T.C.
SAKARYA UYGULAMALI BİLİMLER ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

OTOMOTİVDE KULLANILAN AEM (ETİLEN AKRİLİK MONOMER) KAUÇUK HAVA HORTUMLARININ EKSTRÜZYON VE OTOKLAV PARAMETRELERİNİN OPTİMİZASYONU

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Emel GÜLER

Enstitü Anabilim Dalı	**:**	**METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ**
Tez Danışmanı	**:**	**Prof. Dr. Hüseyin ÜNAL**

Ağustos 2021

T.C.
SAKARYA UYGULAMALI BİLİMLER ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

OTOMOTİVDE KULLANILAN AEM (ETİLEN AKRİLİK MONOMER) KAUÇUK HAVA HORTUMLARININ EKSTRÜZYON VE OTOKLAV PARAMETRELERİNİN OPTİMİZASYONU

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Emel GÜLER

Enstitü Anabilim Dalı : METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ

Bu tez 18/08/2021 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oybirliği/oyçokluğu ile kabul edilmiştir.

JÜRİ	BAŞARI DURUMU
Jüri Başkanı: Prof. Dr. Hüseyin ÜNAL	BAŞARILI
Üye: Prof. Dr. Fehim FINDIK	BAŞARILI
Üye: Prof. Dr. Ahmet ÖZEL	BAŞARILI

BEYAN

Tez içindeki tüm verilerin akademik kurallar çerçevesinde tarafımdan elde edildiğini, görsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçların akademik ve etik kurallara uygun şekilde sunulduğunu, kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapılmadığını, başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunulduğunu, tezde yer alan verilerin bu üniversite veya başka bir üniversitede herhangi bir tez çalışmasında kullanılmadığını beyan ederim.

Emel Güler

18/08/2021

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitimim boyunca değerli bilgi ve deneyimleri ile yol göstericim olan sayın Prof. Dr. Hüseyin ÜNAL'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Bu çalışmanın gerçekleşmesinde, değerli bilgilerini benimle paylaşarak destek olan Elatek Kauçuk Ar-Ge müdürü Sayın Muhammet KARA'a teşekkür ederim. Deneysel kısmında bana destek veren Elatek Kauçuk laboratuvar ekibine ve yönetimine teşekkürü bir borç bilirim.

Lisans ve yüksek lisans hayatım boyunca beni hep destekleyen, maddi ve manevi hep yanımda olan aileme, eşime ve erkenden uyuyarak tezimi yazmama zaman yarattığı için canım kızıma sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

BEYAN.....ii

TEŞEKKÜR.....iii

İÇİNDEKİLER.....iv

KISALTMALAR vii

SİMGELER viii

TABLOLAR LİSTESİ ix

ŞEKİLLER LİSTESİ x

ÖZET xiii

SUMMARY.....xv

BÖLÜM 1. GİRİŞ 1
1.1. Elastomerler 1
1.2 Kauçuk Kavramı 2
1.3 Kauçuk Malzemelerinin Sınıflandırılması 2
1.4 Kauçuk Çeşitleri 3
1.4.1 Doğal kauçuk (NR) 3
1.4.2 Stiren – bütadien kauçuk (SBR) 4
1.4.3 Etilen-propilen dien monomer kauçuğu (EPDM) 5
1.4.4 Fluoro elastomer kauçuğu (FKM) 5
1.5 Literatür Araştırması 6

BÖLÜM 2. AEM KAUÇUK ÖZELLİKLERİ 12
2.1. Genel Bilgiler ve Kimyasal Yapısı 12
2.2. Karışım Özellikleri 12
2.3 Kullanım Alanları 13
2.4 Diğer Polimerlerle Karıştırılabilme 13
2.5 Vulkanizasyon Maddeleri 14
2.6 İlave Edilen Dolgu Maddeleri 14
2.7 Yumuşatıcılar 17
2.8 Proses Yardımcı Maddeleri 18

BÖLÜM 3. PROSES ADIMLARI VE ÖZELLİKLERİ 20
3.1 Kauçuk Karışımı Hazırlanması 20
3.2 Karıştırma Prosesi 20
3.2.1 Açık karıştırıcılar 21
3.2.2 Kapalı karıştırıcılar (Banbury) 21

3.3 Şekillendirme İşlemleri 23
3.3.1 Kalenderleme 23
3.4 Vulkanizasyon 24
3.4.1 Vulkanizasyon çeşitleri 25

BÖLÜM 4. DENEY KULLANILAN MALZEMELER VE TESTLER 26
4.1 Kullanılan Kimyasallar 26
4.2 Kullanılan Cihazlar ve Özellikleri 27
4.2.1 Laboratuvar ölçekli kompresyon pres 27
4.2.2 Rheometre test cihazı 27
4.2.3 Kesme aparatı 29
4.2.4 Tensometre test cihazı 29
4.2.5 Sertlik test cihazı 31
4.2.6 Kalıcı deformasyon test cihazı ve aparatları 31
4.2.7 Dilimleme makinesi 33
4.2.8 Patlatma ve çap genişleme test cihazı 34

BÖLÜM 5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR 35
5.1 AEM Hamuru Üretimi 35
5.2 Test Plakasının Hazırlanması 36
5.3 Test Plakası Testleri 37
5.3.1 Rheometre testi 37
5.3.2 Sertlik testi 38
5.3.3 Çekme testi 38
5.3.4 Yırtılma testi 39
5.3.5 Kalıcı deformasyon testi 40
5.3.6 Havada yaşlandırma testi 40
5.4 Ekstrüzyon Prosesi 41
5.5 Otoklav Prosesi 44
5.6 Malzeme Testleri 47
5.6.1 Kat yapışma testi 48
5.6.2 Sertlik testi 50
5.6.3 Kopma mukavemeti ve kopma uzaması testi 50
5.6.4 Yırtılma mukavemeti testi 51
5.6.5 Kalıcı deformasyon testi 52
5.7 Performans Testleri 54
5.7.1 Patlatma testi 55
5.7.2 Çap genişleme testi 55

BÖLÜM 6. SONUÇ VE DEĞERLENDİRME 56
6.1 Test Plakası Üzerinden Yapılan Testler 56
6.1.1 Rheometre testi 56
6.1.2 Sertlik testi 58
6.1.3 Çekme mukavemeti testi 59
6.1.4 Kopma uzaması testi 61
6.1.5 Yırtılma mukavemeti testi 62
6.1.6 Kalıcı deformasyon testi 64
6.2 Hortum Üzerinden Yapılan Testler 65

6.2.1 Kat yapışma testi 66
6.2.2 Sertlik testi 66
6.2.3 Çekme mukavemeti testi 67
6.2.4 Kopma uzaması testi 68
6.2.5 Yırtılma testi 69
6.2.6 Kalıcı deformasyon testi 69
6.2.7 Patlatma testi 70
6.2.8 Çap genişleme testi 70
6.3 Sonuçlar ve Öneriler 71

KAYNAKLAR……..…75

KISALTMALAR

AEM : Etilen Akrilik kauçuk

a-MRE : Anizotropik manyeto-reolojik elastomer

CR : Kloropren kauçuk

DMTA : Dinamik mekanik termal analizden

EDXS : Enerji dağılımlı X-ışını spektrometresi

EELS : Elektron enerji kaybı spektrometresi

EGR : Egzoz Gazı Devridaimi

ESI : Elektron spektroskopik görüntüleme

EPDM : Etilen-propilen dien monomer kauçuğu

FEF : Hızlı Ekstrüzyon Fırın Siyahı

FKM : Fluoro elastomer kauçuğu

FVMQ : Florokarbon kauçuk

HAF : Yüksek Aşınma Fırın Siyahı

HMF : Yüksek Modül Fırın Siyah

ISAF : Orta Süper Aşınma Fırın Siyahı

i-MRE : İzotropik manyeto-reolojik elastomer

MRE : Manyeto-reolojik elastomer

NR : Tabii kauçuk

PCV : Karter havalandırması

Rac : Elektriksel iletkenlik

SAF : Süper Aşınma Fırın Siyahı

SBR : Stiren- bütadien kauçuk

STEM : Taramalı transmisyon elektron mikroskobu

TEM : Transmisyon elektron mikroskobu

TGA : Termogravimetrik analiz

VMQ : Silikon kauçuk

SİMGELER

A0 : Alan

C : Karbon

CI : Klor

e0 : Dielektrik geçirgenlik

E0 : Depolama modülü

E00 : Kayıp modülü

F : Flor

H : Hidrojen

O : Oksijen

Phr : Yüz kauçuk başına düşün parça

Pmax : Maksimum kuvvet

S : Kükürt

Tg : Camsı geçiş sıcaklığı

σ : Çekme mukavemeti

TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 2.1 Tipik bir AEM kauçuk karışım reçetesi……..…31
Tablo 2.2 Karışım bileşenleri ve tipik özellikleri…….....31
Tablo 2.3 Karbon siyahının sınıflandırılması…….33
Tablo 2.4 Hızlandırıcı çeşitleri……...34
Tablo 3.1 Kauçuk hamuru formülasyonu……...……36
Tablo 4.1 Deneyde kullanılan hammadde ve phr oranları……..……42
Tablo 6.1 Rheometre test sonuçları…….……...……70

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1.1 Polimer tarihçesi……..……18
Şekil 1.2 Kauçuk Malzemelerinin Sınıflandırılması…….…….…….……19
Şekil 1.3 Doğal kauçuk (NR)……..……20
Şekil 1.4 Hevea Brasilliensis ağacından lateks akışı……...…21
Şekil 1.5.Stiren-bütadien kauçuk formülasyonu (SBR)……..21
Şekil 1.6 EPDM kauçuk formülasyonu……..22
Şekil 1.7 FKM kimyasal yapısı……..…….22
Şekil 1.8 Turboşarj Sistemi…….……25
Şekil 2.1 Kimyasal Yapısı……..…….29
Şekil 2.2 AEM kauçuğun kullanım alanları……30
Şekil 2.3 Karbon siyahının yapısı……..….32
Şekil 2.4 Dolgu miktarının fiziksel özellikler üzerindeki etkisi…….33
Şekil 2.5 Karbon siyahı yapısı ve yüzek kimyası……...…34
Şekil 2.6 Yağ türleri ve alt kıvrımları…….…34
Şekil 3.1 Açık karıştırıcı……...……..37
Şekil 3.2 Banbury karıştırıcı……...…….38
Şekil 3.3 Kalender makinesi……...……39
Şekil 3.4 Ekstrüzyon makinesi……...…….40
Şekil 3.5. Vulkanizasyon öncesi ve sonrası kauçuk özelliklerinin karşılaştırılması...40
Şekil 3.6 Vulkanizasyon Proses Çeşitleri……...……41
Şekil 4.1 Gibitre laboratuvar kompresyon pres……..43
Şekil 4.2 Rheometre eğrisi…….……43
Şekil 4.3 Alpha MDR 2000……..……..44
Şekil 4.4 Test numunesi hazırlama aparatı…….45
Şekil 4.5 Alpha Tensometer 2000 cihazı……..……..45
Şekil 4.6 Zwick/Roell sehpalı sertlik cihazı……..….46
Şekil 4.7 Kesme aparatı……..……47
Şekil 4.8 Kalıcı deformasyon test aparatı……..….47
Şekil 4.9 Kalınlık ölçüm cihazı……...…48

Şekil 4.10 Kalınlık ayar çubukları…….…….48
Şekil 4.11 Emko marka ESM 9920 model etüv…….…….49
Şekil 4.12 Hortum dilimleme makinesi…….…….49
Şekil 4.13 Patlatma ve çap genişleme test cihazı……..……..50
Şekil 5.1 Kauçuk hamurunun millerde karıştırılması…….……51
Şekil 5.2 Banbury milden batch-off'a hamur aktarımı……...……52
Şekil 5.3 Kauçuk şeritlerin kasaya sıralanması……...……52
Şekil 5.4 Test plakaları……...……53
Şekil 5.5 Sertlik test cihazı……..……54
Şekil 5.6 Çekme test numuneleri……54
Şekil 5.7 Yırtılma test numuneleri test sonrası kopmuş numune örneği……...…55
Şekil 5.8 Yırtılma testi……55
Şekil 5.9 Kalıcı deformasyon numuneleri……..56
Şekil 5.10 Havada yaşlandırma işlemi……..…….56
Şekil 5.11 Hava hortumu konstrüksiyonu……..…….57
Şekil 5.12 Ekstrüzyon besleme ünitesi……..…...……..57
Şekil 5.13 İç kat zumbach ölçümü……....…….……58
Şekil 5.14 Plain örgü……...……58
Şekil 5.15 Ekstüzyon çekimi esnasında oluşan katlanma problem…….……59
Şekil 5.16 Dizilmiş eboşlar……...……..59
Şekil 5.17 Pişirme işleminde kullanılan mil maça……..60
Şekil 5.18 Eboşun maçalara takılması……...……60
Şekil 5.19 Hortum parametreleri……...……..61
Şekil 5.20 Otoklav arabasındaki hortumu soğutma işlemi……...……..61
Şekil 5.21 Hortum kesim işlemi……..……62
Şekil 5.22 Pişirilmiş hortumlar……...……62
Şekil 5.23 Farklı referans numuneleri…….……62
Şekil 5.24 Hortum dilimleme işlemi……...……63
Şekil 5.25 a) Kat yapışma test numunesi b) Kat yapışma test numunesi…….……63
Şekil 5.26 Kat yapışma testi ……...……64
Şekil 5.27 a) Çift taraflı band b) Diske yapıştırılmış sertlik ölçümüne hazır numune……64
Şekil 5.28 Kopma test numuneleri …….……65
Şekil 5.29 Kopma testi grafiği ve sonuçları……65

Şekil 5.30 Yırtılma test numunesi……...……66
Şekil 5.31 Yırtılma testi …….……66
Şekil 5.32 Kalıcı deformasyon test numunesi…….……67
Şekil 5.33 Numune etiketleri …….……67
Şekil 5.34 Numunelerinin başlangıç kalınlık ölçümleri ……...…….……68
Şekil 5.35 Patlatma testi hortum bağlantısı ……69
Şekil 6.1 Test plakası sertlik sonuçları (Vulkanizasyon süresi sabit)…….…73
Şekil 6.2 Test plakası sertlik sonuçları (Vulkanizasyon sıcaklığı sabit)…….…73
Şekil 6.3 Test plakası çekme mukavemeti test sonuçları (Vulkanizasyon süresi sabit)……..……..74
Şekil 6.4 Test plakası çekme mukavemeti test sonuçları (Vulkanizasyon sıcaklığı sabit)……75
Şekil 6.5 Test plakası kopma uzama test sonuçları (Vulkanizasyon süresi sabit).…76
Şekil 6.6 Test plakası kopma uzama test sonuçları (Vulkanizasyon sıcaklığı sabit)……....76
Şekil 6.7 Test plakası yırtılma mukavemeti test sonuçları (Vulkanizasyon süresi sabit)……77
Şekil 6.8 Test plakası yırtılma mukavemeti test sonuçları (Vulkanizasyon sıcaklığı sabit)……....77
Şekil 6.9 Test plakası kalıcı deformasyon test sonuçları (Vulkanizasyon süresi sabit)……....78
Şekil 6.10 Test plakası kalıcı deformasyon test sonuçları (Vulkanizasyon sıcaklığı sabit)……79
Şekil 6.11 Kat yapışması test sonuç grafikleri……80
Şekil 6.12 Sertlik değeri test sonuç grafiği…….…81
Şekil 6.13 Çekme mukavemeti değeri test sonuç grafiği ……...82
Şekil 6.14 Kopma uzaması değeri test sonuç grafiği……..…83
Şekil 6.15 Yırtılma mukavemeti test sonuç grafiği……84
Şekil 6.16 Kalıcı deformasyon test sonuç grafiği……...…84
Şekil 6.17 Patlatma testi sonuç grafiği……....85
Şekil 6.13 Çap genişleme testi sonuç grafiği……..86

OTOMOTİVDE KULLANILAN AEM (ETİLEN AKRİLİK MONOMER) KAUÇUK HAVA HORTUMLARININ EKSTRÜZYON VE OTOKLAV PARAMETRELERİNİN OPTİMİZASYONU

ÖZET

Etilen akrilik monomer kauçuklar (AEM) özellikle sıcaklık ve ozon dayanımı gerektiren otomotiv parçalarında kullanılırlar. Bu çalışmada, Fiat firmasının turbo şarj hava hortumu referans olarak alınmıştır. Öncelikle, AEM karışımı için dolgu maddesi, proses yağı, pişiriciler, antiozanatlar gibi katkı maddeleri kullanılarak reçete hazırlanmıştır. Daha sonrasında hazırlanan bu malzemeler banbury kapalı karıştırıcıda karıştırılmıştır. İlk aşamada hazırlanan karışımların vulkanizasyon parametrelerinin belirlenmesi için reolojik özellikleri incelenmiştir. Daha sonrasında hazırlanan karışımlar ile laboratuvar ölçekli kompresyon preste 200x200x2 mm boyutunda test plakaları basılarak malzeme testleri yapılmıştır. Test sonrası pişirilmiş test plakaları üzerinden sertlik, çekme mukavemeti, kopma uzaması, yırtılma mukavemeti ve kalıcı deformasyon oranı değerleri belirlenmiştir. Test plakası üzerinden yapılan test sonuçlarına en uygun değerin 175 °C ve 25 dakika olduğu görülmüştür. Ekstrüzyon hortum alt kat AEM, örgü ve üst kat AEM olacak şekilde üç katman olarak belirlenmiştir. Ekstrüzyon parametreleri optimize edebilmek için ilk olarak hat hızı 2,5 metre/dakika olacak şekilde sabit tutulmuştur. Hortumların hatvesi ise sırasıyla 2,5, 3,5 ve 4 mm olacak şekilde arttırılmıştır. Sonrasında hatve 3,5 mm de sabit tutulmuştur. Hat hızı sırasıyla 2 ve 3,5 m/dakika olarak arttırılmıştır. Ekstrüzyon parametresinden sonra üretilen ürüne firmada eboş denilmektedir. Eboşun kat yapışmasının olması büyük önem taşır. Uygun parametrelerin belirlenmesi için kat yapışma testi yapılmıştır. En iyi yapışmanın sağlandığı parametreler 2,5 m/dakika hat hızında ve 3,5 mm hatvede olduğu belirlenmiştir. 7 bar 1300 saniye, 7 bar 1500 saniye, 10 bar 800 saniye, 10 bar 950 saniye ve 10 bar 1100 saniye olmak üzere 5 farklı deneme üretimi yapılmıştır. Bu vulkanizasyon denemeleri otoklavda yapılmıştır. Toplamda 25 farklı deneme parametresi üzerinden AEM kauçuk hortumun iç kat ve dış kat ayrı ayrı olmak üzere sertlik, çekme mukavemeti, kopma uzaması ve yırtılma mukavemeti değerleri tespit edilmiştir. 2,5 m/dakika hat hızı ve 3,5 mm hatvede çekilen Eboşlar üzerinden pişirilen numenelere kalıcı deformasyon testi, patlatma testi ve çap genişleme testleri de yapılmıştır. Testler sonucunda en uygun parametrenin 7 bar da 1500 saniye ve 10 bar da 800 saniye olduğu tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: AEM, ekstrüzyon, otoklav, optimizasyon, pişirme, kauçuk

OPTIMIZATION OF EXTRUSION AND AUTOCLAVE PARAMETERS OF AEM (ETHYLENE ACRYLIC MONOMER) RUBBER AİR HOSES USED IN AUTOMOTIVE

SUMMARY

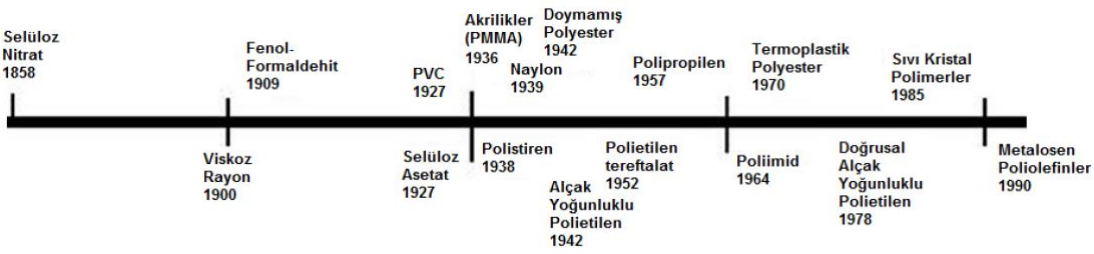
Ethylene acrylic monomer rubbers (AEM) are especially used in automotive parts that require temperature and ozone resistance. In this study, the turbocharger air hose of Fiat company was taken as a reference. Firstly, formulation of AEM compound was prepared with additives such as filler, process oil, curing agents and antiozanates. Then, these prepared materials were mixed in a Banbury mixer. In the first stage, rheological properties of prepared compounds were examined for the determination of vulcanization parameters. Then, materials tests have been made by 200x200x2 mm test plate sample that is produced with laboratory-scale compression press. Some of the tests before curing, rheological properties of the mixture were examined by rheometer testing. Hardness, tensile strength, elongation at break, tear strength, and compression set ratio of the compounds was determined on test plates. According to the test results made on the test plate, the most appropriate value was observed to be 175 °C and 25 minutes. The construction of the hose produced in extrusion has been determined as AEM/Aramid/AEM. To optimize the extrusion parameters, the line speed was kept constant at 2.5 meters/minute. The pitch has been increased to 2,5, 3,5, and 4, respectively. Afterward, the pitch was kept constant at 3.5 mm. The line speed was increased to 2 m/min and 3.5 m/min, respectively. The product produced after the extrusion parameter is called ebos in the company. It is of great importance that Ebos has layer adhesion. The layer adhesion test was performed in order to determine the appropriate parameter. The parameters with the best layer adhesion were determined to be at a line speed of 2.5 m/min line speed and a pitch of 3.5 mm. 5 different trials were done 1300 seconds at 7 bar, 1500 seconds at 7 bar, 800 seconds at 10 bar, 950 seconds at 10 bar, and 1100 seconds at 10 bar. These vulcanization trials were made in autoclaves. Hardness test, tensile strength, elongation at break and tear tests of AEM rubber hose were done out separately as the inner layer and the outer layer over 25 different test parameters in total. Compression set test, burst test, and diameter expansion tests were done the samples curing on the Eboş production at 2.5m/min line speed and a pitch of 3,5mm. As a result of the tests, it was determined that the most suitable parameter was 1500 seconds at 7 bar and 800 seconds at 10 bar.

Keywords: AEM, extrusion, autoclave, optimization, curing, rubber

BÖLÜM 1. GİRİŞ

1.1. Elastomerler

Elastomerlerin en temel özelliği orijinal uzunluğundan daha fazla gerildiğinde bile, ideal koşullar altında, gerilim ortadan kalktığında bile orijinal haline ve uzunluğuna geri dönmeleridir. Dinamik veya statik gerilimler altında, iyi tokluk, hava ve su geçirmezlik, çeliğe oranla daha iyi aşınma direnci göstermektedir. Elastomerler günümüzde pek çok alanda özel uygulamalar için viskoelastik özellikler gösterebilmektedir. Örneğin; lastiklerin şok izolasyonu ve titreşim sönümleme özelliği bulunmaktadır. Bu özellikler çeşitli iklim koşullarında, geniş sıcaklık aralığında ve ozon açısından yüksek atmosferlerde bile korunmaktadır. Termoplastiklerden farkları moleküler yapıda C, H, S, F, O veya Cl gibi organik bileşik oluşturan elementlerden meydana gelmesidir. Molekül zincirlerinde az da olsa doymamış C içermektedir. Elastomerler, polyester, cam veya poliamid gibi takviye elemanları ile kullanılabilmektedir. Bu sayede dayanımları önemli ölçüde artmaktadır. Sıcaklık aralıkları elastik özellikleri için camsı geçiş sıcaklığı (Tg) ile sınırlıdır. Camsı geçiş sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda kırılgan ve sert yapıdadır [1]. Polimer tarihçesi Şekil 1.1'de gösterilmiştir.



Şekil 1.2 : Polimer tarihçesi [2].

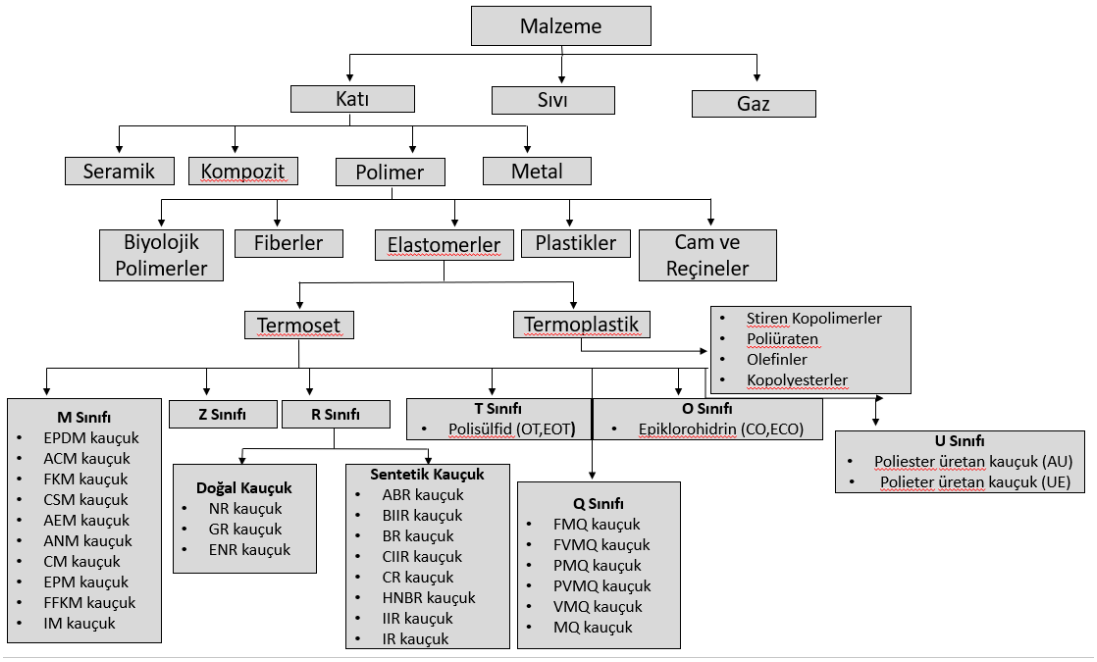
1.2 Kauçuk Kavramı

Kauçuklar çapraz bağlanmamış ama çapraz bağlanabilme özelliğine sahip yani vulkanize olabilen polimerlerdir. Kauçuk ve elastomer kavramı ASTM standartlarında birbirinden ayrılmıştır. ASTM 1566 standardında uygulanan kuvvetin serbest bırakılmasıyla hemen orijinal boylarına dönebilen makromoleküler bir malzeme olarak tanımlanmaktadır. Kauçuk ise uygulunan kuvvet kaldırıldığında tekrar belirli bir süre sonra eski haline gelebilen makromoleküler malzeme olarak tanımlanmaktadır. Tüm kauçuk malzemeler elastomerdir. Ancak tüm elastomerler kauçuk malzeme değildir [10].

Kauçuklar iki sınıfa ayrılmaktadır. Bunlar; doğal ve sentetik kauçuklardır.

1.3 Kauçuk Malzemelerinin Sınıflandırılması

Kauçuk malzemeler elastomerlerin sonra ise polimer malzemelerin içerisinde yer almaktadır. ASTM D1418 [3] standartlarında kauçuk malzemeler için Şekil 1.2'de M, N, O, R, Q, T, U ve Z sınıflandırılması bulunmaktadır [4].



Şekil 1.2 : Kauçuk Malzemelerinin Sınıflandırılması.

1.4 Kauçuk Çeşitleri

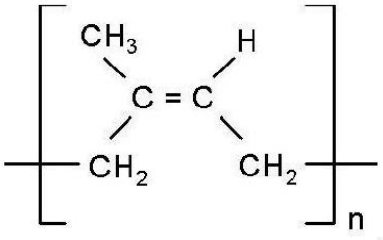
Kauçuklar doğal kauçuklar ve sentetik kauçuklar olmak üzere ikiye ayrılmaktadır. Tabii kauçuk (NR) Hevea brasiliensis ağacından elde edilmektedir. Sütümsü sıvı yani lateks özel yarıklar açılarak ağaçtan kaba toplanmaktadır [5]. Doğal kauçuk, polimerize formda toplanmaktadır [1].

Sentetik kauçuk .üretim süreci ham kauçuk üretimiyle başlar. Bu işlemde ilk adım olarak polimerizasyon işlemi kullanılmaktadır [1]. Sentetik kauçuk uygun monomerlerin polimer haline getirilmesi ile sulu emülsiyon şeklinde elde edilir [5].

Günümüzde sentetik kauçuk ürünü petrol türevlerinden üretilmektedir. Doğal kauçuk yerine tamamen sentetik kauçuk kullanılamamaktadır [6].

1.4.1 Doğal kauçuk (NR)

Hevea Brasilliensis adı verilen ağacın iç kabuğundan kesilen bir kısmından süzülen ve hava ile karşılaştığında katılaşarak doğal kauçuğa dönüşen süte benzer bir maddedir [7]. Doğal kauçuğun formülasyonu Şekil 1.3'de gösterilmiştir.



Şekil 1.3 : Doğal kauçuk (NR).

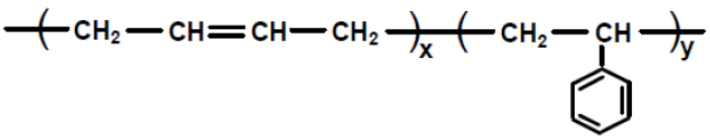
Şekil 1.4'de lateks sıvısının ağaçtan akışı gösterilmiştir. Doğal kauçuğun kaynağı olan ve Euphorbiaceae familyasına ait bitkilerden elde edilen lateks a ilk defa XIX. yüzyıl ortalarında, tıp alanında takma dişlerin yapımında kullanılmıştır. İlk cerrahi eldivenler 90'lı yılların başında sağlık çalışanlarının hizmetine sunulmuştur. Günlük hayatımızda otomobil lastikleri, ayakkabı tabanı, bulaşık eldiveni, emzik, biberon ve balon gibi alanlarda kullanımı mevcuttur [6].



Şekil 1.4 : Hevea Brasilliensis ağacından lateks akışı [4].

1.4.2 Stiren – bütadien kauçuk (SBR)

Stiren-bütadien kauçuklar en çok üretilen sentetik kauçuktur. Başlangıçta doğal kauçuğun (NR) yerine kullanılması adına geliştirilmiştir. Stiren ve 1,3- bütadien'in kopolimerizasyonu ile elde edilir. Stiren-bitadien kauçukta 4 farklı yapı birimi bulunmaktadır. SBR elastomerleri günümüzde çözelti ve emülsiyon polimerizasyon teknikleri ile üretilebilmektedir. SBR kauçuğu peroksitler ve kükürt verici sistemler ile birlikte vulkanize edilebilir [1]. SBR kauçuğun formülasyonu Şekil 1.5'de gösterilmiştir.

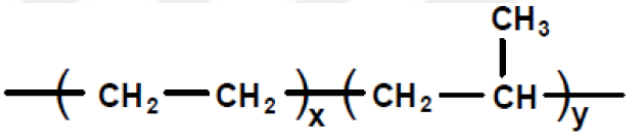


Şekil 1.5 : Stiren-bütadien kauçuk formülasyonu (SBR).

1.4.3 Etilen-propilen dien monomer kauçuğu (EPDM)

Etilen-propilen kauçuklar iki gruba ayrılmaktadır. Bunlarda ilki etilen-propilen kauçuklar (EPM) ve ikincisi ise etilen-propilen-dien kauçuktur (EPDM). EPM, etilen ve propilenin bir kopolimeridir ve EPDM ise etilen, propilen ve dienin bir terpolimeridir. Genellikle kauçuklar ağırlıkça %45-60 oranında etilen monomer içermektedir. Yüksek içerikli etilen malzemelerin işlenmesi, düşük etilen içerikli malzeme oranla daha zordur. EPDM kükürt, peroksit, reçine kürleri ve radyasyonla vulkanize edilebilir. EPM kauçukların, ana zincirde doymamışlık olmadığından kükürt ile vulkanize edilemez. EPM, peroksitler veya radyasyon ile kürlenebilir. [1].

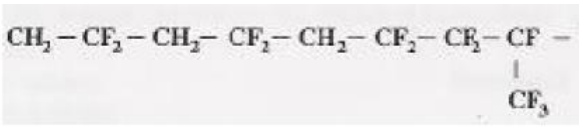
Ozona ve kimyasallar karşı yüksek dayanımı bulunmaktadır. EPDM kauçuk, genellikle otomotiv sektöründe kullanılmaktadır. Bunun dışında inşaat ve yapı malzemelerinde, kablolarda ve tellerde ayrıca kaplamalarda ve izolasyonda kullanılabilmektedir [8]. EPDM kauçuğun formülasyonu Şekil 1.6'da gösterilmiştir.



Şekil 1.6 : EPDM kauçuk formülasyonu.

1.4.4 Fluoro elastomer kauçuğu (FKM)

Florokarbon kauçuklar, karbon ve flor arasındaki bağın sağlamlılığından dolayı kararlı malzemelerdir. En yaygın olarak kullanılan FKM kauçukları, diaminler, polihidroksit bileşikleri ve bisfenollerle vulkanize edilebilir. Vulkanizasyon sistemi, asit alıcı olarak bir metal okside sahiptir. [1]. Şekil 1.7'de FKM kauçuğun kimyasal formülasyonu verilmiştir.



Şekil 1.7 : FKM kimyasal yapısı.

1.5 Literatür Araştırması

Öztürk S. ve arkadaşları [9] yaptıkları çalışmada, banbury tipi dahili karıştırıcıda etilen akrilik monomer kauçuk (AEM) ve etilen propilen dien monomer (EPDM) kauçuk karışımlarının belirli oranlarda karıştırılmasını amaçlamışlardır. Kauçuk karışımları oranları sırasıyla 90/10, 20/80, 30/70 ve 60/40 phr olarak belirlenerek karıştırılmıştır. Ek olarak, karışımların her birine, gerilme mukavemeti, kopma uzaması, sertlik ve kalıcı deformasyon gibi reolojik ve mekanik özelliklerin yanı sıra termal ve yağ (IRM 901 ve IRM 903) yaşlanma etkilerini belirlemek için test edilmiştir. AEM kauçuğuna %10 oranında EPDM kauçuğunun ilave edilmesi, kalıcı deformasyonda, gerilme mukavemetinde ve kopmada uzamada bir artışa neden olduğu gözlenmiştir. IRM 901 yağında A100 ve A90E10 numunelerinin çekme dayanımı değerlerinin 8 MPa'dan büyük olduğu ve sertlik değerinin yaşlandırma sonrasında değişmediği görülmüştür. A100 ve A90E10 numuneleri, SAEJ200M3EE708 standardı gereklilikleri için tatmin edici sonuçlar gözlenmiştir.

Gao T. ve arkadaşları [10] yaptıkları çalışmada, AEM kauçuğu A-MRE yöntemi ile iki farklı şekilde üretilmesini amaçlamıştır. Manyeto-reolojik elastomer (MRE), elastomer matrisi esas alan bir tür akıllı malzemedir ve manyetik parçacık düzenlemesine bağlı olarak izotropik (i-MRE) ve anizotropik MRE (a-MRE) olarak ikiye ayrılmaktadır. İ-MRE'de karbonil demir parçacıkları (CIP) rastgele dağılırken, a-MRE'de zincir benzeri bir yapı oluştururlar. A-MRE-1, manyetik alanın uygulanmasını ve aynı anda matrisin kürlenmesini içeren tek adımlı bir işlemle üretilmiştir. Öte yandan, a-MRE-2, CIP yönelimini indüklemek için manyetik alanın uygulandığı ve ardından matrisin kürlendiği iki aşamalı işlemle üretilmiştir. MRE'nin mikro yapısı ve mekanik özellikleri, taramalı elektron mikroskobu, evrensel test makinesi ve dinamik mekanik analiz ile karakterize etmişlerdir. Sonuçlar, MRE'deki CIP içeriğinin sertleşme özellikleri üzerinde hiçbir etkisinin olmadığını gözlenmiştir.

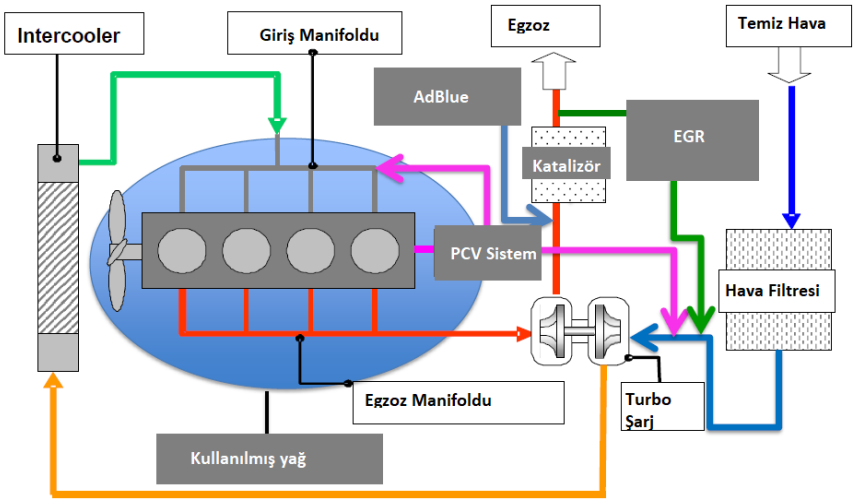
K. Kammerer ve arkadaşları [11] yaptıkları çalışmada, geliştirilmiş düşük sıcaklık özelliklerine sahip AEM üretimi yapmaktır. AEM kauçu seçmeden önce bir çok kauçuk çeşidi değerlendirmişlerdir. İlk seçenek CR kauçuktur. Yüksek maliyetin yanı sıra, kaputun altındaki alan sınırlamaları her zaman ön yükleme / ısı kalkanı kombinasyonlarına izin vermediği içiz vazgeçildi. Diğer bir seçenek ise daha fazla ısıya dayanıklı elastomer seçmekti. Örnek olarak, silikon kauçuk (VMQ), CR'den

çok daha geniş bir sıcaklık aralığı sunar, ancak aks greslerine bariyer özellikleri sağlamaması bakımından önemli bir eksikliğe sahiptir. Bu, yağlayıcıların yer değiştirmesine ve sonuç olarak metal parçaların aşınmasına ve aşınmasına yol açar. Diğer bir endişe de, VMQ'nun zayıf delinme direncidir ve keskin kenarlı taşlar çizmelere çarptığında kesilmelere yol açmaktadır. Diğer ısı ve gres dirençli FVMQ polimerleri, daha geniş bir ölçekte dikkate alınamayacak kadar pahalıdır. HNBR, iyi yağ bariyeri özellikleri ve sürekli ısı direnci sunmaktadır. 140°C'ye kadar öte yandan, düşük sıcaklık özellikleri CR için olduğu kadar iyi değildir ve bitmiş parça maliyeti de önemli ölçüde daha yüksektir. Daha ekonomik bir alternatif olarak AEM, CVJ botlarında ve kaputun altındaki diğer esnek parçalarda 15 yılı aşkın süredir başarıyla kullanılmaktadır. Yağlara karşı dayanımı bulunmaktadır. Üretilen yeni AEM otomobil yağlarına karşı iyi bariyer özellikleri ve önyükleme uygulamalarında taşlardan kaynaklanan darbenin neden olduğu ayrılmayı önlemek için iyi yırtılma direnci sunar. Dinamik özelliklerdeki ticari AEM kalitelerine göre farklılıklar, NVH uygulamaları için malzeme seçiminde daha fazla genişlik sağlayabilmektedir.

B.P. Sahoo ve arkadaşları [12] yaptıkları çalışmada, iletken karbon siyahının (CCB) fiziko-mekanik, termal ve elektriksel özellikler üzerindeki etkisi çeşitli karakterizasyon teknikleriyle araştırmışlardır. Vulkanizatların fiziko-mekanik özelliklerini dolgu miktarının değişimi ile incelemişlerdir. 20 phr (yüz kauçuk başına parça) CCB yüklemesine kadar gerilme mukavemetinin arttığını, daha yüksek dolgu yüklemesinde ise marjinal olarak azaldığını ortaya koymuşlardır. Ayrıca, dolgu yükündeki artışla birlikte elastiklik modülü, yırtılma mukavemeti ve sertlikte kademeli artış gözlemlemişlerdir. Sıkıştırma seti ve aşınma kaybı, artan CCB yüklemesi ile azalmıştır. Vulkanize edilmemiş kauçuğun bağlı kauçuk içeriğinin (Bdr) artan CCB içeriği ile önemli ölçüde arttığı bulunmuştur. CCB yüklemesi ile şişme azalırken çapraz bağ yoğunluğunun arttığını gözlemlemişlerdir. Isıl kararlılığı termogravimetrik analiz (TGA) ile değerlendirilen vulkanizatlar, CCB içeriğindeki artışla küçük bir artış gösterdiğini bulmuşlardır. Dinamik mekanik termal analizden (DMTA), CCB'nin katılmasıyla etilen akrilik elastomer (AEM) matrisinin depolama modülü (E0), kayıp modülü (E00) ve cam geçiş sıcaklığının (Tg) arttığı gözlemlemişlerdir. Dielektrik geçirgenlik (e0), elektriksel iletkenlik (rac) ve elektrik modülleri (M0 ve M00) gibi AEM vulkanizatlarının dielektrik gevşeme özellikleri, farklı dolgu yükünde frekansın bir fonksiyonu (101 ila 106 Hz) olarak

incelemişlerdir. EO'nun frekans ve dolgu yüklemesi ile değişimi, heterojen bir sistem içindeki dolgu maddelerinin arayüzey polarizasyonuna dayalı olarak açıklamışlar. E0, CCB yüklemesi arttıkça arttı ve uygulanan frekansla azaldığını gözlemlemişlerdir. Frekans bağımlılığı, iletim yolu teorisi ve süzülme eşik limiti kullanılarak araştırılmıştır. Irk, hem CCB konsantrasyonunda hem de uygulanan frekans M0 uygulanan frekansla arttı, ancak 30 phr dolgunun üzerine düştüğünü gözlemlemişlerdir. M00 zirvesi, daha yüksek frekans bölgesine doğru kaymıştır ve 20 phr dolgu yükünün üzerinde tepeler, test edilen frekans bölgesinde gözlemlemişlerdir. Elektromanyetik girişim koruma etkinliği (EMISE), CCB yüklemesindeki artışla önemli ölçüde geliştirilmiş olan X-bandı frekans bölgesinde (8-12 GHz) çalışmışlardır.

Dupont'un [13] yayınladığı bir çalışmada, zorlu otomotiv uygulamaları için genişletilmiş olanaklara sahip yeni AEM polimerleri özelliklerinden bahsetmiştir. İyileştirilmiş Vamac kauçuğun iyileştirilmiş mekanik ve ısı direnci bulunmaktadır. Mevcut Vamac kauçuğun M_H değeri 10,8 dNm olarak tespit edilirken iyileştirilmiş Vamac kauçuğunun M_H değeri 12 dNm belirlenmiştir. M_H değerinde % 11,1 oranında bir yükselme meydana geldiği görülmüştür. Çevresel düzenlemeler ve yakıt verimliliğini artırma gereksinimleri, Egzoz Gazı Devridaimi (EGR), Karter havalandırması (PCV hortumu), AdBlue® sistemi gibi yeni teknolojilerin kullanılmasına yol açmıştır. Bu, motorun farklı alanlarında daha agresif sıvıların varlığına yol açtığı ve bu sıvıların bileşiminin açıkça tanımlanması zor olduğu ifade edilmiştir. Aşağıdaki şekilde turbo şarj sistemi yer almaktadır.



Şekil 1.8 : Turbo şarj sistemi [13].

AEM ve ACM arasındaki ana fark, ACM gibi % 100 estere kıyasla hidrolize karşı daha iyi dirençle sonuçlanan AEM'nin yüksek etilen içeriği olduğunu gözlemlemişlerdir. AEM'nin yağ direnci, metil akrilat monomerinin daha uzun alkil ikame edicilere sahip ACM monomerine kıyasla daha yüksek polaritesi ile sağlamaktadır.

Seçici katalitik İndirgeme sistemleri, NOx'in azaltılması için su bazlı üre solüsyonları kullanır. OEM'ler çoğu zaman dizel yakıta ek direnç talep etmektedir.

- Vamac® kullanan çözümler OEM'lerin mevcut spesifikasyonlarını karşılar
- Vamac® Ultra IP, standart Vamac® sınıflarından daha iyi performans gösterir
- Düşük MA içeriği önerilmektedir.

Dupont'un [14] yayınladığı bir çalışmasında, Vamac özellikleri ve üretim yeri özellikleriden bahsetmiştir. DuPont Vamac etilen akrilik elastomerler, yüksek sıcaklıklara mükemmel direnç ve bu tür otomotiv sıvılarına karşı iyi direnç gösteren kürlenmiş bileşikler haline getirilebildiğini açıklamışlardır. Vamac'ın düşük sıcaklık performansı, diğer ısı ve yağa dayanıklı polimerlerin çoğunu geride bıraktığı ifade edilmiştir. Tipik bileşikler –40°C'deki performans için OEM spesifikasyonlarını karşıladığı ve Vamac bileşikleri –50°C'ye kadar düşük son kullanım gereksinimlerini karşılayacak şekilde tasarlanabildiği bilgisi verilmiştir. Vamac bazlı son ürünler, sıcak yağlara ve hidrokarbon veya glikol bazlı yağlayıcılara, şanzıman sıvılarına ve hidrolik direksiyon sıvılarına karşı mükemmel dirence sahip olduğundan bahsedilmiştir. Vamac'ın benzine veya oldukça aromatik sıvılara batırılmış bileşenlerde kullanılması tavsiye edilmez, ancak hava giriş manifoldu için conta olarak ve maliyetleri düşürmek için yakıt hattı uygulamalarındaki malzemeleri kapsadığı ifade edilmiştir. Vamac® bileşiklerinin yüksek titreşim sönümleme özelliği, geniş sıcaklık, frekans ve genlik aralıklarında neredeyse sabit kalabildiğinden bahsedilmiştir. Ekstrüzyon ve blow molding de üretimi yapılabilmektedir.

J.R. Kelley'in [15] yapmış olduğu çalışmasında, hem HT-ACM hem de HT-AEM malzemelerinin özelliklerini ayrıntılı olarak karşılaştırmışlardır ve ayrıca bu uygulamalarda HyTemp AR212XP kullanımıyla elde edilebilecek performans geliştirmelerinden bahsetmişlerdir.

G.Ş. Ünal ve A.E. Meriçboyu [16] yaptıkları çalışmada, AEM kauçuğun karbon siyahı ve yağ oranının karışımların viskoelastik ve fiziksel özelliklerine etkisini incelemişlerdir. Bu çalışma için yağ oranı ilk başta 10 phr sabit tuttulmuştur, karbon siyahı ise 4 farklı phr oranında test plakası elde etmişlerdir. Ardından karbon siyahı 60 phr da sabit tutularak 3 farklı phr oranında yağ karıştırılarak test plakası elde etmişlerdir. Test plakaları üzerinden testleri gerçekleştirmişler ve çalışma sonucunda AEM kauçuk için dolgu maddesi oranının 60 phr ve yağ oranının ise 10 phr olması gerektiği sonucuna varmışlardır.

L.Lefebvre ve K. Kammerer [17] yaptıkları çalışmada, ekstrüzuon ve kalıplama yöntemleri için avantajlı yeni bir AEM kauçuktan bahsetmişlerdir. Karıştırma parametreleri ve reolojik özellikleri hakkında bilgiler verilmiştir. Ekstrüzyon denemeleriyle birlikte, daha iyi birleştirme süresi, daha uzun kavurma, daha düşük kalıp şişmesi ve ekstrüzyonda daha yüksek çıktı ve enjeksiyonlu kalıplamada daha yüksek sıcak yırtılma direnci sağlamışlardır.

F.Hofer ve arkadaşları [18] yaptıkları çalışmada, AEM kauçuk ile pirinç bağlama sistemlerinde iki farklı hazırlama tekniği kullanmışlardır. Bu bağlanma sonucunda bağ tabakalarını elektron mikroskobu ile incelemişlerdir. Bağ tabakaları, transmisyon elektron mikroskobu (TEM), taramalı transmisyon elektron mikroskobu (STEM) elektron kırınımı ile karakterize işlemi gerçekleştirmişlerdir. Enerji dağılımlı X-ışını spektrometresi (EDXS), elektron enerji kaybı spektrometresi (EELS) ve elektron spektroskopik görüntüleme (ESI) işlemlerini sağlamışlardır.

T. Gao ve arkadaşları [19] yaptıkları çalışmada, AEM kauçuk ile ZnO ile doldurulmuş ve amin kürleme ile kürlenmişlerdir. Metal ligand çapraz bağ yapısı FTIR ve XSP testleri ile doğralamışlardır. Gerilme mukavemeti ve dinamik özellikler test makinesi ve kauçuk proses analizörü (RPA) ile incelenmiştir. Yapılan çalışmanın sonucunda, AEM matrisinde koordinasyon çapraz bağ yapısı oluştuğunu ve Zn_2+ ile amin grubu arasındaki koordinasyon bağlarından dolayı olağanüstü gerilme mukavemeti ve dinamik özellikler sergilediği ifade edilmiştir.

V.D. Berg ve arkadaşları [20] yaptıkları çalışmada, EPDM kauçuğa farklı pişme zaman ve sıcaklıklarının etkilerini araştırmışlardır. Vulkanizasyon şartları 120, 140, 160 ve 180°C'de 60 dakika ve 140°C'de 15,5, 30 ve 60 dakika olmak üzere 7 farklı parametre üzerine çalışmışlardır. 160°C ve 180°C'de yüksek sülfit çapraz

bağlanmaları yerine disülfidik çapraz bağlanmalarının olduğu gözlemlemişlerdir. 120°C ve 140°C gibi düşük sıcaklıklarda hemen hemen bağlanmalarının gerçekleşmediği ve pentasülfidik çapraz bağlanmaların en fazla olduğu bilgisi verilmiştir.

E. Ayrancı [21] yaptığı tez çalışmasında, karbon siyahı dolgulu doğal kauçuk nanokompozitin farklı sıcaklık ve sürelerde pişirilmesinin yırtılma özelliklerine etkisini incelemiştir. Çalışma üç aşamadan oluşturulmuştur. İlk aşamasında dolgu maddesi olarak karbon siyahı belirli formülasyonlarda hazırlamışlardır. İkinci aşamasında hazırlanan hamurun reolojik özelliklerini incelemişler ve üçüncü aşamasında ise farklı sıcaklık ve sürelerde vulkanize edilerek çekme-kopma ve yırtılma testlerini gerçekleştirmişlerdir. Pişirme koşulları sırasıyla 150, 160, 170 ve 180 °C olarak ayarlanarak tek tek her sıcaklık değeri 8, 10, 12, 14 ve 16 dakika pişirmişlerdir. Toplamda 25 farklı parametre üzerinde çalışma yapmışlar. Çalışmanın sonucunda yırtılma ömrünün maksimum düzeyde olması için en iyi parametrenin 160 °C ve 10 dakikada olduğunu gözlemlemişlerdir.

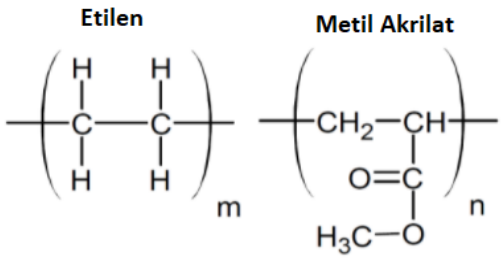
Y.F. Eken ve A. Kokangül [22] yaptıkları çalışmada, EPDM kauçuk hamurunu hazırlanırken reçete üzerinde aktivatör, akseleratör ve pişirici phr'larını değiştirerek 24 farklı deneme hamuru hazırlamışlardır. Reolojik özelliklerini incelemek adına tüm parametrelerin M_L, M_H, ts_2 ve t_{90} değerlerine bakılarak pişme şartları hakkında yorumlama yapılması istenilmiştir. Test sonuçlarının analiz edilmesi için Minitap programı kullanılarak Varyans Analizi (ANOVA) yapmışlar ve reolojik özelliklerine istinaden en optimum nokta 3 phr aktivatör, 1,5 phr akselaratör ve 1 phr pişirici kullanılan reçete olduğu tespit etmişlerdir. Aynı zamanda t_{90} değerinin 1,08 dakikadan 0,96 dakika düşürerek üretim miktarının yıllık %12 artacağı belirtilmiştir.

Literatür araştırmaları sonucunda, AEM kauçuğun vulkanizasyon parametre optimizasyonu ile ilgili sınırlı sayıda literatür çalışmasına rastlanmıştır. Ekstrüzyon parametre optimizasyonu ile ilgili literatür çalışmasına rastlanmamıştır.

BÖLÜM 2. AEM KAUÇUK ÖZELLİKLERİ

2.1. Genel Bilgiler ve Kimyasal Yapısı

Etilen akrilik monomer kauçuğun ticari adı VAMAC'tır. İlk kez 1975 yılında piyasaya tanıtılmıştır. Yağ ve kimyasallara, havaya, ozona karşı dayanıklıdır. İyi kopma mukavemetine sahiptir. Titreşim önleme ve düşük kalıcı deformasyon özelliklerine sahiptir. Elastik özellikleri 170°C'de uzun süre koruyabilmektedir. 204°C'e bir hafta dayanabilmektedir [23]. Vamac (AEM) kauğun kimyasal yapısı Şekil 2.1'de gösterilmiştir.



Şekil 2.1 : Kimyasal Yapısı.

2.2. Karışım Özellikleri

AEM kauçuk, yüksek sıcaklığa, yağlara ve havaya karşı dayanım sağlayabilen bir kauçuk türüdür. İyi esneme özelliklerine sahip olan AEM kauçuk aynı zamanda aşınma, sıkışma ve yırtılma direncine sahiptir. Çalışma sıcaklık aralığı -45°C ile +175 °C arasında yer almaktadır [24].

AEM teknolojisinin sıcaklık direncini HT-ACM'den daha düşük bir aralıkla sınırlıdır. AEM'nin ekstrüzyon performansı, aynı zamanda polimer omurgasındaki etilen içeriğinden de kaynaklanan, AEM bileşikleriyle mümkün olan daha yüksek dolgu ve plastikleştirici yüklemelerinden de etkilenir. Standart AEM sınıflarının sıcaklık direnci eksiklikleri nedeniyle, bir AEM polimer üreticisi, HT-ACM ile

rekabet etmek için yüksek sıcaklıkta etilen akrilat (HT-AEM) teknolojisini piyasaya sürdürmüştür [15].

2.3 Kullanım Alanları

AEM kauçuktan yapılan kürlenmiş parçalar aşağıda bahsedilen otomotiv parçalarında kullanılmaktadır [25]. Şekil olarak 2.2'de gösterilmiştir.

• Benzinli ve dizel motorlar için turbo şarj hortumları

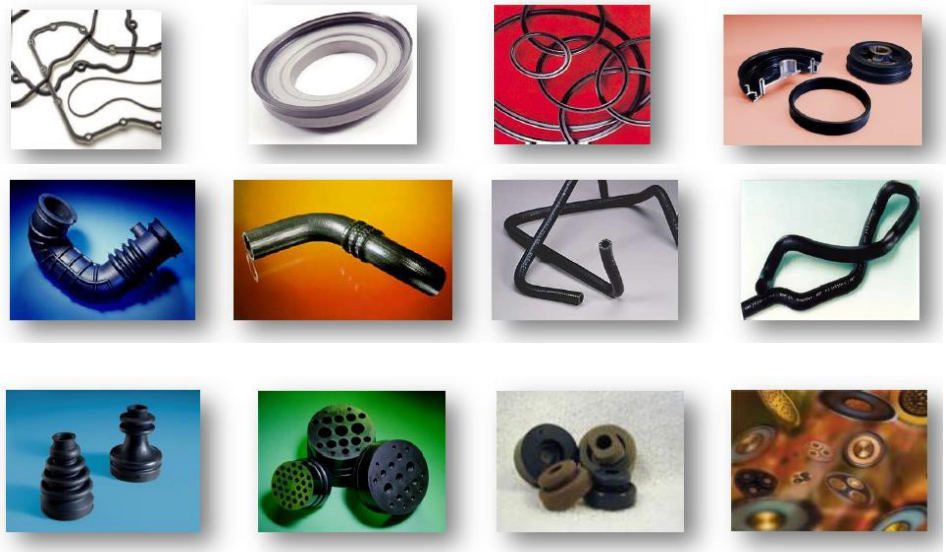
• Yakıt hortum kapakları

• Şanzıman yağı soğutucu hortumları

• İletim sistemlerindeki contalar

• Motor sistemlerindeki contalar

• Burulma titreşim damperleri



Şekil 2.2 : AEM kauçuğun kullanım alanları [26].

2.4 Diğer Polimerlerle Karıştırılabilme

Yüksek viskoziteye sahip AEM kauçuklar diğer polimerler ile daha kolay karıştırılabilmektedir [27]. AEM kauçuklar, FKM, EPDM, CR, NBR ve farklı bir AEM gibi kauçuk çeşitleri ile birleştirilerek üretim gerçekleştirilebilmektedir.

2.5 Vulkanizasyon Maddeleri

AEM elastomerleri iki genel kategoriye ayrılır. Bunların bir kısmı etilen, metil akrilat ve bir kürlenme bölgesi monomerlerinden yapılan terpolimerlerdir. Bu terpolimerler normal olarak diaminlerle kürlenir. Diamin kürleme işlemi iyonik çapraz bağlanma temellidir. AEM elastomerlerinin bir diğer kategorisi ise etilen ve metil akrilattan yapılan dipolimerlerdir. Dipolimerler normalde organik peroksitlerle kürlenir. AEM elastomerleri artık metil akrilat monomer içerir. Tipik bir kalıntı metil akrilat monomer seviyesi ağırlıkça %0,15'tir. Bu monomerin birçoğu işleme ve sertleştirme aşamaları sırasında k.aybolur ve bitmiş parçalarda az bulunmaktadır.

2.6 İlave Edilen Dolgu Maddeleri

Tablo 2.1 : AEM kauçuk reçete örneği.

Malzeme	Miktar (phr)
AEM Polimeri	100
Karbon Siyahı	50-80
Plastifiyanlar	0-30
Antioksidan	1-3
Hızlandırıcı	0-5

Tablo 2.1'de tipik bir AEM kauçuk reçetesi gösterilmiştir. Kauçuk reçetesi hazırlanırken kullanılan malzemeler phr cinsinden yazılır. Kauçuk, dolgu maddesi, plastikleştiriciler, antioksidanlar ve hızlandırıcılar yer almaktadır.

Tablo 2.2 : Karışım bileşenleri ve tipik özellikleri.

Kimyasal Bileşen	Fonksiyonu	Tipik Örnek	Tipik Firma
Kauçuk, Polimer	Ana Hammadde	EPDM, AEM,CR	Exxon, Mitsui, Zeon
Dolgu Maddesi	Sertlik Düşme, Maliyet	FEF N550, Durex 0	CABOT, ORION
Pişiriciler	Kimyasal Bağ	Sülfür, Peroksit	RheinChemie
Antioksidan	Yaşlanma Dayanımı	TMQ, Antilux654	RheinChemie

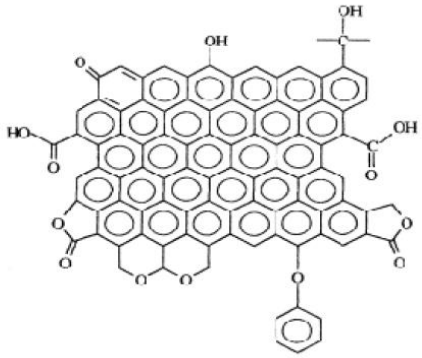
Kauçuklar elastomerler ve katkı maddelerinden oluşmaktadır. Katkı maddeleri örneğin antioksidanlar, antiozanatlar, pişiriciler, hızlandırıcılar ve dolgu maddeleridir [1]. Tablo 2.2'de kimyasal bileşenler, fonksiyonu, örnekleri verilmiştir.

Karbon siyahı kauçuk reçetesinde dolgu maddesi olarak kullanılmaktadır. Dolgu maddeleri siyah ve beyaz dolgu maddeleri olmak üzere iki sınıfta yer almaktadır.

Aktif dolgu maddeleri : Karbon siyahı ve silikalar

Yarı aktif dolgu maddeleri: Kalsiyum silikat, talk, sodyum alüminyum silikat

İnaktif dolgu maddele: Kalsiyum karbonat



Şekil 2.3 : Karbon siyahının yapısı [7].

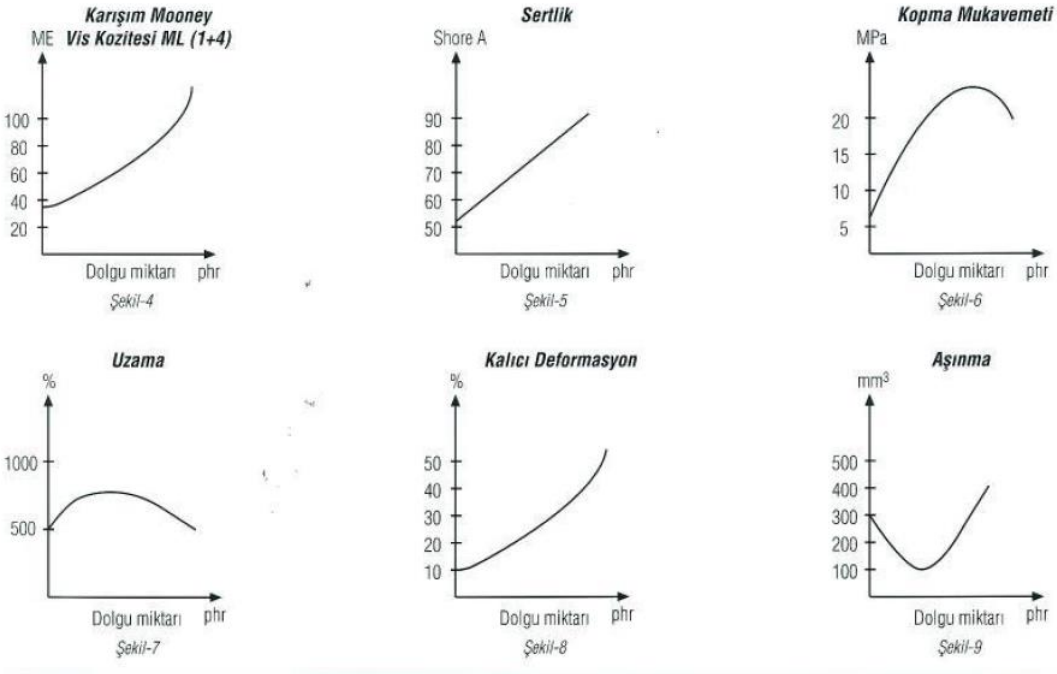
Yukarıdaki Şekil 2.3'de karbon siyahının yapısı yer almaktadır. Karbon siyahı kendi arasında; fırın siyahları, lamba siyahları, ısıl siyahlar ve diğer siyahlar olarak ayrılmaktadır. Ön çok kullanılan fırın siyahları; SAF (Süper Aşınma Fırın Siyahı), ISAF (Orta Süper Aşınma Fırın Siyahı), HAF (Yüksek Aşınma Fırın Siyahı), HMF (Yüksek Modül Fırın Siyah) ve FEF (Hızlı Ekstrüzyon Fırın Siyahı) karbon siyahlarıdır. Dolgu maddelerini tanımlayan başlıca özellikler bulunmaktadır. Bunlar, yapı özellikleri, yüzey alanı, nem miktarı, kül miktarı, spesifik gravite, tanecik büyüklüğü, asidik ve bazik olması ve suda çözülebilen madde miktarı başlıca özelliklerindendir. [28]. Karbon siyahının yapı özelliklerinin artışı ekstrüzyon çekimi sonucunda yüzey düzgünlüğü sağlamaktadır. Sertlik değerlerini, viskozitesini ve % uzama arttırır. Tane büyüklüğünün azalışı ise sertliği, kopma mukavemetini ve yırtılma aşınma mukavemetinin arttırırken, % uzama değerini düşürmektedir. Fiziksel özelliklerini arttırmak için tane büyüklüğünün küçük olması gerekir. Ne kadar tane boyutu küçük ise karışım içerisinde o kadar homojen karışacağı için fiziksel özellikleri olumlu etkilenmektedir. En düşük tane boyuna sahip olan ASTM

standardına göre N110'dur. Yüzey alanın vulkanize olmuş bir kauçukta kuvvetlendirme ve aşınma dayanımı yüksek oranda etkilemektedir. Tane büyüklüğü ise en çok yüksek gerilim değerini etkilemektedir. Aşağıdaki tabloda karbon siyahının sınıflandırıması yapılmıştır.

Tablo 2.3 : Karbon siyahının sınıflandırılması [29].

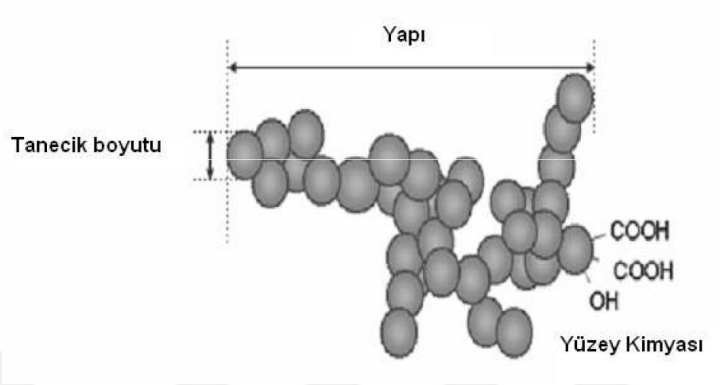
ASTM Sınıfı	İsmi	Tane Büyüklüğü (nm)	Yüzey Alanı (m^2/g)
N110	SAF	11-19	125-155
N220	ISAF	20-25	110-140
N330	HAF	26-30	70-90
N440	FF	31-39	45-69
N550	FEF	40-48	36-52
N660	GPF	49-60	26-42
N762	SRF	61-100	17-33

Dolgu maddeleri arttıkça fiziksel özelliklerde değişiklikler meydana gelmektedir. Aşağıdaki Şekil 2.4 'de değişim grafikleri gösterilmiştir.



Şekil 2.4 : Dolgu miktarının fiziksel özellikler üzerindeki etkisi [15].

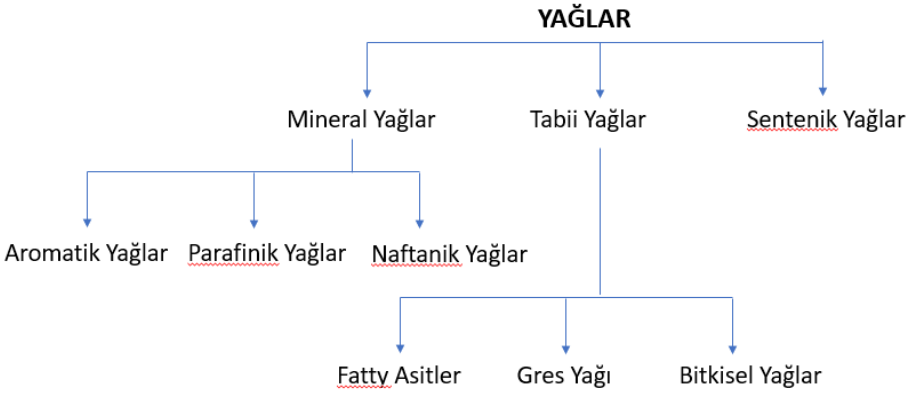
Karbon siyahlarına iyot sayısı, DBP sayısı, tane büyüklüğü/dağılımı, CTAB Analizi (Cetyl trietyl ammonium bromide), BET analizi, ve nem testleri yapılabilmektedir. Beyaz dolgu maddelerine ise tane büyüklüğü/dağılımı, nem ve kül testleri yapılabilmektedir [30]. Şekil 2.5'de karbon siyahının yapısı ve yüzey kimyası yer almaktadır.



Şekil 2.5 : Karbon siyahı yapısı ve yüzey kimyası [30].

2.7 Yumuşatıcılar

Dolgu maddelerinden sonra en çok kullanılan kimyasallardandır. Yumuşatıcıların kauçuk hamuru üzerindeki etkisi aşağıdaki gibidir. Polimer dolgu maddelerinin içerisine karıştırıldığında daha rahat karışmasını sağlar. Sürtünmeleri azaltacağı için mekanik aşınmaların önüne geçmiş olur. Sürtünme sırasında ısı meydana geleceği için karışımın vulkanizasyon olmasını sebep olmaktadır. Yumuşatıcı kullanımı sayesinde önlenmiş olunur. Karışımın viskozitesini düşürdüğü için enerji azalmasına sebep olur. Karışımın homojen karışmasını sağlar. Karışımın akışkanlığı arttıracağı için işlenmesini kolaylaştırır. Yüksek oranda yumuşatıcı kullanımı maliyeti düşürmektedir. Kauçuk karışımlarına eklenen bir diğer katkı maddesi yağlardır. Kauçuk karışımında yağların kullanım amacı; kauçuk karışımının akıcılığının arttırılması, karışım maliyetinin ucuzlatılması, dolgu maddelerinin dispersiyonunun kolaylaştırılması ve enerji tasarrufu sağlamaktır.



Şekil 2.6 : Yağ türleri ve alt kıvrımları.

Şekil 2.6'da yağların sınıflandırılması yapılmıştır. Parafinik yağların yoğunluğu aromatik yağlara göre daha düşüktür. Peroksit ile kürlenme özelliği en iyi olan yağ çeşidi parafinik yağdır. Sıcaklık viskozite ilişkisi parafinik yağlarda düşük aromatik yağlarda yüksektir [31]. Yağları test etmek için anilin noktası ve viskozite testleri yapılmaktadır [30].

2.8 Proses Yardımcı Maddeleri

Kauçuklarda sadece kükürt kullanımı vulkanizasyon hızının artmasını sağlamaz. Proses hızını arttırmak için reçetelerde hızlandırıcılar kullanılmaktadır. Genellikle organik hızlandırıcılar, inorganik hızlandırıcılara göre daha yaygın kullanılmaktadır. Organik hızlandırıcılar; kauçuk pişme esnasında çağraz bağlanma hızını arttıracağı için prosesin daha ekonomik olmasını sağlamaktadır. Hızlandırıcı kullanarak kükürt miktarını azaltmış olunmaktadır. Bu sayede kükürtten gelen yan etkiler de azalmış olur. En sık kullanılan hızlandırılar aşağıdaki gibidir.

Tablo 2.4 : Hızlandırıcı Çeşitleri.

Hızlandırıcı İsimleri	**Kısaltması**
2- Merkapto Benzotiyazol	MBT
Zn-2 Merkapto Benzotiyazol	ZMBT
Dibenzotiyazol Disülfür	MBTS
N-Siklohekzil-2-Benzotiyazol Sulfenamit	CBS
N-Tersiyer Butil-2-Benzotiyazol Sulfenamit	TBBS
2-Benzotiyazol-N-Sülfen Morfolit	MBS
N,N-Disiklohekzil-2-Benzotiyazol Sulfenamit	DCBS
Tetrametil Tiuram Disülfür	TMTD
Tetrametil Tiuram Monosülfür	TMTM

BÖLÜM 3. PROSES ADIMLARI VE ÖZELLİKLERİ

3.1 Kauçuk Karışımı Hazırlanması

Kauçuk hamurunun içerisinde kauçuk, dolgu maddeleri, hızlandırıcılar, plastikleştiriciler, aktivatörler, antiozanatlar, stabilizatörler, alev geçiktiriciler, pigmentler ve reçineler bulunmaktadır. Üründe aranan özelliklere göre kauçuk reçetesi tasarlanmaktadır. Kauçuk reçetesinin en önemli kısmını kauçuk phr'ı belirlemektedir [33]. Kauçuk malzemesi her zaman 100 phr olacak şekilde reçeteye eklenmelidir. Phr " parts per hundred of rubber " türkçesi ise "yüz kısım kauçuk" olarak tanımlanmaktadır [32]. Bileşik formülasyonunda phr birimi kulllanılmaktadır. Tablo 3.1 Kauçuk hamuru formülasyon örneği verilmiştir.

Tablo 3.1: Kauçuk hamuru formülasyonu.

Malzeme	Phr
Kauçuk	100
Dolgu Maddeleri	75
Kükürt	3
Çinko Oksit	6
Hızlandırıcılar	2
Steraik asit	3
Plastikleştiriciler	50

3.2 Karıştırma Prosesi

Kauçuk hamurunun hazırlanabilmesi için kauçuk, dolgu maddeleri ve katkı maddeleri ile birlikte homojen karışıtırılmalıdır. İstenilen mekanik ve fiziksel özellikler doğrultusunda reçetede yer alan bileşenler tartılarak karıştırıcıya yüklenir [7]. İstenilen malzeme ve performans özelliklerine göre her kauçuğun reçetesi farklılık göstermektedir.

3.2.1 Açık karıştırıcılar

Açık karıştırıcılar kapalı karıştırıcılara nazaran daha ilkel karıştırma yöntemidir. İnsana bağlı faktörler açık karıştırıcıda daha fazladır ve parametrelerin kontrol edilmesi daha zordur. Dolgu maddeleri verilmeden önce iki silindir arasında 6-7 mm mesafe olması tavsiye edilmektedir. Peptizör kullanılıyor ise bu açıklık 8-10 mm olabilmektedir. Kauçuk karışımı iyi karıştırılmaz ise ön şekillendirme aşamasında kalender veya ekstrüzyon çekimi esnasında problem yaşanabilmektedir. Aynı süre ve ısıda karıştırılması karışım optimizasyonu için çok önemlidir. Günümüzde açık karıştırıcılar kapalı karıştırıcılara nazaran daha ilkel ve kontrolsüz kalmaktadır. Bilimsel çalışmalarda açık karıştırıcılardan ise kapalı karıştırıcılar tercih edilmektedir. Toplam karıştırma süresi 20-40 dakika arası sürebilmektedir. Şekil 3.1'de açık karıştırıcı örneği yer almaktadır.



Şekil 3.1 : Açık karıştırıcı [34].

3.2.2 Kapalı karıştırıcılar (Banbury)

Kauçukta karıştırma prosesi en önemli proses adımlarındandır. Karıştırmanın amacı; üretimde kolayca işlenebilecek, etkin bir şekilde kürleme prosesiyle vulkanizasyon olabilecek, homojen dağılmış bir bileşime sahip bir ürün üretmektir. Kapalı karıştırıcılar ilk kez 1916 yılında banbury adıyla anılmaya başlanmıştır [29].

Banbury karıştırıcısı, çift yönlü rotorların birbirine bitişik silindir şeklinde kapalı bir sistemde birbirine doğru döndüğü makinedir. Karıştırma parametreleri; hız, sıcaklık, zaman, basınçtır ve ekipmandır [8].

Kauçuk karışımları açık valslerde veya kapalı karıştırıcıda hazırlanmaktadır. Açık valsler genel olarak 2 metre boyunda ve 60 cm çapında ters yönde dönen iki valsten oluşmaktadır. Açık valsler gerektiğinde ısıtılabilir veya soğutulabilir. Kauçuk hamuru valslerin arasına konulmaktadır. Valsler arasında ezme işlemi yapılmaktadır. Ezme işlemi sırasında katkı maddeleri eklenir. İşlem sonunda kauçuk hamuru levha şeklindedir. Kapalı karıştırıcılar (Banbury), kapalı bir haznede ters yönde dönen iki rotordan meydana gelmektedir. Rotor içerisinden soğuk su geçmektedir. Bu sayede kauçuğun karıştırılırken pişmesi önlenmektedir. En son adımda kauçuk levha şeklindedir. Banbury tipi karıştırıcılarda kauçuk ve katkı maddeleri otomatik tartım sistemi ile hazneye yüklenmedir [5].

Levha veya şerit haline gelmebilmesi için banbury karıştıra prosesinden sonra hamur Batch-off (soğutma ve stoklama ünitesi) makinesine gönderilir. Levha veya şeritlerin birbirine yapışmasını önlemek amacıyla antitak solünyonu havuzundan merdaneler yardımıyla geçirilir. Ardından fanlar yardımıyla kauçuk hamurunun üzerindeki solüsyon kurutulur ve kasaya depolanması sağlanır [29].

Batch alma süresi 5-10 dakika arasındadır. Banbury karıştırıcıların hamur kapasitesi hacim cinsinden değerlendirilmektedir. Yaklaşık üretim kapasitesi hacimsel olarak %70-75 doluluk oranındadır. Şekil 3.2'de banbury karışrıcı örneği yer almaktadır.



Şekil 3.2 : Banbury karıştırıcı [35].

3.3 Şekillendirme İşlemleri

Hamurun karıştırılma işlemi tamamlandıktan sonra hamura ön şekillendirme yapılır. Ön şekillendirmede kullanılan prosesler ekstrüzyon ve kalenderdir [7].

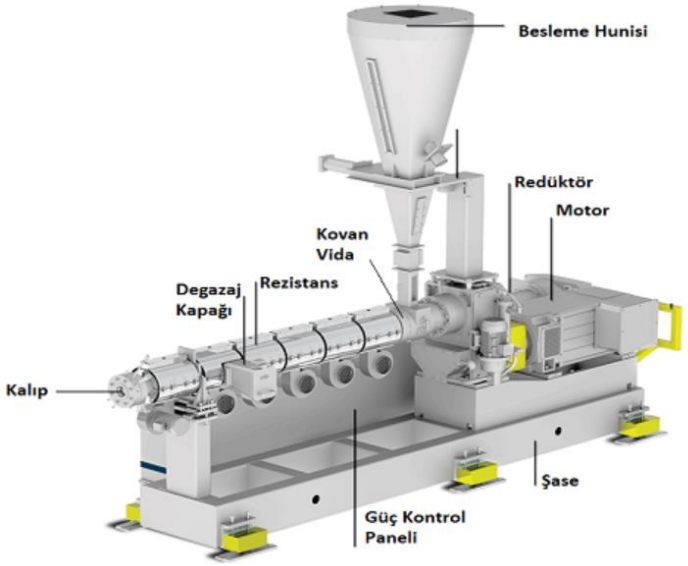
3.3.1 Kalenderleme

Kalenderleme prosesi, kauçuk hamurunu silindirlerden geçirilerek belirli bir kalınlıkta levha haline getirilmesidir. İstenilen kalınlıkta levha veya bez üzerine ince bir kat kaplamak için kullanılmaktadır. İki, üç veya dört silindirin üst üste yatay olarak durmasını sağlayacak şase, ayak, yataklama ve bu silindirlerin dönmesini sağlayan motor ve dişli kutusundan ibarettir. Silindirlerin içerisinde su geçerek kauçuk kalenderlenmesi esnasındaki pişmesini engellemektedir. Şekil 3.3'de kalenderleme makinesi şekil olarak gösterilmiştir.



Şekil 3.3 : Kalender makinesi [36].

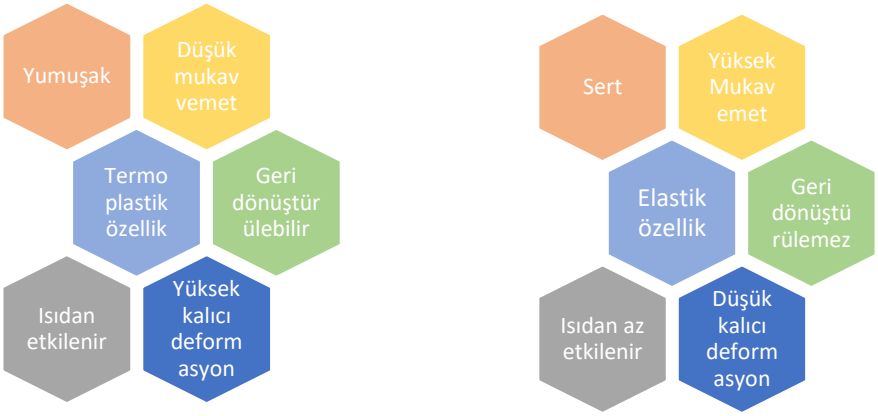
Basınç ve ısı yardımıyla malzemenin vidalı kalıptan geçerek şekillendirilmesi işlemidir. Bu proseste bir düz kafa ekstrüzyon ve/veya T kafa ekstrüzyon yer almaktadır. Eğer üretilecek olan yarı mamul örgülü ise örgü makinesi de bulunmaktadır. Profil, tip, boru hortum, tekerlek, sırt kauçuğu ve levha gibi şekillendirmenin yanı sıra kablo ve tellerin kaplanmasında da kullanılmaktadır. Kauçuk karışımı besleme ünitesinden ekstrüzyona verilir. Vida yardımı ile ittirilmesinden sonra mastike olur ve ısınır. Bu işlem esnasında viskozitesi düşer ve ısıtılan kalıptan düzgün çıkması sağlanmaktadır. Şekil 3.4'de ekstrüzyon makinesi örneği verilmiştir.



Şekil 3.4 : Ekstrüzyon makinesi [37].

3.4 Vulkanizasyon

Vulkanizasyon işlemi kauçuğun belirli bir sıcaklık, basınç ve zaman içerisinde pişirilmesi işlemidir. 1839 yılında kauçuğun babası olarak bilinen Charles Goodyear kauçuğun vulkanizasyonunu keşfetmiştir [38]. Vulkanizasyon olmamış kauçuk deformasyon sonrası şeklini koruyamaz [7]. Kauçuk ve sülfür arasında ısıtmanın sonucunda kimyasal bir reaksiyona girmektedir. Bu reaksiyon sonucunda C ve S moleküler zincirleri arasında bağlanma meydana gelmektedir [39]. Aşağıdaki şekilde vulkanizasyon öncesi ve sonrası kauçuk özelliklerinin karşılaştırılması verilmiştir.



Şekil 3.5 : Vulkanizasyon öncesi ve sonrası kauçuk özelliklerinin karşılaştırılması.

Vulkanizasyon işlemi aynı zamanda yarı mamul ürüne şekil vermeyi sağlar. Mil veya maçaya takılan yarı mamul horum maçanın şekli ne ise vulkanizasyon işleminden sonra aynı şekli almaktadır. Vulkanizasyon proses çeşitleri Şekil 3.6'da gösterilmiştir.



Şekil 3.6 : Vulkanizasyon Proses Çeşitleri.

Literatüre baktığımızda M. Marşoğlu [40] vulkanizasyon işleminde pişme zamanı arttıkça kauçuk malzemesinin sertliğinin ve % uzamasının azaldığını ve kopma mukavemeti ve modülün ise belirli bir noktaya kadar arttığını ardından tekrar azalışa geçtiğinden bahsetmiştir.

E. Öztürk yüksek lisans tez çalışmasında [32] çapraz bağ yoğunluğu arttıkça malzemenin sürtünme katsayısının azaldığını, yırtılma ve kopma dayanımının belirli bir noktaya kadar arttığı ardından azaldığını, statik modülün ve sertliğin arttığından bahsetmiştir.

3.4.1 Vulkanizasyon çeşitleri

Kauçuk vulkanizasyon prosesinden kükürt, peroksit, metal oksit radyasyon, nem üretan ve reçine çapraz bağlama teknikleridir. En yaygın kullanılan teknik kükürt vulkanizasyonudur. Kükürt vulkanizasyonu kullanılan kauçuk çeşitlerine NR, SBR, BR, CSM ve EPDM örnek gösterilebilir. Peroksitli vulkanizasyonda kullanılan kauçuklar ise EPM, AU-EU ve VMQ örnek gösterilebilir [7]. Reçine kullanılan kauçuklar ise IIR, HNBR ve FKM örnek gösterilebilir. Tiyoüreler vulkanizasyonunda kullanılan kauçuklar ise CR, ECO ve CSM örnek gösterilebilir. Metal oksit kullanılan kauçuklar ise CR, CSM, ECO ve ACM örnek gösterilebilir [41].

BÖLÜM 4. DENEY KULLANILAN MALZEMELER VE TESTLER

4.1 Kullanılan Kimyasallar

Deneysel çalışmada kullanılan malzemelerin üretim ve testler Elatek Kauçuk San. Ve Tic. A.Ş.'de gerçekleştirilmiştir. Deneyde kullanılan AEM kauçuğu VAMAC G ticaeri adıyla Dupont firmasından temin edilmiştir. Kullanılan AEM kauçuğun sertliği 68 shore A'dır. Çekme dayanımı 16,55 MPa, kopma uzaması %280 ve %100 modülü ise 5,1 MPa'dır. Reçetede kullanılan karbon siyahının yoğunluğu 300 kg/m^3''tür. ASH (Kül) miktarı % 0,41'dir. N550 kodlu karbon siyahı kullanılmıştır. Mineral yağın yoğunluğu 1043 kg/m cm^3'tür. Viskozitesi 36 mm^2/s'dir. Akma noktası -58 °C'dir. Kullanılan ''firma'' ifadesi Elatek Kauçuğu temsil etmektedir. Proses yardımcısının erime noktası 60°C'dir. Asit değeri ise 210 mgKOH/g'dır. Akseleratörün yoğunluğu 1,14 g/cm^3''tür.

Tablo 4.1 : Deneyde kullanılan hammadde ve phr oranları.

Hammadde Adı	phr
VAMAC G	100
Karbon Siyahı	70
Mineral Yağ	15
Stearik Asit	0,4
Armeen 18 D Antioksidan	1,3
Vanfre Vam Proses Kolaylaştırıcı	0,9
DPG80 Pişirici	3,8
DIAK NO1 Pişirici	1,3
Toplam	**192,7**

4.2 Kullanılan Cihazlar ve Özellikleri

4.2.1 Laboratuvar ölçekli kompresyon pres

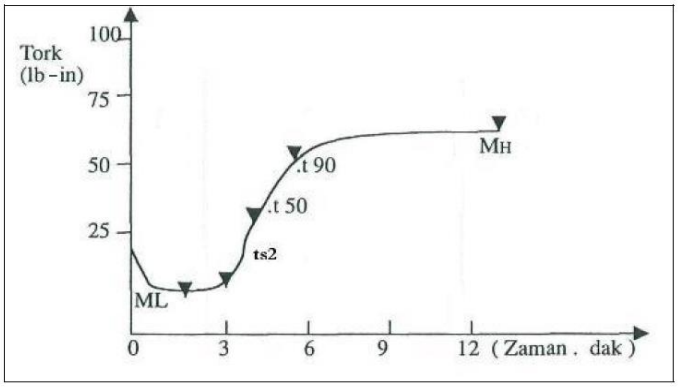
Test plakalarının basımında Şekil 4.1'de yer alan Gibitre marka laboratuvar ölçekli kompresyon pres kullanılmıştır. Alt ve üst kalıp sayesinde istenilen sıcaklık ve zamanda pişirme işlemi yapılarak test plakaları elde edilebilmektedir.



Şekil 4.1 : Gibitre laboratuvar kompresyon pres.

4.2.2 Rheometre test cihazı

Rheometre testleri, Şekil 4.3'de yer alan Alpha MDR 2000 ile yapılmıştır. Rheometre test makinesinden kauçuk hamuru hakkında aşağıdaki şekilde gösterilen bilgilere ulaşabiliriz [42].



Şekil 4.2 : Rheometre eğrisi [32].

M_L: Pişme sırasında çapraz bağlanmanın başladığı noktadır. Minimum tork değerini ifade etmektedir. Birimi Nm olarak gösterilmektedir.

M_H: Pişmenin tamamının gerçekleştiği zaman denk gelen tork değerini ifade etmektedir. Birimi Nm olarak gösterilmektedir.

ts_2: Scorch süresi olarak da bilinmektedir. Karışımın pişmeye başladığı zamanı göstermektedir.

t_{90}: M_H değerine ulaşmak için geçen zamanın %90'ını ifade etmektedir. Kauçuğun %100 değil %90 pişmesi istenir. %10'luk kısım kauçuğun soğuma aşamasındaki zamana bırakılır.

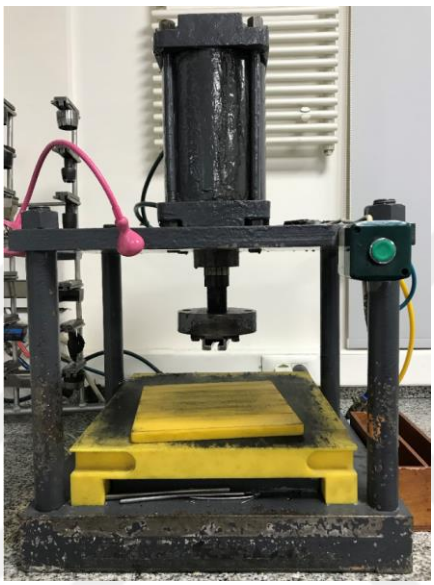
ΔM: MH-ML değerini gösterir. Çapraz bağlanma oranını ifade etmektedir. Birim hacim içindeki çapraz bağ adedine çapraz bağ yoğunluğu denir [41].



Şekil 4.3 : Alpha MDR 2000.

4.2.3 Kesme aparatı

Kopma mukavemeti, uzama, yırtılma ve kat yapışma testleri numunelerini hazırlayabilmek adına Şekil 4.4'de yer alan kesme aparatı kullanılmıştır. Farklı standarlarda kesme aparatları bulunmaktadır. Yırtılma testi için ASTM D 624/B standardına uygun aparat kullanılmıştır. Çekme testi için ise ASTM D 412 / S1 bıçağı kullanılarak numune alınmıştır.



Şekil 4.4 : Test numunesi hazırlama aparatı.

4.2.4 Tensometre test cihazı

Çekme mukavemeti, uzama, yırtılma mukavemeti ve kat yapışması testleri için Şekil 4.5'de gösterilen Alpha Tensometer 2000 cihazı kullanılarak yapılmıştır. Laboratuvar şartları, 23°C ±2 ve %40-60 nem oranında olması gerekmektedir. Deney şartında çekme hızı 500 mm/dakika olarak ayarlanmıştır.



Şekil 4.5 : Alpha Tensometer 2000 cihazı.

Çekme mukavemeti denklem (4.1)'de verildiği gibi hesaplanmaktadır [43].

$$\sigma_{TS} = P_{max}/A_o \quad (4.1)$$

σ: Çekme mukavemeti

P_{max}: Maksimum kuvvet

A_0: Alan

% uzama denklemi (4.2)'de verilen formül ile hesaplanmaktadır [43].

$$\%Uzama = \Delta_L/L_0 x100 \quad (4.2)$$

Δ_L: Son boy eksi ilk boy

L_o: İlk boy

4.2.5 Sertlik test cihazı

Sertlik ölçümleri Şekil 4.6'da yer alan Zwick/Roell sehpalı sertlik cihazı kullanılarak yapılmıştır. IRHD olarak sonuç vermektedir.



Şekil 4.6 : Zwick/Roell sehpalı sertlik cihazı.

4.2.6 Kalıcı deformasyon test cihazı ve aparatları

- Kalıcı deformasyon test numuneleri için Şekil 4.7'de yer alan Wallace marka kesme aparatı kullanılmıştır.



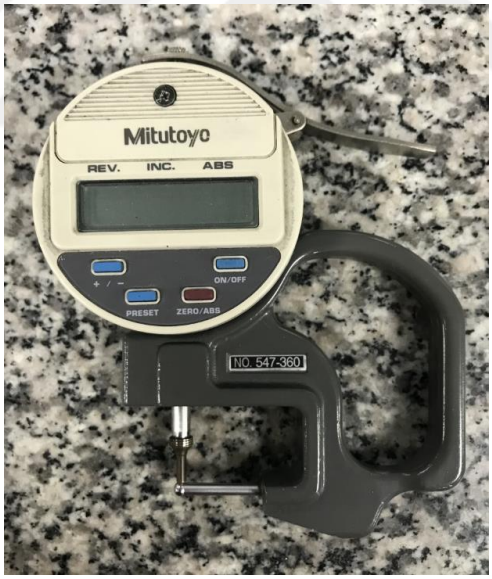
Şekil 4.7 : Kesme aparatı.

- Kalıcı deformasyon testi, VW group için hazırlanan şekilde gösterilmiş kalıcı deformasyon aparatında yapılmıştır.



Şekil 4.8 : Kalıcı deformasyon test aparatı.

- Numunelerin kalınlıkları Şekil 4.9'da yer alan Mitutoyo marka ölçüm cihazı ile ölçülmüştür.



Şekil 4.9 : Kalınlık ölçüm cihazı.

- Kalıcı deformasyon aralığının ayarlanabilmesi için numune kalınlık ölçümünden sonra şartnamenin isteği oranda kalınlığın ayarlanması gerekmektedir. Bu işlem için şekildeki Izeltaş çubuklarından yararlanılmıştır. 0,05 mm'den 1 mm'e kadar farklı kalınlıklarda çubuklar bulunmaktadır.



Şekil 4.10 : Kalınlık ayar çubukları.

- Kalıcı deformasyon testi ve yaşlandırma testi için Şekil 4.11'de yer alan Emko ESM 9920 marka etüv kullanılmıştır.



Şekil 4.11 : Emko marka ESM 9920 model etüv.

4.2.7 Dilimleme makinesi

- AEM hortumu üzerinden yapılacak olan malzeme testleri için şekilde yer alan dilimleme makinesi kullanılmıştır.



Şekil 4.12 : Hortum dilimleme makinesi.

4.2.8 Patlatma ve çap genişleme test cihazı

Performans testlerinden patlatma ve çap genişleme testi için Şekil 4.13'de yer alan CAE marka test cihazı kullanılmıştır.



Şekil 4.13 : Patlatma ve çap genişleme test cihazı

BÖLÜM 5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

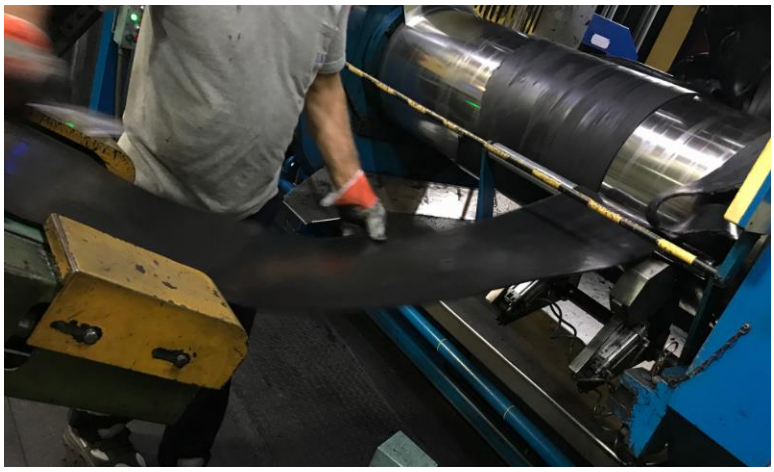
5.1 AEM Hamuru Üretimi

Kauçuk hamurunu oluşturan AEM kauçuğu, dolgu maddeleri ve katkı maddeleri belirli oranlar ile tartılarak Banbury kapalı karıştırıcıya yüklenir. Banbury içerisine ilk olarak AEM kauçuk atılır yaklaşık 10-15 rpm'de ve 1-3 bar arasında karıştırılır. Ardından karbon siyahı karıştırılan hamurun içerisine ilave edilerek 10-15 rpm'de ve 1-3 bar arasında karıştırılmaya devam edilir. Mineral yağ borular yardımıyla direk karışan hamura 10-15 dev/dakikada ve 1-3 bar arasında Banbury içerisinde karıştırılır. Karıştırma yaklaşık 80-90°C'e geldiğinde içerisine kimyasallar aktarılır ve yaklaşık 100-110°C'e kadar karıştırılmaya devam edilir. Eğer o sıcaklıklara gelmez ise otomatik sistem sayesinde 90. Saniyede aşağıdaki millere aktarılır. Şekilde hamur karıştırma görseli yer almaktadır. Sürtünmeden dolayı meydana gelecek olan ısıdan kauçuk hamurunun pişmesini önlemek adına millerin içerisinden soğuk su geçmektedir.



Şekil 5.1 : Kauçuk hamurunun millerde karıştırılması.

Açık millerde bir sağa bir sola dönen aparat yardımıyla kauçuk hamurunun homojen olarak karışması sağlanmaktadır. Karıştırılan hamur ardından şerit halinde kesilerek batch-off makinesine iletilir.



Şekil 5.2 : Banbury milden batch-off'a hamur aktarımı.

Batch-off işlemine şeritler yukarıdaki görselde gösterdiği gibi aktarılır ve ilk olarak antitak solüsyon havuzundan geçirilir. Bu işlem kauçuk şeritlerinin kasada birbirine yapışmasını önlemek adına yapılır. Ardından fanlar yardımıyla kauçuk hamurunun üzerinde kalan solüsyon kurutulur ve 4 ayrı şerit parçaları halinde kasaya sıralanır.

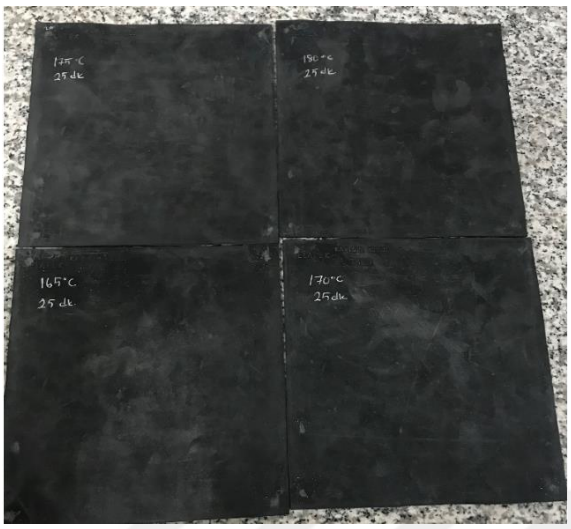


Şekil 5.3 : Kauçuk şeritlerin kasaya sıralanması.

5.2 Test Plakasının Hazırlanması

Levha halinden alınan numune laboratuvar ölçekli sıkıştırma presinde test plakaları aşağıda Şekil 5.4'de görüldüğü gibi 200x200x2 mm ölçülerinde olacak şekilde plaka

formunda basılmıştır. Test plakaları basılırken öncelikle vulkanizasyon zamanı 25 dakika olacak şekilde sabit tutulmuştur.



Şekil 5.4 : Test plakaları.

Ardından 175 °C sabit tutularak sırasıyla 22, 23 ve 27 dakikalık pişirme işlemi yapılarak test plakaları hazırlanmıştır. Her parametreden 4 adet test plakası hazırlanmıştır.

5.3 Test Plakası Testleri

Test sonuçları için sırasıyla 165°/25dakika, 170°/25dakika, 175°/25dakika, 180°/25dakika, 175°/22dakika, 175°/23dakika ve 175°/27dakika olarak belirlenen parametreler 1, 2, 3, 4, 5, 6 ve 7. test plakası olarak anılacaktır.

5.3.1 Rheometre testi

Reolojik özelliklerinin incelenebilmesi adına AEM kauçuk hamuru üzerinden numune alınarak Rheometre test cihazına yerleştirilmiştir. Test sonucunda tablo 5.1'deki veriler elde edilmiştir. AEM kauçuk hamurunun ön pişme değerlerine bakabilmek amacıyla reometre testleri yapılmıştır. Rheometre testleri ASTM D 5289 standardına göre Alpha Technologies MDR 2000 rheometre cihazı ile yapılmıştır. Test numuneleri ASTM D5289 standardına göre hazırlanmıştır. Reoloji testi sonucunda reoloji test grafiği elde edilmiş ve burada M_L, M_H, ts2 ve t90 değerleri tespit edilmiştir.

5.3.2 Sertlik testi

Sertlik testleri test plakaları üzerinden DIN 53505 standardında Şekil 5.5'de gösterilen Zwick/Roell sehpalı sertlik cihazı kullanılarak yapılmıştır. Sertlik ölçme IRHD cinsinden ölçülmüştür. Her parametreden 6 ölçüm alınmıştır.



Şekil 5.5 : Sertlik test cihazı.

5.3.3 Çekme testi

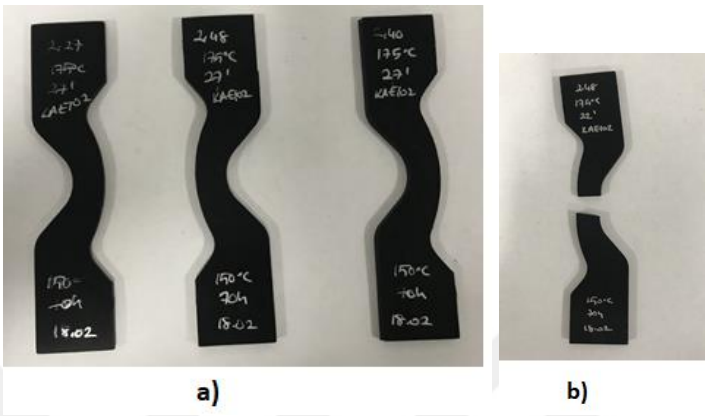
Çekme mukavemeti ve kopma uzaması testleri DIN 53504 S3A standardına uygun olarak hazırlanmış Şekil 5.6'da gösterilmiş test kaşığı şeklinde numuneler kullanılarak Zwick/Roell marka Z010 model bir çekme cihazında gerçekleştirilmiştir. Çekme numuneleri S1 kaşığı ile kesilerek hazırlanmıştır. Her parametre için 5 numune hazırlanmıştır. Çekme testleri 23^{o}C oda sıcaklığında, %50 nem ve 50 mm/dakika çekme hızında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 5.6 : Çekme test numuneleri.

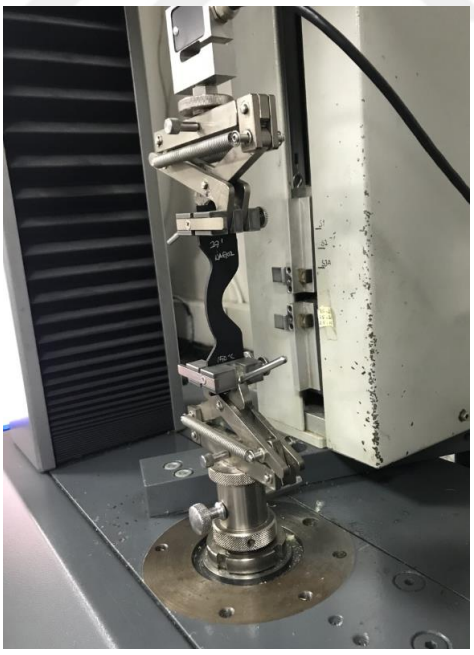
5.3.4 Yırtılma testi

Yırtılma testleri, DIN ISO 34-1A standardına uygun olarak gerçekleştirilmiştir. Deneyler, Zwick/Roell Z010 çekme test cihazında gerçekleştirilmiştir. Test 3 numune üzerinden gerçekleştirilmiştir. Şekil 5.7'de numune örnekleri gösterilmiştir.



Şekil 5.7 : a) Yırtılma test numuneleri b) Test sonrası kopmuş numune örneği.

Yırtılma testleri aşağıdaki şekilde gösterildiği gibi 23ºC oda sıcaklığında, %50 nem şartlarında ve 50 mm/dak. çekme hızında yapılmıştır.



Şekil 5.8 : Yırtılma testi.

5.3.5 Kalıcı deformasyon testi

Kalıcı deformasyon testleri, 160°C'de 22 saat etüvde bekletildikten sonra PV 3307 standardına uygun olarak gerçekleştirilmiştir. Deneylerde Emko ESM-9920 marka ve model etüv kullanılmıştır. Deformasyon testi için test numuneleri %25 deformasyon olacak şekilde aşağıdaki Şekil 5.9'da gösterilen kalıplarda sıkıştırılmıştır. Daha sonra deformasyona uğramış numuneler 150°C'de 72 saat süre ile etüvde bekletilmiştir. Etüvden çıkarıldıktan sonra oda sıcaklığına ulaşıncaya kadar numuneler bekletilmiştir. Kalıcı deformasyon oranı formülü kullanılarak hesaplanmıştır.



Şekil 5.9 : Kalıcı deformasyon numuneleri.

5.3.6 Havada yaşlandırma testi

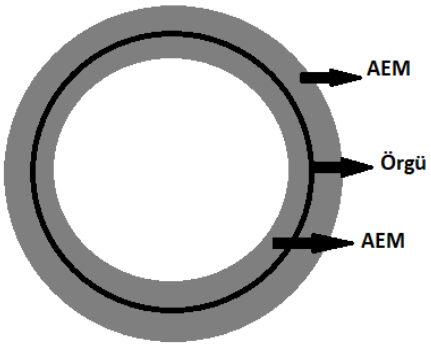
Çekme, yırtılma mukavemeti ve sertlik testleri için her parametreden numune alınarak etüvde 150°C'de 70 saat bekletilerek havada yaşlandırma işlemi yapılmıştır. Ardından tüm testler havada yaşlandırma işlemi için tekrarlanmıştır. Şekil 5.10'da etüve bağlanmış test numuneleri yer almaktadır.



Şekil 5.10 : Havada yaşlandırma işlemi.

5.4 Ekstrüzyon Prosesi

Öncelikle üretimde ekstrüzyon çekimi yapılabilmesi için iş emri açılması gerekmektedir. İş emrinde ilgili referansın karışımı, iç çap, et kalınlığı, örgülü/örgüsüz olduğu bilgilerine istinaden deneme üretimleri yapılmıştır. Referans olarak Tofaş'ın AEM karışımlı hava hortumu baz alınmıştır. Malzeme ve performans testleri referans alınan hortumun şartnamesine göre yapılmıştır. Ekstrüzyon çekiminde hatve ve hat hızı değişken parametreler olarak belirlenmiştir. Geri kalan parametreler sabit tutulmuştur. Referans hortum konstrüksiyonunda Şekil 5.11'de görüldüğü gibi iç katman AEM kauçuk, orta katmanda kauçuk üzerine aramid iplik ve üst katmanda yine AEM kauçuğu olacak şekilde dizayn yapılmıştır.



Şekil 5.11 : Hava hortumu konstrüksiyonu.

Ekstrüzyon makinesinin besleme ünitesinden AEM kauçuk şeritleri Şekil 5.12'de gösterilen besleme ünitesinden beslenerek yaklaşık 75 °C sıcaklıkta ekstrüzyon

vidası yardımıyla kalıptan geçirilerek için boş şeklini alması sağlanmaktadır. Uç kalıp ayarlarından istenilen çap aralığı sağlanabilmektedir.



Şekil 5.12 : Ekstrüzyon besleme ünitesi.

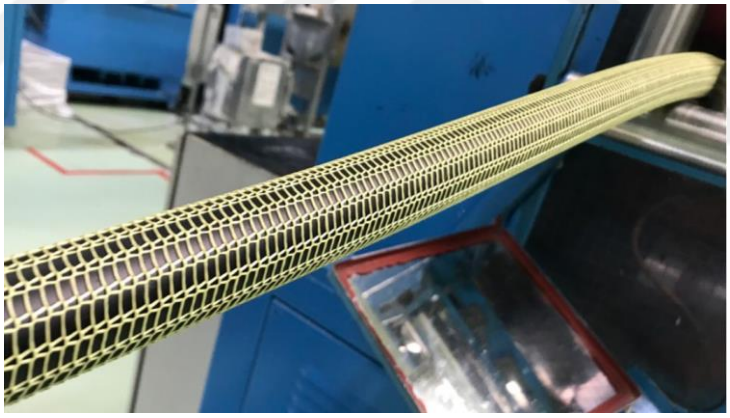
Ekstrüderde hat hızı başlangıçta dakikada 2,5 metre olarak sabit tutulmuştur. Hatve sırasıyla 2,5, 3,5 ve 4 mm olarak arttırılmıştır. Ardından hatve 3,5 mm'den sabit tutularak hat hızı dakikada 2 ve 4 metre olarak ayarlanarak eboş üretimi yapılmıştır. Firmada ekstrüzyondan çıkan mamule eboş pişmemiş mamule yarı mamül ve komponentleri tamamlanmış en son nihai ürüne ise hortum denmektedir.

Şekil 5.13'de gösterilen zumbach ölçüm cihazının içinden hortum geçirilerek tolerans aralığında olup olmadığı kontrol edilmektedir. Eğer tolerans aralığında değilse sistem alarm vererek uyarmaktadır. Aynı işlem T kafadan çıkan eboş içinde yapılmaktadır.



Şekil 5.13 : İç kat zumbach ölçümü.

Eboşun üzerine Şekil 5.14'de gösterilen (plain) aramidden yapılmış düz örgü örülerek hortumun mukavemetinin arttırılması sağlanmaktadır. Hatve ölçümü için 10 ilmek arasındaki mesafe cetvel yardımı ile ölçülerek hatvesi bulunabilmektedir.



Şekil 5.14 : Plain örgü.

Ardından sıcak hava tünelinden geçen eboş ısıtıldıktan sonra üst kat için T kafaya gelmektedir. 2. Ekstruder olan T kafa işleminde örgünün üzerine ikinci bir kat AEM kauçuk kaplanmaktadır. Çekim esnasında dakikada 1,5 metre hat hızıda denenmiştir ancak birbiri ardına gelerek hatta yürümeme problemi yaşanmıştır. Bu problem sonucunda şekil 5.15'de görülen katlanma problemi oluşmuştur. Bu yüzden dakikada 1,5 metre parametresi iptal edilmiştir.



Şekil 5.15 : Ekstüzyon çekimi esnasında oluşan katlanma problemi.

Kasalarda birbibirine yapışmaması için antitak solüsyonundan geçmektedir. Milde pişirme işlemi yapılacağı için en son işlem olan kesme işlemi 1000 mm olarak ayarlanmıştır. Her parametre için çekilen eboşlar Şekil 5.16'da gösterildiği gibi ayrı raflarda depolanarak bekletilmiştir.



Şekil 5.16 : Dizilmiş eboşlar.

5.5 Otoklav Prosesi

Otoklavda, ekstrüderde çekilen eboşların pişirilerek çapraz bağlanması sağlanmaktadır. Otoklav arabasına bağlanması için maçalar kullanılmaktadır. Çap aralığına göre alüminyum yada paslanmaz çelik maçalar kullanılabilmektedir. Referansımızın çapına uygun 40 mm çapına sahip alüminyum maça kullanılmıştır. Hızlı olması için denemede Şekil 5.17'de gösterilen maçadan ekstra üç maça kullanırak pişirme işlemi yapılmıştır. Tüm maçaların boyları, et kalınlıkları ve malzemeleri aynıdır.



Şekil 5.17 : Pişirme işleminde kullanılan mil maça.

Farklı reçetede üretilen AEM kauçuk hortumlarının pişirme işlemi 5 farklı pişirme sıcaklığı ve zamanında gerçekleştirilmişir. Her farklı parameter için 10 bar 800 saniye, 10 bar 950 saniye, 10 bar 1100 saniye, 7 bar 1300 saniye ve 7 bar 1500 saniye'de pişirme işlemleri yapılmıştır.



Şekil 5.18 : Eboşun maçalara takılması.

İlk olarak ekstrüzyondan çıkan eboşlar 1 gün eboş bekleme odasında 18-20 °C sıcaklıkta bekletilmiştir. Maçanın rahat takılabilmesi için maça boş şekilde otoklava bir kez girip çıkarak yaklaşık 70 °C'de ön ısıtma yapılmaktadır. Ardından PEGAW 7000 özellikli kaydırıcı yardımı ile düz mil maçalara takılmıştır. Kaydırıcı maçaya eboşun daha rahat takılmasını sağlamaktadır. Otoklav arabasına yüklenen maça otomatik sistem sayesinde Şekil 5.18'de görüldüğü gibi otoklava gönderilir. Otoklav içerisindeki havanın temizlenmesi adına 4 bar basınçta 90 saniyelik süpürme işlemi yapılır. Pişirme işlemi süpürme işleminden sonra gerçekleşmektedir. Tez için belirlenen basınç ve zaman aralığında eboşlara pişirme işlemi yapılmıştır. Pişirme

sonucunda kauçuk içerisindeki bağlar çapraz bağlanarak daha mukavemetli bir yarı mamül elde etmemizi sağlamaktadır. Karışmaması adına tüm hortumların üzerine hangi parametrelerde çekilerek pişme işlemi yapıldığı bilgisi Şekil 5.19'de gösterildiği gibi yazılmıştır.



Şekil 5.19 : Hortum parametreleri.

Pişirme işlemi tamamlandıktan sonra operator yardımıyla otoklav arabası raylı sisteme aktarılarak soğutma alanına gönderilir. Soğutma işlemi Şekil 5.20'de gösterilen üst kısımda bulunan fiskiyeler yardımıyla yapılmaktadır. Bu işlem sayesinde hortum ve maça soğutularak hortumun maçadan daha kolay çıkartılmasını sağlamaktadır.



Şekil 5.20 : Otoklav arabasındaki hortumu soğutma işlemi.

Otoklavda pişen hortum boyutu 1000 mm'dir. Kesmeli olarak düşündüğümüz için testere makinesinde boyu 200 mm olacak şekilde ayarlandıktan sonra 1000 mm'lik

hortum Şekil 5.21'de görüldüğü gibi 5 eşit parçaya bölünmüştür. Bu sayede 3 maçadan toplamda 15 numune elde ederek zamandan ve maliyetten tasarruf edilmektedir.



Şekil 5.21 : Hortum kesim işlemi.

Şekil 5.22'de verilen pişirilmiş hortumların malzeme ve performans testlerinin yapılabilmesi için laboratuvar koşullarında yani 23°C ve %50 nem şartlarında hortumlar 1 gün şartlandırılmıştır.



Şekil 5.22 : Pişirilmiş hortumlar.

5.6 Malzeme Testleri

Hortum üzerinden malzeme test performanslarının belirlenmesi için hortumlar ilk olarak Şekil 5.23'de gösterilen falçata yardımıyla ikiye bölünmüştür.



Şekil 5.23 : Farklı referans numuneleri.

Kauçuk hortumların aralarındaki ipliklerin ayrılarak numune alımına uygun hale getirilmesi için Şekil 5.24'de verilen hortum dilimleme makinesinde 1-2 mm et kalınlığına getirilir. Hortumun iç kat ve dış kat tarafları birbirinden ayrılır. Sertlik, kopma mukavemeti, kopma uzaması ve yırtılma testleri numunenin hem iç katından hemde dış katından gerçekleştirilmiştir.



Şekil 5.24 : Hortum dilimleme işlemi.

5.6.1 Kat yapışma testi

Bölünen hortum üzerinden kat yapışma test numuneleri alınmıştır. 25 farklı referanstan Şekil 5.25'de verilen 4 adet numune alınmıştır ve Şekil 5.26'da verilen kat yapışma testi gerçekleştirilmiştir.



(a) (b)

Şekil 5.25 : a) Kat yapışma test numunesi b) Kat yapışma test numunesi.

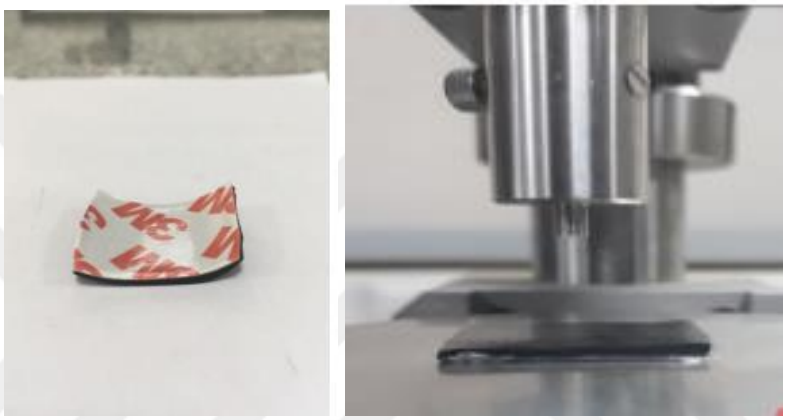
İp ile üst kat arasında numunenin yaklaşık 3 cm ayrılması sağlanır. Bu işlem sayesinde uç kısımlarının pnömatik çeneye sıkıştırılması sağlanmaktadır. Numunenin ilk önce üst sonra alt çenesi sıkıştırılır. Alt çene sıkıştırılmadan önce F2 tuşuna basılırak yükün sıfırlanması sağlanır. Ardından program üzerinden start tuşuna basılırak kat yapışma testi gerçekleştirilir.



Şekil 5.26 : Kat yapışma testi.

5.6.2 Sertlik testi

Dilimleme makinesinde ayrılan hem iç kat hem de dış kat numunelerinin her birinden 3 farklı sertlik numunesi alınarak sertlik değerleri ölçülmüştür. Numunenin altına kaymaması ve numune ile disk arasında boşluk kalmaması adına Şekil 5.27'de gösterildiği gibi çift taraflı bant yapıştırılmıştır. Ekranda 100 rakamı görünceye kadar sıkıştırma işlemi yapılır. 100 rakamını gördükten sonra kol aşağıya indirilerek sertlik ölçümü 30 saniyede tamamlanmıştır. Sertlik ölçümleri en az 10 kez tekrarlanmış olup ortalamaları alınmıştır.



(a) (b)

Şekil 5.27 : a) Çift taraflı band b) Diske yapıştırılmış sertlik ölçümüne hazır numune.

5.6.3 Kopma mukavemeti ve kopma uzaması testi

Kopma testi için Şekil 5.28'de verilen numuneler, numune alma aparatında 5 adet iç kattan 5 adet ise dış kattan olmak üzere toplam 10 adet numune alınmıştır.



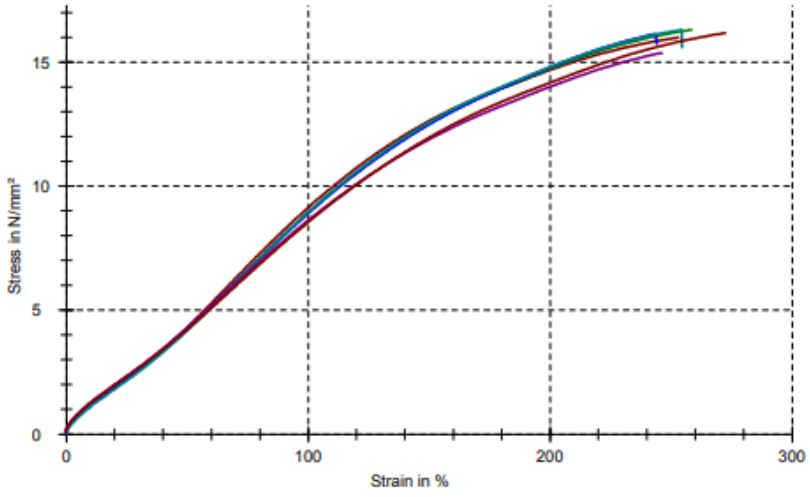
Şekil 5.28 : Kopma test numuneleri.

Alınan numunelerin tensometre cihazına bağlanmadan önce orta bölgelerinin et kalınlıkları komparatör yardımıyla ölçülerek ortalaması alınmıştır. Alınan değer programa girilerek çekme işlemi gerçekleştirilmiştir. Çekme deneyi sonucunda aşağıda Şekil 5.29'da gösterilen gerilme-genleme grafiği alınmıştır. Çekme testinde en az 5 numune teste tabi tutulmuş ve sonuçlarda ortalaması kullanılmıştır.

Results:

Nr	a0 mm	b0 mm	S0 mm²	L0 mm	Çekme Muk. N/mm²	Kopma Uz. %	σ30 N/mm²	σ100 N/mm²
1	2,26	6	13,56	25,00	15,99	253,08	2,59	9,13
2	2,29	6	13,74	25,00	16,31	258,60	2,57	8,93
3	2,29	6	13,74	25,00	16,14	244,08	2,62	8,90
4	2,3	6	13,8	25,00	16,31	254,64	2,52	8,95
5	2,38	6	14,28	25,00	15,37	246,20	2,69	8,62
6	2,29	6	13,74	25,00	16,17	272,48	2,69	8,55

Series graph:



Şekil 5.29 : Kopma testi grafiği ve sonuçları.

5.6.4 Yırtılma mukavemeti testi

Yırtılma testi için iç kattan 3 adet ve dış kattan 3 adet toplamda 6 adet Şekil 5.30'da verilen test numunesi alınmıştır. Numune orta bölümünden komparatör yardımıyla kalınlıkları ölçülür ve test ekranına kaydedilir.



5.30 : Yırtılma test numunesi.

Şekilde 5.31'de verilen yırtılma test cihazı kullanırak numuneler önce üst çeneye bağlanır alt çeneye bağlamadan önce F2 tuşu ile ön yük alınır. Ardından alt çenede bağlanarak yırtılma testine hazır hale getirilir.



Şekil 5.31 : Yırtılma mukavemeti testi.

5.6.5 Kalıcı deformasyon testi

Kalıcı deformasyon testi için 2,5 m hat hızı ve 3,5 mm hatve olan seri koşulları sabit tutularak basınç ve zaman parametreleri değişken olarak tutulmuştur. 5 farklı pişirme şartları için her parametreden 6 adet numune Şekil 5.32'de gösterilen kesme aparatı yardımıyla alınmıştır.



Şekil 5.32 : Kalıcı deformasyon test numunesi.

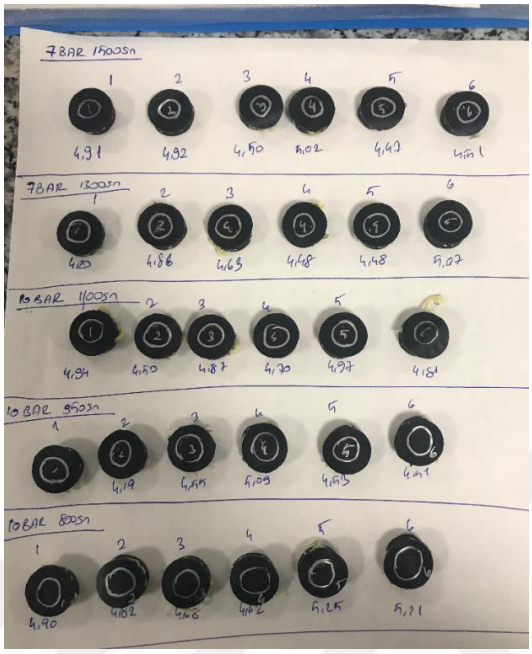
Karışmaması için her bir numune Şekil 5.33'de gösterildiği gibi etiketlenerek kilitli poşetlere konulmuştur.



Şekil 5.33 : Numune etiketleri.

Şekil 5.34'de görüldüğü üzere A4 kağıt üzerine sırasıyla her parametredeki numunelerin başlangıç kalınları ölçülerek numuneler kağıt üzerine sıralandırılmıştır. Kalıcı deformasyon oranı hesabı için başlangıç kalınlığının şartnamede bahsedilen %50 sıkıştırma oranı kalınlığı hesaplanmaktadır. Örneğin; 7 bar 1500 saniye

parametresinde üretilen 1. Numunenin başlangıç kalınlığı 4,91mm'dir. 4,91/2=2,455 olarak gelmektedir. Kalınlık yuvarlandığında 2,45 olarak alınacak ve test aparatı bu değere göre sıkıştırılacaktır.



Şekil 5.34 : Numunelerin başlangıç kalınlık ölçümleri.

Kalıcı deformasyon test aparatında belirlenen değere göre sıkıştırma işlemi yapılır. Ardından numuneler tek tek pudralanır ve kalıcı deformasyon test aparatına yerleştirilir. Test aparatları 150 °C'de 70 saat etüvde bekletilir. 70 saatin sonunda etüvden çıkarılan aparatların 1 saat süreyle laboratuvar koşullarında 23 °C ve %50 nem koşullarında soğuması sağlanır. Test aparatından çıkarılan numunelerin 5 saniye içerisinde kalınlıkları tekrar ölçülmüştür. Kalıcı deformasyon oranı formülü yardımıyla hesaplamaları gerçekleştirilmiştir.

5.7 Performans Testleri

Firmada kat yapışma testinin uygun çıkmasının ardından hortumlara patlatma ve çap genişleme testleri yapılmaktadır.

5.7.1 Patlatma testi

Patlatma testinde makineyi açmadan önce makinenin yağ kontrolünün yapılması gerekmektedir. Hortum makine aparatlarına tapa yardımıyla bağlanır. Çapa göre Şekil 5.35'te gösterildiği gibi uygun tapa seçilerek hortumun uç noktalarının kapanması sağlanır. Test ekranına şartnamede belirtilen dakikada 10 bar arttırılması talimatı girilir.



Şekil 5.35 : Patlatma testi hortum bağlantısı

Patlatma testinde kabul kriteri hortumun minimum 7 bar dayanmasıdır. 7 bar'ın altında patlayan hortumlar uygunsuz olarak raporlanmaktadır.

5.7.2 Çap genişleme testi

Çap genişleme testi yapılacak hortumların araç üzerindeki montajını simüle edecek şekilde özel ekipmanlar ile bir ucuna kör tapa, diğer ucuna da bağlantı tapası takılır. Tapalar kelepçe ile sıkılır. Hortumun dış çapı ondalık hassasiyet ile ölçülür ve ölçülen bölge işaretlenir. Maksimum basınç değeri olarak 2,1 bar uygulanmaktadır. Çap genişleme testi sonrasında hortum üzerinde daha önce işaretlenen bölgeden dış çap tekrar ölçülür.

BÖLÜM 6. SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

6.1 Test Plakası Üzerinden Yapılan Testler

6.1.1 Rheometre testi

4 farklı sıcaklık ve 4 farklı zaman olmak üzere toplamda 7 test parametresi ile rheometre test numuneleri laboratuvar ölçekli kompresyon preste pişirilmiştir. 7 farklı test numunesi üzerinden rheometre testi gerçekleştirilmiştir ve testler sonucunda aşağıdaki Tablo 6.1'de verilen test sonuçları elde edilmiştir.

Tablo 6.1: Rheometre test sonuçları.

Sıcaklık °C	165	170	175	180	175	175	175
Zaman dk	25	25	25	25	22	23	27
M_L (dN.m)	0,78	0,71	0,85	0,78	0,82	0,76	0,73
M_H (dN.m)	13,89	14,23	15,38	14,96	14,8	14,73	14,92
ts_2 (dakika)	01:26	01:08	00:55	00:46	00:53	00:54	00:55
t_{90} (dakika)	12:01	10:08	09:07	08:47	08:37	08:41	09:45
ΔM	13,11	13,52	14,53	14,18	13,98	13,97	14,19

M_L değerleri sırasıyla 0,78, 0,71, 0,85, 0,78, 0,82, 0,76 ve 0,73 dN.m gelmiştir. Değişim ise sırasıyla %-8,97, %19,71, %-8,23, %5,12, %-7,31 ve %-3,94 gelmektedir. Bu değerler farklı pişme şartlarında üretilen plakaların minimum viskozitesi değerleridir. Pişmeye başladığı minimum tork değeri sırasıyla en az gelen pişme şartı 0,73 dN.m ile 175 °C 27 dakika olmuştur. En fazla tork ise 0,85 dN.m ile

175 °C 25 dakika olmuştur. M_L değeri aynı zamanda karışım en düşük viskozite değeridir. M_L değeri karışımın karıştırma koşulları ile ilgilidir. Literatür çalışmalarına [21] istinaden vulkanizasyon sıcaklık arttıkça M_L değerinde düşüş yaşanmasını beklenirken çalışmamızda M_L değerine pek bir etkisinin olmadığı görülmüştür.

M_H değerleri sırasıyla 1-7 arasında değişen numune koduna göre 13,89, 14,23, 15,38, 14,96, 14,8, 14,73 ve 14,92 dN.m gelmiştir. Birbiri arasındaki değişim ise sırasıyla %2,44, %8,08, %-2,73, %-1,06, %-0,47 ve %1,28 gelmektedir. Çapraz bağ sayısının artmasına paralel olarak M_H değerininde artması beklenmektedir. Literatür de daha önce yapılan çalışmalar [21] elde edilen sonuçları desteklemektedir. Tablo 6.1'e bakıldığında ΔM değerine paralel olarak M_H değerinin değiştiği görülmektedir. Bu değerler farklı pişme şartlarında üretilen plakaların maksimum viskozitesi değerleridir. Pişmeye başladığı maksimum tork değeri sırasıyla en az gelen pişme şartı 13,89 dN.m ile 165 °C 25 dakika olmuştur. En fazla tork ise 15,38 dN.m ile 175 °C 25 dakika olmuştur.

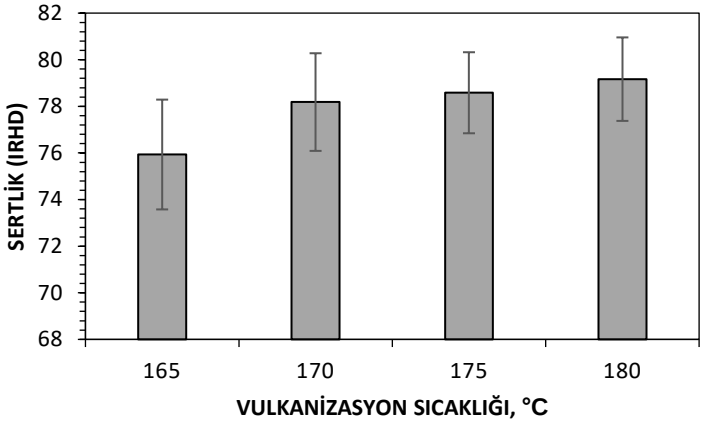
ts_2 değeri 25 dakikalık pişirme zamanı sabit tutulduğunda sıcaklık arttıkça ts_2 değerinde azalma meydana geldiği görülmüştür. Literatüre baktığımızda [21], pişme zamanı sabit tutulduğunda sıcaklığın artmasıyla ts_2 ve t_{90} değerlerinde azalış olduğu belirtilmiştir. Bunun nedeni sıcaklığın yükselmesi ile kauçuğun daha çabuk pişmesinden kaynaklanmaktadır. Aynı zamanda dolgunun derişiminin kavurma süresini göstermektedir. Literatürde scorch süresi olarak bahsedilmektedir. Sıcaklık 175 °C'de sabit tutulup zaman arttırıldığında ise ts_2 değerinde de artış olduğu gözlemlenmiştir. Pişirme zamanı arttıkça malzemenin pişmeye başlama zamanında etkilendiği gözlemlenmiştir.

t_{90} değeri ts_2 değerine paralel olarak gitmiştir. En erken pişmeye başlayan parametre aynı zamanda en erken pişmenin tamamlandığı parametredir.

ΔM değeri çapraz bağ yoğunluğunu ifade etmektedir. Çapraz bağ yoğunluğu sırası ile 13,11, 13,52, 14,53, 14,18, 13,98, 13,97 ve 14,19 gelmiştir. % değişimleri ise sırasıyla %3,12, %7,47, %-2,87, %-1,41, %-0,07 ve %1,57 gelmektedir. En çok bağ yapan parametre 175 °C 25 dakikadır.

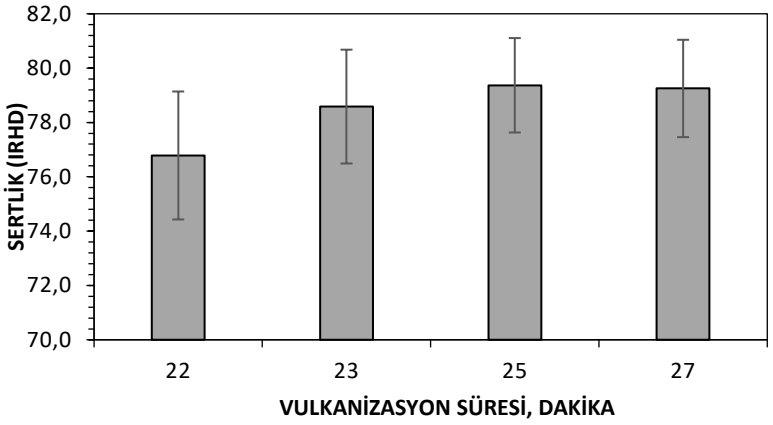
6.1.2 Sertlik testi

Sertlik değişimlerine vulkanizasyon sıcaklığını etkisi Şekil 6.1'de verilirken vulkanizasyon süresinin etkisi Şekil 6.2' verilmiştir. Malzeme testleri, Fiat hava hortumu şartnamesi baz alınarak gerçekleştirilmiştir. Sertlik testleri Zwick/Roell sehpalı sertlik cihazı ile DIN 53505 standardına uygun olarak ölçülmüştür. Sertlik test sonuçları IRHD cinsinden ölçülmüştür. Her bir numunenin üzerinden en az 10 ölçüm yapılmış ve ortalaması alınmıştır.



Şekil 6.1 : Test plakası sertlik sonuçları (Vulkanizasyon süresi sabit).

AEM kauçuğunun vulkanizasyon sıcaklığı arttıkça sertlik değerinin arttığı gözlenmiştir. Sertlik değerleri sırasıyla 75,9, 78,1, 78,5 ve 79,1 IRHD gelmiştir. 25 dakika vulkanizasyon süresi sabit tutulduğunda ve 165 °C vulkanizasyon sıcaklığındaki sertlik değeri ile kıyaslandığında sertlik değişimleri 165, 170, 175 ve 180 °C vulkanizasyon sıcaklığındaki sertlik değerlerindeki değişim sırasıyla %2,89, %0,51, %0,76 oranında olmuştur. Sıcaklığın artması ile birlikte sertlik değerlerinde de art gözlenmiştir. Sertlik değerlerindeki elde edilen artışın sebebi ise çapraz bağlanma yoğunluğunun artmasına bağlanmaktadır.

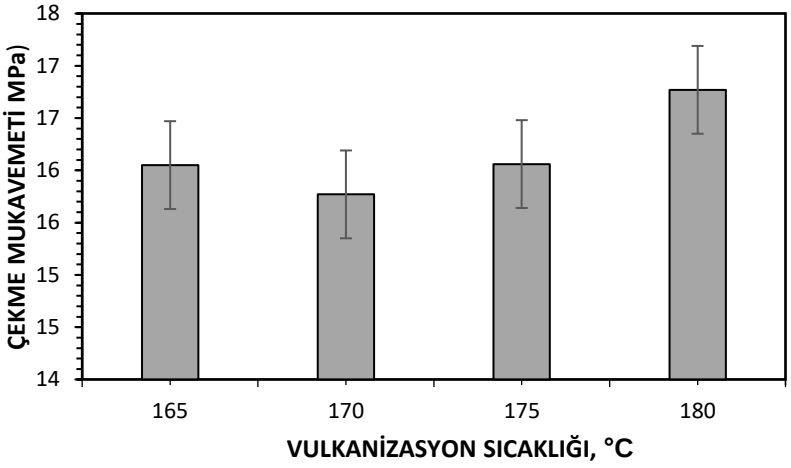


Şekil 6.2 : Test plakası sertlik sonuçları (Vulkanizasyon sıcaklığı sabit).

AEM kauçuğunun vulkanizasyon süresi arttıkça sertlik değerinin arttığı gözlenmiştir. Vulkanizasyon sıcaklığının artmasına bağlı olarak sertlik değerleri sırasıyla 75,9, 78,1, 78,5 ve 79,1 IRHD tespit edilmiştir. 175 °C vulkanizasyon sıcaklığı sabit tutulup, 22, 23, 25 ve 27 dakika vulkanizasyon süresinde üretilen sırayla 5, 6, 3 ve 7 kodlu numunelerin sertlik değerleri 76,7, 79,3 ve 79,2 IRHD tespit edilmiştir. 175 °C'de ve 22 dakika vulkanizasyon sıcaklığındaki numunelerin sertlik değeri ile kıyaslandığında, sertlik değişimleri 23, 25 ve 27 dakika vulkanizasyon vulkanizasyon süresindeki numunelerin sertlik değerlerindeki değişim sırasıyla %-3,03, %-0,51, %-0,76 oranında oluşmuştur. Vulkanizasyon süresi artması ile birlikte sertlik değerlerinde de hafif artık tespit edilmiştir. Vulkanizasyon süresine bağlı olarak sertlik değerlerindeki artışın sebebi yine çapraz bağlanma yoğunluğunun artmasın kaynaklandığı ifade edilebilir.

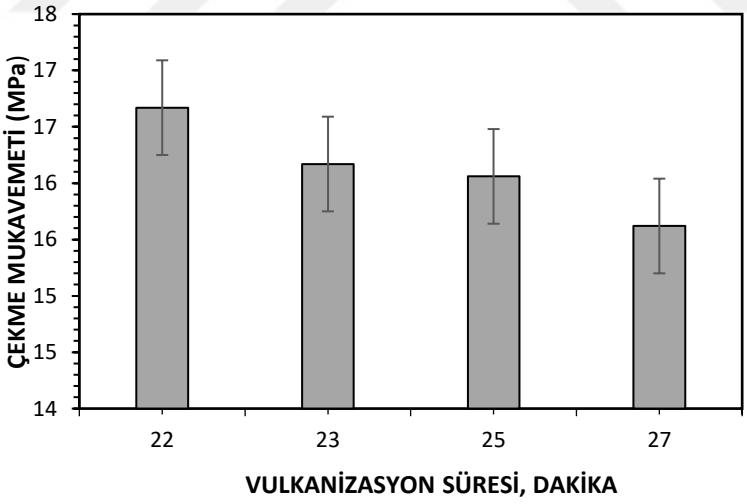
6.1.3 Çekme mukavemeti testi

Kauçuğun vulkanizasyon sıcaklığının artması ile birlikte çekme mukavemet değerlerinde önemli bir artış olmadığı tespit edilmiştir. Firmanın Std. 50405 standardına göre kauçuk için çekme mukavemet değerinin minimum 10 MPa olması ve daha büyük olması istenmektedir. Buna göre tüm vulkanizasyon sıcaklıklarında elde edilen numunelerin çekme mukavemeti değerleri standartlarda verilen değerleri karşılamaktadır. Çekme mukavemeti değişimlerine vulkanizasyon sıcaklığını etkisi Şekil 6.3'de verilirken vulkanizasyon süresinin etkisi Şekil 6.4' verilmiştir.



Şekil 6.3 : Test plakası çekme mukavemeti test sonuçları (Vulkanizasyon süresi sabit).

Vulkanizasyon sıcaklığının artmasıyla birlikte test sonuçları 16.05, 15.77, 16.06 ve 16.77 MPa olarak elde edilmiştir. Çekme mukavemeti değişimleri ise 1. Numuneden 4. Numuneye kadar sırasıyla %-1,8, %1,9 ve %4,3 oranında değişir. Belirli bir artış veya belirli bir azalış göstermediği için bu durum kauçuk reçetesinde dolgu maddesinin eşit şekilde dağılmamasından veya diğer kimyasalların belirli yerlerde toplanmasından kaynaklı olabileceği literatür çalışmalarında da bahsedilmiştir [21].



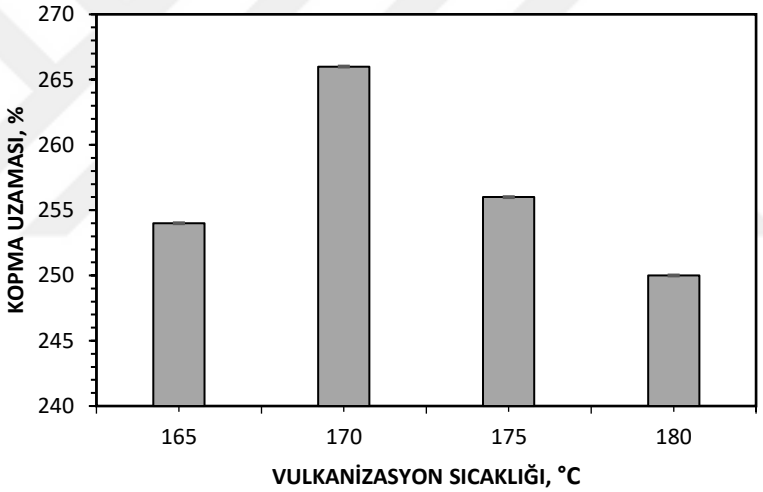
Şekil 6.4 :Test plakası çekme mukavemeti test sonuçları (Vulkanizasyon sıcaklığı sabit).

Vulkanizasyon sıcaklığı sabit tutulduğunda ve vulkanizasyon süresi arttırıldığında çekme mukavemeti değerlerinde azalış olduğu gözlenmiştir. Sırasıyla 5, 6, 3 ve 7. Numuneler arasındaki değişim %3,08, %0,6 ve %3,10 oranında değişir. Bu değişikliğin nedeni süre arttıkça kauçuğun bozulmaya başlamasından

kaynaklanabileceği düşünülmüştür. Testlerde, en yüksek çekme mukavemeti, 16.77MPa değeri ile 180°C vulkanizasyon sıcaklığında ve 25 dakikalık vulkanizasyon şartlarında elde edilmiştir.

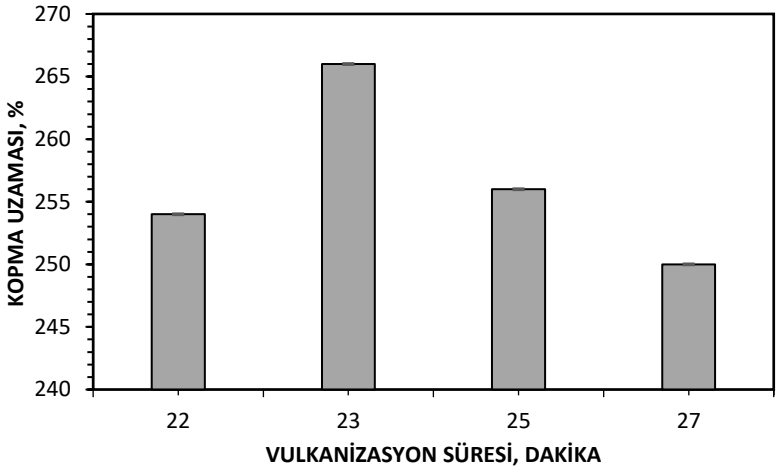
6.1.4 Kopma uzaması testi

Std. 50405 standardına göre yapılan testlerin vulkanizasyon sıcaklığına bağlı olarak kopma uzamasındaki değişim verilmiştir. Şartnamede üretilen kauçuk kopma uzaması değerinin %250'den daha büyük olması istenmektedir. Kopma uzaması değişimlerine vulkanizasyon sıcaklığını etkisi Şekil 6.5'de verilirken vulkanizasyon süresinin etkisi Şekil 6.6' verilmiştir. Vulkanizasyon sıcaklığı 165, 170, 175 ve 180^{o}C' ye artırıldığında numunelerin kopma uzaması değerleri de sırasıyla %254.85, %266, %256.19 ve %250.42, olarak tespit edilmiştir.



Şekil 6.5 : Test plakası kopma uzama test sonuçları (Vulkanizasyon süresi sabit).

Vulkanizasyon zamanı sırasıyla 22, 23, 25 ve 27 dakika artırıldığında numunelerin kopma uzaması değerleri de sırasıyla %249, %266, %256.19 ve %250 olarak tespit edilmiştir.

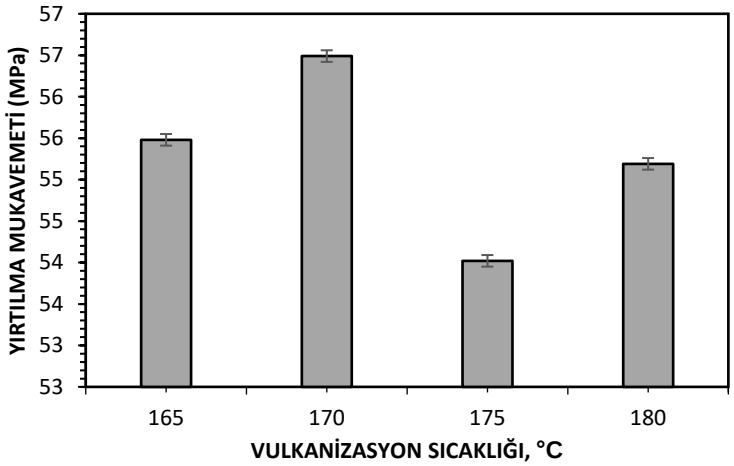


Şekil 6.6 : Test plakası kopma uzama test sonuçları (Vulkanizasyon sıcaklığı sabit).

Deneylerde kullanılan tüm vulkanizasyon sıcaklıklarında kopma uzama değerlerinin standartlarda verilen değerlerin üstünde olduğu gözlenmiştir. Ancak 180°C'de 25 dakika süre ile vulkanize edilen kauçuğun % uzama değeri oldukça sınırlarda olup risk oluşturmaktadır. Bu sebeple en yüksek % uzamayı sağlayan vulkanizasyon sıcaklığı 170°C olarak belirlenmiştir. Çekme mukavemeti en düşük olan vulkanizasyon sıcaklığının % kopma uzaması en fazla gelmiştir. Çekme mukavemeti ile % kopma uzamaları arasında ters orantı vardır. Çapraz bağlar ne kadar kuvvetliyse kopma uzaması o kadar yüksek olur.

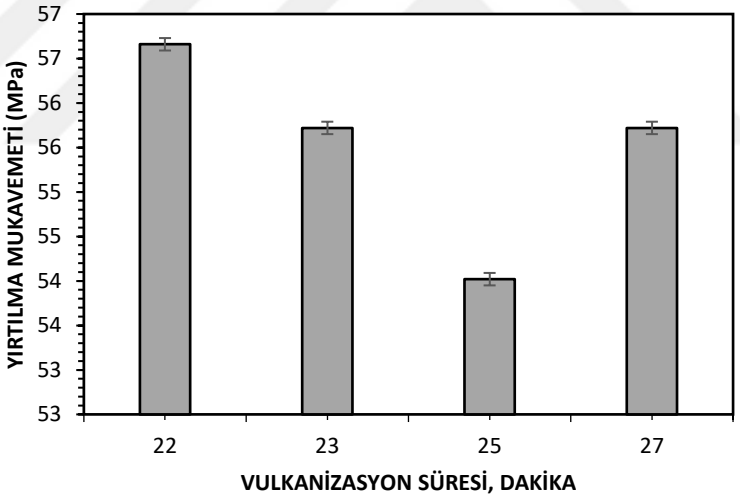
6.1.5 Yırtılma mukavemeti testi

Yırtılma mukavemeti değişimlerine vulkanizasyon sıcaklığını etkisi Şekil 6.7'de verilirken vulkanizasyon süresinin etkisi Şekil 6.8'de verilmiştir. Vulkanizasyon sıcaklığı 165, 170, 175 ve 180^{o}C' ye artırıldığında numunelerin yırtılma mukavemeti değerleri de sırasıyla 55,5, 56,5, 54 ve 55,2 MPa olarak tespit edilmiştir.



Şekil 6.7 : Test plakası yırtılma mukavemeti test sonuçları (Vulkanizasyon süresi sabit).

Vulkanizasyon sıcaklığının artması ile yırtılma mukavemet değerlerinde önemli bir değişiklik olmadığı gözlenmiştir. Firmanın Std. 50412 standardına göre kauçuk için yırtılma mukavemet değerinin minimum 35 MPa olması ve daha büyük olması beklenmektedir.



Şekil 6.8 : Test plakası yırtılma mukavemeti test sonuçları (Vulkanizasyon sıcaklığı sabit).

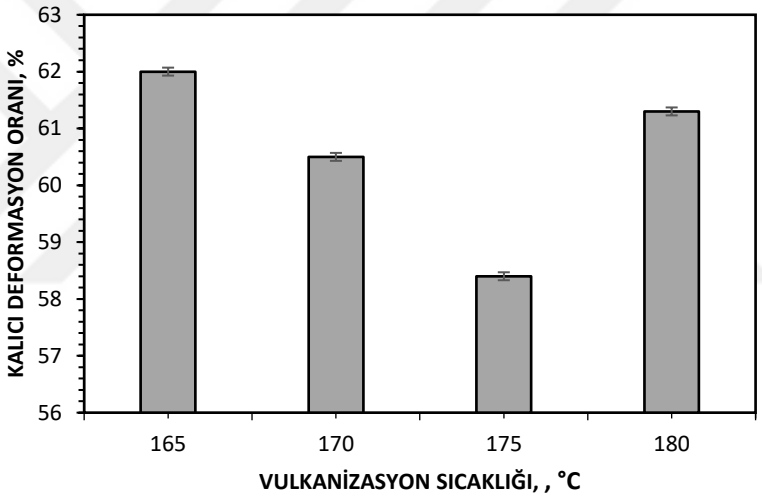
Vulkanizasyon zamanı sırasıyla 22, 23, 25 ve 27 dakika artırıldığında numunelerin yırtılma değerleri de 56,7, 55,7, 54 ve 55,7 MPa olarak tespit edilmiştir.

Buna göre tüm vulkanizasyon sıcaklıklarında elde edilen numunelerin yırtılma mukavemeti değerleri standartlarda verilen değerlerin oldukça üzerindedir. Testlerde, en yüksek yırtılma mukavemeti, 56.66 MPa değeri ile 170°C vulkanizasyon sıcaklığında ve 22 dakikalık vulkanizasyon şartlarında elde edilmiştir. Literatür çalışmalarında da bahsedildiği üzere [21], 175°C sıcaklık sabit tutularak zaman

arttırıldığında yırtılma değerlerinde bir düşüş meydana geldiği görülmüştür. Bu düşüşün nedeni, pişmenin gerçekleşerek çapraz bağlanmanın tamamlanmasından kaynaklanmaktadır. Oluşan bağı kırmak için gereken enerjiye ilaveten ekstra bir enerji artan süre zarfında kauçuğa etki ederek oluşan çapraz bağları kırmaya başlamıştır. Kısalan bağ uzunluğu sonucunda yırtılma değerlerinde bir düşüş meydana geldiği görülmüştür.

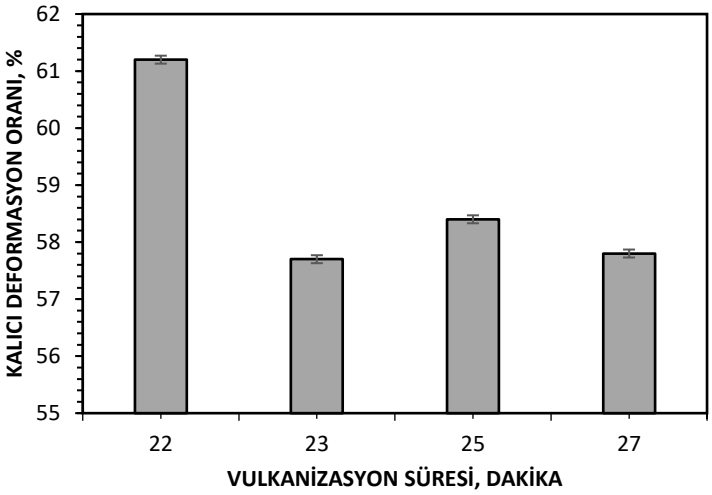
6.1.6 Kalıcı deformasyon testi

Kalıcı deformasyonun vulkanizasyon sıcaklığının etkisi Şekil 6.9'de verilirken vulkanizasyon süresinin etkisi Şekil 6.10' verilmiştir. Vulkanizasyon sıcaklığı 165, 170, 175 ve 180^{o}C' ye artırıldığında numunelerin kalıcı deformasyon değerleri de sırasıyla %62, %60,5, %58,4 ve %61,3 olarak tespit edilmiştir.



Şekil 6.9 : Test plakası kalıcı deformasyon test sonuçları (Vulkanizasyon süresi sabit).

Şekilde görüldüğü gibi akrilik etilen kauçuğunun vulkanizasyon sıcaklığı 165°C'den 175°C'ye kadar arttıkça kalıcı deformasyon oranında belirgin azalma tespit edilirken vulkanizasyon sıcaklığı 180°C'ye ulaştığında kalıcı deformasyon oranında artış tespit edilmiştir. Vulkanizasyon zamanı sırasıyla 22, 23, 25 ve 27 dakika artırıldığında numunelerin kalıcı deformasyon değerleri de %61,2 %57,7, %58.4 ve %57,8 olarak belirlenmiştir.



Şekil 6.10 : Test plakası kalıcı deformasyon test sonuçları (Vulkanizasyon sıcaklığı sabit).

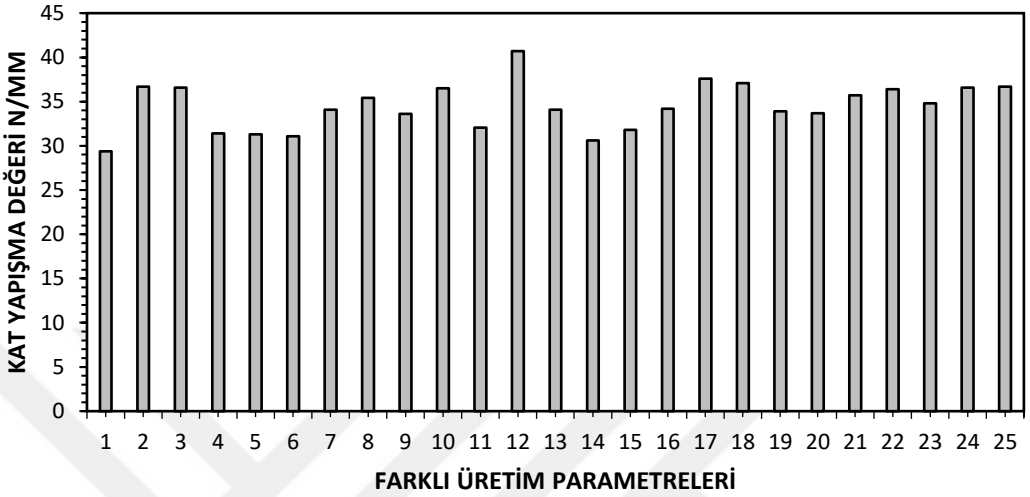
Şekilde görüldüğü gibi kauçuğun vulkanizasyon sıcaklığının artması ile kalıcı deformasyon oranı değerlerinde pek önemli bir değişiklik gözlenmemiştir. Firmanın şartnamesine göre kauçuk için kalıcı deformasyon oranının maksimum %65 olması ve daha düşük olması beklenmektedir. Deney sonucunda farklı vulkanizasyon sıcaklıklarında elde edilen kalıcı deformasyon oranı değerleri standartlarda verilen değerlerin altında olduğu gözlenmiştir. Deneyler sonucunda en düşük kalıcı deformasyon oranı %57,7 değeri ile 175°C vulkanizasyon sıcaklığında ve 23 dakikalık vulkanizasyon süresinde tespit edilmiştir. Kalıcı deformasyon test sonuçlarında sistematik bir artış veya azalış söz konusu değildir. Literatür araştırmalarında çapraz bağ oranlarının istenilen seviyelere ulaşamaması bu duruma neden olabileceğinden bahsedilmiştir [44]. Diğer bir literatür çalışmasına baktığımızda [45], sıcaklık sabit tutarak zamanı arttırdığımızda kalıcı deformasyon değerlerinde bir azalma meydana geldiğinden bahsedilmiştir. Yaptığımız çalışmada da aynı azalmayı görmekteyiz.

6.2 Hortum Üzerinden Yapılan Testler

25 farklı parametrede üretilen hortumların malzeme ve performans testleri yapılmıştır.

6.2.1 Kat yapışma testi

Üretilen hortum referansına istinaden hortum test şartnamesine uygun olarak Fıat şartnamesi baz alınarak testler yapılmıştır. Şartnamede kat yapışma değeri minimum 20 N/mm istemektedir.

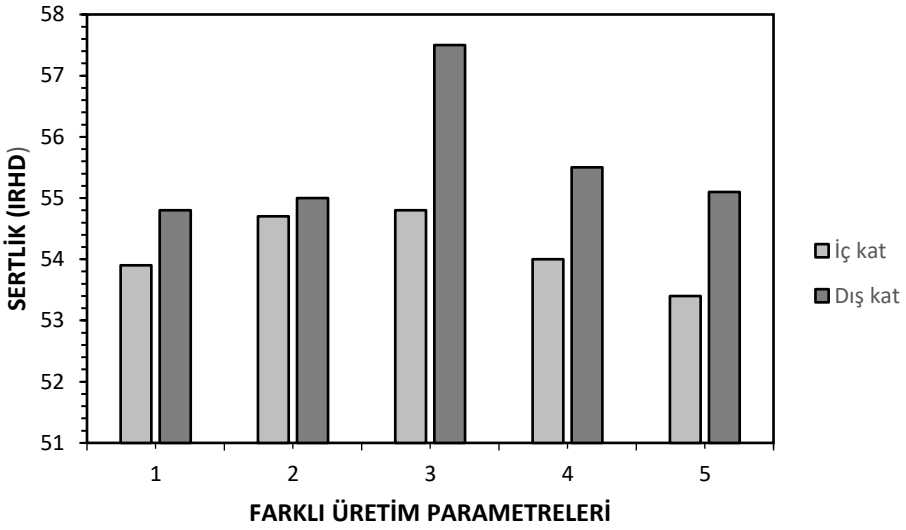


Şekil 6.11: Kat yapışması test sonuç grafikleri.

Tüm parametrelerin kat yapışma değeri uygun geldiği görülmüştür. En iyi kat yapışma 2,5 m hat hızında 3,5 mm hatvede 10 bar 1100 saniye pişirilen parametrede olduğu gözlemlenmektedir. Hat hızı, hatve ve bar sabit kaldığında zaman arttığında ise kat yapışma değerinde de artış olduğu görülmüştür. Hatve arttıkça kat yapışmasının arttığı gözlenmektedir. Bunun nedeni hatve arttıkça alt kat ve üst kat arasındaki boşluğun azalması ile direk temasın artmasına bağlı olarak kat yapışma değeri de artmaktadır.

6.2.2 Sertlik testi

Malzeme testleri için kat yapışma değeri ortalaması en iyi olan 2,5 m hat hızı 3,5 mm hatve ekstrüzyon parametrelerine sahip hortumlar baz alınarak gerçekleştirilmiştir. İç ve dış kat olmak üzere iki bölümden de testler yapılmıştır.

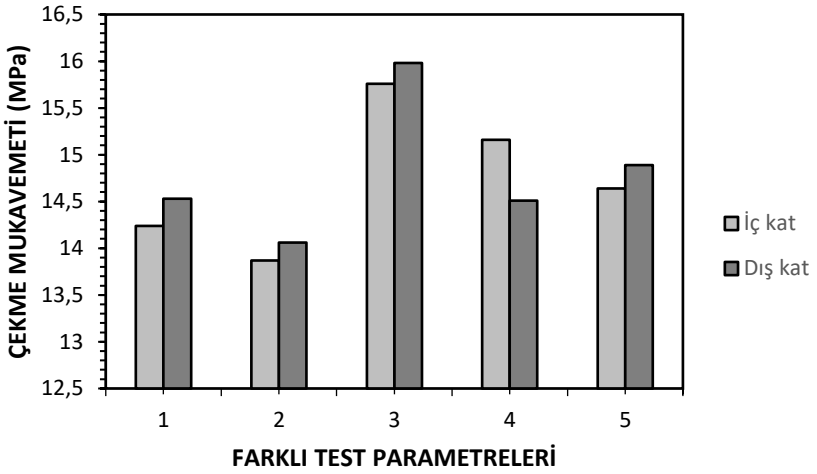


Şekil 6.12: Sertlik değeri test sonuç grafiği.

Sertlik değerleri iç kat için sırasıyla 53,9, 54,7, 54,8, 54 ve 53,4 IRHD gelirken dış kat için sırasıyla 54,8, 55, 57,5, 55,5 ve 55,1 IRHD gelmektedir. 7 bar için iç ve dış katta zaman arttıkça hortumun sertliği artmıştır. 10 bar içinse zaman arttıkça iç ve dış katmanların sertliğinde azalma olduğu gözlenmektedir. 7 barda optimum pişme gerçekleştikçe iç ve dış katta hortum sertlik kazanmıştır. 10 bar pişirme şartlarında pişirme süre arttıkça malzeme zamanla bozulmaya başladığı için sertliğinde düşüş görülmektedir. Kauçuktan yarı mamul üretilmesi tez [7] çalışmasında da sertlik değerinin yükseldiği bilgisi yer almaktadır.

6.2.3 Çekme mukavemeti testi

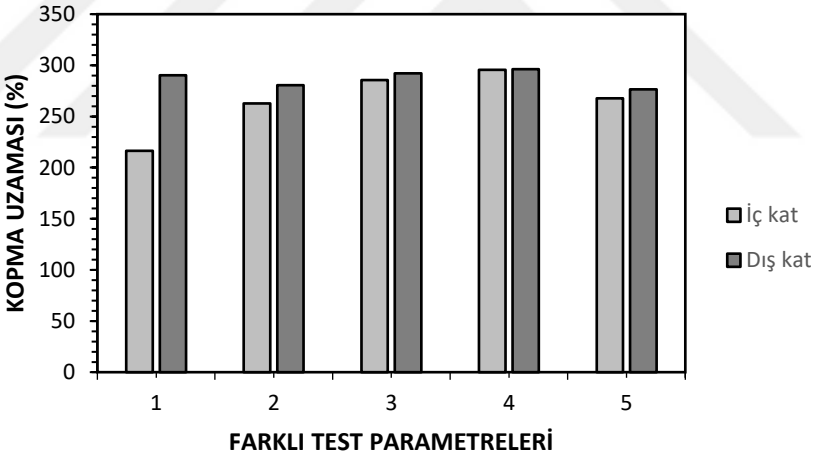
Çekme testi iç kattan 5 numune dış kattan 5 numune alınarak yapılmıştır. Tablo 6.3'e ortalama değerleri yazılmıştır. Çekme mukavemeti değeri iç kat için sırasıyla 14,2, 13,8, 15,7, 15,1 ve 14,64 MPa gelirken dış kat için sırasıyla 14,5, 14, 15,9, 14,5 ve 14,8 mPa gelmektedir. 7 ve 10 bar'da pişirme zamanları arttıkça iç ve dış katmanlarının çekme mukavemeti değerlerinde azalma meydana geldiği görülmektedir. Literatür çalışmalarında da [33] çekme mukavemetinin azaldığı gözlemlenmiştir.



Şekil 6.13: Çekme mukavemeti değeri test sonuç grafiği.

6.2.4 Kopma uzaması testi

Kopma uzaması testi 6 iç kat, 6 dış kat olmak üzere toplamda 12 numune üzerinden gerçekleştirilmiştir.

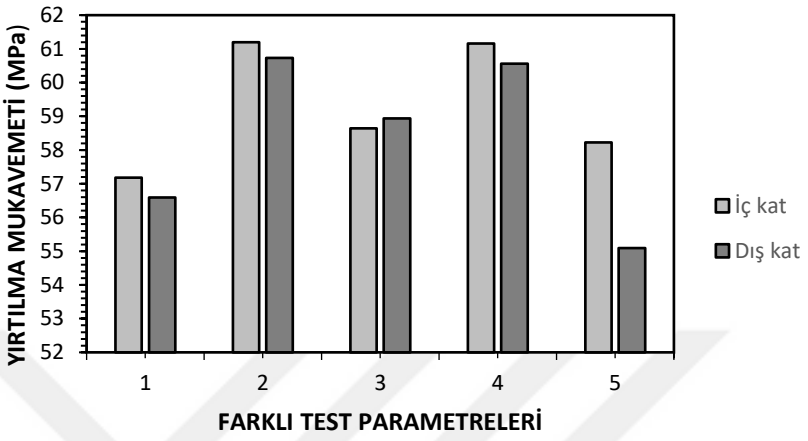


Şekil 6.14: Kopma uzaması değeri test sonuç grafiği.

Kopma uzaması değeri sırasıyla iç kat için % 216,4, % 262,6, %285,4, %295,5 ve % 267,8 dış kat için ise sırasıyla %290,1, %280,5, % 292, % 296,1 ve % 276,5 gelmektedir. Şartnamede kopma uzaması %250'den büyük olması istenmektedir. 7 bar 1300 saniyenin iç katı şartname isterini karşılayamamaktadır. En iyi kopma uzamasına ait parametre 10 bar 950 saniyedir.

6.2.5 Yırtılma testi

Yırtılma testinde 7 bar pişirme şartına sahip hortumların pişirme zamanları arttıkça iç ve dış katlarının yırtılma değerlerinin de arttığı görülmüştür.

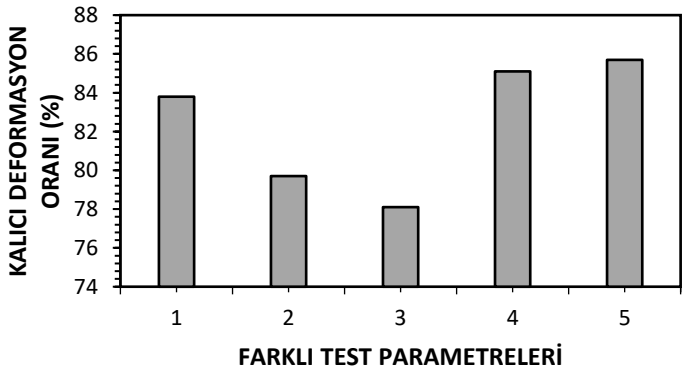


Şekil 6.15: Yırtılma mukavemeti test sonuç grafiği.

Literatür çalışmalarına baktığımızda [21], sıcaklığı sabit tutarak zamanı arttırdığımızda yırtılma değerlerinde düşüş meydana gelmesini bekleniyordu. Ancak, mevcut çalışmamızda iç ve dış kat için yırtılma değerlerinde önemli bir değişiklik olmadığı gözlemlenmiştir. İç ve dış kat için en iyi yırtılma değeri 7 bar 1500 saniyededir.

6.2.6 Kalıcı deformasyon testi

Kalıcı deformasyon testi için her bir pişirme parametrelerinden 6 adet numune üzerinden gerçekleştirilmiştir.

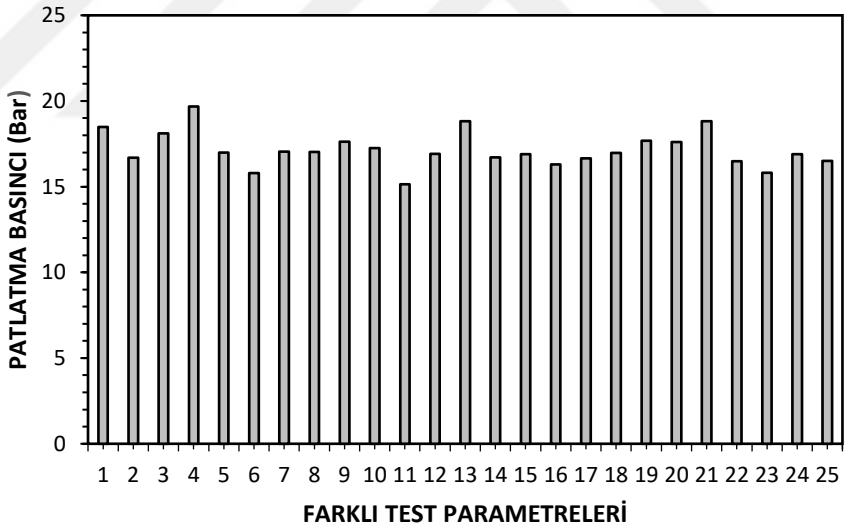


Şekil 6.16: Kalıcı deformasyon test sonuç grafiği.

Kalıcı deformasyon değeri sırasıyla %83,8, %79,7, %78,1, %85,1 ve %85,7 gelmiştir. Kalıcı deformasyon oranı en iyi olan parametre 10 bar 800 saniye ve 7 bar 1500 saniyedir. Literatür çalışmasına baktığımızda [21], sıcaklığı sabit tutarak zamanı arttırdığımızda kalıcı deformasyon oranında azalış olması beklenmektedir. 7 bar sabit tutularak zaman arttırıldığında kalıcı deformasyon oranında belirgin bir azalış olduğu gözlemlenmiştir. Ancak, 10 bar pişirme şartında zaman arttıkça kalıcı deformasyon oranında azalış meydana geldiği görülmüştür. Bu azalmanın nedeni zamanın artmasıyla çapraz bağların bozulmaya başlaması ve kalıcı deformasyon oranının artmasına neden olduğu şeklinde yorumlanabilmektedir.

6.2.7 Patlatma testi

Patlatma testi performans testi olarak geçmektedir. Şartnamede minimum 7 bar'da patlaması istenmektedir. Tüm parametreler patlatma testini başarı ile geçmiştir. En yüksek bara ulaşan parametre 2,5 m hat hızı, 2,5 mm hatve, 7 bar 1300 saniye pişen hortum olmuştur.

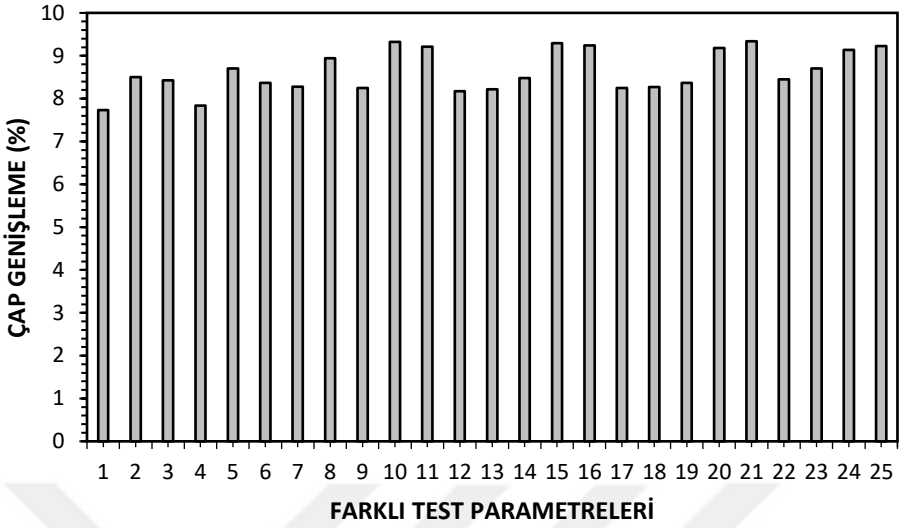


Şekil 6.17: Patlatma testi sonuç grafiği.

6.2.8 Çap genişleme testi

Patlatma testi performans testi olarak geçmektedir. Şartnamede maksimum %10 çap genişleme olması istenmektedir. Tüm parametreler çap genişleme testini başarı ile geçmiştir. Çap genişlemesi en iyi olan parametre 2,5 m hat hızı, 2,5 mm hatve, 10

bar 800 saniye olmuştur. 7 bar pişirme için zaman arttıkça çap genişleme sonuçlarının da artarak kötüleşmeye başladığı gözlemlenmektedir.



Şekil 6.13: Çap genişleme testi sonuç grafiği.

6.3 Sonuçlar ve Öneriler

1- AEM kauçuğunun vulkanizasyon sıcaklığı arttırıldığında M_L değerinde herhangi bir düşüş yaşanmadığı görülmüştür. Çapraz bağlanma oranına paralel olarak M_H değerinde 175 °C'e kadar artış yaşanırken 180 °C'de azalma olduğu görülmüştür. Bunun sebebi olarak artan sıcaklıkla AEM kauçuğun bozunmaya başlayarak çapraz bağlarının kopmaya başlamasına yorumlanabilir. ts_2 değerinin sıcaklığın artmasıyla birlikte azaldığı görülmüştür. Paralel olarak t_{90} değeride sıcaklık arttıkça azalmıştır. Bunun nedeni sıcaklığın artmasıyla çabuk pişmeye başlayıp çabuk pişmenin tamamlanmasından kaynaklanmaktadır. Çapraz bağ oranına bakıldığında sıcaklığın artmasıyla 175°C'e kadar artış görülmektedir ancak 180 °C'den sonra belirgin bir azalış olduğu ve bu azalışın çapraz bağlarının kırılarak AEM kauçuğun bozunmaya başlamasından kaynaklı olduğu düşünülmektedir.

2- Sıcaklık sabit tutularak zaman arttırıldığında M_L ve M_H değerinde belirgin bir değişiklik olmadığı görülmüştür. Pişirme süresi uzatıldıkça ts_2 ve t_{90} zamanlarında artış olduğu görülmüştür. Zaman arttıkça pişmeye başladığı zaman ve pişmenin tamamlandığı zaman artmıştır. Çapraz bağ oranlarında ise 25. dakikaya kadar belirgin bir artış gözlenirken 27 dakika pişirildiğinde çapraz bağ oranında azalma

meydana geldiği gözlenmiştir. Bunun nedeni uzun süren pişirme işleminde çapraz bağlarının kırılarak AEM kauçuğun bozunmaya başlamasından kaynaklı olduğu düşünülmektedir.

3- AEM kauçuğun vulkanizasyon sıcaklığı arttıkça sertlik değerlerinde artış elde edilmiştir. En düşük sertlik değeri 75.9, en yüksek sertlik değeri ise 79.5 IRHD olarak tespit edilmiştir. Vulkanizasyon sıcaklığı 165, 170, 175 ve 180^{o}C'ye artırıldığında numunelerin çekme mukavemet değerleri sırasıyla 16.05, 15.77, 16.06 ve 16.77 MPa olarak elde edilmiştir. Yani kauçuğun vulkanizasyon sıcaklığının artması ile birlikte çekme mukavemetinde önemli bir artış olmadığı tespit edilmiştir. Vulkanizasyon sıcaklığı 165^{o}C'den 180^{o}C' ye çıkarıldığında test numunelerinin kopma uzaması değerleri sırasıyla %254, %266, %256 ve %250 olarak tespit edilmiştir. Deneyler sonunda belirlenen veriler ışığında tüm vulkanizasyon sıcaklıklarında kopmadaki %uzama değerleri şartnamelerde belirlenen değerlerin üstünde ve uyumlu olduğu gözlenmiştir.

4- AEM kauçuk numunelerin yırtılma mukavemet değerleri, vulkanizasyon sıcaklığına (165-180^{o}C) bağlı olarak 55.48, 56.49, 54.02 ve 55.19 MPa olarak belirlenmiştir. Şartnamelerde verilen değere göre kıyaslandığında kauçuk numunelerin yırtılma mukavemetindeki artış oranı, vulkanizasyon sıcaklığına bağlı olarak sırasıyla %58.5, %61.4, %54.3 ve %57.68 olarak tespit edilmiştir. Kauçuğunun vulkanizasyon sıcaklığı 165^{o}C-175^{o}C arasında kalıcı deformasyon oranında belirgin azalma tespit edilirken vulkanizasyon sıcaklığı 180^{o}C'ye ulaştığında kalıcı deformasyon oranında hafif artış tespit edilmiştir. Vulkanizasyon sıcaklığı 165, 170, 175 ve 180^{o}C' ye artırıldığında numunelerin kalıcı deformasyon oranı değerleri sırasıyla %62.7, %60.5, %58.4 ve %61.3 olarak belirlenmiştir. Şartnamede verilen değere göre kıyaslandığında vulkanizasyon sıcaklığının artması ile numunelerin kalıcı deformasyon oranındaki azalma oranı sırasıyla %3.5, %5.5, %10.1 ve %5.7 olarak belirlenmiş olup tüm şartlarda uygun sonuçlar elde edilmiştir.

5- AEM kauçuğunun vulkanizasyon süresi arttıkça sertlik değerinin arttığı gözlenmiştir. Kauçuk pişmeye başladıkça daha mukavemetli hale gelir ve sertleşmeye başlamaktadır. Vulkanizasyon sıcaklığı sabit tutulduğunda ve vulkanizasyon süresi arttırıldığında çekme mukavemeti değerlerinde azalış olduğu gözlenmiştir. Numuneler arasındaki değişim %3,08, %0,6 ve %3,10 oranında değişir. Bu değişikliğin nedeni süre arttıkça kauçuğun bozulmaya başlamasından

kaynaklanabileceği düşünülmüştür. Vulkanizasyon zamanı sırasıyla 22, 23, 25 ve 27 dakika artırıldığında numunelerin kopma uzaması değerleri de sırasıyla %249, %266, %256.1 ve %250 olarak tespit edilmiştir. Çekme mukavemeti en düşük olan vulkanizasyon sıcaklığının % kopma uzaması en fazla gelmiştir. Çekme mukavemeti ile % kopma uzamaları arasında ters orantı vardır. Çapraz bağlar ne kadar kuvvetliyse kopma uzaması o kadar yüksek olur.

6- Vulkanizasyon sıcaklığının artması ile yırtılma mukavemet değerlerinde önemli bir değişiklik olmadığı gözlenmiştir. Firmanın Std. 50412 standardına göre kauçuk için yırtılma mukavemet değerinin minimum 35 N/mm olması ve daha büyük olması beklenmektedir. 175°C sıcaklık sabit tutularak zaman arttırıldığında yırtılma değerlerinde bir düşüş meydana geldiği görülmüştür. Bu düşüşün nedeni, pişmenin gerçekleşerek çapraz bağlanmanın tamamlanmasından kaynaklanmaktadır. Oluşan bağı kırmak için gereken enerjiye ilaveten ekstra bir enerji artan süre zarfında kauçuğa etki ederek oluşan çapraz bağları kırmaya başlamıştır. Kısalan bağ uzunluğu sonucunda yırtılma değerlerinde bir düşüş meydana geldiği görülmüştür. Vulkanizasyon zamanının artması ile kalıcı deformasyon oranı değerlerinde pek önemli bir değişiklik gözlenmemiştir. Çapraz bağ oranlarının istenilen seviyelere ulaşamaması bu duruma neden olabileceği düşünülmektedir.

7- AEM kauçuğun proses şartlarındaki sertlik değerleri iç kat için sırasıyla 53,9, 54,7, 54,8, 54 ve 53,4 IRHD gelirken dış kat için sırasıyla 54,8, 55, 57,5, 55,5 ve 55,1 IRHD gelmektedir. 7 bar için iç ve dış katta zaman arttıkça hortumun sertliği artmıştır. 10 bar içinse zaman arttıkça iç ve dış katmanların sertliğinde azalma olduğu gözlenmektedir. 7 barda optimum pişme gerçekleştikçe iç ve dış katta hortum sertlik kazanmıştır. 10 bar pişirme şartlarında pişirme süre arttıkça malzeme zamanla bozunmaya başladığı için sertliğinde düşüş görülmektedir. Çekme mukavemeti değeri iç kat için sırasıyla 14,2, 13,8, 15,7, 15,1 ve 14,64 MPa olarak elde edilirken dış kat için sırasıyla 14,5, 14, 15,9, 14,5 ve 14,8 MPa gelmektedir. 7 ve 10 bar'da pişirme zamanları arttıkça iç ve dış katmanlarının çekme mukavemeti değerlerinde azalma meydana geldiği görülmektedir. Kopma uzaması değeri sırasıyla iç kat için %216,4, %262,6, %285,4, %295,5 ve % 267,8 dış kat için ise sırasıyla %290,1, %280,5, %292, %296,1 ve % 276,5 gelmektedir. Şartnamede kopma uzaması %250'den büyük olması istenmektedir. 7 bar 1300 saniyenin iç katı şartname şartını karşılayamamaktadır.

8- AEM kauçuğun proses şartlarındaki yırtılma değerinde sıcaklığı sabit tutarak zaman arttırıldığında yırtılma değerlerinde düşüş meydana gelmesini beklenmekteydi. Ancak, mevcut çalışmada iç ve dış kat için yırtılma değerlerinde önemli bir değişiklik olmadığı gözlemlenmiştir. Kalıcı deformasyon değeri sırasıyla %83,8, %79,7, %78,1, %85,1 ve %85,7 gelmiştir. Sıcaklığı sabit tutarak zamanı arttırdığımızda kalıcı deformasyon oranında azalış olması beklenmektedir. 7 bar basınç sabit tutularak zaman arttırıldığında kalıcı deformasyon oranında belirgin bir azalış olduğu gözlemlenmiştir. Ancak, 10 bar basınç altında pişirme şartında zaman arttıkça kalıcı deformasyon oranında azalış meydana geldiği görülmüştür. Bu azalmanın nedeni zamanın artmasıyla çapraz bağların bozulmaya başlaması ve kalıcı deformasyon oranının artmasına neden olduğu şeklinde yorumlanabilmektedir.

9- Şartnamede minimum 7 bar basınç altında patlamasına izin verilmektedir. Elde edilen testlerin sonucunda tüm parametreler için kauçuk hortumlar patlatma testini başarı ile geçmiştir. Vulkanizasyon süresi ve sıcaklıklarının değişimlerinde belirgin bir azalış veya artış gözlenmemiştir. Şartnamede maksimum %10 çap genişleme olması istenmektedir. Elde edilen testlerin sonucunda tüm parametreler çap genişleme testini başarı ile geçmiştir. 7 bar basınç altında pişirme için zaman arttıkça çap genişleme sonuçlarının da artarak kötüleşmeye başladığı gözlemlenmektedir.

10- Kat yapışma testi ile ekstrüzyon parametresi uygunluğu hakkında yorum yapılabilmektedir. En iyi kat yapışması 2,5 m hat hızı ve 3,5 mm hatvede sağlanmıştır.

11- Reolojik özellikleri en iyi sıcaklık 175 °C olarak tespit edilirken en yüksek sertlik değeri 180 °C'de elde edilmiştir. En yüksek çekme mukavemeti değeri 180 °C vulkanizasyon sıcaklığında elde edilmiştir. En yüksek kopma uzaması ise 170 °C vulkanizasyon sıcaklığında tespit edilmiştir. Yırtılma mukavemeti testinde en iyi sıcaklık parametresi 170 °C olarak gözlenmiştir. En düşük kalıcı deformasyon sonucu ise 175 °C vulkanizasyon sıcaklığında tespit edilmiştir.

12- Reolojik özellikler açısından en optimum vulkanizasyon zamanı 25 dakika olarak belirlenmiştir. Sertlik değeri için en yüksek vulkanizasyon zamanı 27 dakika olarak tespit edilirken, çekme mukavemeti için bu süre 22 dakika olarak belirlenmiştir. Kopma uzaması için en yüksek süre 23 dakika, yırtılma mukavemeti açısından 22 dakika ve en düşük kalıcı deformasyon zamanı açısından vulkanizasyon süresi 23 dakika olarak tespit edilmiştir.

13- Tüm elde edilen değerler esas alındığında en iyi ekstrüzyon parametresi 2,5 m hat hızında ve 3,5 mm hatvede elde edilmiştir. En iyi vulkanizasyon parametrelerinin 7 bar basınç ve 1500 saniye vulkanizasyon sıcaklığında ve 10 bar basınç ve 800 saniye vulkanizasyon sıcaklığında olduğu gözlenmiştir.

14- AEM kauçuk otomotiv sektöründe hortum, oring ve körük gibi parçaların imalatında kullanılmaktadır. Ozona ve yağa karşı dayanımından dolayı hava ile temas eden kısımlarda tercih edilen bir kauçuk çeşitidir. EPDM, NBR, SBR vb. Gibi kauçuk çeşitlerine nazaran daha pahalı bir kauçuk çeşidi olduğundan dolayı üretim optimizasyonları büyük önem arz etmektedir.

Bu tez çalışmasında, AEM kauçuğun ekstrüzyon parametreleri ve vulkanizasyon süresi ve sıcaklığının optimizasyonu çalışılmıştır. Ekstrüzyon optimizasyonunda hat hızı 2,5 m olarak ayarlandığında ve hatve 3,5 mm olarak ayarlandığında en iyi kat yapışmanın sağlandığı gözlenmiştir. Vulkanizasyon optimizasyonunda ise 7 bar 1500 saniye ve 10 bar 800 saniye pişirme şartlarında en optimum değerler elde edilmiştir. 7 bar yaklaşık 165°C'e tekabül etmektedir. 10 bar ise 178 °C'e tekabül etmektedir. Otoklavın daha yüksek sıcaklığa çıkarılması için daha fazla enerji harcanması gerekmektedir. Vulkanizasyon işleminde bilindiği gibi zamandan tasarruf ve enerji masrafları yada ekonomiklik büyük önem taşımaktadır. Bu sebeple çalışma sonucunda otoklav basıncı 7 bardan 10 bara çıkartılarak 700 saniye zamandan tasarruf edilmiş ve ekonomiklik sağlanmış olacaktır.

Öneriler

Bu çalışmada, otomotiv sektörü başta olmak üzere tüm sektörlerde kullanımı yaygınlaşan AEM kauçuğun pişme şartları ile ilgili optimum noktası belirlenmiştir. Yapılan çalışmada, ekstrüzyon hızı 8 m/dk, otoklav basıncı 15 bar ve 2000 saniyeye de çıkarılarak genişletilebilmektedir. Bu kapsamda çalışmamız temel bir bilgi niteliği taşımaktadır.

Otoklav sıcaklığı, basıncı ve süresine ilaveden otoklav prosesinde süpürme basıncı ve zamanıda çalışmaya ilave edilebilmektedir.

Ekstrüzyon yerine enjeksiyon ve kompresyon presler kullanılarak AEM kauçuk ürünleri elde edilebilmektedir. Preslerde şekil verme esnasında sıcaklık ve süre

parametreleri olduğundan dolayı kauçuk hamuru preste pişme işlemini tamamlamaktadır. Yapılan çalışmaya ilaveten pres yöntemide kullanılabilmektedir.

KAYNAKLAR

[1] H.-M. T. Kalle Hanhi, Minna Poikelispää, "Tampere University Of Technology The Laboratory Of Plastics And Elastomer Technology," *Orthod. Fr.*, doi: 10.1051/orthodfr/2008030.

[2] A. Sancar, "İletken polimerler ve Biyolojik polimerler." 2015.

[3] "ASTM D1418 - Standard Practice for Rubber and Rubber Latices—Nomenclature." .

[4] R. Materials, "Kauçuk Türü Malzemeler: Sınıflandırma," *Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi Fen Bilim. Enstitüsü Dergisi; Cilt 4 Sayı 1; 25-34*, vol. 4, 2013.

[5] Kauçuk Derneği Yayın Organı, *Kauçuk Derneği*. 1991.

[6] Ö. KORKUT and E. GEREZ, "Doğada Kendiliğinden Yetişebilen Bitkilerden Doğal Kauçuk Üretimi: Derleme," *Uluslararası Doğu Anadolu Fen Mühendislik ve Tasarım Derg.*, vol. 2, no. 2, pp. 216–228, 2020.

[7] B. Boşnak, "Kauçuktan Yarı Mamül Üretim Teknolojileri," *Yüksek Lisans Tezi*, 2010.

[8] N. Keklikcioğlu Çakmak and Y. E. ENGİN, "Etilen Propilen Dien Monomer (EPDM) Kauçuk Karışımının Sentezi Ve Karakterizasyonu," *Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Bilim. Derg.*, vol. 8, no. 2, pp. 1299–1306, 2019.

[9] S. Öztürk, E. Erbek Cömez, and H. L. Hoşgün, "The Rheological, Mechanical and Aging Properties of AEM/EPDM Rubber Blends," *J. Rubber Res.*, vol. 24, pp. 61–67, 2021, [Online]. Available: https://doi.org/10.1007/s42464-020-00073-5.

[10] T. Gao, R. Xie, and K. Chung, "Microstructure and Dynamic Mechanical Properties of Magnetorheological Elastomer Based on Ethylene/Acrylic

Elastomer Prepared Using Different Manufacturing Methods," *Micro Nano Lett.*, vol. 13, no. 7, pp. 1026–1030, 2018.

[11] K. Kammerer, Y. T. Wu, and L. Lefebvre, "Development of a New AEM Polymer with Improved Low Temperature Properties," *Elastom. Und Kunststoffe Elastomers Plast.*, vol. 59, no. 12, pp. 678–681, 2006.

[12] B. P. Sahoo, K. Naskar, and D. K. Tripathy, "Conductive Carbon Black-filled Ethylene Acrylic Elastomer Vulcanizates: Physico-mechanical, Thermal, and Electrical Properties," *J. Mater. Sci.*, vol. 47, no. 5, pp. 2421–2433, 2012.

[13] K. Kammerer and D. D. Gmbh, "New AEM Polymers with Extended Possibilities for Demanding Automotive Applications," pp. 1–28, 2013.

[14] Dupont, "Ethylene Acrylic Elastomers Thrive In a Harsh World."

[15] J. R. Kelley, "An Advanced Alternative to Ethylene Acrylic (AEM) Elastomers for High-Temperature , Oil Resistant Hoses," *Zeon Chem. L.P.*, 2012.

[16] A. E. M. Gül Şentürk Ünal, "Etilen Akrilik Elastomer (AEM) Bazlı Kauçuk Karışımlarında Karbon Siyahı ve Yağ Oranındaki Değişimin Fiziksel ve Viskoelastik Özelliklere Etkileri," *2. Ulus. Kauçuk Kongresi*, pp. 22–23, 2014.

[17] K. K. Laurent Lefebvre, "Processability Benefits of a New Ethylene Acrylic Elastomer for Molding & Extrusion Applications," *Int. Rubber Conf. IRC 2006*, pp. 1–11, 2006.

[18] F. Hofer, G. Grubbauer, K. Hummel, and T. Kretzschmar, "Characterization of Rubber-Brass Bonding Layers by analytical Electron Microscopy (AEM)," *J. Adhes. Sci. Technol.*, vol. 10, no. 5, pp. 473–490, 1996.

[19] T. Gao, B. Na, H. Choi, and K. Chung, "Effect of Zinc Oxide Induced Metal-ligand Crosslink on The Mechanical Properties in The Ethylene Acrylic Elastomer (AEM)," *Mater. Lett.*, vol. 214, no. 1, pp. 154–157, 2018, doi: 10.1016/j.matlet.2017.11.125.

[20] D. E. F. J. A. N. H. L. Van Den Berg, J. H. M., Beulen J. W., "Model Vulcanization of EPDM Compounds PART-I : Structure Determination of Vulcanization Products from Ethylidene Norbornane." 1983.

[21] E. Ayrancı, “Kükürt ile Vulkanize Edilmiş Karbon Siyahı Dolgulu Doğal Kauçuk Nanokompozitlerinin Yırtılma Özelliklerinin Farklı Sıcaklık Değerlerine Göre Belirlenmesi,” *Yüksek Lisans Tezi*, 2019.

[22] Y. F. E. ve A. Kokangül, “Kauçuk Sektöründe Vulkanizasyon Parametrelerinin Optimizasyonu,” *Ç.Ü Fen ve Mühendislik Bilim. Derg.*, 2018, [Online]. Available: http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/810049%0Ahttp://doi.wiley.com/10.1002/anie.197505391%0Ahttp://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780857090409500205%0Ahttp://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/21918515%0Ahttp://www.cabi.org/cabebooks/ebook/20083217094.

[23] Kauçuk Derneği Yayın Organı, “Kauçuk Derneği.” 1992.

[24] “https://www.superiorconta.com.tr/aem-vamac-etilenakrilik-elastomer/#:~:text=AEM%2C%20y%C3%BCksek%20s%C4%B1cakl%C4%B1klara%2C%20s%C4%B1cak%20mineralli,elastomerlere%20k%C4%B1yasla%20daha%20d%C3%BC%C5%9F%C3%BCk%20maliyetlidir.” .

[25] L. L. Edward McBride, Klaus Kammerer, “Formulation Suggestions for Replacing DOTG in AEM Compounds,” *Rubber World*, 2010.

[26] DuPont, “Vamac (AEM) Ethylene Acrylate Polymers – New Developments,” *Manchester Polym. Gr. Semin.*, 2017.

[27] DuPont, “Vamac Ultra LS,” 2013.

[28] S. Erkek, “Karbon Siyahı/Yağ ve Karbon Siyahı/Dolgu Maddesi Oranının Farklı Vulkanizasyon Sistemlerinde EPDM,NBR ve SBR Elastomerlerinin Fiziko-Mekaniksel Özelliklerinin Etkisi,” 2007.

[29] İ. O. Kişioğlu, “Tank Paletlerinde Kullanılan Kauçukların İmalat ve Uygulamaları.” 2003.

[30] D. D. B. Karaağaç, “Kauçuk Testleri,” *Kocaeli Üniversitesi, Kim. Mühendisliği Bölümü*, no. Şubat, 2017.

[31] F. Kısacık, “İki Komponentli Kauçuk Hortum,” *Yüksek Lisans Tezi*, 2006.

[32] Esra Öztürk, “Farklı Kauçuk Karışımlarının Vulkanizasyonuna Hızlandırıcıların Etkisi,” *Sak. Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, 2008.

[33] F. Ahmadzadeh and N. Azar, “Determination Of The Effect Of Accelerator Type And Accelerator/Sulfur Ratio On The Vulcanization Kinetics And Aging Properties Of Natural Rubber/Chloroprene Based Rubber Compounds,” *Hacettepe Univ.*, 2017.

[34] “https:/turkish.alibaba.com/product-detail/planetary-extruder-banbury-mixer-and-open-mill-filtering-machine-and-chill-roller-60414695693.html.” .

[35] “https://www.britannica.com/technology/Banbury-mixer.” .

[36] “https://all.biz/tr-tr/kaucuk-kalender-makinas-g148701.” .

[37] “https://cosmoplast.com.tr/blog/ekstruzyon-nedir.” .

[38] P. D. İ. Ay, “Termoplastik ve Termoset Plastikler,” *Plast. Malzemeler*.

[39] V. Vahapoğlu, “Kauçuk Türü Malzemeler I . Doğal Kauçuk,” vol. 1, pp. 57–70, 2007.

[40] M.Marşoğlu, “Plastik Malzemeler.” Arpaz Maatbacılık, İstanbul, 1989.

[41] G. San, “Karışım Hazırlama,” pp. 1–63.

[42] P. D. H. Ü. Emel Güler, “Akrilik Etilen (Aem) Kauçuğun Mekanik Özelliklere Farklı Vulkanizasyon Sıcaklığının Etkisinin İncelenmesi.” Bursa, 2021.

[43] O. Khayal, “Laboratory Experiments Tensile Testing,” *Res. Gate*, no. July, 2019.

[44] S. S. Annika, “Nitril Kauçuk/Aramid Elyaf Kompozitlerinin Akış Performansının Geliştirilmesinde Sıvı Kauçuk Etkinliği,” *Yüksek Lisans Tezi*, 2019.

[45] A. K. Dayıoğlu, “Vulkanizasyon Parametrelerinin Doğal Kauçukların Çapraz Bağ Yoğunluğu ve Malzeme Ömrü Üzerindeki Etkisinin İncelenmesi,” *Yüksek Lisans Tezi*, 2018.