	**17,21**	1,41	G
6	10	**25,11**	5,87	G	7,65	**17,85**	5,08	G	6,6	**15,77**	8,39	G
7	9,3	**24,01**	21,38	G	6,4	**14,74**	52,97	G	5,8	**13,41**	33,03	G
8	8,9	**22,66**	41,3	G	6,1	**13,96**	110,25	G	5,2	**12,19**	106,42	G
9	8	**20,34**	89,13	G	6,1	**14,55**	78,51	G	5,2	**11,99**	131,26	G
10	8	**20,49**	104,85	G	6,1	**14,25**	63,69	G	5,2	**12,44**	87,95	G

* G: Gevrek Hasar

Şekil 4.27 incelendiğinde, ortalama tane boyu 13 µm olan talk mineralinin %10 katkılandırılması ile çevresel gerilmede %50'lik bir düşüşe sebep olduğu görülmektedir. Bu deney grubunda diğer gruba nazaran daha uygun bir grafik görülmektedir. Bunun sebebinin tanenin küçülmesinden ve ekstrüzyonla üretimin zorluklarından dolayı borularda meydana gelen üretim kusurlarının etkilili olduğu düşünülmektedir.



Şekil 4.28 PremierTalk ilaveli borularda çevresel gerilmenin % değişimi.

Şekil 4.28 incelendiğinde ise, ortalama tane boyu 5,5µm olan talk mineralinin %10 katkılandırılması ile çevresel gerilmede %65'lik bir düşüşe sebep olduğu görülmektedir. Bu deney grubunda diğer gruba nazaran beklenmedik bir grafik görülmüştür. Katkılandırmanın %20 yani çalışmada kullanılan en yüksek seviyeye gelmesiyle çevresel gerilmenin %15 ve %17,5'luk katkılandırmalara göre daha yüksek olduğu görülmektedir. Bunun sebebinin de yine ekstrüzyonla üretimde meydana gelen çekme kuvvetleri ile kusurların oluşmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Tablo 4.3 PremierTalk mineralenin katkı oranına bağlı basınç – hasar ve süre tablosu

	PremierTalk / Hacimce %10				**PremierTalk / Hacimce %15**			
	Test Ger.	**Test Bas.**	Hasar		Test Ger.	**Test Bas.**	Hasar	
	[MPa]	**[bar]**	Süre [sa]	Tür	[MPa]	**[bar]**	Süre [sa]	Tür
1	8,90	**22,97**	0,05	G	5,20	**11,69**	0,09	G
2	7,80	**20,11**	0,32	G	4,80	**10,97**	0,50	G
3	7,00	**18,09**	1,78	G	4,70	**10,70**	2,20	G
4	7,40	**16,55**	9,06	G	4,70	**10,55**	2,18	G
5	7,30	**15,55**	3,18	G	4,60	**10,17**	2,17	G
6	7,60	**15,03**	0,55	G	4,80	**9,46**	2,38	G
7	7,40	**14,72**	1,19	G	4,00	**8,35**	1,21	G
8	6,40	**14,72**	30,12	G	4,00	**7,46**	5,08	G
9	7,30	**14,09**	3,20	G	3,00	**6,54**	16,24	G
10	6,00	**13,83**	66,25	G	2,80	**5,98**	37,27	G
	PremierTalk / Hacimce %17,5				**PremierTalk / Hacimce %20**			
	Test Ger.	**Test Bas.**	Hasar		Test Ger.	**Test Bas.**	Hasar	
	[MPa]	**[bar]**	Süre [sa]	Tür	[MPa]	**[bar]**	Süre [sa]	Tür
1	6,40	**11,09**	0,07	G	7,50	**12,01**	0,39	G
2	6,20	**10,19**	0,54	G	7,25	**11,33**	1,01	G
3	6,00	**9,79**	1,09	G	7,25	**10,83**	0,74	G
4	6,00	**9,67**	1,15	G	7,25	**10,36**	1,36	G
5	6,00	**9,44**	0,73	G	6,00	**9,91**	14,91	G
6	4,00	**6,64**	40,23	G	5,00	**9,19**	40,38	G
7	4,00	**6,38**	61,13	G	3,70	**5,95**	-	
8	4,00	**6,36**	60,16	G	3,00	**5,04**	-	
9	-	**-**	-	-	3,00	**4,70**	-	
10	-	**-**	-	-				

* G : Gevrek Hasar

5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER

Çalışmanın amaç ve hedefine bağlı olarak yapılan teorik ve deneysel çalışmalardan elde edilen veri ve bilgilerin birlikte değerlendirilmesi sonucunda çalışmada sırasıyla elde edilen sonuçlar ve öneriler aşağıda maddeler halinde verilmiştir.

5.1. Fiziksel ve Mekanik Özelliklere Talk Mineralinin Etkileri

Polipropilen esaslı boru hammaddesinin fiziksel ve mekanik özelliklerine talk mineral dolgu maddesinin etkisi:

1- Enjeksiyon kalıplama yöntemiyle üretilmiş farklı tane boylu takviyeli polipropilen blok kopolimer boru malzemesinin çekmedeki Elastisite (Young's) Modülü özelliklerine artan dolgu miktarına bağlı olarak naturel (katkısız) boru hammaddesine göre kısmen lineer olarak ve hacimce %10 dolgu oranına kadar yaklaşık %80, %20 dolgu oranına kadar ise %180 arttırma etkisi tespit edilmiştir.

2- Enjeksiyon Kalıplama yöntemiyle üretilmiş polipropilen blok kopolimer boru malzemesinin çekmedeki akma mukavemeti özelliklerine, ortalama partikül boyutu 5,5 μm olan talk mineralinin artan dolgu miktarına bağlı olarak her birinin naturel (katkısız) boru hammaddesine göre hacimce tüm dolgu oranlarında ortalama %3 düşürdüğü, ortalama partikül boyutu 13 μm olan talk mineralinin artan dolgu miktarına bağlı olarak naturel (katkısız) boru hammaddesine göre kısmen lineer ve hacimce %17,5 katkılandırmaya kadar % 10 düşürdüğü tespit edilmiştir.

3- Enjeksiyon Kalıplama yöntemiyle üretilmiş polipropilen blok kopolimer boru malzemesinin çekmedeki % akma uzaması özelliklerine artan dolgu miktarına bağlı olarak her birinin naturel (katkısız) boru hammaddesine göre kısmen lineer olarak ve hacimce %20 dolgu oranında da yaklaşık %50 düşürme tespit edilmiştir.

4- Charpy deneylerinden elde edilen sonuçlara göre, talk mineral katkısıyla Charpy darbe dayanımında % 80'lere varan bir azalma meydana gelmiştir. Artan talk mineral dolgu içeriğine bağlı olarak malzemenin gevrekleşmesi, malzeme içerisindeki dolgu dağılımın homojen olarak sağlanamaması, topaklaşmaların

artması, hammadde ile dolgu etkileşiminin az olması gibi sebepler bu duruma neden olarak gösterilebilir.

5- Enjeksiyon Kalıplama yöntemiyle üretilmiş polipropilen blok kopolimer boru malzemesinin erime akış hızı özellikleri artan dolgu miktarına bağlı olarak naturel (katkısız) boru hammaddesine göre hacimce %10 dolgu oranına kadar kısmen lineer olarak artmıştır. Tane boyutunun düşmesiyle meydana gelen değişim büyük taneli mineral takviyesine göre yaklaşık 2 kat fazla olduğu görülmüştür.

6- Enjeksiyon Kalıplama yöntemiyle üretilmiş polipropilen blok kopolimer boru malzemesinin yoğunluk özelliklerine artan dolgu miktarına bağlı olarak naturel (katkısız) boru hammaddesine göre kısmen lineer olarak ve hacimce %20 dolgu oranında, partikül boyutuna bağlı olmaksızın yaklaşık %40 arttırma etkisi tespit edilmiştir.

7- Enjeksiyon Kalıplama yöntemiyle üretilmiş polipropilen blok kopolimer boru malzemesinin sertlik özelliklerine artan dolgu miktarına bağlı olarak ve tane boyutları küçükdükçe daha yüksek olmak kaydıyla, her birinin naturel (katkısız) boru hammaddesine göre kısmen lineer olarak hacimce dolgu oranına paralel olarak H.O. %5'de minimum %3, H.O. %20'de maksimum %10 arttırma etkisi tespit edilmiştir.

8- Enjeksiyon Kalıplama yöntemiyle üretilmiş polipropilen blok kopolimer boru malzemesinin içerisindeki talk oranına bağlı olarak vicat yumuşama sıcaklıklarında makisimum %10'luk bir artış meydana gelmiştir. Bunun aksine ekstrüzyonla üretilmiş, farklı partikül boyutunda ve farklı H.O.'lı katkılandırılmış boruların iç yüzeylerinden alınan numunelerin vicat yumuşama sıcaklıklarında ise azalma tespit edilmiştir.

9- TMA deney sonuçlarından elde grafikler incelendiğinde, termal gerleşme katsayısı dolgu miktarı ve tane boyutu ile artan sıcaklıkla artmaktadır. Büyük tane boyutunda hacim oranı arttıkça termal genleşme katsayısında artış görülmektedir. Küçük tane boyutları için belirgin değişiklik tespit edilememektedir Üretim yöntemine göre aynı partikül boyutu için enjeksiyona nazaran ekstrüzyon

yönteminde Tg'de düşüş görülmektedir. Ekstrüzyon yönteminde tane boyutunun ve dolgu oranının Tg'e etkisi belirgin değildir. Enjeksiyon yönteminde ise; dolgu miktarına bağlı olarak, tane boyutu arttıkça Tg 'de düşme görülmektedir.

10- Borulara uygulanan Vicat deneyleriyle ilgili standartlarda belirtildiği şekilde et kalınlıkları 4mm'ye kadar torna ile işlenerek ayarlanmıştır. Bu tornalanmış yüzeylere bakıldığında boru kesitinde oluşan talk minerali topaklaşmalar ve gözenek oluşumlar görülebilmektedir. Bu gözenekleşmenin yoğunluk deneyleri başta olmak üzere Vicat, TMA ve DSC deneylerinde farklılıklar yarattığı görülmüştür. Bu kusurlu iç yapıya sebep olduğu düşünülen nem faktörünün incelenmesi ve kesin yargılara varılabilmesi adına, TS EN 12118 no.lu standartta belirtilen uygun nem ölçümü yapılabilecek teçhizatla ölçümlerin yapılması ve SEM resimlerinin çekilmesi durumun çok daha net açıklanmasına olanak sağlayacaktır.

11- Çalışmada yapılan ve kullanılan iki farklı türde Talk minerallerinin firma verilerine göre yoğunlukları 2,78 gr/cm3, kullanılan polipropilen blok kopolimerin ise yoğunluğu 0,9 gr/cm3'tür. Dolayısıyla teorik olarak talk mineralinin ilavesi ile yoğunluğun artması beklenebilir. Ancak kullanılan üretim yönteminine göre elde edilen kompozitlerin yoğunlukları farklılık göstermektedir. Artan teorik yoğunluk değerlerin enjeksiyon kalıplama gibi yüksek basınç içeren proseslerde şekillendirilmesi ile elde edilebildiği ancak ekstrüzyon gibi çekme kuvveti etkisi ve düşük basınçlarda proses edilmesiyle teorik yoğunlukların aksine daha düşük yoğunluklar elde edildiği görülmektedir. Bu olgu talk mineralinin saf halde suya karşı dirençli olması, yani matris ile zayıf bir bağlantı kurması, bunun yanısıra bu zayıf bağların da ekstrüzyonda meydana gelen çekme kuvvetleriyle daha da zorlanmasıyla oluştuğu görüşüne varılmıştır. (Ellis, T.S. ve diğerleri, 2003)

5.2. Boruların İç Basınç Performans Özelliklerine Talk Mineralinin Etkisi

1- Talk mineral dolgulu hammaddeden üretilmiş boruların katkısız hammaddeden üretilmiş olan borulara göre kıyaslanması yapıldığında hacimce artan dolgu miktarına bağlı olarak hacimce %10 dolgulu borulara uygulanan iç basınçtan dolayı oluşan çevresel gerilmenin % 50 oranında düştüğü, hacimce % 20 dolgulu borularda ise bu düşüşün % 65 mertebelerinde gerçekleştiği tespit edilmiştir.

2- Katkısız borulara uygulanan iç basınç deneyleri sonucunda bu borularda meydana gelen hasar tipinin sünek buna karşın mineral dolgulu borularda meydana gelen hasar tipinin ise gevrek olarak gerçekleştiği tespit edilmiştir. Ayrıca artan hacimce dolgu miktarına bağlı olarak boruların taşıyabileceği çevresel gerilmenin düşmesi dolayısıyla dayanabileceği iç basıncın azalmasına karşın oluşan hasarların kılcal çatlaklar şeklinde meydana geldiği ve çatlakların ilerleyemediği tespit edilmiştir. Bu durumda basınç altında çalışan su ve gaz dağıtım borularında sadece dolgu amaçlı kullanılan talk mineral dolgulu boruların katkısızlara göre taşıyabileceği çevresel gerilmenin düşmesine karşın dolgulu borularda su ve gaz kaçaklarının sızıntı şeklinde meydana gelmesinden ötürü oluşabilecek su veya gaz zayiatının azalmasına etki edeceği ve bu açıdan güvenliğin yükselmesine de olumlu bir sonuç yapabileceği düşünülmüştür.

3- Boru üretiminde günümüzde her ne kadar EAH değerlerine bağlı olarak tek vidalı ekstrüderin ön (kafa) ve ekstrüder (arka) sıcaklıkları ile vida hızı (1/dak) değiştirilerek boru üretimi gerçekleştirilebilirken malzeme (eriyik) iç (net) sıcaklığı EAH değerleri civarında seyretmemektedir. Ancak çalışmada EAH deneylerinden elde edilen şekillendirilebilirlilik parametreleri (sıcaklık ve yük) kullanılarak talk mineral takviyeli polipropilen blok kopolimer borular üretebilmek için ön ve arka sıcaklıklar ile vida hızı geniş bir aralıkta değiştirilerek ekstrüderin zorlanması göze alınmış olsada malzeme iç (net) sıcaklık değeri EAH deneyinden elde edilen optimum sıcaklık değerine ve optimum basınca (yük) ulaşması sağlanamamıştır. Bu nedenle günümüz konvansiyonel boru üretim ekstrüderleri ve koşullarında istenilen düzeydeki borular üretilememiştir. EKC-1 ve EKC-2'de görüldüğü üzere borular, ancak iç ve dış yüzeyleri pürüzlü olarak üretilebilmiştir. Pürüzlülüğün

giderilebilmesi adına ekstrüder vidası vida açı ve adımının ve hatta malzemesinin, eriyik ile minimum sürtünme meydana gelebilecek şekilde tasarlanması ve bu sayede malzeme iç (net) sıcaklığın EAH deneyinden elde edilebilen optimum sıcaklıklara düşürülebileceği düşünülmüştür.

5.3. Talk Katkılandırması ile Yapıcak İleriki Çalışmalar

1- Mineral dolgu miktarının artışına bağlı olarak partikül partikül etkileşimlerinin artması ile topaklaşmaların arttığı, hammadde içerisinde dolgu dağılımının homojenize edilmesinin zorlaştığı dolayısıyla malzemenin mekanik özelliklerinin azalmasının yanı sıra hacimce % 10 talk dolgu oranında dahi yüzey kusurlarının gözle görülür boyutlara ulaştığı tespit edilmiştir. Bu özelliklerin iyileştirilebilmesi adına mineral dolguların çeşitli bağlayıcı ajanlar (sterik asit, silan vb.) ile işlenmesi ve farklı mineral dolguların ($CaCO_3$, kolomanit vs.) birlikte olduğu hibrit kompozitlerinin de kullanılarak boruların üretilmesi tavsiye edilebilir.

2- Günümüzde plastik malzemelere ilave edilen mineral dolgularda nano partikül boyutu büyük oranda ilgi çekmektedir. Bu bağlamda plastik boru hammaddesi içerisine nano partikül boyutunda da mineral dolgular ilave edilerek uygun üretim yönteminin kullanılması ile üretilecek olan boruların iç basınç performans özelliklerinin değişiminin incelenmesi ve regresyon eğrilerinin bulunmasının önemli olduğu düşüncesi ile ileriki çalışmalarda bu konu üzerine araştırma yapılması da önerilebilir.

3- Ekstrüzyonla üretilen ve EKC'de makro kesit resimleri görülen borulardaki gözenekli iç yapının mekanik özelliklere olumsuz etkisi, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM = Scanning Electron Microscopy) deneyleri sonuçlarına göre daha verimli ve doğru değerlendirilebilmesi adına uygulanması önerilebilir.TS EN 12118 no.lu standartta belirtilen uygun nem ölçümü yapılabilecek teçhizatla ölçümlerin yapılması ve harmanların içerdiği nem derecesini saptamak durumun çok daha net açıklanmasına olanak sağlayabilecektir.

KAYNAKLAR

1) AKAR, A., "Plastik Borular", *TMMOB* ***Makine Mühendisleri Odası Tesisat Mühendisliği Dergisi,*** 1, 11, 7-10, (1994).

2) ANT, E., CLAUS, W., "Kunststoffrohr-Handbuch: Rohrleitungssysteme für die Ver- und Entsorgung sowie weitere Anwendungsgebiete", 3. Auflage, ***Vulkan-Verlag,*** ISBN 3-8027-2708-8, (1997).

3) ANONİM, ARBURG, Arburg Allrounder plastik enjeksiyon makineleri tanıtım spektleri,http://www.arburg.com/com/COM/en/products/machines/standard/index.jsp, **(Ziyaret Tarihi: 02 Haziran 2009)**.

4) ANONİM, MİKRON's, Talc malzeme spektleri, http://www.mikrons.com.tr **(Ziyaret Tarihi: 02 Haziran 2009)**.

5) ANONİM, "Mondo Minerals Teknik Bülten", No.1301, (2009).

6) ALONSO, M., LASCO, J. I., SAJA, de J.A. "Constrained Crystallization and activity of filler in surface modified PP-TALC composites", ***Eur. Polym. Journal*** Vol.33 No:3, 255-262 (1996).

7) ALBANO, C., PAPA, J., ICHAZO, M., GONZALEZ, J., USTARIZ, C. "Application of different macrokinetic models to the isothermal crystallization of PP/talc blends", ***Composite Structures*** 62 (2003) 291–302 (2003).

8) ALMEIDA, O. D., LAGATTU, F., BRILLAUD. J., "Analysis by a 3D DIC technique of volumetric deformation gradients: Application to polypropylene / EPR / talc composites.", ***Composites:*** Part A 39 1210–1217, (2008).

9) "AUTOMOTIVE DRIVES MINERAL MODIFIER DEVELOPMENTS." Plastic Additives and Compounding, s30-32 (Mart/Nisan 2006)

10) BRENNER, E., "Polypropylen- eine Alternative", ***Kunststoffe 90***, 4, 94-96, (2000).

11) CHACKO, V. P., "Morphology and Mechanical Properties of Particulate Calcium Carbonate Polyethylene Composites", Doktora Tezi, ***University of Massachusetts,*** 4-5, (1982).

12) CHANG, H. S. "Rheology and Processing of Talc Filled Thermoplastics" Doktora Tezi, 182-184, ***University of Akron***, (1995).

13) CHANG, H. S., "Particle and Polymer Chain Orientation Development in Thermoformed Talc-Filled Thermoplastics", ***Institute of Polymer Engineering,*** Vol.36, No.17, ***University of Akron***, (1996).

14) CHOI, W. J., KIM, S. C., "Effects of Talc Orientation and Non-Isothermal Crystallization Rate on Crystal Orientation of Polypropylene in Injection-Molded

Polypropylene/Ethylene–Propylene Rubber/Talc blends", ***Polymer 45,*** 2393–2401 (2004).

15) CHEN, H. B., KOCSIS, J. K., WU, J.S., VARGA J., "Fracture toughness of α- and β-phase polypropylene homopolymers and random- and block-copolymers", ***Polymer 43*** 6505–651, (2002).

16) CHUAH A.W., CHOONG, L.Y., NEON, G.S., "Effects of titanate coupling agent on rheological behaviour, dispersion characteristics and mechanical properties of talc filled polypropylene" ***European Polymer Journal*** 36 s789-801 (2000).

17) DENAC, M. MUSIL,V., SMIT, I. "Influence of talc and SEBS g MA on PP SEBS Talc composites under Gamma Irradiation Sterilization Conditions" ***Macromolocular Symp***., 217, 401-412, (2002)

18) DPT, 2001a, "Sekizinci Beş Yıllık Kalkınma Planı, Madencilik Özel İhtisas Komisyonu Raporu", http://ekutup.dpt.gov.tr/madencil/sanayiha/oik629.pdf , [Online], **(Ziyaret Tarihi: 30 Ağustos 2007)**.

19) DPT, 2001b, "Sekizinci Beş Yıllık Kalkınma Planı, Plastik Ürünleri Sanayi Özel İhtisas Komisyonu Raporu", http://ekutup.dpt.gov.tr/imalatsa/plastik/oik563.pdf , [Online], **(Ziyaret Tarihi: 30 Ağustos 2007)**.

20) DPT, 2007, " Dokuzuncu Beş Yıllık Kalkınma Planı, Kimya Sanayi Özel İhtisas KomisyonuRaporu",http://plan9.dpt.gov.tr/oik44_kimya/44kimyasanayii_5PetrokimyaSanayiiEklerEK-b2.pdf, [Online], **(Ziyaret Tarihi: 13 Temmuz 2007)**.

21) DURAN, M., "Plastik Boru Sektör Raporu", ***Dış Ticaret Araştırma Servisi,*** (2005).

22) FERRAGE, E., MARTIN, F. "Talc as nucleating agent of polypropylene: morphology induced by lamellar particles addition and interface mineral-matrix modelization", ***Journal of Material Science***, (2002)

23) FRANCIS, M. M., "Polypropylene and Thermoplastic Olefin Nanocomposites", ***Dekker Encyclopedia of Nanoscience and Nanotechnology,*** 3015-3030, (2004).

24) FRIEDRICH, K., "Über den Einfluss der Morphologie auf Festigkeit und Bruchvorgaenge in isotischem Polypropylen", Doktora Tezi, ***Ruhr-Universitaet,*** Bochum, (1978).

25) GACHTER, R., MÜLLER, H., "Plastics Additives Handbook", Third edition, KLEMCHUK, P.P., ***Hanser Publishers,*** 525-535, (1990).

26) GUERRICA- E.G., EGUIAZABAL, J. I., NAZABAL, J., "Influence of Molding Conditions and Talc Content On The Properties of Polypropylene Composites", ***European Polymer Journal,*** 34, No:8, 1213-1219, (1998).

27) GROENEWOUD, W.M., "Characterisation of Polymers by Thermal Analysiss", ***Elsevier,*** ISBN 0-444-50604-7, (2001).

28) HADAL, R. S., DASARI, A., ROHRMANNB, Y. MISRA, R. D. K., "Effect of wollastonite and talc on the micromechanisms of tensile deformation in polypropylene composites", ***Materials Science and Engineering,*** 372, 296-315, (2004).

29) HARPER, CHARLES A. "Handbook of Plastic Process", Second Edition, ***John Wiley & Sons Interscience Publication,*** 10-12 (2006)

30) HOLMAN, J. P., "Experimental Methods for Engineers ", Sixth Edition, ***McGraw-Hill,*** ISBN 0-07-029666-9, (1994).

31) ISO 1133, " Plastics - Determination of the melt mass-flow rate (MFR) and melt volume-flow rate (MVR) of the thermoplastics", **ISO**, Switzerland, (1997).

32) KARACAN, H. "mineral dolgu maddeleri ile polipropilen borularin kisa süreli iç basinç performans özelliklerinin optimizasyonu", Yüksek Lisans Tezi, ***Kocaeli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü,*** (2007).

33) KARGER, J. K., "Polpropylene An A-Z reference", First edition, ***Kluwer Academic Publishers,*** 243-246, 447, 575-578, 917, (1999).

34) KARGER, J. K., "Polypropylene Structure, blends and composites - Volume1 Structure and Morphology", First edition, ***Chapman and Hall,*** 4, 6, 7, ISBN 0 412 58430 1, (1995a).

35) KARGER, J. K., "Polypropylene Structure, blends and composites - Volume3 Composites", First edition, ***Chapman and Hall,*** 5, ISBN 0 412 61430 8, (1995b).

36) KARGER, J. K., "Polypropylene An A-Z reference", ***Kluwer Academic Publishers***, 58, 150, 151, 240-246, 447, 715, 917, ISBN 0 412 80200 7, (1999).

37) KARRAD, S., CUESTA, J-M. L., CRESPY, A., "Influence of a fine talc on the properties of composites with high density polyethylene and polyethylene/polystyrene blends", ***Journal of Materials Science,*** 33, 453-461, (1998).

38) KESKİN, Ş., "Plastik Bilimi ve Teknolojisine Bölüm I Plastik İşleme Teknikleri ve Kalite Kontrol", ***TMMOB Kimya Mühensileri Odası,*** (1989).

39) KRISHNASWAMY, R. K., LAMBORN, M. J. "The Influence of Process History on the Ductile Failure of Polyethylene Pipes Subject to Continuous Hydrostatic Pressure", ***Advances in Polymer Technology***, 24, 3, 226–232 (2005).

40) LIANG, J.Z. and NESS, J.N., "Influence of the extrusion conditions on the flow behaviour of polystyrene melts", ***Journal of Materials Processing Technology,*** 69, 50-54, (1999).

41) LONGEREY, M., J. and M. LOPEZ C. , P. GAUDON, A. CRESPY "Talcs and brominated trimethylphenyl indane/Sb2O3 blend in a PP-PE copolymer", ***Polymer Degradation and Stability,*** 64 (1999) 489±496

42) MARERI, P., BASTIDE, N. B., CRESPY, A., "Mechanical Behavıour of Polypropylene Composites Containing Fine Mineral Filler: Effect of Filler Surface Treatment", ***Composites Science and Technology,*** 58, 747-752, (1998).

43) MARISA, C. G. R., ANTONIO, H . M. F. T. S., FERNANDA, M. B.C., ANA LUCIA, N. S., "Study of composites based on polypropylene and calcium carbonate by experimental design" ***Polymer Testing,*** 24, 1049-1053, (2005).

44) MARŞOĞLU, M., "Plastik Malzemeler ", ***Arpaz Matbaacılık Tesisleri,*** (1986).

45) MARŞOĞLU, M., "Plastiklerde Yapı Özellik İlişkisi", Meslekiçi Eğitim Programı Plastik Teknolojisi Seminer Notları, ***TMMOB Istanbul Şubesi,*** (1992).

46) MENGES, G. A., "Werkstoffkunde Kuntstoffe ", 4. Auflage, ***Carl Hanser Verlag,*** ISBN 3-446-19600-5, (1998).

47) MICHEALI, W. and et al, "Technologie der Kunststoffe: Lern- und Arbeitsbuch für die Aus- und Weiterbildung ", 2. Auflage, ***Carl Hanser Verlag,*** ISBN 3-446-19372-3, (1998).

48) MICHEL A. HUNEAULT, PATRICE G. GODFROY, and PIERRE G. LAFLEUR "Performance of TalcEthylene - Octene Copolymer / Polypropylene Blends" ***Polymer Engineerıng and Science,*** Vol. 39, No. 6, (1999).

49) MISRA, R. D. K., NERIKAR, P., BERTRAND, K. MURPHY, D., "Some aspects of surface deformation and fracture of 5–20% calcium carbonate-reinforced polyethylene composites", ***Materials Science and Engineering,*** 384, 284-298, (2004)

50) MULLNER, H., W., "Experımental and Numerıcal Investıgatıon of the Die Swell Phenomenon of Rubber Blends" ***6th International PhD Symposium in Civil Engineering***, (2006)

51) NEISSL, W., LEDWINKA, H., "Polypropylen- die Zukunft hat gerade begonnen", ***Kunststoffe 83***, 8, 577-579, (1993).

52) NIRAJ, D., "The Effect Of Fillers On The Mechanical and Thermal Properties Of High Density Polyethylene", Doktora Tezi, ***University of Massachusetts Lowel,*** 9-14, (1997).

53) OSMAN, M. A., AYMAN, A., ULRICH, W. S., "Influence of excessive filler coating on the tensile properties of LDPE–calcium carbonate composites", ***Polymer,*** 45, 1177-1183, (2004).

54) PUKANSZKY, B., MOCZO, J. "Morphology and Properties of Particulate Filled Polymers", ***Macromol. Symp***. (2004)

55) RABELLO, M. S., WHITE J. R., "Photodegradation of Polypropylene Containing a Nucleating Agent", ***Journal of Applied Polymer Science,*** 64, 2505-2517, (1997).

56) ROTZINGER, B. "Talc-filled PP: A new concept to maintain long term heat stability" ***Polymer Degradation and Stability***, 91, (2006)

57) SUZUKI, K., OKUBO S. & BANNO Y. – "Development of non compounded high stiffness and high impact resistance material for interior parts***", SAE of Japan (JSAE) Review 22,*** 211-215 (2000).

58) SILVA, A. L. D., ROCHA, M. C. G. MORAES, M. A. R., VALENTE, C. A. R., "Mechanical and rheological properties of composites based on polyolefin and mineral additives", ***Polymer Testing,*** 21, 57-60, (2002).

59) SON, J., YANG, H., S., KIM, H., J. "Physico-mechanical Properties of Paper Sludge–Thermoplastic Polymer Composites", ***Journal of Thermoplastic Composite Materials*** *, (2000)*

60) TJONG, S. C. and LI, R. K. Y., "Mechanical Properties and Impact Toughness of Talc Filled β-Crystalline Phase Polypropylene Composites", ***Journal of Vinyl and Additive Tecnology,*** 3, No:1, 89-95, (1997).

61) TS 1398-1 EN ISO 527-1 "Plastikler - Çekme Özelliklerinin Tayini - Bölüm1: Genel Prensipler ", **TSE**, Ankara (1997)

62) TS EN ISO 179-1 "Plastikler - Charpy Darbe Özelliklerinin Tayini – Bölüm1: Ölçü aletlisiz darbe deneyi, **TSE**, Ankara (2006)

63) TS EN ISO 179-2 "Plastikler - Charpy Darbe Özelliklerinin Tayini - Bölüm2: Ölçü aletli darbe deneyi, **TSE**, Ankara (2006)

64) TS 1149, "Plastikler- Termoplastik Maddelerden Enjeksiyon Kalıplama ile Deney Parçaları Hazırlanması", **TSE**, Ankara, (1978).

65) TS EN ISO 868, "Plastikler ve Ebonit- Batma Sertliğinin Durometre ile Tayini", **TSE**, Ankara, (2006).

66) TS 1323, "Plastikler - Termoplastikler – Kütlesel Erime Akış Hızı (MFR) ve Hacimsel Erime Akış Hızı (MVR)' nin Tayini", **TSE**, Ankara, (1993).

67) TS 1398-1, "Plastikler- Çekme Özelliklerinin Tayini - Bölüm1: Genel Prensipler", **TSE**, Ankara, (1997).

68) TS EN ISO 1183, "Gözeneksiz Plastikler - Yoğunluk Tayin Metotları – Bölüm:1 Daldırma Metodu, Sıvı Piknometre Metodu ve Titrasyon Metodu", **TSE**, Ankara, 2006.

69) TS 2629, "İstatistik - Test Sonuçlarının İstatiksel Yorumu - Ortalamanın Tahmini - Güven Aralığı", **TSE,** Ankara, (1977).

70) TS 720, "Plastikler Şartlandırma ve Deney İçin Standart Atmosfer Şartları", **TSE,** Ankara, (1999).

71) TS 8084 ISO 4065, "Termoplastik Borular - Üniversal Et Kalınlıkları Çizelgesi", **TSE,** Ankara, (1998).

72) TS EN 921, " Plastik Boru Sistemleri – Termoplastik Borular – sabit Sıcaklıkta İç Basınca Mukavemetin Tayini", **TSE**, Ankara, (1997).

73) PAGEV "2007 Yılı Aylık Değerlendirme Raporu.", http://www.pagev.org.tr/uploads/Plastik%20Sektoru%202007%20Yılı%203%20Aylik%20Degerleme%20Raporu.pdf. , [Online], **(Ziyaret Tarihi: 06 Mart 2009)**.

74) PAGEV, http://www.pagev.org.tr/contents.asp?a=337&b=3, [Online], **(Ziyaret Tarihi: 06 Mart 2009)**.

75) VELASCO, J. I., DE SAJA, J. A. MARTINEZ, A. B., "Crystallization Behavior of Polypropylene Filled with Surface-Modified Talc", ***Journal of Applied Polymer Science,*** 61, 125-132, (1996).

76) WENDLANDT, W. W.M., "Thermal Methods of Analysis ", ***John Wiley and Sons,*** ISBN 0-471-93366-X, (1974).

77) WILLIAMS, J.G., "Fracture Mechanics of Polymers", Ellis Harwood Limited, ***John Wiley and Sons,*** ISBN 0-470-20013-8, (1987).

78) YAŞAR, H., "Plastikler Dünyası", 2. Baskı, ***TMMOB Makine Mühensileri Odası***, 10-12, (2001).

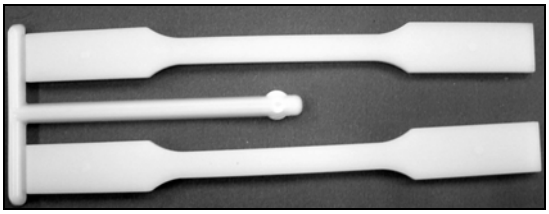
79) YAYLA, P., ŞAHİN, Ş., "Plastik Boruların Sıhhi Tesisat ve Isıtma Sistemlerinde Kullanımı", ***PAGEV Plastik Dergisi***, 64, 100-105, (2002).

80) ZUIDERDUIN, W. C. J., WESTZAAN, C., HUETINK, J., GAYMANS, R. J., "Toughening of polypropylene with calcium carbonate particles", ***Polymer,*** 44, 261-275, (2003).

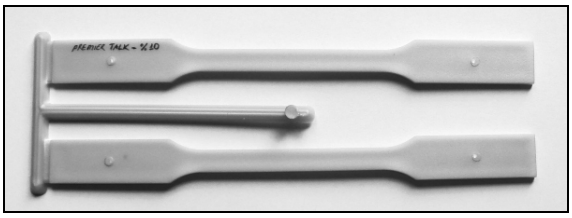
81) ZHENG, Y., CAI, Z. S, C. MA, S., XING Y. "The reuse of nonmetals recycled from waste printed circuit boards as reinforcing fillers in the polypropylene composites", ***Journal of Hazardous Materials,*** 163 600–606 (2009).

EKLER

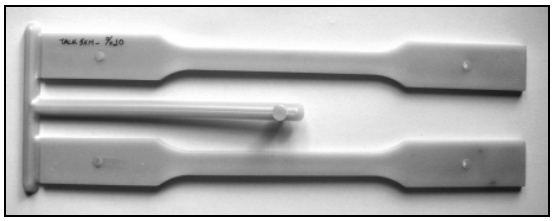
EK: A



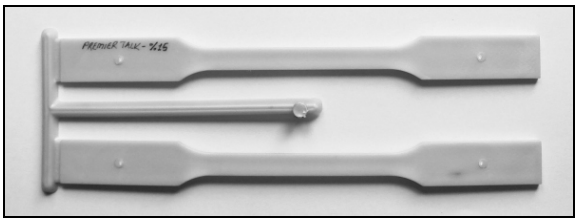
PPB5015 - %0 (Naturel)



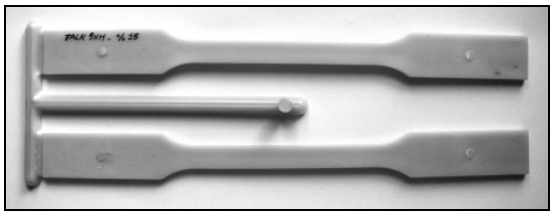
PPB5015 & Premier Talk %10



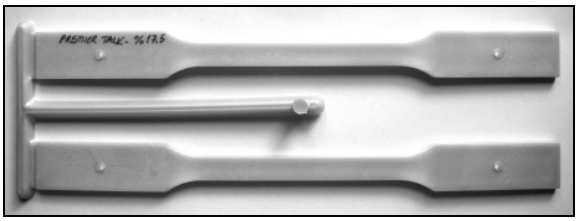
PPB5015 & Talk 5XH %10



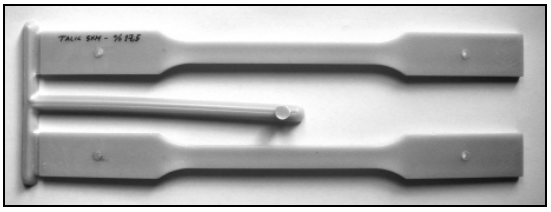
PPB5015 & Premier Talk %15



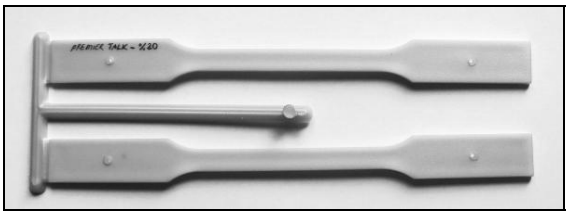
PPB5015 & Talk 5XH %15



PPB5015 & Premier Talk %17,5



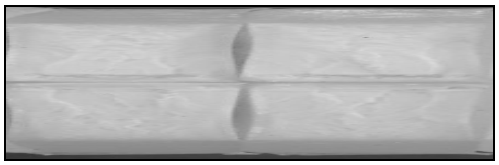
PPB5015 & Talk 5XH %17.5



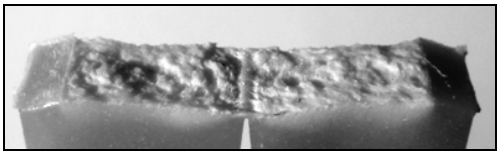
PPB5015 & Premier Talk %20

Şekil A1: Naturel PPB ile PremierTalk ve Talk5XH katkılı enjeksiyon çekme numuneleri.

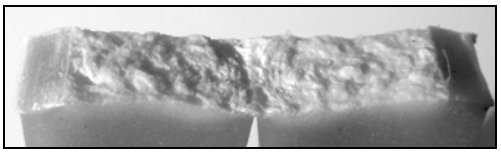
EK: B-1



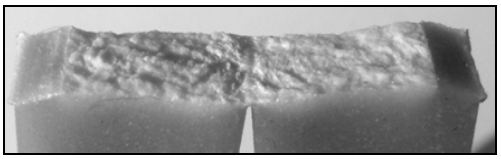
PPB5015, %0



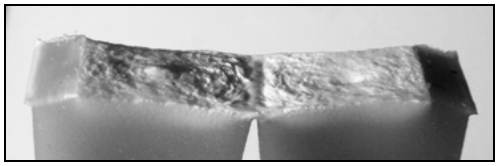
PPB5015, 5XH Talk %10



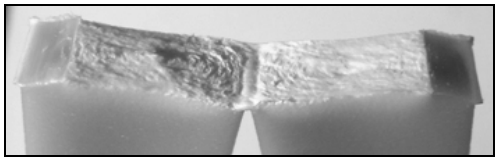
PPB5015, 5XH Talk %15



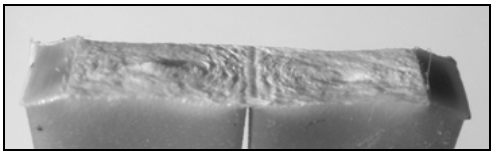
PPB5015, 5XH Talk %17.5



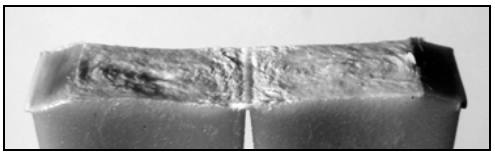
PPB5015, Premier Talk %10



PPB5015, Premier Talk %15



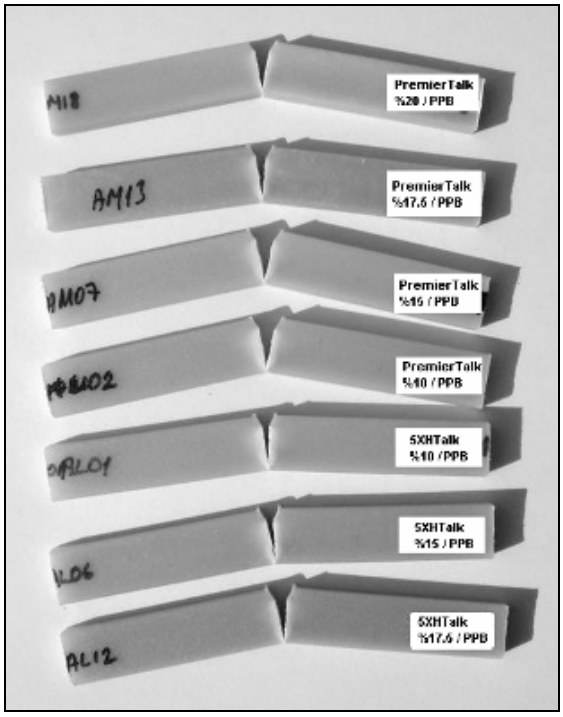
PPB5015, Premier Talk %17.5



PPB5015, Premier Talk %20

Şekil B1: Boru hammaddesinden elde edilen numunelerin çentik darbe deneyi sonrası kırılma yüzeyleri

EK: B-2



Yukarıdan aşağıya;
1-PPB5015 & Premier Talk %10
2-PPB5015 & Premier Talk %15
3-PPB5015 & Premier Talk %17,5
4-PPB5015 & Premier Talk %20
5-PBB5015 & 5XH Talk %10
6-PPB5015 & 5XH Talk %15
7-PPB5015 & 5XH Talk %17,5

Şekil B2: Enstrümente edilmiş Charpy çentik darbe deneyinde kullanılmış numuneler

EK: C-1



PPB5015, Katkısız, D63



PPB5015, 5XH Talk, D63, %10



PPB5015, 5XH Talk, D63, %15



PPB5015, 5XH Talk, D63, %17,5

Şekil C1: 5XH Talk ilaveli PPB5015 D63mm boru kesitleri

EK: C-2



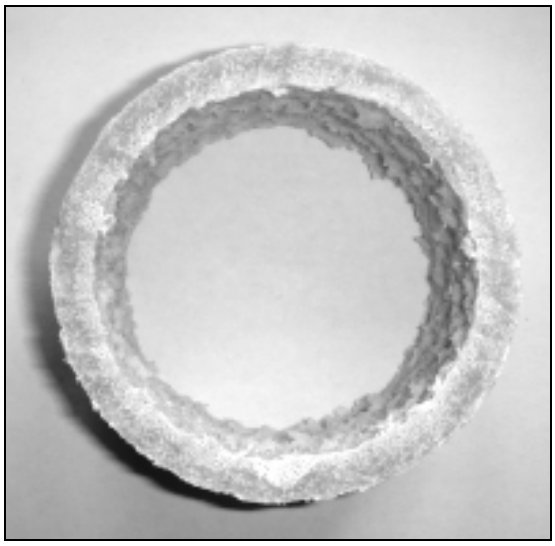
PPB5015, Premier Talk,D63,%10



PPB5015, Premier Talk, D63, %15



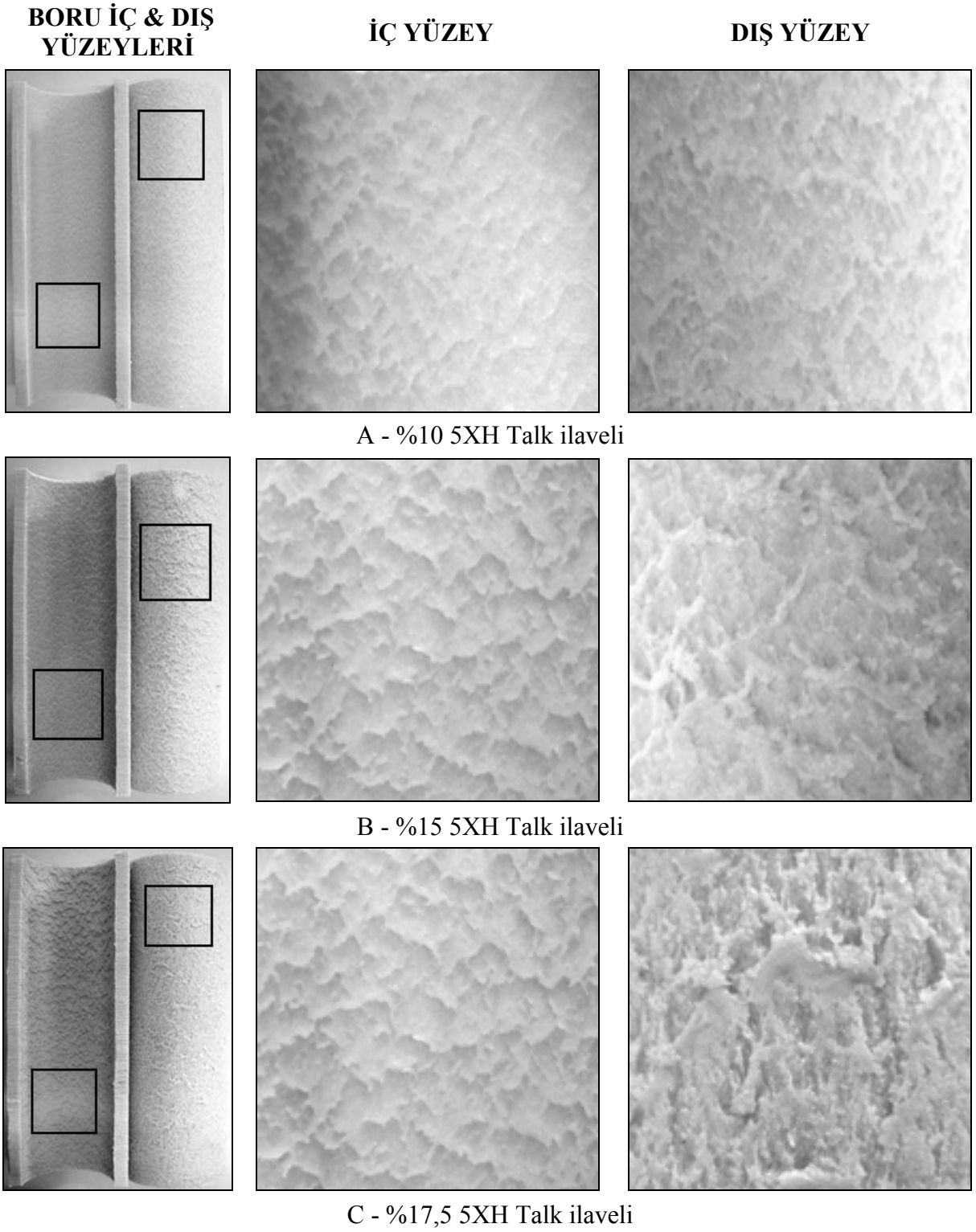
PPB5015, Premier Talk, D63, %17.5



PPB5015, Premier Talk, D63, %20

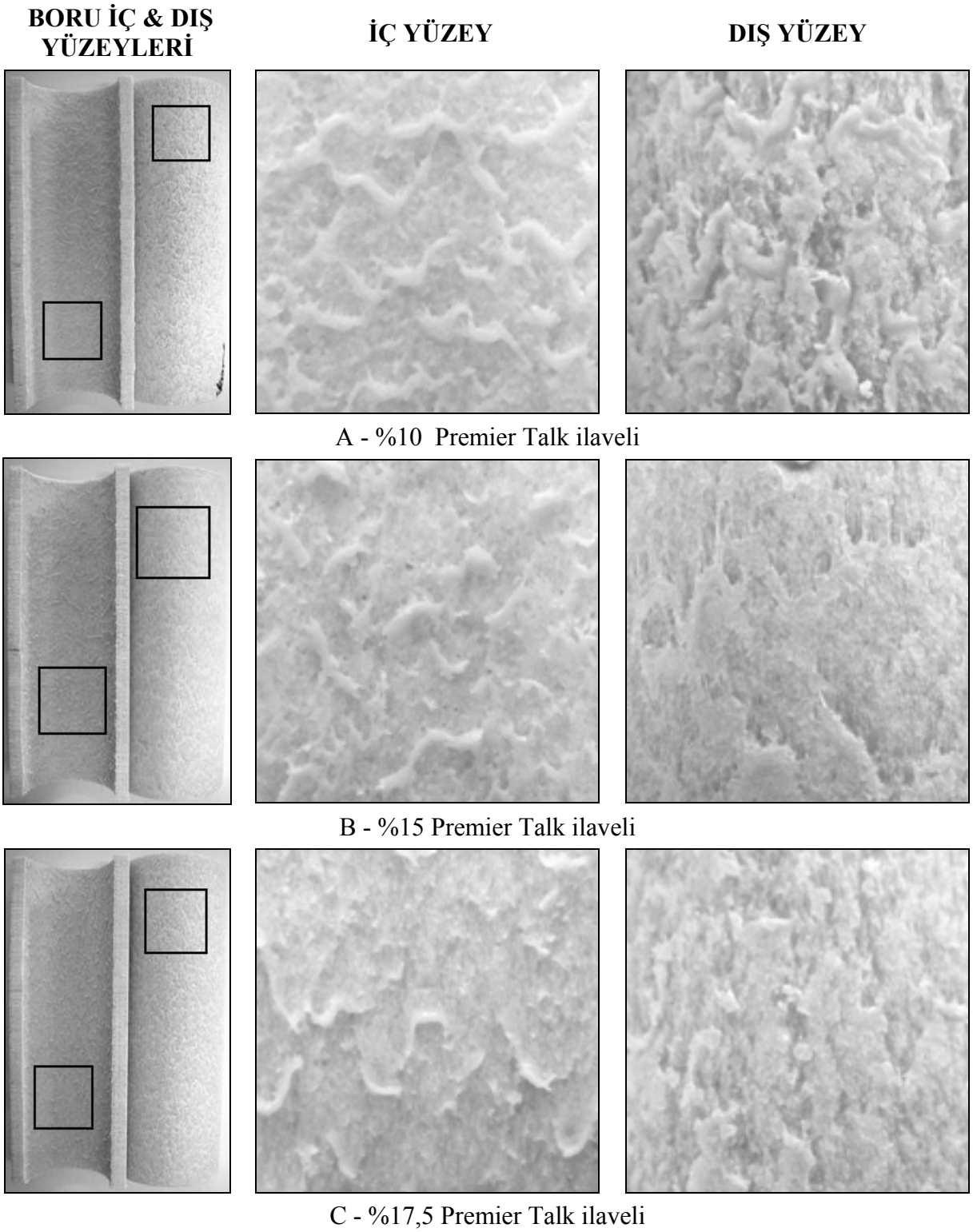
Şekil C2: Katkısız ve Imercarb 1G katkılı PPB5015 karışımlarından üretilen Φ 63 mm çaplı boruların yüzeylerinin makro resimleri

EK: C-3



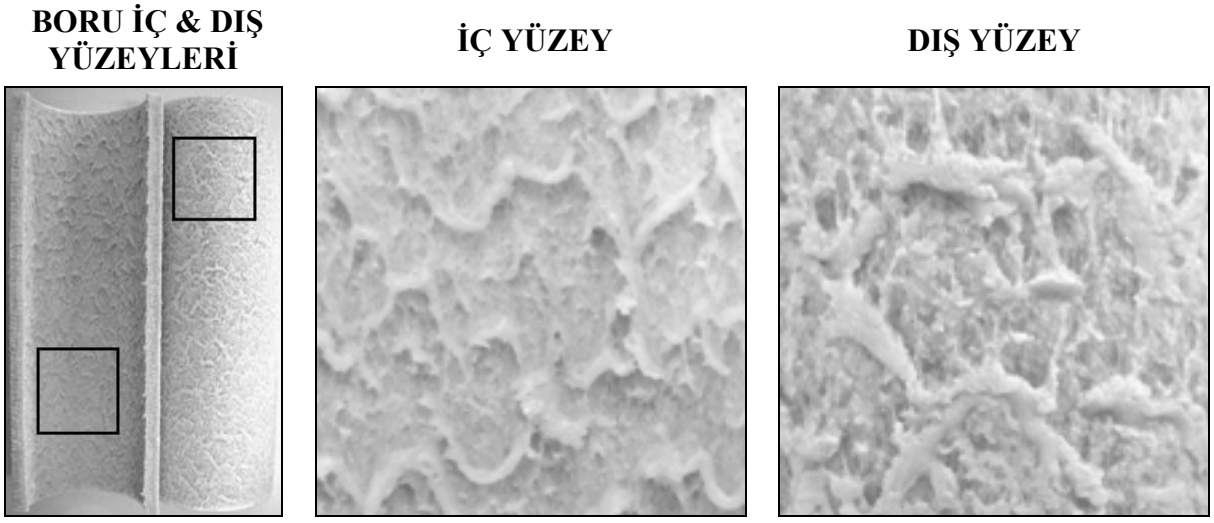
Şekil C3: Imercarb 1G katkılı PPB5015 karışımlarından üretilen Φ 75 mm çaplı boruların yüzeylerinin makro resimleri

EK: C-4



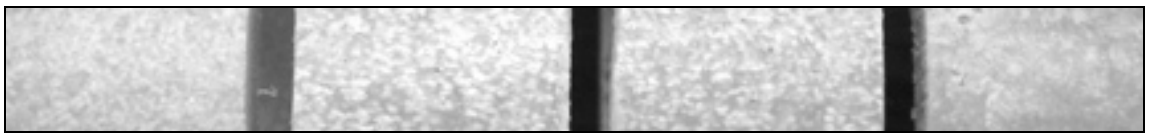
Şekil C4: %10, %15 ve %17.5 Premier Talk ilaveli, 63mm hidrostatik iç basınç deney numunesinde iç ve dış yüzey resimleri

EK: C-5



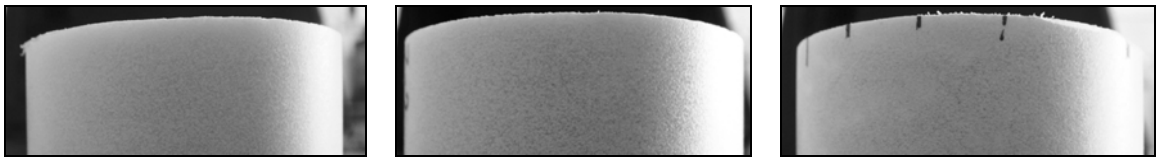
D - %20 Premier Talk ilaveli

Şekil C5: %20 Premier Talk ilaveli, 63mm hidrostatik iç basınç deney numunesinde iç ve dış yüzey resimleri



%10 Katkılı - %15 Katkılı - %17,5 Katkılı - %20 Katkılı

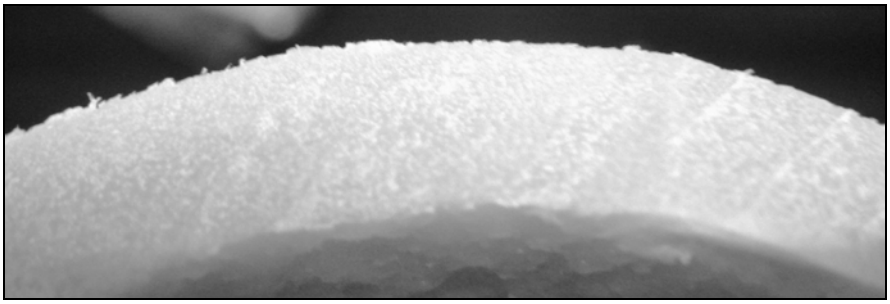
Şekil C6: PremierTalk ilaveli hisrositatik iç basınç numunelerinin Vicat deneyleri için tornalanarak elde edilmiş dış yüzey görüntüleri. Ortalama partikül boyutu 5,5 µm



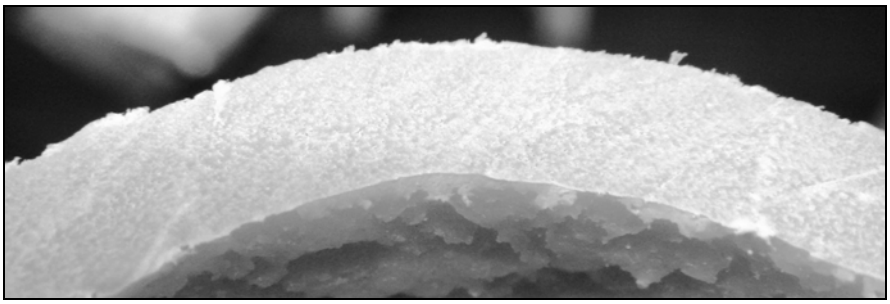
%10 Katkılı **%15 Katkılı** **%17,5 Katkılı**

Şekil C7: 5XHTalk ilaveli hisrositatik iç basınç numunelerinin (boruların) Vicat deneyleri için tornalanarak elde edilmiş dış yüzey görüntüleri. Ortalama partikül boyutu 13 µm

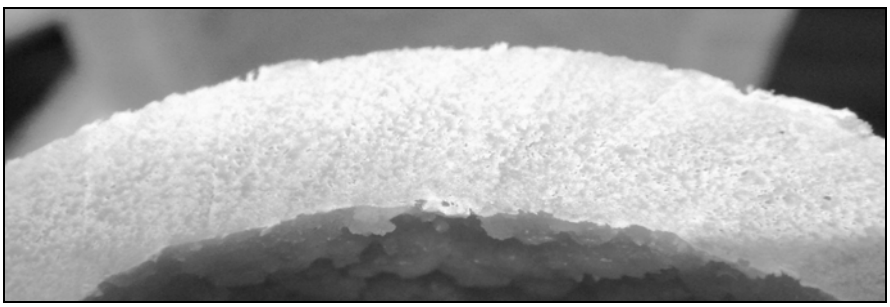
EK: C-6



%10 Talk5XH mineral katkılı PP-B boru kesiti, ort. partikül boyutu 13 µm



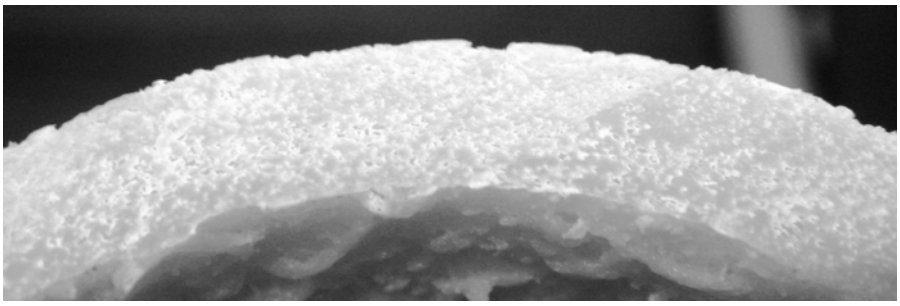
%15 Talk5XH mineral katkılı PP-B boru kesiti, ort. partikül boyutu 13 µm



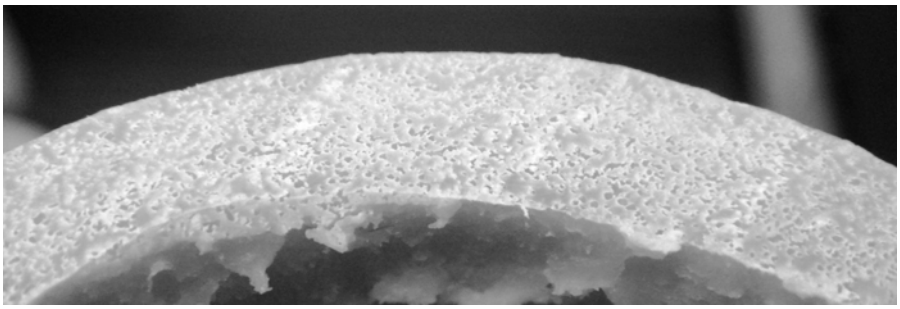
%17,5 Talk5XH mineral katkılı PP-B boru kesiti, ort. partikül boyutu 13 µm

Şekil C8: 5XHTalk ilaveli hisrositatik iç basınç numunelerinin (boruların) makro kesit resimleri.

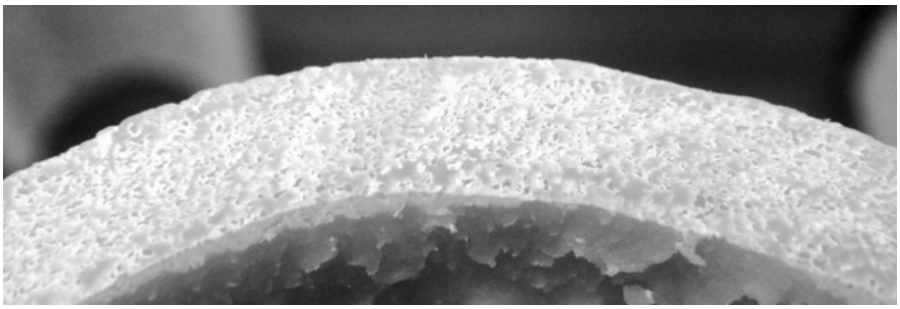
EK: C-7



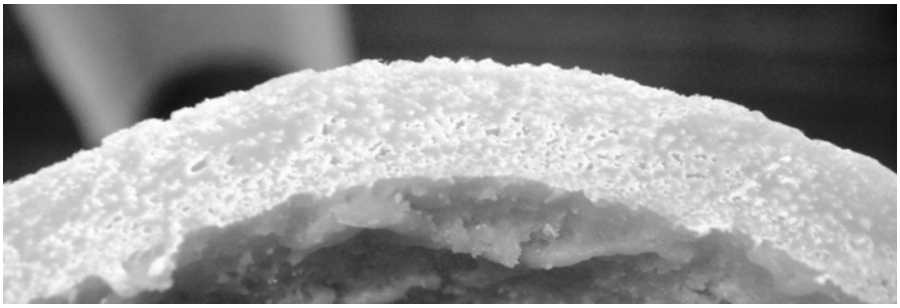
%10 PremierTalk mineral katkılı PP-B boru kesiti, ort. partikül boyutu 5,5 µm



%15 PremierTalk mineral katkılı PP-B boru kesiti, ort. partikül boyutu 5,5 µm



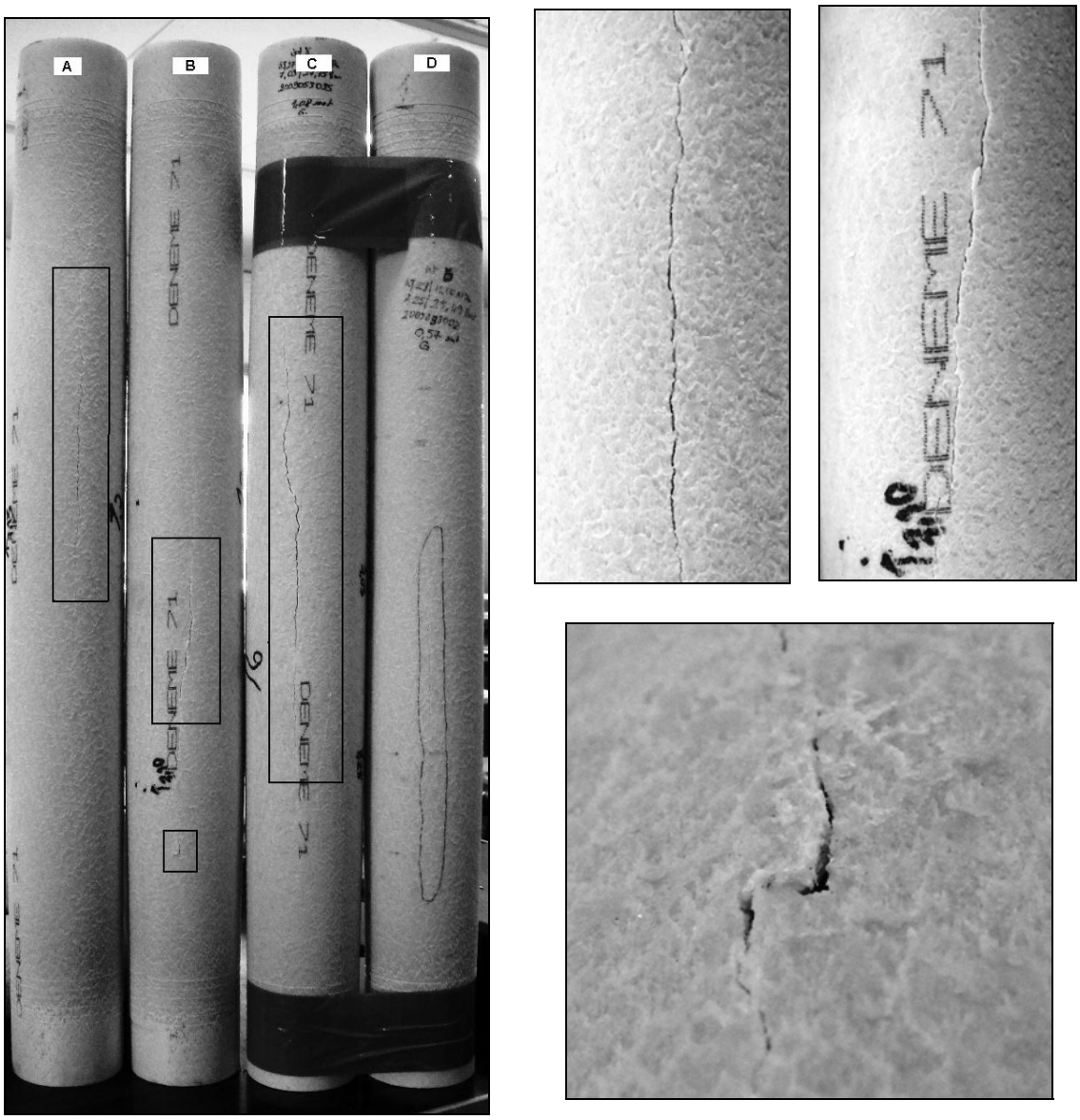
%17,5 PremierTalk mineral katkılı PP-B boru kesiti, ort. partikül boyutu 5,5 µm



%20 PremierTalk mineral katkılı PP-B boru kesiti, ort. partikül boyutu 5,5 µm

Şekil C9: PremierTalk ilaveli hisrositatik iç basınç numunelerinin (boruların) makro kesit resimleri.

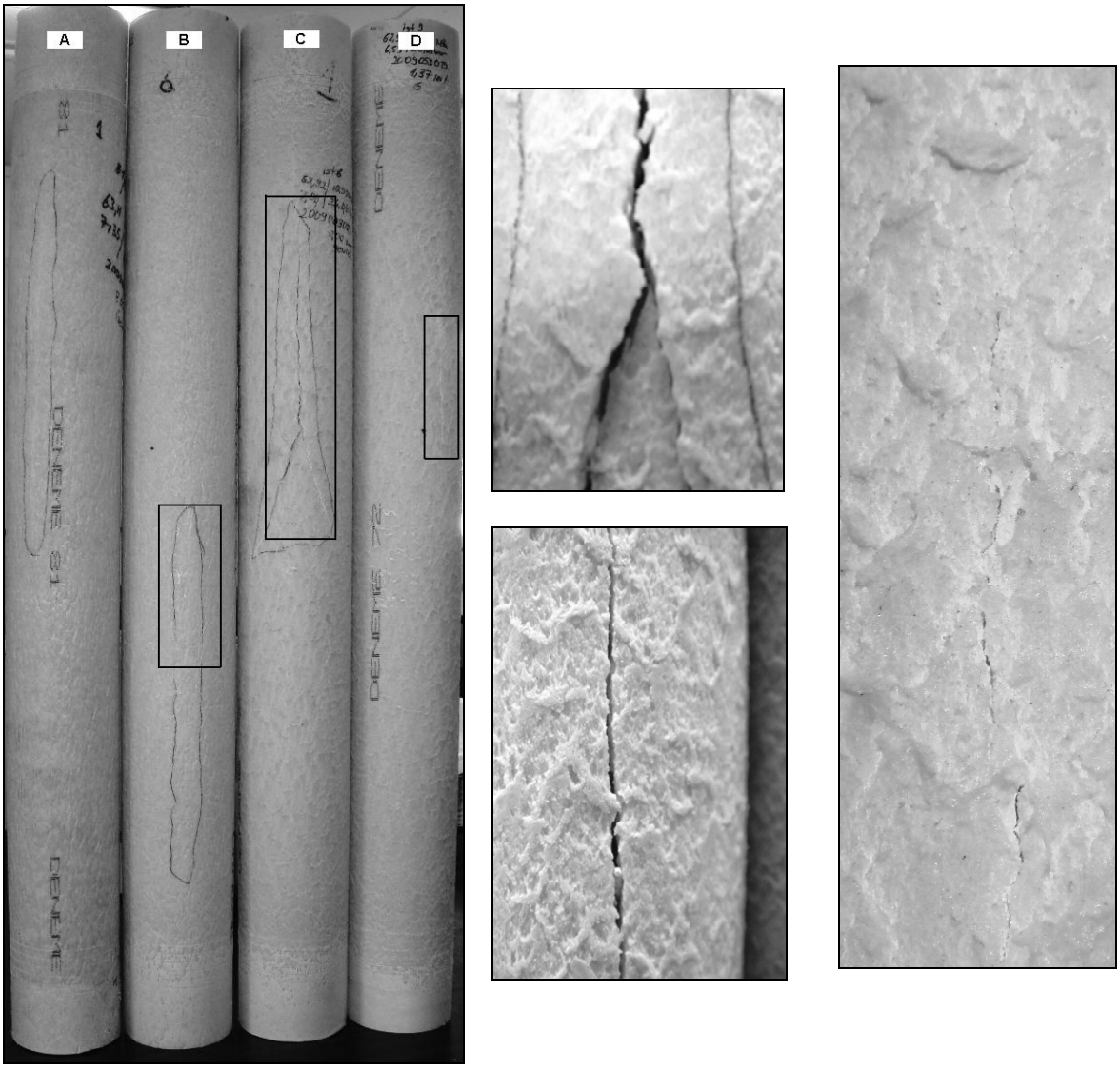
EK: D-1



A-) %10 5XH Talk Katkılı, 11.10 MPa , 28.11bar , 0.78 saat
B-) %10 5XH Talk Katkılı, 11.10 MPa , 28.04bar , 0.73 saat
C-) %10 5XH Talk Katkılı, 11.00 MPa , 27.75bar , 1.08 saat
D-) %10 5XH Talk Katkılı, 11.00 MPa , 28.49bar , 0.57saat

Şekil D1: 5XHTalk mineral katkılı borularda meydana gelen hasarlara ait görüntüler. Katkı oranı hacimce %10. Ortalama Partikül çapı = 13 μm

EK: D-2

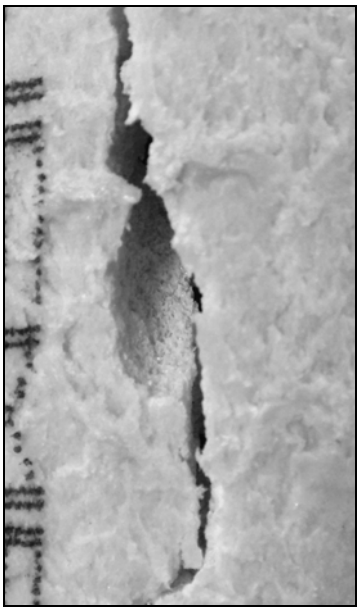


A-) %15 5XH Talk Katkılı, 17.60 MPa , 46.40 bar , 0.05 saat
B-) %15 5XH Talk Katkılı, 11.00 MPa , 29.05 bar , 0.00 saat
C-) %15 5XH Talk Katkılı, 10.50 MPa , 26.46 bar , 0.00 saat
D-) %15 5XH Talk Katkılı, 8.70 MPa , 20.08 bar , 1.37 saat

Şekil D2: 5XHTalk mineral katkılı borularda meydana gelen hasarlara ait görüntüler. Katkı oranı hacimce %15. Ortalama Partikül çapı = 13 μm

EK: D-3



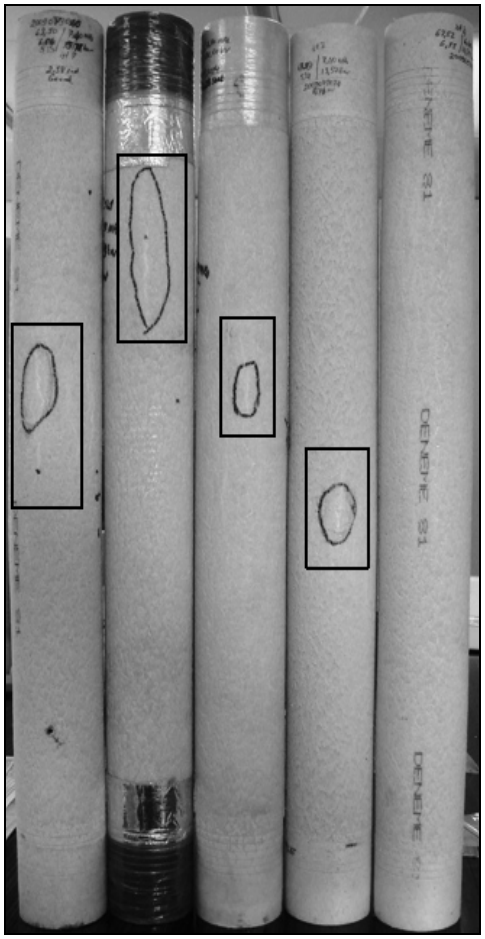


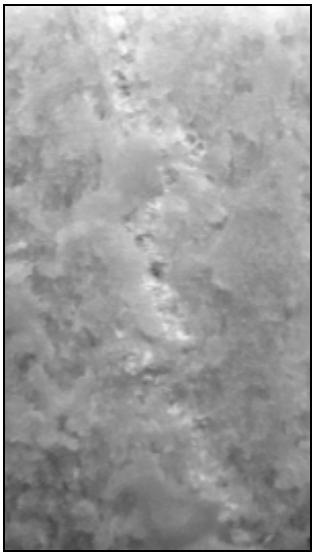


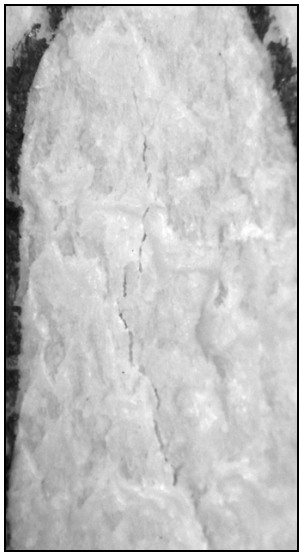
A-) %17.5 5XH Talk Katkılı, 10.80 MPa , 25.46bar , 0.00 saat
B-) %17.5 5XH Talk Katkılı, 7.40 MPa , 17.21bar , 1.41 saat
C-) %17.5 5XH Talk Katkılı, 7.60 MPa , 17.79bar , 0.73 saat
D-) %17.5 5XH Talk Katkılı, 5.20 MPa , 12.00bar ,142.68 saat

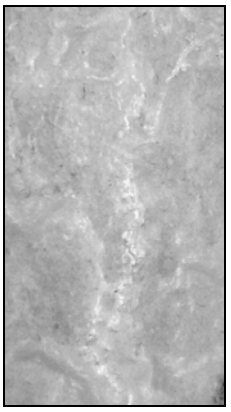
Şekil D3: 5XHTalk mineral katkılı borularda meydana gelen hasarlara ait görüntüler. Katkı oranı hacimce %17,5. Ortalama Partikül çapı = 13 μm

EK: D-4







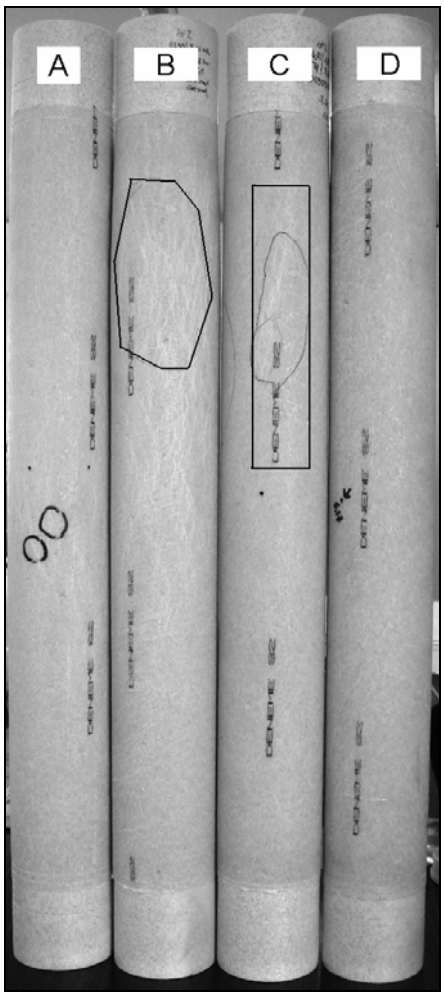


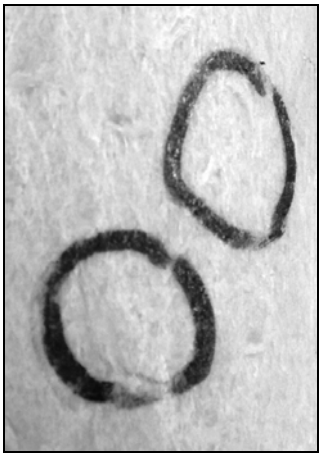


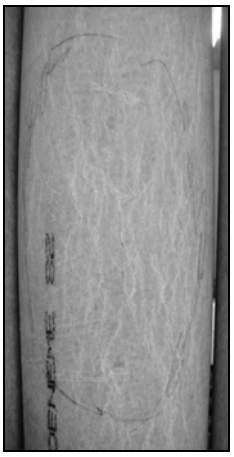
Sol baştan itibaren A,B,C,D ve E deki basınç ve hasar süreleri;

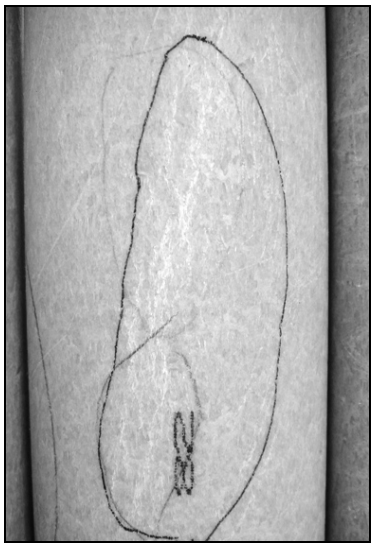
A-) %10 PremierTalk Katkılı, 7.40 MPa, 19.75 bar, 2.38 saat
B-) %10 PremierTalk Katkılı, 7.00 MPa, 18.05 bar, 1.78 saat
C-) %10 PremierTalk Katkılı, 7.80 MPa, 20.50 bar, 0.28 saat
D-) %10 PremierTalk Katkılı, 7.40 MPa, 13.57 bar, 0.76 saat
E-) %10 PremierTalk Katkılı, 6.40 MPa, 14.72 bar, 30.12 saat (Mikro Çatlak, sızdırıyor.)

EK: D-5





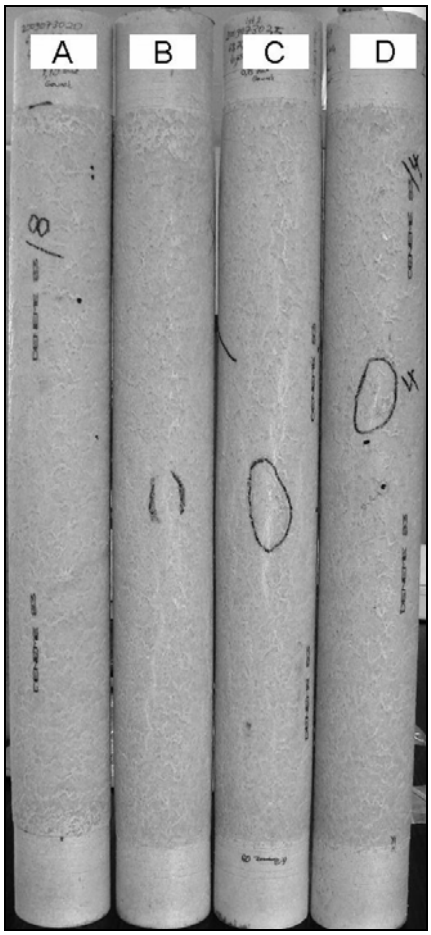




Sol baştan itibaren A,B,C ve D'deki basınç ve hasar süreleri;

A-) %15 PremierTalk Katkılı, 5.10 MPa, 9.86 bar, 0.84 saat
B-) %15 PremierTalk Katkılı, 5.10 MPa, 10.03 bar, 0.90 saat
C-) %10 PremierTalk Katkılı, 4.80 MPa, 9.46 bar, 3.20 saat
D-) %10 PremierTalk Katkılı, 2.80 MPa, 2.80 bar, 5.98 saat (Mikro Çatlak, sızdırıyor.)

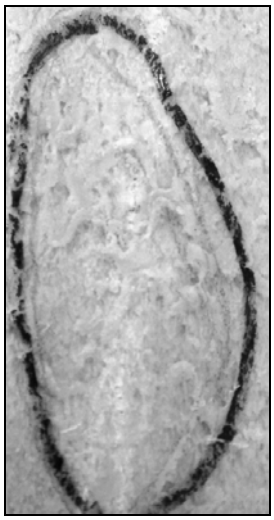
EK: D-6









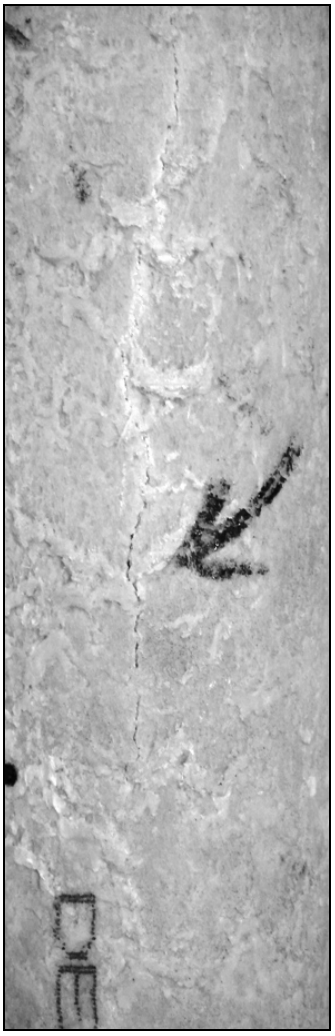


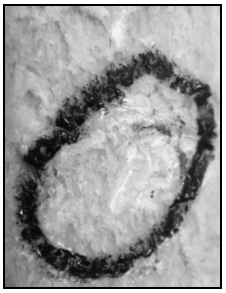
Sol baştan itibaren A,B,C ve D'deki basınç ve hasar süreleri ;

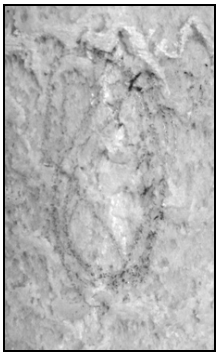
A-) %17.5 PremierTalk Katkılı, 6.00 MPa, 9.67 bar, 1.15 saat
B-) %17.5 PremierTalk Katkılı, 6.00 MPa, 9.79 bar, 1.09 saat
C-) %17.5 PremierTalk Katkılı, 6,00 MPa, 9.44 bar, 0.73 saat
D-) %17.5 PremierTalk Katkılı, 6.40MPa, 11.09 bar, 0.07 saat

EK: D-7











Sol baştan itibaren A,B,C ve D'deki basınç ve hasar süreleri ;

A-) %20 PremierTalk Katkılı, 7.25 MPa, 11.33 bar, 1.01 saat
B-) %20 PremierTalk Katkılı, 7.25 MPa, 10.83 bar, 1.09 saat
C-) %20 PremierTalk Katkılı, 7.25 MPa, 10.36 bar, 1.36 saat
D-) %20 PremierTalk Katkılı, 6.40 MPa, 10.70 bar, 220.00 saat

ÖZGEÇMİŞ

1984 yılında Bolu'da doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Zonguldak T.E.D. Koleji'nde tamamladı. 2002 yılında öğrenime başlamış olduğu Kocaeli Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümünden 2007 yılında Makine Mühendisi olarak mezun oldu. Halen 2007 yılında girmiş olduğu Kocaeli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde, Makine Mühendisliği Bölümünde öğrencidir.