



## Cam Elyaf Katkılı Poli(oksümetilen) Kompozitinin Laboratuvar Ortamında ve Suda Yaşlandırılması Sonucunda Mekanik, Reolojik ve Morfolojik Özelliklerindeki Değişimler

Emel KURAM<sup>1,\*</sup><sup>1</sup>Gebze Teknik Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 41400, Gebze/KOCAELİ

### Öz

Bu çalışmada, cam elyaf katkılı poli(oksümetilen) (POM) kompozitinin yaşlandırma sonrası mekanik, reolojik ve morfolojik özelliklerindeki değişimler incelenmiştir. Numuneler plastik enjeksiyon kalıplama yöntemi ile hazırlanmıştır. Yaşlandırma işlemi numuneler 28 gün boyunca laboratuvar sıcaklığında ve suda bekletilerek yapılmıştır. Mekanik özellikleri belirlemek için çekme ve 3 nokta eğme testleri yapılmıştır, reolojik özeliği belirlemek için eriyik akış indeksi (MFI) ölçülmüştür ve morfolojik yapıyı gözlemlemek için taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. Deneysel sonuçlardan mekanik, reolojik ve morfolojik özelliklerin yaşlandırma ortamından etkilendiği görülmüştür. Yaşlandırılmış numunelerin mekanik özelliklerinin yaşlandırılmamış numuneye göre daha düşük olduğu bulunmuştur. Mekanik özelliklerdeki düşüş en fazla suda yaşlandırılan numunelerde meydana gelmiştir. Yaşlandırma işlemi MFI değerini arttırmıştır.

### Makale Bilgisi

Başvuru: 12/11/2017  
 Düzeltilme: 25/02/2018  
 Kabul: 07/08/2018

### Anahtar Kelimeler

Plastik Enjeksiyon  
 POM  
 Yaşlandırma  
 Mekanik Özellikler  
 Eriyik Akış İndeksi

### Keywords

Plastic Injection  
 POM  
 Ageing  
 Mechanical Properties  
 Melt Flow Index

### Abstract

In this study, the changes in mechanical, rheological and morphological properties of glass-fiber reinforced poly(oxymethylene) composite after ageing were investigated. Samples were prepared with plastic injection molding method. Ageing process was done by waiting samples at laboratory temperature and water during 28 days. Tensile and 3 point flexural tests were done to determine the mechanical properties, melt flow index (MFI) was measured to determine the rheological property and scanning electron microscopy (SEM) was used to observe the morphological structure. From experimental results, it was seen that mechanical, rheological and morphological properties were affected by the ageing environment. It was found that mechanical properties of aged samples were lower than that of unaged sample. The most decrement in the mechanical properties was occurred at the aged in water samples. Ageing process increased MFI value.

## 1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Günümüzde polimerler ve polimer kompozitler pek çok mühendislik uygulamalarında kullanılmaktadır. Bu malzemeler kullanımları esnasında sıcaklık, nem, güneş ışığı, kimyasallar, radyasyon ve bunların ortak etkileşimi gibi zor şartlara maruz kalmaktadır. Bu zor şartların ise polimerler ve polimer kompozitlerin ömründe azalmaya neden olduğu bilinmektedir. Bu nedenle bu tür malzemelerin zor şartlar altında performansının nasıl etkilendiği günümüzde önemli bir araştırma konusu olmuştur.

Poliasetal olarak da bilinen poli(oksümetilen) (POM) özellikle elektronik ve otomotiv endüstrilerinde kullanılan bir mühendislik termoplastiğidir [1]. POM yüksek dayanıma, iyi sürünme ve yorulma direncine sahiptir. Fakat POM malzemesi, ışığa, oksijene, ısıya ve suya maruz kaldığında bozunmaya başlamaktadır [2].

Yaşlandırma işleminin POM malzemesinin performansını nasıl etkilediği literatürde incelenmiştir.

\*İletişim yazarı, e-mail: [kuram@gtu.edu.tr](mailto:kuram@gtu.edu.tr)

Ultraviyole (UV) ışını [2,3], termal [3] ve termooksidatif [4,5] yaşlandırma işleminin POM malzemesinin mekanik [2,3], kimyasal [2], reolojik [3], termal [4] ve bozunma [4,5] özellikleri üzerindeki etkisi araştırılmıştır. POM malzemesinin 1000 saat UV altında yaşlandırılması sonrasında yaşlandırılmamış numuneye göre uzama değeri %16,6 ve darbe dayanımı %27,4 azalmıştır [2]. 140 °C'de 35 gün [3] ve 8 hafta [1] yaşlandırma sonrasında POM malzemesinin MFI değerinde artış görülmüştür [1, 3]. Yaşlandırma işlemi sonrasında POM malzemesinde bozunmanın genellikle zincir kırılması sonucunda meydana geldiği bulunmuştur [4, 5].

Literatürde POM malzemesinin yaşlandırma sonrası davranışı incelenmesine rağmen, cam elyaf katkılı POM kompozitinin yaşlandırma işleminden nasıl etkilendiği incelenmemiştir. Ayrıca POM malzemesi için yaşlandırma sonrası mekanik özellikler özellikle eğilme dayanımı çok fazla dikkate alınmamıştır. Bu nedenle, bu çalışmada cam elyaf katkılı POM kompozitinin laboratuvar ortamında ve suda yaşlandırılması sonrasında mekanik, reolojik ve morfolojik özelliklerinde meydana gelen değişiklikler araştırılmıştır. Numuneler yaşlandırma ortamlarında 28 gün tutulmuştur. Daha sonra çekme, 3 nokta eğme, eriyik akış testleri uygulanmış ve çekme testi sonucunda kırılan yüzeylerin taramalı elektron mikroskobu ile görüntüleri alınmıştır.

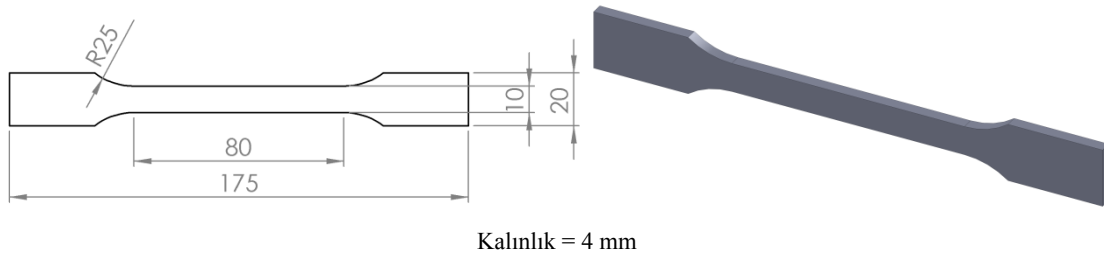
## 2. DENEYSEL ÇALIŞMA (EXPERIMENTAL STUDY)

### 2.1 Malzeme (Material)

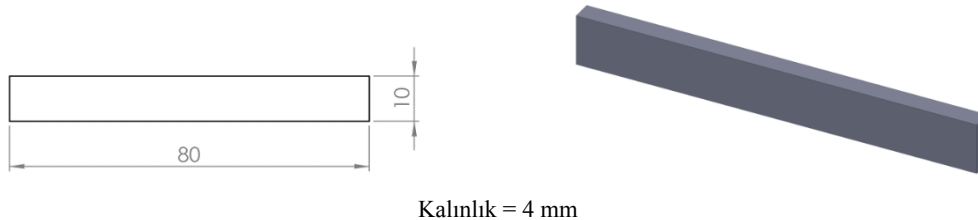
Bu çalışmada yoğunluğu 1,60 g/cm<sup>3</sup> olan %26 cam elyaf katkılı POM (Hostaform C 9021 GV1/30, Celanese şirketi) malzeme kullanılmıştır.

### 2.2 Metot (Method)

Test numunelerini hazırlamak için plastik enjeksiyon makinesi (YIZUMI UN90A2) kullanılmıştır. Enjeksiyon işleminden önce, cam elyaf katkılı POM granülleri enjeksiyon işlemi esnasında oluşabilecek hava kabarcıklarını azaltmak için 110 °C'de 3 saat kurutulmuştur. Kurutma işleminden sonra enjeksiyon ile test parçalarını üretme üç-kaviteli (bir kavite çekme numunesi ve iki kavite eğme numunesi için) bir kalıp kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Çekme test numunesi (Şekil 1) ISO 527 standardına [6] ve eğme test numunesi (Şekil 2) ISO 178 standardına [7] göre hazırlanmıştır. Enjeksiyon ile kalıplama işleminde parametreler sabit tutulmuştur (Tablo 1).



**Şekil 1.** Çekme test numunesinin ölçüleri (ölçüler mm cinsindedir.).



**Şekil 2.** Eğme test numunesinin ölçüleri (ölçüler mm cinsindedir.).

Enjeksiyon işleminden sonra üretilen numunelere mekanik, reolojik ve morfolojik testler uygulanmıştır. Bu test numuneleri yaşlandırılmamış olarak adlandırılmıştır. Numunelerden bir kısmı ise laboratuvar ortamında (23 ± 2 °C) 28 gün tutularak özellikleri incelenmiştir. Bu numuneler laboratuvar ortamında yaşlandırılmış olarak isimlendirilmiştir. Diğer numuneler ise oda sıcaklığındaki suda 28 gün tutularak yaşlandırılmıştır.

Suda yaşlandırma işleminden sonra numuneler sudan çıkarılıp kağıt havlu ile kurutulmuş ve oda sıcaklığında en az 10 dakika bekletildikten sonra testler yürütülmüştür.

**Tablo 1.** Cam elyaf katkılı POM kompoziti için enjeksiyon ile kalıplama parametreleri ve değerleri

Parametreler	Değerler
Eriyik Sıcaklığı	250 °C
Kalıp Sıcaklığı	80 °C
Enjeksiyon Basıncı	65 bar
Tutma Basıncı	60 bar
Enjeksiyon Hızı	30 mm/s
Tutma Süresi	3 s
Soğuma Süresi	18 s

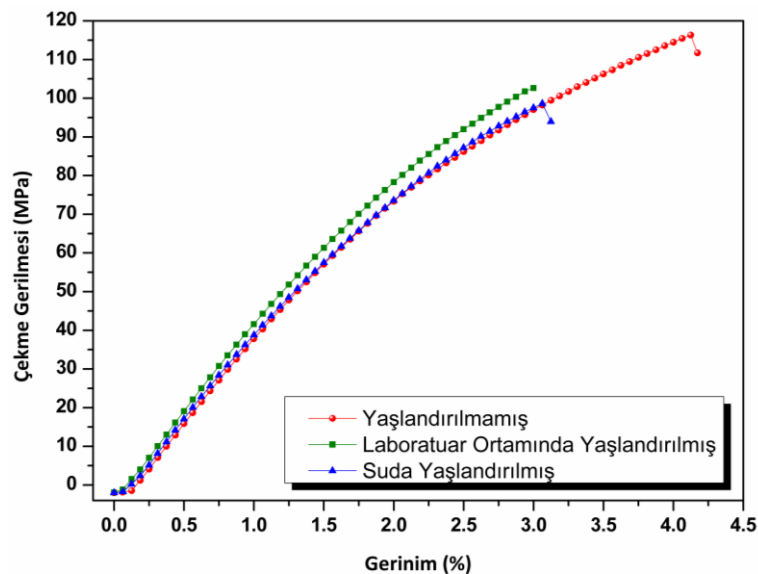
Çekme ve 3 nokta eğme testleri Instron 5569 test cihazı kullanılarak yapılmıştır. Çekme ve eğme testleri 3 mm/dak hızda ve oda sıcaklığında yürütülmüştür. Eğme testi için iki destek arası 50 mm olarak sabit alınmıştır. Bütün mekanik testlerde 3 numune için değerler ölçülmüştür ve sonuç olarak ortalama değer alınmıştır.

Bu çalışmada reolojik özellik olarak eriyik akış indeksi (MFI) ölçülmüştür. MFI ölçümü Devotrans-EA3 cihazı kullanılarak 190 °C’de ve 2,16 kg standart ağırlık altında ISO 1133 standardına [8] göre yapılmıştır. MFI ölçümü 3 kere tekrar edilmiştir ve ortalama değer dikkate alınmıştır.

Yaşlandırılmamış ve yaşlandırılmış numunelerin morfolojisi taramalı elektron mikroskobu (SEM, Philips XL30 SFEG) kullanılarak incelenmiştir. SEM görüntüleri çekme test çubuklarının kırılmış yüzeyleri üzerinden alınmıştır. SEM gözleminden önce, bütün numuneler Quorum SC7620 cihazı kullanılarak ince film altın ile kaplanmıştır.

### 3. SONUÇLAR VE TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSSION)

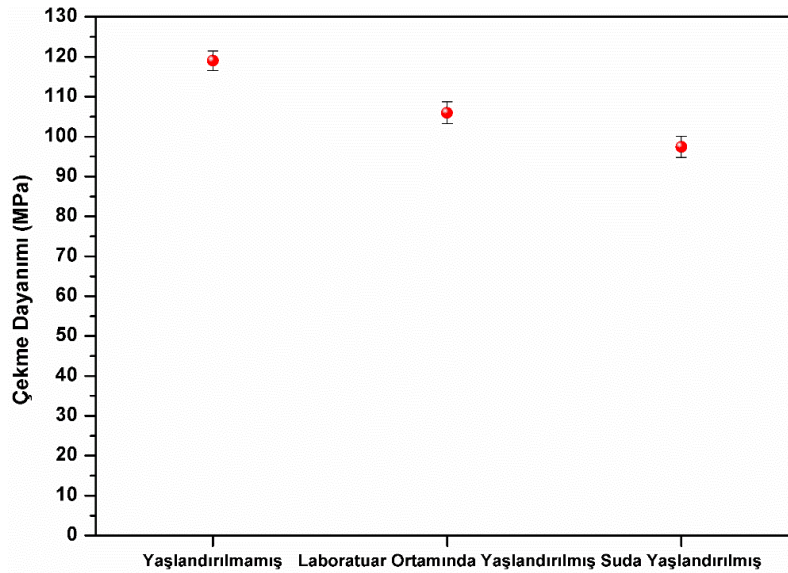
Yaşlandırılmamış ve yaşlandırılmış numuneler için tipik çekme gerilmesi-gerinim eğrileri Şekil 3’te verilmiştir. Bu şekilden yaşlandırma işleminin gerilme-gerinim eğrisinin eğilimini çok fazla değiştirmedeği görülmüştür. Bütün numuneler maksimum gerilmeye ulaştıktan sonra kırılmıştır. En büyük gerilme yaşlandırılmamış numune ile en düşük gerilme suda yaşlandırılmış numune ile elde edilmiştir. Yaşlandırılmamış numunenin gerinim değeri yaşlandırılmış numunelere göre daha yüksektir. Bu sonuç yaşlandırılmamış numunenin yaşlandırılmış numunelere göre daha sünek olduğunu göstermiştir.



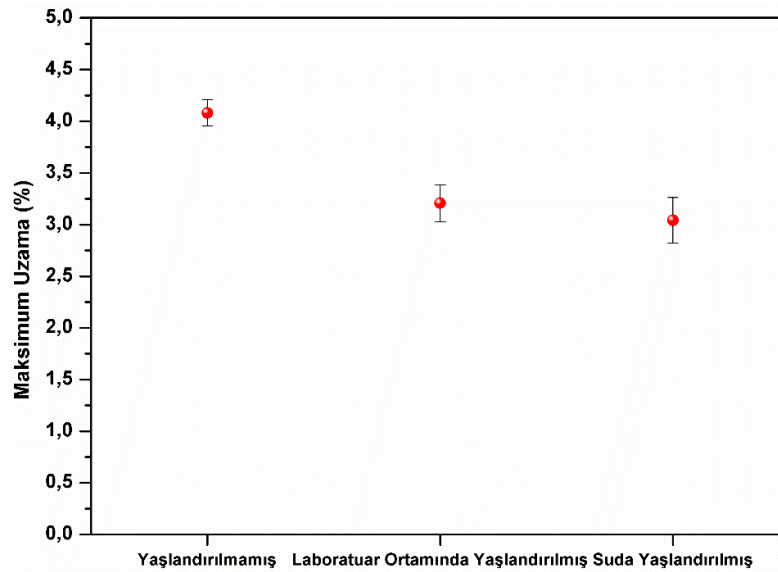
**Şekil 3.** Yaşlandırılmamış ve yaşlandırılmış numuneler için tipik gerilme-gerinim eğrileri.

Tipik gerilme-gerinim eğrilerinden elde edilen çekme dayanımı ve maksimum uzama değerleri sırasıyla Şekil 4'te ve Şekil 5'de verilmiştir. Bu grafiklerdeki değerler 3 ölçümün ortalamasıdır. En yüksek çekme dayanımı yaşlandırılmamış numune ile elde edilmiştir. Yaşlandırma işleminin çekme dayanımını azalttığı bulunmuştur ve en düşük çekme dayanımı suda yaşlandırılan numuneler ile elde edilmiştir. POM kompoziti laboratuvar ortamında 28 gün boyunca tutulduğunda çekme dayanımında %10,94 azalma görülmüştür. Suda 28 gün boyunca tutulduğunda ise çekme dayanımında %18,13 azalma meydana gelmiştir. Suda yaşlandırılan kompozitin çekme dayanımında daha fazla azalma suyun matris üzerinde plastikleştirici (yumuşatıcı) etkisi ile açıklanmıştır [9]. Yaşlandırma işleminin POM malzemesinin çekme dayanımında azalmaya neden olduğu literatürde ifade edilmiştir [2]. Bu azalmanın nedeni, yaşlandırma ile POM molekül zincirlerinin kırılması ve orijinal kristal yapısının bozulması ile açıklanmıştır [2].

Maksimum uzama değeri de yaşlandırma işlemi sonunda azalmıştır ve elde edilen bu sonucun literatür ile uyumlu olduğu görülmüştür [2]. En fazla azalma suda yaşlandırılan numuneler ile elde edilmiştir. POM kompoziti laboratuvar ortamında 28 gün boyunca tutulduğunda maksimum uzamada %21,42 azalma meydana gelmiştir. Suda 28 gün boyunca yaşlandırıldığında ise maksimum uzamada %25,46 azalma olmuştur. Literatürde POM malzemesinin 1000 saat UV altında yaşlandırılması sonrasında yaşlandırılmamış numuneye göre uzama değerinin %16,6 azaldığı bulunmuştur [2].

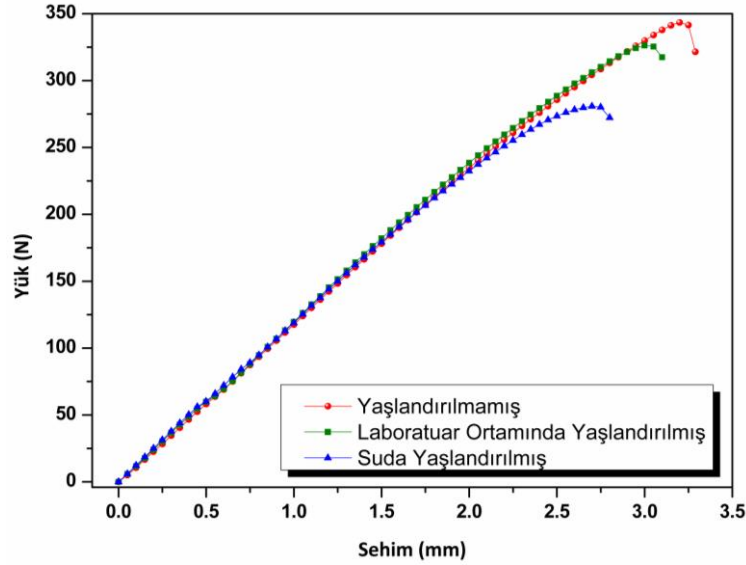


Şekil 4. Yaşlandırılmamış ve yaşlandırılmış numuneler için çekme dayanımı değerleri.



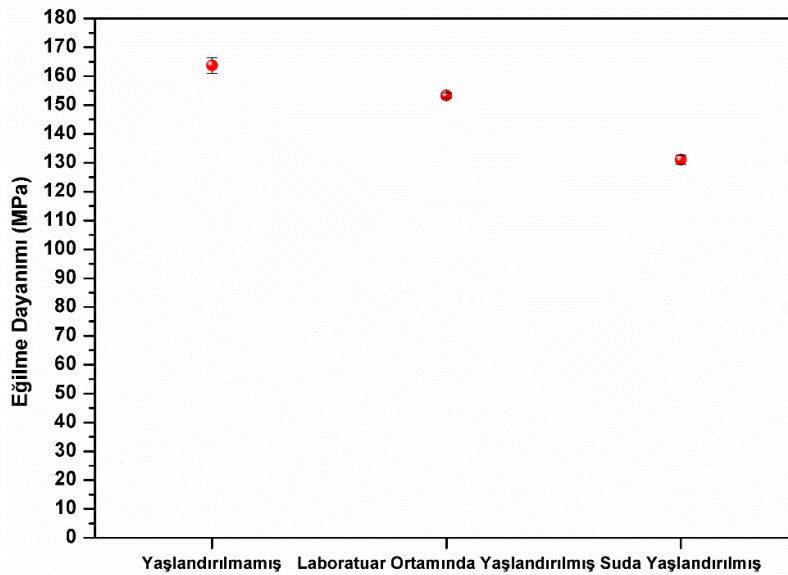
Şekil 5. Yaşlandırılmamış ve yaşlandırılmış numuneler için maksimum uzama değerleri.

Şekil 6’da yaşlandırılmamış ve yaşlandırılmış numuneler için tipik eğilme yükü-sehim eğrileri verilmiştir. Bu şekilden görüldüğü gibi yaşlandırma işleminin gerilme-gerinim eğrisinde olduğu gibi yük-sehim grafiğinin eğilimini çok fazla değiştirmemiştir. Bütün numuneler maksimum yüke ulaştıktan sonra kırılmıştır.



**Şekil 6.** Yaşlandırılmamış ve yaşlandırılmış numuneler için tipik yük-sehim eğrileri.

Tipik yük-sehim eğrilerinden elde edilen eğilme dayanımı ve gerinim değerleri sırasıyla Şekil 7’de ve Şekil 8’de verilmiştir. Bu grafiklerdeki değerler 3 ölçümün ortalamasıdır. En yüksek eğilme dayanımı yaşlandırılmamış numune ile en düşük eğilme dayanımı suda yaşlandırılmış numune ile elde edilmiştir. POM kompoziti laboratuvar ortamında 28 gün boyunca tutulduğunda eğilme dayanımında %6,39 azalma, suya maruz kaldığında ise %19,96 azalma meydana gelmiştir. Suda yaşlandırma esnasında, su molekülleri polimerik matris boyunca nüfuz eder ve interfaz bölgesine ve elyaflara ulaşır. Matristeki ayrışma, elyaf/matris arayüzeyinde bağların kopması ve elyaf bozunması nedeniyle suda yaşlandırılan numunelerin mekanik özelliklerinde azalma görülmüştür. Ayrıca, polimer matrisinin ve elyafların şişme ve çekme özellikleri birbirinden farklı olduğu için ara yüzeyde ayrılma meydana gelerek mekanik özellikler azalmıştır [10].

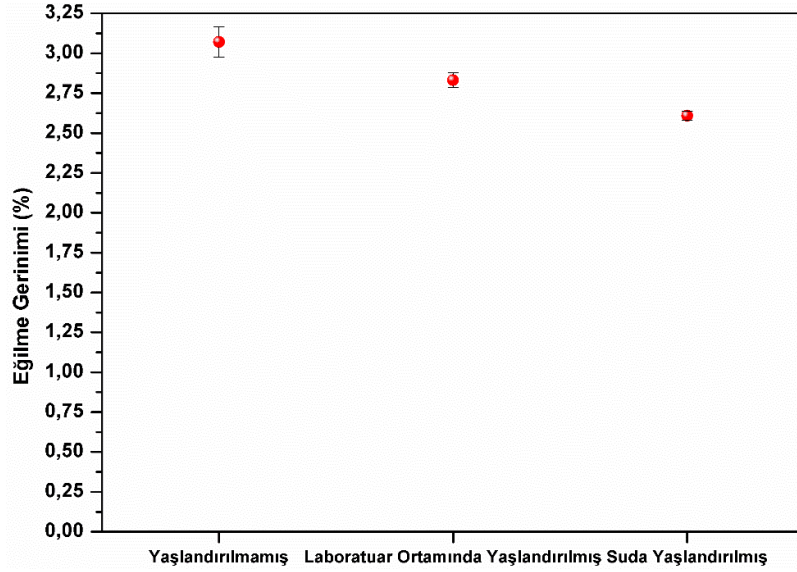


**Şekil 7.** Yaşlandırılmamış ve yaşlandırılmış numuneler için eğilme dayanımı değerleri.

Eğilme gerinimi değeri de yaşlandırma işlemi ile azalmıştır. En fazla azalma suda yaşlandırılan numunelerde meydana gelmiştir. POM kompoziti laboratuvar ortamında 28 gün boyunca tutulduğunda

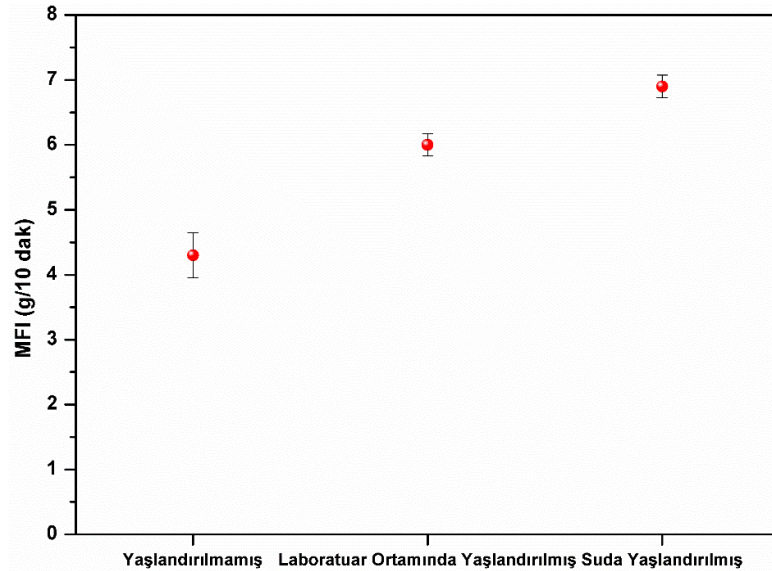


eğilme geriniminde %7,80 azalma, suda yaşlandırıldığında ise eğilme geriniminde %15,10 azalma olmuştur.



**Şekil 8.** Yaşlandırılmamış ve yaşlandırılmış numuneler için eğilme gerinimi değerleri.

Yaşlandırılmamış ve yaşlandırılmış numuneler için MFI değerleri Şekil 9’da verilmiştir. Bu grafikteki değerler 3 ölçümün ortalamasıdır. Yaşlandırılmış numuneler yaşlandırılmamış numuneye göre daha yüksek MFI değeri vermiştir. MFI değeri 28 gün yaşlandırma işlemi sonrasında laboratuvar ortamında ve suda tutulan numuneler için sırasıyla %39,53 ve %60,47 artmıştır. POM malzemesinin yaşlandırma ile MFI değerinde artış olduğu literatürde de ifade edilmiştir [1, 3]. MFI değerindeki değişimin polimer malzemelerin bozunmasında önemli bir gösterge olduğu belirtilmiştir. MFI değerinin yaşlandırma işlemi ile artmasının nedeni zincir kırılmasına atfedilmiştir [3].

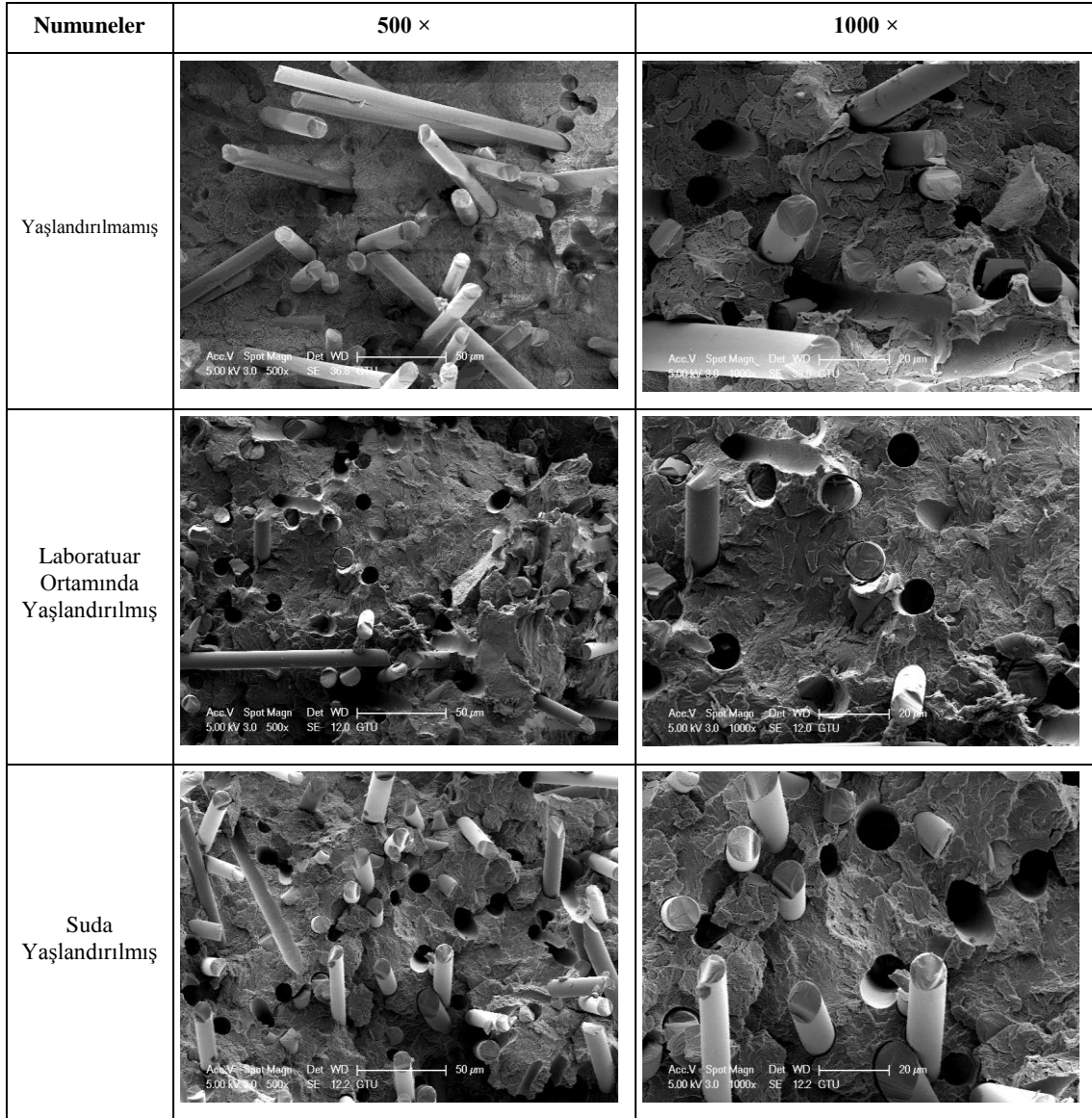


**Şekil 9.** Yaşlandırılmamış ve yaşlandırılmış numuneler için MFI değerleri.

Yaşlandırılmamış ve yaşlandırılmış numuneler için SEM görüntüleri Şekil 10’da sunulmuştur. Elyaf ve matris arasındaki boşluğun yaşlandırma işlemi ile arttığı görülmüştür. Suya maruz kalan numunede matris yüzeyinde kırılma meydana gelmiştir. Ayrıca yaşlandırma işlemine maruz kalan numunelerde matris yüzeyinde boşluklar görülmüştür ve bu boşluklar nedeniyle mekanik özelliklerde azalma meydana geldiği düşünülmektedir.

Suya maruz kalan numunelerde suyu emme nedeniyle ölçüsel kararsızlığın sonucu olarak cam elyaf ve matris arasında boşluklar oluşabileceği ifade edilmiştir [10]. Ayrıca suyun elyaf/matris tutunmasını

kötüleştirdiği de rapor edilmiştir [11]. Suya maruz kalan cam elyaf katkıli polimer kompozitlerde nem almanın elyaf ve matris arasında boşluk oluşumuna neden olduğu ve yük aktarma kabiliyetini azaltarak mekanik özelliklerde azalmaya neden olduğu açıklanmıştır [12].



Şekil 10. Yaşlandırılmamış ve yaşlandırılmış numuneler için SEM görüntüleri.

#### 4. SONUÇ (CONCLUSION)

Bu çalışmada yaşlandırma işleminin enjeksiyon kalıplama yöntemi ile imal edilmiş cam elyaf katkıli POM kompozitinin mekanik, reolojik ve morfolojik özellikleri üzerindeki etkisi incelenmiştir. Cam elyaf katkıli POM kompoziti çekme ve eğme test çubukları şeklinde imal edilmiştir ve bu numuneler 28 gün boyunca laboratuvar ortamında ve suda tutulmuştur. Yaşlandırma işleminin tipik gerilme-gerinim ve yük-sehim eğrilerinin eğilimi üzerinde bariz bir etkiye sahip olmadığı görülmüştür. Bütün numuneler maksimum yük ve gerilmeye ulaştıktan sonra kırılmıştır. Yaşlandırma işleminin çekme gerilmesi, maksimum uzama, eğilme gerilmesi ve eğilme gerinimi değerlerinde düşüşe neden olduğu bulunmuştur. Mekanik özelliklerdeki en büyük düşüş suya maruz kalan numunelerde meydana gelmiştir. Yaşlandırma işleminin MFI değerini arttırdığı ve en büyük artışın suya maruz bırakılan numunelerde olduğu görülmüştür. Yaşlandırılan numunelerin kırık yüzeyleri incelendiğinde, elyaf ve matris arasında boşlukların arttığı ve matriste boşlukların olduğu görülmüştür. Yaşlandırılmış numunelerde mekanik özelliklerin azalmasının nedeni MFI değerinin ve polimer morfolojisindeki boşlukların artması ile açıklanabilir.

**TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGMENTS)**

Yazar, çalışmanın yürütülmesinde laboratuvar olanaklarını sunan Prof. Dr. Babür Özçelik'e, enjeksiyon işlemi esnasındaki yardımlarından dolayı Hamit Ayvaz'a, mekanik testlerdeki yardımlarından dolayı Adem Şen'e ve SEM görüntülerinin alınmasındaki yardımlarından dolayı Ahmet Nazım'a teşekkür eder.

**KAYNAKLAR (REFERENCES)**

- [1] S. Lüftl, V.-M. Archodoulaki, M. Glantschnig, S. Seidler, Influence of coloration on initial material properties and on thermooxidative ageing of a polyoxymethylene copolymer. *Journal of Materials Science*, 42 (2007) 1351-1359.
- [2] G. Wu, C. Lu, X. Cai, X. Ren, Mechanical properties and solid-state structure of photodegraded polyoxymethylene and effect of UV stabilizers modification. *Journal of Macromolecular Science, Part B: Physics*, 50 (2011) 1521-1534.
- [3] V.-M. Archodoulaki, S. Lüftl, S. Seidler, Effects of coloration on the physical and mechanical properties and on the thermal stability of polyoxymethylene. *Advances in Polymer Technology*, 25 (2006) 63-72.
- [4] S. Lüftl, V.-M. Archodoulaki, T. Koch, S. Seidler, Effects of the additive package on the thermal properties of a commercial polyoxymethylene homopolymer. *Journal of Vinyl & Additive Technology*, 14 (2008) 21-27.
- [5] S. Lüftl, V.-M. Archodoulaki, S. Seidler, Thermal-oxidative induced degradation behaviour of polyoxymethylene (POM) copolymer detected by TGA/MS. *Polymer Degradation and Stability*, 91 (2006) 464-471.
- [6] ISO 527:1997, *Plastics - Determination of Tensile Properties*. International Organization for Standardization, Switzerland, 1997.
- [7] ISO 178:2010(E), *Plastics - Determination of Flexural Properties*. International Organization for Standardization, Switzerland, 2010.
- [8] ISO 1133:2005(E), *Plastics - Determination of the Melt Mass-Flow Rate (MFR) and the Melt Volume-Flow Rate (MVR) of Thermoplastics*. International Organization for Standardization, Switzerland, 2005.
- [9] D. Scida, M. Assarar, C. Poilane, R. Ayad, Influence of hygrothermal ageing on the damage mechanisms of flax-fibre reinforced epoxy composite. *Composites: Part B*, 48 (2013) 51-58.
- [10] M. M. Thwe, K. Liao, Effects of environmental aging on the mechanical properties of bamboo-glass fiber reinforced polymer matrix hybrid composites. *Composites: Part A*, 33 (2002) 43-52.
- [11] Z. A. M. Ishak, U. S. Ishiaku, J. Karger-Kocsis, Microstructure-related fracture behaviour of injection moulded short fibre reinforced polyarylamide in dry and wet states. *Journal of Materials Science*, 33 (1998) 3377-3389.
- [12] A. R. Kakroodi, Y. Kazemi, D. Rodrigue, Mechanical, rheological, morphological and water absorption properties of maleated polyethylene/hemp composites: effect of ground tire rubber addition. *Composites: Part B*, 51 (2013) 337-344.