

**T.C  
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**POLİAMİD 66 / SEPIYOLİT KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ  
VE ÖZELLİKLERİNİN KARAKTERİZE EDİLMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Metalurji Müh. Ali Osman GÜR**

**Enstitü Anabilim Dalı : METALURJİ VE MALZEME MÜH.**

**Tez Danışmanı : Doç. Dr. Akın AKINCI**

**Şubat 2011**

T.C  
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**POLİAMİD 66 / SEPIYOLİT KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ  
VE ÖZELLİKLERİNİN KARAKTERİZE EDİLMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Metalurji Müh. Ali Osman GÜR**

**Enstitü Anabilim Dalı : METALURJİ VE MALZEME MÜH.**

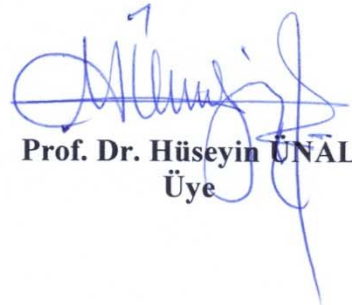
Bu tez 07/02/2011 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından ~~Oy çokluğu /~~  
Oybirliği ile kabul edilmiştir.



**Doç. Dr. Akın AKINCI**  
Jüri Başkanı



**Doç. Dr. Ali Osman KURT**  
Üye



**Prof. Dr. Hüseyin ÜNAL**  
Üye

## TEŞEKKÜR

Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı'nda yapmış olduğum yüksek lisans çalışmamın sonuca ulaştırılmasında, karşılaştığım güçlüklerin aşılmasında, en önemlisi verdiği moral ile çalışma azmimi artıran Danışman Hocam Sayın Doç. Dr. Akın AKINCI'ya sonsuz teşekkürlerimi sunarken, Sakarya Üniversitesine ve Metalurji Malzeme Mühendisliği Bölümü'ne teşekkürü bir borç bilirim. Bu çalışmanın her aşamasında bana destek olan sevgili annem ve babama; onlarla birlikte eşim Melike Gür'e sonsuz teşekkür ediyorum.

Deneylein ve Testlerin yapılması aşamasında yardımlarını esirgemeyen Cavo Otomotiv A.Ş. Üretim Sorumlusu Yasin ÇELİK ve Kalite Teknisyeni Serkan ECE ve çok değer verdiğim Müdürüm Sevgi TOPÇU'ya teşekkürlerimi bir borç bilirim.

Araştırmalarımnda düşüncelerini benimle paylaşan Sakarya Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölüm Başkanlığına, Öğretim Üyesi Sayın Doç. Dr. Ali Osman KURT ve Sayın Doç. Dr. Şenol YILMAZ'a, analiz aşamalarında yardımcı olan Araştırma Görevlilerine tekrar ve tekrar teşekkür ediyorum.

# İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR.....	ii
İÇİNDEKİLER .....	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ.....	vi
ŞEKİLLER LİSTESİ .....	viii
TABLolar LİSTESİ.....	xi
ÖZET.....	xiii
SUMMARY.....	xiv
BÖLÜM 1. GİRİŞ.....	1
BÖLÜM 2. POLİMER MALZEMELER.....	3
2.1. Polimerizasyon.....	3
2.1.1. Serbest radikal polimerleşmesi.....	3
2.1.2. İyonik polimerizasyon.....	4
2.1.3. Kondenzasyon polimerizasyonu.....	5
2.1.4. Yığın polimerizasyonu.....	5
2.1.5. Süspansiyon polimerizasyonu.....	6
2.1.6. Emülsiyon polimerizasyonu.....	6
2.1.7. Dispersiyon polimerizasyonu.....	6
2.2. Polimerlerin Mekanik Özellikleri.....	7
2.3. Amorf Yapıdaki Plastiklerin Mekanik Özellikleri.....	7
2.4. Kısmikristalin Yapıdaki Plastiklerin Mekanik Özellikleri.....	8
2.5. Polimerlerin Plastik Deformasyonu.....	8
2.6. Polimerlerde Kristalinlik, Camsı Dönüşüm ve Ergime.....	8
2.7. Poliamid 66.....	9
2.7.1. Poliamid 66 mekanik özellikleri.....	12

2.7.2. Poliamid 66 tribolojik özellikleri.....	13
2.7.3. Poliamid 66 termal özellikleri.....	13
2.7.4. Poliamid 66 elektriksel özellikler.....	14
2.7.5. Poliamid 66'nın çevre koşullarına karşı direnç özelliği.....	14
2.7.6. Poliamid 66 kullanım alanları.....	15
<b>BÖLÜM 3. POLİMER MATRİKSİLİ KOMPOZİT MALZEMELER .....</b>	<b>16</b>
3.1. Kompozitlerde Matris Olarak Kullanılan Malzemeler.....	17
3.2. Kompozit Malzemelerde Dolgu ve Takviye Amacıyla Kullanılan Elyaf lar.....	19
3.3. Üretilen Kompozitte Dolgu / Takviye Olarak Kullanılan Malzeme (Sepiyolit).....	21
3.3.1. Sepiyolit'in kristal yapısı.....	25
3.3.2. Sepiyolit'in mineralojik özellikleri.....	25
3.3.3. Sepiyolit'in fiziksel, fizikokimyasal, reolojik, termal ve katalitik özellikleri.....	26
3.3.4. Dünyada ve Türkiye'de sepiyolit.....	29
3.3.5. Sepiyolit'in kullanım alanları.....	30
<b>BÖLÜM 4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR .....</b>	<b>41</b>
4.1. Kullanılan Malzemeler.....	41
4.2. Üretim Yöntemi.....	42
4.3. Çekme Deneyi.....	44
4.4. Sertlik Deneyi.....	45
4.5. Yanma Deneyi.....	45
4.6. Çentik Darbe Deneyi.....	46
4.7. Yoğunluk Deneyi.....	47
4.8. Ergime Akış İndeksi (EAI) Deneyi.....	47
4.9. Taramalı Elektron Mikroskobu Çalışmaları (SEM / EDS).....	48
4.10. X- Işınları Difraksiyon Analizi.....	48
4.11. DSC ve TGA Analizi.....	49

BÖLÜM 5. DENEYSEL SONUÇLAR.....	50
5.1. Çekme Deneyi Sonuçları.....	50
5.2. Sertlik Deneyi Sonuçları.....	56
5.3. Yanma Deneyi Sonuçları.....	58
5.4. Çentik Darbe Deneyi Sonuçları.....	58
5.5. Yoğunluk Deneyi Sonuçları.....	63
5.6. Ergime Akış Deneyi Sonuçları (MFR).....	65
5.7. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM / EDS) Sonuçları.....	67
5.8. X- Işınları Difraksiyon Analiz Sonuçları.....	72
5.9. DSC ve TGA Analiz Sonuçları.....	78
BÖLÜM 6. GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	81
6.1. Genel Sonuçlar.....	81
6.2. Öneriler.....	84
KAYNAKLAR.....	85
ÖZGEÇMİŞ.....	90

## SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

APK	: Alifatik keton
CE	: Cam elyaf
CTP	: Cam takviyeli polyester
DSC	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
MFR	: Erime akış indeksi
GMT	: Preslenebilir takviyeli termoplastik
GRP	: Cam elyaf ile güçlendirilmiş polimer
GR PA	: Cam elyaf takviyeli poliamid
HDPE	: Yüksek yoğunluklu polietilen
MTA	: Maden tetkik arama enstitüsü
PA	: Poliamid
PAI	: Poliamid imide
PEEK	: Polieter eter keton
PEI	: Polieterimid
PES	: Polieter sülfon
PET	: Polietilen tereftalat
PMMA	: Polimetil metakrilat
POM	: Polioksimetilen
PP	: Propilen
PPE	: Polifenilen eter
PPS	: Polifenilen sülfid
PSU	: Polisülfon
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
SMC	: Bileşik levha döküm
TGA	: Termal gravimetri
T <sub>g</sub>	: Camsı dönüşüm sıcaklığı
T <sub>m</sub>	: Ergime sıcaklığı

YYPE : Yüksek yoğunluklu polietilen

X-RD : X Işınları difraksiyonu



## ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1.	Polimerlerin ergime anındaki zincir yapısı.....	9
Şekil 2.2.	Polimerlerin erime anındaki zincir yapısı; a) Siyah b) Açık beyaz c) Koyu beyaz.....	10
Şekil 2.3.	PA 66' nın tekrarlı kimyasal yapısı.....	11
Şekil 3.1.	Sepiyolit kristal yapısı.....	23
Şekil 3.2.	Sepiyolit kristalinin şematik görünümü.....	25
Şekil 3.3.	Değişik başlangıç pH'larda kıvamlandırılan sepiyolit süspansiyonlarının pH profilleri.....	27
Şekil 3.4.	Modifiye sepiyolit örneklerinin zeta potansiyeli üzerine pH'ın etkisi.....	29
Şekil 3.5.	Sepiyolit fiber morfolojisinin kesit görünümü.....	35
Şekil 3.6.	Sepiyolit'in moleküler yapısı.....	36
Şekil 3.7.	Sepiyolit'in dehidrasyon aşamalarının şematik gösterimi.....	36
Şekil 3.8.	Değişik ısıtma hızlarında, sepiyolit yüzde kütle kaybının aktivasyon sıcaklığı ile değişimi (Parçacık boyutu = 0.91 mm).....	39
Şekil 4.1.	a) Poliamid 66 granülü'nün ön ısıtma için fırın içerisindeki görünümü b) Sepiyolit tozu'nun ön ısıtma için fırın içerisindeki görünümü c) Poliamid 66 ve Sepiyolit karışımının tepsi içerisindeki görünümü	43
Şekil 4.2.	a) Poliamid 66 granülü'nün neminin alındığı fırın b) Sepiyolit tozu'nun neminin alındığı fırın c) Enjeksiyon'un gerçekleştirildiği makine.....	43
Şekil 4.3.	a) Numune kalıbının görünümü b) Yanma deneyi için kullanılan plaka kalıbının görünümü.....	43
Şekil 4.4.	a) Zwick 0440 marka çekme test cihazı	

	b) Çekme çeneleri.....	44
Şekil 4.5.	Çekme numunesi şekil ve boyut ölçüleri.....	45
Şekil 4.6.	a) Tronic LX-D 100 marka Shore D sertlik ölçer test cihazı	
	b) Sertlik numunesi şekil ve boyut ölçüleri.....	46
Şekil 4.7.	a) Yan T NHB 208 marka yanma test cihazı	
	b) Yanma test plakası şekil ve boyut ölçüleri.....	46
Şekil 4.8.	a) Zwick XC-22 marka çentik darbe test cihazı	
	b) Çentik darbe test numunesi şekil ve boyut ölçüleri.....	46
Şekil 4.9.	a) Rational 010 marka yoğunluk ölçer hassas terazi	
	b) Yoğunluk test numunesi şekil ve boyut ölçüleri.....	47
Şekil 4.10.	Tescon XNR-400A marka ergime akış test cihazı.....	48
Şekil 5.1.	Nemi alınmamış sepiyolit ilaveli PA 66, PA 66 + % 5 Sepiyolit, PA 66 + % 10 Sepiyolit'in çekme sonucu elde edilen gerilme ve uzama diyagramı.....	51
Şekil 5.2.	23°C Çekme sonucu elde edilen gerilme ve uzama diyagramı.....	52
Şekil 5.3.	+80°C Çekme sonucu elde edilen gerilme ve uzama diyagramı.....	53
Şekil 5.4.	-40°C Çekme sonucu elde edilen gerilme ve uzama diyagramı.....	54
Şekil 5.5.	a) Poliamid 66 sertlik ölçümü	
	b) Poliamid 66 + %5Sepiyolit sertlik ölçümü	
	c) Poliamid 66 + %10 Sepiyolit sertlik ölçümü.....	56
Şekil 5.6.	Sertlik testi sonuç diyagramı.....	57
Şekil 5.7.	a) Poliamid 66 yanma test sonucu	
	b) Poliamid 66 + %5Sepiyolit yanma test sonucu	
	c) Poliamid 66 + %10Sepiyolit yanma test sonucu .....	58
Şekil 5.8.	23°C Çentik darbe test sonuç diyagramı.....	59
Şekil 5.9.	+80°C Çentik darbe test sonuç diyagramı.....	60
Şekil 5.10.	-40°C Çentik darbe test sonuç diyagramı.....	61
Şekil 5.11.	Yoğunluk ölçüm sonuç diyagramı.....	64
Şekil 5.12.	260 °C'de ergime akış hızı test sonuç diyagramı (260 °C-5kg).....	66
Şekil 5.13.	290 °C'de ergime akış hızı test sonuç diyagramı (290 °C-5kg).....	67
Şekil 5.14.	Saf poliamid 66, saf sepiyolit ve sepiyolit takviyeli poliamid 66	

	taramalı elektron mikroskobu görüntüleri (ax200 bx500 cx100 dx1000 ex500 fx1000 gx100 hx1000).....	69
Şekil 5.15.	a) Ağırlıkça %5 sepiyolit ilave edilmiş Poliamid 66'nın SEM fotoğrafı	
	b) EDS analizleri.....	70
Şekil 5.16.	a) Saf sepiyolit SEM fotoğrafı	
	b) EDS analizleri.....	71
Şekil 5.17.	Poliamid 66 X-ışınları analizi.....	72
Şekil 5.18.	Cong ve arkadaşlarının Poliamid 66 X-ışınları analizi.....	73
Şekil 5.19.	Li-Xin ve arkadaşlarının Poliamid 66 X-ışınları analizi.....	73
Şekil 5.20.	Sepiyolit X-ışınları analizi.....	75
Şekil 5.21.	Sarıkaya ve arkadaşlarının sepiyolit X-ışınları analizi.....	76
Şekil 5.22.	Poliamid 66, sepiyolit, %5 ve %10 sepiyolit takviyeli poliamid 66'nın X-ışınları analizi.....	77
Şekil 5.23.	Sepiyolit artışına bağlı olarak ikincil fazın artışının görünümü.....	78
Şekil 5.24.	Saf sepiyolit'in DSC ve TGA analizi.....	79
Şekil 5.25.	Saf poliamid 66'nın DSC ve TGA analizi.....	79

## TABLolar LİSTESİ

Tablo 2.1.	Poliamid 66'nın mekanik özellikleri.....	12
Tablo 2.2.	Poliamid 66'nın tribolojik özellikleri.....	13
Tablo 2.3.	Poliamid 66'nın elektriksel özellikler.....	14
Tablo 3.1.	Matris, takviye elemanı ve kompozit malzeme yapı tipleri.....	17
Tablo 3.2.	Belli başlı termoplastik reçineleri ve işlem ısıları.....	18
Tablo 3.3.	Sepiyolitın kimyasal bileşimi.....	22
Tablo 3.4.	Bazı sepiyolit çeşitlerinin kimyasal bileşimleri.....	24
Tablo 3.6.	Eskişehir civarındaki bazı bölgelerin tabakalı sepiyolit rezervleri (ton).....	30
Tablo 4.1.	PA 66'nın fiziksel ve mekanik özellikleri.....	41
Tablo 4.2.	Sepiyolit'in fiziksel ve mekanik özellikleri.....	41
Tablo 4.3.	Enjeksiyon makinesinde işlem parametreleri.....	42
Tablo 5.1.	Nemi alınmamış sepiyolit ilaveli PA 66, PA 66 + % 5 Sepiyolit, PA 66 + % 10 Sepiyolitın çekme sonucu elde edilen gerilme ve uzama değerleri.....	50
Tablo 5.2.	23°C Çekme sonucu elde edilen gerilme ve uzama değerleri.....	52
Tablo 5.3.	+80°C Çekme sonucu elde edilen gerilme ve uzama değerleri.....	53
Tablo 5.4.	-40°C Çekme sonucu elde edilen gerilme ve uzama değerleri.....	54
Tablo 5.5.	Çekme testleri genel sonuçları.....	55
Tablo 5.6.	PA 66, PA 66+%5 sepiyolit ve PA 66+%10 sepiyolitın çekme sonucu elde edilen gerilmedeğerleri ile Özdemir ve Singe ve arkadaşlarının çekme sonucu elde ettikleri gerilme değerleri.....	56
Tablo 5.7.	Sertlik testi ölçüm sonuçları.....	57
Tablo 5.8.	PA 66, PA 66+%5 sepiyolit ve PA 66+%10 sepiyolitın sertlik testi sonucu elde edilen değerleri ile Özdemir ve Singe ve arkadaşlarının test sonucu elde ettikleri sertlik değerleri.....	58
Tablo 5.9.	23°C Çentik darbe test sonuçları.....	59

Tablo 5.10.	+80°C Çentik darbe test sonuçları.....	60
Tablo 5.11.	-40°C Çentik darbe test sonuçları.....	61
Tablo 5.12.	Çentik darbe test sonuçlarının karşılaştırılması.....	62
Tablo 5.13.	PA 66, PA 66+%5 sepiyolit ve PA 66+%10 sepiyolit in çentik darbe testi sonucu elde edilen değerler ile Özdemir ve Singe ve arkadaşlarının test sonucu elde ettikleri çentik darbe değerleri.....	63
Tablo 5.14.	Yoğunluk ölçüm sonuçları.....	63
Tablo 5.15.	PA 66, PA 66+%5 sepiyolit ve PA 66+%10 sepiyolit in yoğunluk testi sonucu elde edilen değerler ile Özdemir'in test sonucu elde ettiği yoğunluk test sonucu değerleri.....	65
Tablo 5.16.	260 °C'de ergime akış hızı test sonuçları (260 °C-5kg).....	65
Tablo 5.17.	290 °C'de ergime akış hızı test sonuçları (290 °C-5kg).....	66
Tablo 5.18.	Genel sonuçlar.....	67
Tablo 5.19.	Deneylerde kullanılan matriks malzemesi PA 66 ile Cong ve arkadaşlarının ve Li-Xin ve arkadaşlarının PA 66'nın X-Işınları analizleri sonucunda kristal düzlemleri arasındaki uzaklıklar.....	74
Tablo 5.20.	Deneylerde dolgu/takviye olarak kullanılan sepiyolit ile Sarıkaya ve arkadaşlarının sepiyolit in X-Işınları analizleri sonucunda kristal düzlemleri arasındaki uzaklıklar.....	77

## ÖZET

Anahtar kelimeler: Polimer malzemeler, Polimer matriksli kompozit malzemeler, Poliamid 66, Sepiyolit

Bu çalışmada, otomotiv sektöründe yapısal eleman parçalarının imalinde kullanılan Poliamid 66 belirli oranlarda sepiyolit takviye edilerek, fiziksel ve mekaniksel özelliklerin iyileştirilmesi amaçlanmaktadır. Bu çalışma kapsamında halen kullanılmakta olan cam fiber takviyeli Poliamid 66'nın kullanıldığı vites kollarında, kapı ve pencere donanımlarında, fren-debriyaj, gaz pedallarında, dişlilerde, kam milinde, zincir dişlileri gibi otomobil parçalarının yerini alması amacıyla farklı kompozisyonların denenmesi suretiyle yeni bir polimerik kompozit geliştirilmesi de amaçlanmaktadır.

Sepiyolit takviyeli polimerik esaslı kompozitler, özellikle kaliteden ödün vermeden hammadde girdi maliyetlerini azaltmayı amaçlamaktadır. Başta otomotiv sektörü olmak üzere diğer sektörlerde de mekaniksel ve fiziksel özellikleri iyileşme ile ortaya çıkacak olan performans artışı gibi avantajlar sağlaması nedeniyle takviyeli polimerik esaslı kompozitlere alternatif olarak düşünülmüştür. Bu hususta farklı alternatifler ortaya koyma açısından bu çalışmada Poliamid 66 matriksi içerisine ağırlıkça %5 ve %10 sepiyolit takviye edilerek, fiziksel ve mekaniksel özellikleri iyileştirilmiş ve yapılan mekanik testler ile cam fiber takviyeli Poliamid 66 yerine kullanılabilirliği ortaya konulmuştur.

# **PRODUCTION OF POLYAMIDE 66/SEPIOLITE COMPOSITES AND THEIR CHARACTERIZATION OF PROPERTIES**

## **SUMMARY**

Key words: Polymer materials, Polymer matrix composites, Polyamide 66, Sepiolite

In this research, the automotive parts sector, the structural element used in the manufacture of polyamide 66 reinforced by specific properties of mechanical and tribological properties improvement of sepiolite with the automobile and other internal parts of the evenings, shift arms, door and window hardware, brake – clutch and gas pedals and gears, window shaft, chain, gears and other similar places where the use of parts that will allow the desired degree of resistance to the objective of development through the examination of different compositions were prepared in the development of a new polymeric composite.

Sepiolite, reinforced polymeric matrix composites, especially in the automotive industry by reducing input costs without sacrificing quality raw materials mechanical and tribological properties of the performance increase will arise with healing because it provides advantages such as reinforced, polymer-based composites reinforced with clay-based non-thought-out and in this respect different alternatives could be developed as an alternative to put forward for the raw material.

## **BÖLÜM 1. GİRİŞ**

Poliamidler çok kompleks mühendislik plastikleri olup yüksek kristaliniteye sahiptir. Mukavemetli ve yüksek ısı direnç özelliği göstermektedir. Yüksek nem absorplaması ise mukavemet açısından dezavantaj olmaktadır. Poliamidlerin mekanik özelliklerini sepiyolit takviyesiyle yükseltmek mümkün olmakta ve çok iyi elyaf-plastik uyumu sağlayan malzemeler olmaktadır [1].

Polimer alaşımı ve karışımları kullanım alanı doğrultusunda fiziksel özellikleri değiştirilebilmektedir. Polimer alaşım ve karışımlarının performanslarını arttırmadaki en önemli unsur doğru malzeme seçimi olmaktadır. Bunun dışında uygun karıştırma ve uyumluluk maddesi seçimi ile karışımın morfolojisinin kontrol edilerek performansının artırılması mümkün olmaktadır. Poliamid-66 normal olarak sepiyolit ile çeşitli özellikleri iyileştirmek için karıştırılmaktadır. Bu özellikler arasında darbe mukavemeti, nem emiciliği, yüksek sıcaklık kararlılığı gibi özellikler verilebilmektedir.

Genelde tüm termoplastikler takviye ile kuvvetlendirilmeye uygun olmalarına rağmen, bu amaçla en çok poliamid 66 (PA66) ve polipropilen kullanılmaktadır. Sepiyolit ile kuvvetlendirme plastiğin mekanik özelliklerini iki kat arttırmaktadır [1].

Sepiyolitın matris tarafından iyi ıslanma kabiliyeti, matris ile sepiyolitın temas yüzeyinde kimyasal reaksiyonun olmaması ve sepiyolitın iyi yüzey karakteristiklerine sahip olması önemli bir özellik olmaktadır. Eger sepiyolit matris tarafından iyi ıslatılmazsa, temas yüzeylerinde boşluklar oluşmaktadır. Bu da temas yüzeyindeki bağları zayıflatmaktadır.



Sepiolit takviyeli polimerik kompozitlerin enjeksiyon kalıplama yöntemi teknolojisi ile şekillendirilerek enjeksiyonla kalıplama sonrası mekaniksel ve fiziksel performansları test edilmek suretiyle üretim parametrelerinin son ürüne etkileri incelenmektedir. Böylelikle en uygun mekaniksel ve fiziksel değerlerinin elde edildiği malzemeler belirlenerek sistem optimizasyonu gerçekleştirilmektedir.

Sepiyolit miktarı ve boyutunun, kalıplanan ürünün geometrisine bağlı olarak yönlendirilmesinin ve işlem şartlarının, kompozitin özelliklerini belirlemede önemli etkisi bulunmaktadır. Ayrıca kompozit özellikleri (mukavemet ve sertlik) kullanılan plastik, ve takviye elemanı uzunluğuna bağlı olarak değişmektedir. Takviyeli kompozite uygulanan yük elyaflar tarafından taşınmaktadır. Kompozitde plastiğin rolü; uygulanan yükü, kayma kuvvetleri vasıtasıyla daha sert yapıda olan elyafa transfer etmektir.

Yeni geliştirilmesi öngörülen sepiolit takviyeli polimerik kompozitlerin daha çok otomobil iç aksamı ve diğer aksamalarında, vites kollarında, kapı ve pencere donanımlarında, fren-debriyaj, gaz pedalları ve dişlilerde, kam milinde, zincir dişlilerinde ve diğer buna benzer parçalarda mukavemet istenilen yerlerde kullanımına imkân verecek şekilde tasarlanacağından verimlilik performansları mekaniksel testler ile belirlenmektedir.

Bu çalışmada, geleneksel olarak kullanılan cam fiber takviyeli PA 66'nın sepiyolit ilavesi ile alternatifinin üretilmesi amaçlanmaktadır. Yüksek ve düşük sıcaklık şartlarına daha dayanıklı, mukavemetli ve daha düşük maliyetli malzemeler elde edilmesi amaçlanmaktadır. Polimerik kompozitler üzerine modifiyeli sepiyolit tozu sırasıyla % 5 ve %10 eklenerek yeni polimerik kompozitler elde edilmiştir. Söz konusu yeni kompozisyonların otomotiv sektöründe kullanılabilir olması bu alanda faaliyet gösteren yerli firmalar tarafından da sonuçların değerlendirilebileceği düşünülmektedir. Bu hedef doğrultusunda çalışmanın sonuçları ilgili sektörlerde faaliyet gösteren yerli firmalara da sunulacaktır.

## **BÖLÜM 2. POLİMER MALZEMELER**

Polimerler çok sayıda molekülün kimyasal bağlarla düzenli bir şekilde bağlanarak oluşturdukları yüksek molekül ağırlıklı bileşiklerdir. “Poli” Latince bir sözcük olup çok sayıda anlamına gelmektedir. Polimerler “monomer” denilen birimlerin bir araya gelmesiyle oluşmaktadır. Buna basit bir örnek olarak “Polistren” verilebilmektedir. Polistren birçok stren monomerinin bir araya gelmesi ile oluşmaktadır. Polimerler yapılarına göre sınıflandırılabilir. Bir polimer tek bir monomer biriminin tekrarlanmasından oluşuyorsa buna “homopolimer” denilmektedir. Örnek olarak, etilenden elde edilen polietilen ve strenden elde edilen polistren verilebilmektedir. Eğer polimer molekülü iki farklı monomerin birleşmesinden oluşuyorsa buna “kopolimer” denilmektedir. Polimer zincirler ister homopolimer ister kopolimer olsun doğrusal, dallanmış ve çapraz bağlı olarak üç farklı formda bulunabilmektedir. Polimerlerin fiziksel özellikleri molekül ağırlığı ile ilişkili olmaktadır. Bu nedenle polimerlerden beklenen fiziksel özellikleri gösterebilmeleri için belirli bir molekül ağırlığına sahip olmaları gerekmektedir. Genellikle molekül ağırlığının artması ile yapıda moleküller arası çekim artmakta ve bu da polimerin mekanik ve ısı özelliklerini etkilemektedir. Polimerlerin molekül ağırlıkları, jel geçirgenlik kromatografisi, viskozimetrik ölçüm, ozmotik ve basınç ışık saçılması gibi yöntemlerle belirlenebilmektedir [1].

### **2.1. Polimerizasyon**

#### **2.1.1. Serbest radikal polimerleşmesi**

Zincir polimerleşmesinin radikaller üzerinden yürüyen türü olmaktadır. Serbest radikal polimerleşmesi üç aşamadan oluşmaktadır. Başlangıçta monomer molekülleri çeşitli yöntemler kullanılarak radikal haline dönüştürülmektedir. Radikal oluşumu, ısı, fotokimyasal, radyasyon veya çeşitli başlatıcılar tarafından sağlanmaktadır [2].

Bu amaçla ortamda radikal oluşturmak için en yaygın yöntem ortama dışarıdan bir başlatıcı eklemektir. Başlatıcı, radikal oluşturarak vinil grubundaki çift bağa atak yaparak polimerizasyon işlemini başlatmış olmaktadır. Başlatıcı olarak çeşitli peroksitler, diazo bileşikleri ve redoks çiftleri kullanılmaktadır. Peroksit başlatıcılardan en yaygın kullanılanı benzil peroksit olmaktadır. Bu başlatıcı ısı ile kolaylıkla parçalanarak serbest radikal oluşturmaktadır. Benzil peroksit ısı etkisi ile parçalanarak iki tane serbest radikale dönüşmektedir. Daha sonra başlama aşamasında oluşan radikaller monomer molekülündeki çift bağa atak yaparak polimerizasyonu başlatmaktadır. Başlatıcıdan oluşan radikaller etilen molekülündeki çift bağdan birini kırıp yeni bir radikal oluştururken böylece polimerizasyon reaksiyonunu da başlatmış olmaktadır. Oluşan yeni radikaller ortamda bulunan monomerler ile reaksiyona girerek polimer zincirinin büyümesine neden olmaktadır. Polimerizasyon ilerledikçe polimer zinciri büyümekte ve molekül ağırlığı artmaktadır. Polimerizasyonun bu aşamasında ortamda monomer sayısı azalmaktadır. Bu nedenle ortamdaki radikaller sönmülmeye başlamaktadır. Ortamdaki radikaller çeşitli yollar ile (dallanma yeni çift bağ oluşturma veya bir başka radikal ile reaksiyona girerek) sönmülmekte ve polimerizasyon işlemi tamamlanmaktadır [2].

### **2.1.2. İyonik polimerizasyon**

Zincir polimerizasyonu serbest radikaller üzerinden olduğu kadar iyonlar ve koordinasyon kompleks yapıcı ajanlar üzerinden de yürüyebilmektedir. Bir vinil monomerinin hangi mekanizma üzerinden polimerleştirileceği, sübstüye gruba bağlı olmaktadır. Örneğin halojenlenmiş viniller (vinilklorür, vb. gibi) ve vinil esterler yalnızca radikallerle polimerleştirilmektedir. Eğer, vinil monomerine elektron verici gruplar takılmışsa yalnızca katyonik polimerizasyon söz konusu olmaktadır. İyonik polimerizasyon genellikle katalizörlerin ayrı bir fazda bulunduğu heterojen sistemleri içermektedir. Reaksiyon hızı radikal polimerizasyonuna göre çok hızlı olmaktadır. Bazı durumlarda reaksiyon hızını kontrol etmek için polimerizasyon işlemi çok düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilmektedir [2].

### 2.1.3. Kondenzasyon polimerizasyonu

Kondenzasyon polimerleri benzer veya farklı yapıdaki poli-fonksiyonel monomerlerin, genellikle küçük bir molekül çıkararak reaksiyona girmesiyle elde edilmektedir. Burada en önemli koşul monomerlerin poli-fonksiyonel oluşu olmaktadır. OH, COOH, NH<sub>2</sub>, gibi fonksiyonel gruplardan en az iki tane taşıyan monomerler esterleşme, amidleşme, vb. gibi reaksiyonlarla, küçük moleküller çıkararak, kondenzasyon polimerlerini oluşturmaktadır. Poliüretanların elde edildiği üretan oluşumu ve Pliamid 66' nın elde edildiği kaprolaktam halka açılması gibi, küçük molekül çıkışı olmadan doğrudan monomerlerin katılması şeklinde yürüyen polimerizasyon reaksiyonları da genellikle bu grup içinde değerlendirilmektedir [2].

### 2.1.4. Yığın polimerizasyonu

Bu tür polimerizasyonda monomer, içine uygun bir baslatıcı ilave edildikten sonra, belli sıcaklık ve basınçta doğrudan polimerleştirilmektedir. Bu prosesin en önemli özelliği oldukça saf polimerlerin üretilmesi olmaktadır. Proseste, polimerizasyon sonucu oluşan ürün, üretim sonrası ayırma, saflaştırma, vb. gibi prosesleri gerektirmez, doğrudan satışa sunulabilmektedir. Ayrıca, diğer proseslere göre daha ucuz makina ve teçhizat gerektirdiğinden, basit ve ekonomik bir proses olarak değerlendirilmektedir. Bu prosesin en önemli dezavantajı ortaya çıkan ısının ortamdaki kolay kolay uzaklaştırılmaması, dolayısıyla sıcaklık kontrolünün güç olması olmaktadır. Bu hususa özellikle radikal polimerizasyonunda dikkat edilmesi gerekmektedir. Bu tür polimerizasyonlar şiddetli ekzotermik olmakta ve yüksek molekül ağırlıklı polimer moleküllerinin hemen oluşması ortam viskozitesinin hızla artmasına neden olmaktadır. Sıcaklık kontrolü son derece zorlaşmaktadır. Yerel sıcaklık artışları, polimerin bozunmasına ve monomerin kaynaması sonucu gaz oluşumuna, hatta şiddetli patlamalara neden olabilmektedir [2].

### **2.1.5. Süspansiyon polimerizasyonu**

Bu polimerizasyon tekniđi endüstride büyük miktarlarda polimer üretiminde yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu polimerizasyon sonrasında polimerizasyon şartlarına bađlı olarak 50 – 1000 mikrometre çapında, gözenekli veya gözeneksiz partiküller elde edilmektedir. Bir polimer süspansiyon polimerizasyonu ile üretilecekse dikkat edilmesi gereken ilk özellik monomerin dağıtma fazındaki çözünürlüğü olmaktadır. Monomerin, dağıtma fazındaki çözünürlüğünün çok düşük olması gerekmektedir. Bu amaçla hidrofilik monomerler için yağ ve petrol eteri gibi hidrofobik sıvılar dağıtma fazı olarak kullanılmaktadır. Hidrofobik monomerler için de su, dağıtma fazı olarak kullanılmaktadır. Monomer damlacıkları yapısında çözünmüş olarak başlatıcıyı da içermektedirler. Süspansiyon polimerizasyonunda karşılaşılabilecek en büyük sorun partiküllerin birbirlerine yapışarak birikmesi olmaktadır. Bunu engellemek için dağıtma fazına partikülleri stabil olarak ortamda tutabilecek stabilizör maddeler eklenmektedir. Partikül çapı kullanılan stabilizatöre ve ortamın karıştırılma hızına bađlı olarak deđişmektedir [2].

### **2.1.6. Emülsiyon polimerizasyonu**

Emülsiyon polimerizasyonunda birbiri ile karışmayan iki faz söz konusu olmaktadır. Monomer fazı dağıtma fazı içinde emüsyon halinde dağıtılmaktadır. Süspansiyon polimerizasyonundan farklı olarak burada başlatıcı dağıtma fazında çözünmektedir. Çeşitli emülsiyon yapıcı maddeler kullanılarak monomer fazı dağıtma fazı içinde emülsiyon halde stabil olarak tutulmaktadır. Bunlardan en yaygın kullanılan sodyumdodesilsülfat olmaktadır. Bu polimerizasyon tekniđi ile 1 mikrometre civarında tek düze küresel partiküller elde edilmektedir [2].

### **2.1.7. Dispersiyon polimerizasyonu**

Bu polimerizasyon tekniđi ile 1 – 10 mikrometre arasında tekdüze küresel polimer partiküller elde edilmektedir. Dispersiyon polimerizasyonunun özelliđi monomer fazı, dağıtma fazında çözünmektedir ama polimerizasyon işlemi sonunda oluşan polimer dağıtma fazında çözünmemektedir [2].

## 2.2. Polimerlerin Mekanik Özellikleri

Mekanik dayanım; Bir kuvvet yüklenmesi karşısında malzemenin kendi şeklini değiştirmemek için gösterdiği direnç olarak tanımlanmaktadır. Reoloji; Fizikte deforme olabilen malzemeleri inceleyen bilim dalı olarak tanımlanmaktadır. Bir polimerik malzemenin dıştan gelen bir etkiye karşı göstereceği tersinir veya tersinmez deformasyonlardan ibaret mekanik davranışları inceleyen bilim dalı olarak tanımlanmaktadır. Deformasyon; Malzemenin bilinen bir gerilim altında akması, akışkan davranış göstermesi ve boyut değiştirmesi olarak tanımlanmaktadır. Viskozite; Polimerik malzemenin akmaya karşı gösterdiği direnç olarak tanımlanmaktadır. Sürünme; Uzun süre gerilim altında kalmaktan dolayı malzemenin içinde tersinmez deformasyonların birikmesi sonucu malzemedeki yapı taşlarının birbiri üzerinde akması olarak tanımlanmaktadır. Viskoelastik malzeme hem viskozluk hem de elastiklik özellikli olabilmektedir. Kauçuksal elastiklik; Küçük gerilimler altında yüksek orandaki tersinir gerilim kauçuksal elastikliğin temel özelliği olmaktadır. Kauçuk malzemeler, hızlı uzama göstermektedirler (%500). Enerji kaybetmeme özelliği (tersinir olduğu için) maksimum uzamada yüksek gerilim direnci ve yüksek modül değerine sahip olmaktadır. Kauçuğun molekül ağırlığı yüksek olmaktadır. Polimer zincir hareketlerinin kolay olması için Tg (çalışabilme sıcaklığı) nin üstünde olmaktadır. Polimer kararlı durumda yani üzerine hiçbir kuvvet uygulaması yok iken amorf olmaktadır. Polimer zincirleri arasında tersinir deformasyonu sağlayacak şekilde ağ gibi çapraz bağ olmaktadır. Gerilim-gerilim eğrileri; Bu eğrilere göre polimer malzemeler sert, kırılğan, dayanıklı, yumuşak, zayıf olarak adlandırılmaktadır. Polimerlerin statik mekanik özelliklerini saptamada kullanılan deney yöntemleri; Gerilme uzama deneyleri polimerin türüne bağlı kullanım alanına göre geniş bir sıcaklık ve çekme aralığında yapılmaktadır. Her polimer için en uygun çekme hızı ve çekme sıcaklığı olmaktadır [3].

## 2.3. Amorf Yapıdaki Plastiklerin Mekanik Özellikleri

Amorf yapı eriyik halden katı hale geçerken molekül zincirlerden dallanmış, çapraz bağlı ve ataktik yapıya sahip olan zincirler birbirine çok yaklaşmakta ve amorf bir yapı oluşturmaktadır. Amorf yapı daha yumuşak ve tok bir yapıda olmaktadır.

Ergime sıcaklığı, çekme mukavemeti ve yoğunluğu daha düşük olmaktadır. Kalıp içinde kristalin yapılar kadar kolay akmadığı bilinmektedir. Teknolojik olarak işlenmeleri daha kolay olmaktadır [3].

#### **2.4. Kısmikristalin Yapıdaki Plastiklerin Mekanik Özellikleri**

Plastik eriyik halden katı hale geçerken molekül zincirlerden lineer, izotaktik ve sindiotaktik yapıya sahip olan zincirler birbirine daha çok yaklaşmakta ve “kısmi kristalin” düzen oluşturmaktadır. Molekül zincirleri arasındaki bağlar yönünden incelendiğinde, zincirlerin uzunluğu boyunca kovalent bağlar güçlü, fakat zincirler arası Van der Waals kuvvetleri zayıfsa “amorf yapı” oluşmaktadır. Zincirler arası hidrojen bağları ile bağlılık varsa “kısmi kristalin yapı” oluşmaktadır. Kristalin yapı daha rijit olmaktadır. Daha yüksek ve keskin ergime sıcaklığına sahip olduğu bilinmektedir. Çekme, sürünme ve ısı mukavemeti yüksektir. Yüksek ergime viskozitesinden dolayı üretim teknolojisi daha zor olmaktadır [3].

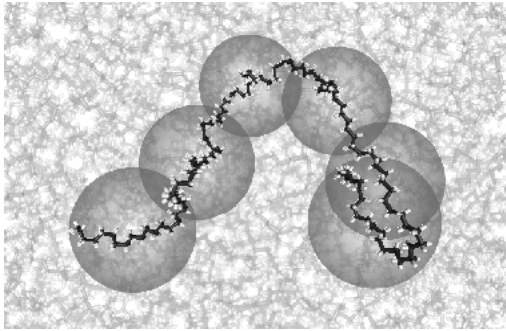
#### **2.5. Polimerlerin Plastik Deformasyonu**

Kısmi kristalin plastiklerin çekme eğrisinin sadece elastik bölgesi sünek metalinkine benzemektedir. Uygulanan gerilme artınca plastik malzemenin yapısında yapı değişikliği “yeniden kristalleşme” olmaktadır [3].

#### **2.6. Polimerlerde Kristalinlik, Camsı Dönüşüm ve Ergime**

Kristalleşme; Plastiklerin molekül zincirlerinin birbirlerine göre tertiplenmeleri ya “amorf” yada “kristalin” şeklinde olmaktadır. Polimerlerde kristalinlik önce çekirdeklenme olarak başlamakta, büyümekte daha sonra sıra sıra paralel zincir haline gelmektedir. Camsı dönüşüm sıcaklığı; Plastikler ısıtıldıkları zaman, sıcaklığın artması ile molekül zincirlerinin dönme hareketi hızlanmakta, bağ kuvvetleri zayıflamaktadır. Tersine soğumaya başladığında dönme hareketi yavaşlamakta, belli sıcaklıkta durmaktadır. Sadece atomların kendi etrafındaki “Titreşim hareketi” kalmaktadır. Bu sıcaklığa “Camsı dönüşüm sıcaklığı” ( $T_g$ ) denmektedir. “Camsı dönüşüm sıcaklığı -  $T_g$ ”, ergime sıcaklığının 0,5 ila 0,8 katı

arasında değişmektedir. Ergime; Plastiğin Ergime sıcaklığı ( $T_m$ ), ısıtma hızı ile, malzemenin geçmişindeki durumu ile özellikle de kristalleşme sıcaklığına bağlı olarak artmaktadır. Ergime; Zincirin kendi içindeki kovalent bağ'ın kırılması anlamına gelmektedir. Bu yüzden camsı dönüşüm sıcaklığı ( $T_g$ ) ve ergime sıcaklıkları ( $T_m$ ): Katı (tek veya çift bağlı) – rijit zincirler olmakta, daha yüksek ergime sıcaklığına sahip olmaktadır. Polimerlerin ergime anındaki zincir yapısı Şekil 2.1'de verilmektedir [3].



Şekil 2.1. Polimerlerin ergime anındaki zincir yapısı [3]

Moleküldeki (Boyut/Ağırlık) oranı ve molekül ağırlığının artışı, ergime sıcaklığını artırmaktadır. Molekül boyutu, yan grupların şekli, yan dallar, çapraz bağlanma, kusurlar, camsı ( $T_g$ ) ve ergime ( $T_m$ ) sıcaklıklarını değiştirmektedir [3].

Esas olarak aynı molekül özellikleri hem “ergime” hem de “camsı dönüşüm sıcaklık”larını artırmakta ve düşürmektedir [3].

## 2.7. Poliamid 66 (PA 66)

Poliamidler mühendislik plastiklerinin en önemli gruplarından birini oluşturmaktadır. Poliamidler yüksek mol kütleli, doğrusal yapıya sahip bir polimer sınıfı içerisinde bulunmaktadır. Katı, opak bazen de saydam görünümlü olduğu görülmektedir. Saydam türleri ışığı %85-90 oranında geçirmektedir. Termoplast bir ürün olan poliamid sertlik, yüksek dayanım, iyi elektriksel ve kimyasal özelliklere sahip; hafif ve birçok türleri olan bir sınıfı tanımlamaktadır. Petrol yağları, alifatik ve aromatik hidrokarbonlar, keton ve eterlere karşı dirençli malzemeler olduğu bilinmektedir.



Fenol, krezol ve formik asit oda sıcaklığında polimerleri çözmektedir. Alkalilere dayanan polimerler, kuvvetli asitler ve oksitleyici maddelerden etkilenmektedir. Poliamidin su buharı, hava, oksijen geçirgenliği de iyi olmaktadır. Bakteri ve mantar barındırmamaktadır. Aşağıda Şekil 2.2’de polimid 66’nın hammadde resimleri verilmektedir. [4].



a) Siyah

b) Açık beyaz

c) Koyu beyaz

Şekil 2.2. Poliamid 66 hammadde görünümü a) Siyah b) Açık beyaz c) Koyu beyaz [4]

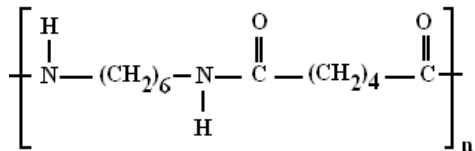
Ticari olarak bulunabilen tüm poliamid plastikler içinde PA 66 en dayanıklısı ve en yüksek ergime noktasına sahip olduğu bilinmektedir. 264°C de eriyen PA 66’nın sürekli kullanım sıcaklığı 120°C olduğu bilinmektedir. Yarı kristal bir yapıya sahip olması nedeni ile PA 66’dan yapılan parçaların bazı bölümleri kristal bir yapı arz ederken diğer bölümlerinde amorf bir yapı gözlenmektedir. İmalat şartları değiştirilerek kristal miktarı artırılıp azaltılabilmekte, böylece mekanik özellikleri değiştirilebilmektedir [4].

Poliamid 66 içerisine katılan cam elyafın mekanik özelliklere etkisinin deneysel incelemesi sonucunda cam elyaf takviyesi ile Poliamid 66’nın mekanik özelliklerinin arttığı görülmektedir. Poliamid 66 esnek ambalaj imalatında, gaz bariyeri olarak sıkça kullanılmaktadır. Sert plastik uygulamalarında ise pek kullanılmamaktadır. Poliamid 66’nın gaz geçirgenliği nemli ortamlarda artmaktadır. Polimid 66 kimyasallara dirençli hammaddelerdir ve solvent geçirgenliğini engellemek için uygun malzemeler olduğu bilinmektedir. Bu nedenle Poliamid 66 zirai kimyasalların ve diğer solvent bazlı kimyasalların bulunduğu çok katmanlı HDPE şişelerde kullanılmaktadır. Poliamidlerin molekülleri arasındaki kuvvetler güçlüdürler. Bu kuvvetler kristal yapı ile birleşince ortaya ergime noktası yüksek, katı termoplastik malzemeler çıkmaktadır [4].

Poliamid 66 geleneksel ekstrüzyon prosesi ile üretilmektedir. Filmler cast film ya da şişirme yöntemi ile üretilmektedir. Film üretimi sırasında, elde edilen kristallik derecesi soğutma sıcaklığına ve hızına bağlı olarak değişebilmektedir. Soğutma hızı artınca, daha az kristalli poliamid elde edilmekte çünkü polimerin kristal oluşturacak zamanı olmamaktadır. Kristallikteki azalma ile daha şeffaf ve ısıyla daha kolay şekillendirilebilen bir film elde edilmektedir. Nylon filmlerin çift yönde gerdirilmesiyle yırtılmaya daha dirençli, iyi mekanik özellikler ve bariyer özellikleri elde edilmektedir. Poliamidler diğer plastik hammaddelerle koekstrüzyon prosesi ile birleştirilebilmektedir. Poliolefinler koekstrüzyon süreçlerinde sızdırmazlık ve nemi engelleme özelliği sağlamaya ve maliyeti azaltmaya yaramaktadır. Nylon katman içeren çok katlı filmler vakum abbalajlanmasında kullanılmaktadır [5].

PA 66 Yarı kristal bir yapıya sahip malzemelerdir. Hegzametilen diamin ve adipic asit arasında polimerizasyon reaksiyonu ile PA 66 elde edilmektedir. Camlaşma noktası: 90-95°C, ergime noktası: 255-265°C, özgül ağırlığı: 1,13-1,15g/cm<sup>3</sup>, kopma mukavemeti: 66-86 MPa, kopma anındaki uzama yüzdesi: %30-300, normal şartlarda nem oranı %4'dür [6].

Asitlere karşı dayanımları sınırlı, bazlara karşı dayanıklı malzemelerdir. Yükseltgen ve indirgen maddelerden pek zarar görmemektedir. Apolar çözümler içerisinde çözünmemekle beraber, fenol ve türevleri, benzil alkol, o-diklorbenzen, anilin gibi çözümler içerisinde tamamen çözünmektedir. Güve ve diğer zararlı böceklere, bakteri ve mantar gibi mikroorganizmalara karşı dayanıklı malzemelerdir. Güneş ışınlarına karşı dayanımları düşük malzemelerdir. Şekil 2.3'de PA 66'nın tekrarlı kimyasal yapısı verilmektedir. [7].



Şekil 2.3. PA 66'nın tekrarlı kimyasal yapısı [7]

### 2.7.1. Poliamid 66 Mekanik Özellikleri

Yüksek mukavemet, sertlik, rijitlik, sürünme, ısıl deformasyona karşı direnç, tekrarlı gerilme ve ani darbelere karşı mükemmel direnç gösteren malzemelerdir. Ayrıca; çok yüksek eğilme, çekme dayanımına, düşük sürtünme katsayısına sahip olup yük altında çalışmaya en uygun malzemedir. Darbeye karşı daha mukavemetli yapabilmek için, içerisine ağırlık olarak % 1 ile % 20 oranında elastomer ilave edilmektedir. Minerallerle, özellikle de cam elyafı takviye edilerek mukavemet, sertlik, yorulma ve sürünme direnci gibi özellikleri artmaktadır. Poliamidler yüksek sertlik, tokluk ve dayanıma sahip malzemelerdir. Bunun yanında, yüksek sıcaklık dayanımı, aşınma direnci, kaydırıcı ve kuru çalışma özellikleri, yüksek sönümle kapasiteleri, çözücülere ve yağlayıcılara karşı yüksek dirençleri poliamidleri diğer polimerlerden ayıran özellikleridir. PA66 Poliamidler içinde en yüksek sertlik, tokluk, aşınma direnci ve ısıl şekil değiştirme sıcaklığı değerlerine sahip malzemelerdir. PA66 çeşitli fiberler karıştırılarak daha yüksek mekanik özellikte kompozit malzemelerin eldesinde de otomotiv sektöründe yaygın olarak kullanılmaktadır [7].

Poliamid 66'nın mekanik özellikleri Tablo 2.1'de verilmektedir [8].

Tablo 2.1. Poliamid 66'nın mekanik özellikleri [8]

MEKANİK ÖZELLİKLER		Poliamid 6	Poliamid 66
	Sembol		PA 6
Yoğunluk ( $g / cm^3$ )		1.12-1.14	1.13-1.15
Kopma Mukavemeti (MPa)		40-80	66-86
Kopma Uzaması (%)		30-300	30-300
Eğilme Mukavemeti (MPa)		76-100	80-105
Basma Mukavemeti (MPa)		65-110	70-100
Darbe Mukavemeti (çentikli) ( $J / cm$ )		0.32-0.54	0.43-1.14
Elastik Modül (çekmede) (MPa)		700-2600	1000-2800
Elastik Modül (eğilmede) (MPa)		1000-3100	2000-3400
Elastik Modül (basmada) (MPa)		1750-2000	-
Sertlik			
Rockwell R		115-120	108-120
Rockwell M		80-85	83-89
Shore D		85-90	-
Sürtünme Katsayısı		0.15-0.42	0.15-0.42
Havadan Aldığı Nem (%)		2.5-3.0	2.4-3.0
Sudaki Doğunluk (%)		8.5-10	8.0-8.5

### 2.7.2. Poliamid 66 Tribolojik Özellikleri

Genellikle dişlilerde, kam milinde, zincir dişlilerinde ve diğer buna benzer parçalarda aşınmaya karşı dirençli olması istenilen yerlerde kullanılmaktadır. PA 66, düz, tok ve sert yüzeye sahip malzemelerdir. Aynı zamanda ısıya, yorulmaya ve yağlayıcılara karşı da dirençli malzemelerdir. PA 66'ya MoS<sub>2</sub> ve grafit ilave edilmesiyle iyi kayma ve aşınma özelliği elde edilmekte ve oldukça yaygın olarak endüstride kullanılmaktadır. PA 66 yüksek ergime sıcaklığına sahip (T<sub>m</sub>=255-265°C) ve yarı kristal bir malzemedir. Isıya maruz kalan PA 66 parçaların performansı, parça geometrisi, ısı kaynağının çeşidi ve malzemeye uygulama durumu ve mekanik yük etkilemektedir. Takviye edilmemiş PA 66 elektrik kollektör ve rolelerinde aşırı yük ve elektrik arkından oluşan kısa süreli sıcaklıklara dayanmaktadır. Cam elyaf ile modifiye edildiğinde belirli sıcaklıklarda sertliği artmakta, fakat termal genleşme katsayısı düşmektedir [8].

Poliamid 66'nın tribolojik özellikleri Tablo 2.2'de verilmektedir [8].

Tablo 2.2. Poliamid 66'nın tribolojik özellikleri [8]

Özellik	Yağlanmış	MoS <sub>2</sub>	PTFE	% 30 cam elyaflı
Özgül ağırlık (gr/cm <sup>3</sup> )	1.15	1.18	1.23	1.47
Sertlik (Rockwell)	M60	M 85	M 65	R 120
Statik Sürtünme	0.05	0.17	0.20	0.12
Dinamik Sürtünme	0.06	0.09	0.06	0.14

### 2.7.3. Poliamid 66 Termal Özellikleri

PA 66 yüksek ergime sıcaklığına sahip (T<sub>m</sub>=255-265°C) ve yarı kristal bir malzemedir. Isıya maruz kalan PA 66 parçaların performansı, parça geometrisi, ısı kaynağının çeşidi ve malzemeye uygulama durumu ve mekanik yük etkilemektedir. Takviye edilmemiş PA 66 elektrik kollektör ve rolelerinde aşırı yük ve elektrik arkından oluşan kısa süreli sıcaklıklara dayanmaktadır. Cam elyaf ile modifiye edildiğinde belirli sıcaklıklarda sertliği artmakta, fakat termal genleşme katsayısı düşmektedir [9].

### 2.7.4. Poliamid 66 Elektriksel Özellikler

PA 66, elektrik endüstrisinde, özellikle de izolasyon ve güç iletiminde, etkili dielektrik özellikleri, iyi hacim ve yüzey direnci, çatlak direnci gibi iyi özelliklerinden dolayı oldukça geniş bir alanda kullanılmaktadır [9].

Poliamid 66'nın elektriksel özellikleri Tablo 2.3'de verilmektedir [9].

Tablo 2.3. Poliamid 66'nın elektriksel özellikleri [9]

Plastik Türü		Poliamid 6	Poliamid 66
ELEKTRİKSEL ÖZELLİKLER	Sembolü	PA 6	PA 66
	Spesifik Direnç (ohm. cm)	$10^{11}-10^{15}$	$10^{12}-10^{13}$
	Yüzey Direnci (ohm)	$10^{10}-10^{13}$	$10^{10}-10^{13}$
	Dielektrik sabiti ( $10^6$ Hz)	3.6-7	3.4-5
	Dielektrik Kayıp Faktörü ( $10^6$ Hz)	0.025-0.3	0.03-0.2
	Dielektrik Direnci (KV/mm)	16-150	20-150
TERMAL ÖZELLİKLER	Kristal erime veya amorf yumuşama noktası ( $^{\circ}$ C)	210-220	255-265
	Yük altında deformasyon sıcaklığı ( $^{\circ}$ C)	70-95	75-105
	Maksimum çalışma sıcaklığı ( $^{\circ}$ C) Uzun-kısa süre	90-150	95-180
	Spesifik ısı (cal/gr $^{\circ}$ C)	0.40-0.41	0.40-0.41
	Isıl genişleme katsayısı ( $\times 10^6$ cm/cm $^{\circ}$ C)	70-120	70-100
	Isıl iletkenlik katsayısı ( $\times 10^4$ cal/sn.cm. $^{\circ}$ C)	5.5-5.8	4.8-5.8
	Yanıcılık	V2	V2
	Yanma Hızı	Kendi Kendine Söner	Kendi Kendine Söner

### 2.7.5. Poliamid 66'nın çevre koşullarına karşı direnç özelliği

Yağlayıcılara, yakıtlara, hidrolik sıvılara, soğutucu akışkanlara, boyalara, temizleyici kimyasallara ve deterjanlara, alifatik ve aromatik çözücülere ve yüksek sıcaklıklarda çoğu diğer çözücülere de mükemmel direnç göstermektedirler. Aynı zamanda, sulu çözeltilere ve tuzlara da direnç gösterme özelliğine de sahip malzemelerdir. Sıcak su ve hatta buhara mükemmel derecede direnç göstermektedir. Bu özelliğinden dolayı otomobillerin radyatör kapaklarında kullanılmaktadır [9].

### 2.7.6. Poliamid 66 kullanım alanları

Takviyesiz ve toklaştırılmamış PA 66, otomobil anten donanımlarında ve bazı tekerlek kapakları yapımında kullanılmaktadır [9].

Takviyesiz ve toklaştırılmış PA 66, emniyet kemerlerinde, elektrik kumanda düğmelerinde, sigorta kutularında, kablo bağlayıcı tokalarında kullanılmaktadır.

Cam takviyeli PA 66, otomobil iç aksamı ve diğer aksamalarında, vites kollarında, kapı ve pencere donanımlarında, fren-debriyaj ve gaz pedallarında kullanılmaktadır.

Mineral takviyeli ve mineral cam takviyeli kompozitler, soğutucu fanlarda ve gövdelerinde ve otomobil far reflektörlerinde kullanılmaktadır. Cam elyaf takviyeli

PA 66 (GR PA 66), otomobil radyatör tankı üst kapak ve termostatlarda, yüksek sıcaklık ve basınçlarda, soğutucu sıvılara dayanıklı olduğu için kullanılmaktadır. PA

66 / POM alaşımları, otomobil tamponlarında, tok hale getirilmiş ve cam elyaf takviyeli PA 66 sınıfları güneş ışınlarına dayanıklı malzemelerdir ve bagajlarda, kapı

kollarında, ön cam silecek kollarında kullanılmaktadır. Takviyesiz ve alev geciktiricili PA 66 sınıfları, güç kontaktörleri ve bağlantılarında oldukça yaygın

kullanılmaktadır. Takviyesiz, MoS<sub>2</sub> ve CE modifiyeli PA 66 ve bazı cam elyaf takviyeli sınıfları, dişlilerde, silindirlerde, makaralarda, kasnaklarda ve aşınmaya

dayanıklı parça yapımında kullanılmaktadır. Takviyesiz sınıfları, cıvata, somun, vida, demiryolu izolatör yastıklarında kullanılmaktadır. Toklaştırılmış sınıfları, asansör

kasnak ve makaralarında kullanılmaktadır. Poliamid 66 kullanım alanları genel olarak; Otomotiv Endüstrisi, makine yan endüstrisi, elektrik ve elektronik endüstrisi,

endüstriyel parçalar, beyaz eşya sanayi, inşaat sanayi olarak bilinmektedir [9].

### **BÖLÜM 3. POLİMER MATRİKSLİ KOMPOZİT MALZEMELER**

Kompozit malzeme tanımı, temel olarak iki veya daha fazla malzemenin bir arada kullanılmasıyla oluşturulan ve meydana geldiği malzemelerden farklı özelliklere sahip yeni tür malzemeleri belirtmek için kullanılmaktadır. Genel olarak ise kompozit malzeme denildiğinde elyaf ile güçlendirilmiş plastik malzemeler anlaşılmaktadır. İlk modern sentetik plastiklerin 1900'lerin başında geliştirilmesinin ardından, 1930'ların sonunda plastik malzemelerin özellikleri diğer malzeme çeşitleri ile boy ölçüşür düzeyde gelişmeye başlamaktadır. Kolay biçim verilebilir olması, metallere oranla düşük yoğunlukta olması, üstün yüzey kalitesi ve korozyona karşı dayanımı plastiğin yükselmesindeki en önemli özellikler olmaktadır. Birçok üstün özelliğinin yanı sıra sertlik ve dayanıklılık özelliklerin düşük olması plastik malzemelerin güçlendirilmesi için çalışmalar yapılmasına neden olmaktadır. Bu eksikliğin giderilmesi amacıyla 1950'lilerde polimer esaslı kompozit malzemeler geliştirildiği bilinmektedir. Kompozitler, özellikle polimer kompozitler yüksek mukavemet, boyut ve termal kararlılık, sertlik, aşınmaya karşı dayanıklılık gibi özellikleriyle pek çok avantajlar sunmaktadır. Ayrıca kompozit malzemeler dayanıklılık ve sertlik yönünden metallerle yarışabilecek olmasına rağmen çok daha hafif malzemeler olmaktadır [10].

Kompozit malzemeler polimer (Matrix) ve takviye (Reinforcement) bileşenlerinden oluşmaktadır. Kompozitler temel olarak kalıp görevi gören reçine içine gömülmüş sürekli veya kırılmış elyaflardan oluşmaktadır. Bu bileşenler birbirleri içinde çözülmezler veya karışmazlar. Kompozit malzemelerde elyaf sertlik, sağlamlık gibi yapısal özellikleri, plastik reçine malzemesi ise elyafın yapısal bütünlüğü oluşturması için birbirine bağlanması, yükün elyaf arasında dağılmasını ve elyafın kimyasal etkilerden ve atmosfer şartlarından korunmasını sağlamaktadır. Matris, takviye elemanı ve kompozit malzeme yapı tipleri Tablo 3.1'de verilmektedir [11].

Tablo 3.1. Matris, takviye elemanı ve kompozit malzeme yapı tipleri [11]

<b>Matris Malzemeleri</b>	<b>Takviye Elemanları</b>	<b>Kompozit Yapının Şekli</b>
Polimerler	Lifler	Tabakalar
Metaller	Granül	Kaplamalar
Seramikler	Whiskers	Film-Folya
	Pudra	Honey-Combs (Bal peteği)
	Yonga	Filaman Sarılmış Yapılar

### 3.1. Kompozitlerde Matris Olarak Kullanılan Malzemeler

Kompozit malzemelerde kullanılan matrisler, polimerlerden (termosetler ve termoplastikler) metal ve seramiklere kadar değişmektedir. Polimerler düşük yoğunluklu göreceli olarak düşük dayanıklılıkta olmaktadır. Başlıca polimer matris malzemeleri poliester, epoksi, fenol ve vinil ester polimerlerdir [12].

Termoplastik polimerlerinin çeşitlerinin çok fazla olmasına rağmen matris olarak kullanılan polimerler sınırlı olmaktadır. Termoplastikler düşük sıcaklıklarda sert halde bulunmakta ve ısıldıklarında yumuşamaktadırlar. Termosetlere göre matris olarak kullanımları daha az olmakla birlikte üstün kırılma tokluğu, hammaddenin raf ömrünün uzun olması, geridönüşüm kapasitesi ve sertleşme prosesi için organik çözücülere ihtiyaç duyulmamasından dolayı güvenli çalışma ortamı sağlaması gibi avantajları bulunmaktadır. Bunun yanısıra termoplastik parça işlem sonrası ısıtılarak yeniden şekillendirilebilmektedir. Oda sıcaklığında katı halde bulunan termoplastik soğutucu içinde bekletilmeden depolanabilmektedir. Termoplastikler yüksek sertlik ve çarpma dayanımı özelliğine de sahip malzemelerdir.

Yeni gelişmelerle termoplastiğin sağladığı bu artı değerleri son dönem termoset matrislerinden reçineleri de sağlamaktadırlar. Devamlı kullanım sıcaklıkları 60°C ile



245°C arasında deęişebilen termoplastik reçine çeşitleri bulunmaktadır. Belli başlı termoplastik reçineleri ve işlem ısıları Tablo 3.2’de verilmektedir [13].

Tablo 3.2. Belli başlı termoplastik reçineleri ve işlem ısıları [13]

<b>Malzeme</b>	<b>Ergime sıcaklık aralığı (°C)</b>	<b>Maksimum işlem sıcaklığı (°C)</b>
PP	160-190	110
PA	255-265	170
PES- poli eter sülfon	-	180
PEI- polieterimid	-	170
PAI- poliamid imide	-	230
PPS- polifenilen sulfit	290-340	240
PEEK- polieter eter keton	350-390	250

Amorf yapılı reçinelerden polietersülfon (PES) ve polieterimid (PEI) matris olarak kullanılmaktadır. Havacılık sektörü uygulamaları için çözücülere karşı dayanım önemli bir kriter olarak ortaya çıkmaktadır. Bu ihtiyaç sonrasında Polietereterketon (PEEK) and Polifenilen sulfid (PPS) gibi yarı-kristal yapılı plastik malzemeler geliştirilmiştir. Ayrıca sınırlı oranlarda Poliamidimid (PAI) ve Poliimid gibi plastiklerde kullanılmaktadır. Bu polimerler diğer termoplastiklerden farklı olarak polimerizasyonlarını kür aşamasında tamamlamaktadır. En yoğun çalışmalar ise PA, PET ve PP gibi düşük sıcaklıklarda kullanılan polimerlerin üzerine yapılmaktadır [13].

Termoplastik reçineler malzemenin çekme ve eğilme dayanımlarının artırılması için kullanılmaktadır. Otomotiv sektöründe yaygın olarak kullanılan termoplastikler uçak sanayisinde de yüksek performanslı malzeme çözümlerinde kullanılmaktadırlar.

Çoğunlukla enjeksiyon ve ekstrüzyon kalıplama yöntemleri ile üretilen termoplastiklerin üretiminde GMT (Glass Mat Reinforced Thermoplastics / Preslenebilir Takviyeli Termoplastik) olarak da üretilmektedir. Bu yöntemle hazırlanan takviyeli termoplastikler soğuk plakaların preslenebilmesi ve geri dönüşüm sürecine uygunluğundan dolayı özellikle otomotiv sektöründe tercih edilmektedir [13].

### 3.2. Kompozit Malzemelerde Dolgu ve Takviye Amacıyla Kullanılan Elyaf lar

- 1-Doğal elyaf lar (artık yerlerini sentetik elyaf lar a bırakmışlardır)
- 2- Sentetik, organik elyaf lar; Naylon, aramid (düşük yoğunluklu ve güçlü elyaf lar dır)
- 3- Sentetik inorganik, elyaf lar ; Cam, karbon, boron vb [14].

En çok kullanılan kompozit malzeme kombinasyonları; Cam elyaf + poliester, karbon elyaf + epoksi ve aramid elyaf + epoksi birleşimleridir. Kompozit malzemeler katlı tabakalar veya ince tabakalar halinde uygulanabilmektedir. 1940'ların sonlarında geliştirilen CTP (Cam Takviyeli Poliester /GRP, Fiberglass) günümüzde en çok kullanılan ve ilk modern polimer esaslı kompozit malzemelerdir. Bugün üretilen tüm kompozit malzemelerin yaklaşık olarak % 85'i CTP'dir ve çoğunlukla tekne gövdeleri, spor araçları, paneller ve araba gövdelerinde kullanılmaktadır [14].

CTP ve diğer kompozit kombinasyonları günümüzde tercih edilmesinin ve kullanımındaki artışın mutlak sebepleri sağlamlıkları ve hafiflikleri olmasıdır. Çeşitli plastik malzemelerin seramik, metal bazen de sert polimerlerin elyaf lar ı ile güçlendirilerek ileri derecede faydalar sağlayan malzemeler üretmek mümkün olmaktadır. İçindeki plastik sayesinde kolaylıkla şekil verilebilen ve takviye elyaf lar sayesinde son derece sağlam, sert ve hafif olan bu malzeme kombinasyonları, kompozitler hergün yepyeni uygulama alanlarında karşımıza çıkmaktadırlar. Ayrıca metallere kıyasla malzeme yorulması, malzeme üzerinde hasarların tolere edilmesi ve korozyona dayanıklılık özellikleri bakımından avantaj sağlamaktadır.

Tüm bu faydalarına rağmen kompozitlerin tamamıyla metalin yerine geçmemesinin dört ana sebebi vardır;

1. Titanyum ve çelik gibi metallerin bazı uygulamalarda ihtiyaç duyulan kritik düzeyde ısı, mekanik özellikleri günümüz kompozitleri karşılamamaktadır.
2. Yeni geliştirilen matris malzemelerle, elyafların tüm karakteristik özellikleri bilinmemektedir.
3. Bazı karmaşık biçimler düşük maliyetler çerçevesinde üretilmemektedir.
4. Kompozitler kg başına düşen üretim maliyeti rakamları metallerden, özellikle alüminyum, daha yüksek olmasıdır [14].

Kompozit malzemelerde kullanılan elyafların fiziksel biçimleri, oluşturulan yeni malzemenin özellikleri üzerinde çok önemli bir faktör olduğu bilinmektedir. Takviyeler temel olarak 3 farklı biçimde bulunmaktadır; parçacıklar, süreksiz ve sürekli elyaflar. Parçacık genelde küresel bir biçimde olmamasına rağmen her yönde yaklaşık olarak eşit boyutlarda olmaktadır. Çakıl, mikrobalonlar ve reçine tozu parçacık takviyelerine örnekler arasında sayılabilmektedir. Süreksiz elyaflar (doğranmış elyaflar, öğütülmüş elyaflar veya whikers) birkaç milimetreden birkaç santimetreye kadar değişen ölçülerde olabilmektedir. Çoğu lifin çapı birkaç mikrometreyi geçmemektedir. Bu nedenle elyafların parçacık halden lif haline geçişi için çok fazla bir uzunluğa gerek duyulmamaktadır. Sürekli elyaflar ise tel sarma yöntemi gibi yöntemlerde kesilmeden ip şeklinde kullanılmaktadır. Elyaflar en yüksek mekanik özelliklerini enlerinden daha çok boylarına göstermektedirler. Bu özellikler kompozit malzemelerin metallerde rastlanmayan aşırı anisotropik malzeme özelliği göstermelerine neden olmaktadır. Bu nedenle tasarım aşamasında elyafların reçine içindeki yerleşimleri ve geometrilerini göz önünde bulundurmamak çok önemli olmaktadır. Malzemenin anisotropik özelliği tasarım aşamasında ürünün uygun yerinde kullanılarak avantaja dönüşebilmektedir [15].

Cam elyafının günümüzde en çok kullanılan ve geçerli takviye malzemesi olmasına rağmen gelişmiş kompozit malzemelerde genellikle saf karbonun elyafı kullanılmaktadır. Karbon elyafı cam elyafına oranla daha güçlü ve hafif olmasına rağmen üretim maliyeti daha fazla olmasıdır.

Hava araçlarının iskeletlerinde ve spor araçlarında metallerin yerine kullanılmaktadır. Karbon elyafından daha güçlü ve aynı zamanda daha pahalı olan ise bor elyaf olduğu bilinmektedir [16].

### 3.3. Üretilen Kompozitte Dolgu/Takviye Olarak Kullanılan Malzeme (Sepiyolit)

Sepiyolit, 2 MgO, 3 SiO<sub>2</sub>, 2 H<sub>2</sub>O bileşiminde bir magnezyum silikat mineralidir. Kuru iken yapısındaki mikro gözeneklilik nedeniyle suda yüzebilir. Yoğunluğu 1-2 gr/cm<sup>3</sup> arasında değişmektedir. Nemli olduğunda kaygan görünümlü, çok ince taneli, kile benzer, kompakt ve beyazdan krem kahverengiye kadar renkler olabilmektedir. Halk dilinde lületaşı olarak adlandırılan bu malzeme, toprak içindeyken temizliğini, çıkarıldıktan sonra kolay işlenmesini gözenekli yapısının tuttuğu bu doğal nem sağlamaktadır. Doğrudan ya da işlendikten sonra kurutulan lületaşı kaybettiği nem nedeniyle hafifler ve malzeme önemli ölçüde bir direnç kazanır. Sepiyolit mikro ve mezopor yapısına sahip hidrate magnezyum silikat mineralidir. Lifsi morfolojisi ve lif yönünde birbirini izleyen blok ve tünel yapısı ile çok çeşitli organik ve inorganik kirleticilerin tutulması için ideal bir malzeme olmaktadır. Sepiyolit;  $Si_{12}Mg_8O_{30}(OH)_4(H_2O)_4.8H_2O$  formülü ile ifade edilen, magnezyum hidrosilikattan meydana gelen doğal bir kil mineralidir. Tetrahedral ve oktahedral oksit tabakalarının istiflenmesi sonucu oluşan lifsi bir yapıya ve lif boyunca devam eden kanal boşluklarına sahiptir. Doğada iki değişik yapıda çökelmektedir. Bunlardan birincisi; amorf, kompakt halde ve masif yumrular şeklinde olan ve dış görünüşü deniz köpüğünü andıran lületaşı adı ile bilinen  $\alpha$ -sepiyolit, ikincisi ise; küçük, yassı ve yuvarlak partiküller veya amorf agregalar halinde oluşan  $\beta$ -sepiyolit olduğu bilinmektedir. Diğer bir deyişle pratik ve ticari anlamda işlemeye elverişli , yumru biçimli olanı  $\alpha$ -sepiyolit ve tabakalı bir yapıya sahip olanı ise  $\beta$ -sepiyolit olduğu bilinmektedir. Sepiyolitin bu iki şeklinin esas elementleri ve fiziksel özellikleri bakımından birbirinden farklılık göstermektedir [17].

Sepiyolit, ülkemizde Eskişehir’de ve Konya’nın Yunak ilçesinde çokca bulunduğu bilinmektedir. Sanayi sepiyoliti veya tabakalı sepiyolit adı da verilmektedir. Eskişehir’in Sivrihisar ilçesi ile Mihaliççık ilçesinin Yunusemre yöresinde yataklarının bulunduğu bilinmektedir [17].

Eskişehir’in Mihaliççık ilçesi Koyunağlı yöresinde volkanik ve termal su etkileriyle oluşmuş farklı türde sepiyolit yatakları görülmektedir. Yine halen ekonomik bulunmamakla birlikte Bolu’nun Kıbrısçık ilçesi ile Çankırı’nın Orta ilçesinde farklı

mineraller içeren sepiyolit oluşumları bulunduğu saptanmaktadır. Dünya'daki lületaşı türünde önemli sepiyolit yatakları Somali, Tanzania, Kenya ve Meksika'da bulunmaktadır. Sepiyolit'in Özellikleri şu şekildedir; Kimyasal bileşimi;  $Mg_2SiO_3O_8 \cdot 2H_2O$ . Kristal sistemi; ortorombik. Kristal Biçimi; masif, ince lifsi, çoğunlukla kompakt ve nodüllü, toprakimsi veya kilgörünümlü, özgül ağırlık; 1-2  $g/cm^3$ , Renk ve şeffaflık; beyaz, grimsi, sarımsı, mavimsi yeşil yada kırmızımsı; organik madde içeriğine bağlı olarak kahverengimsi, opağa yakın. Parlaklık; mat. Bulunuşu; playalarda, bataklık ortamlarda oluşan sedimanter yataklarda bulunmaktadır. Çoğunlukla manyezit ve serpantin alterasyon ürünü olarak oluşmaktadır. Türkiye'de lületaşı oluşumları yoğun olarak Eskişehir ve Konya illerinde bulunmaktadır [19].

Sepiyolit, yüksek yüzey alanı, lifsi ve gözenekli yapısı, fizikokimyasal aktivitesi gibi özelliklerinden dolayı adsorban killer arasında yaygın bir kullanım alanına sahip olmaktadır [19].

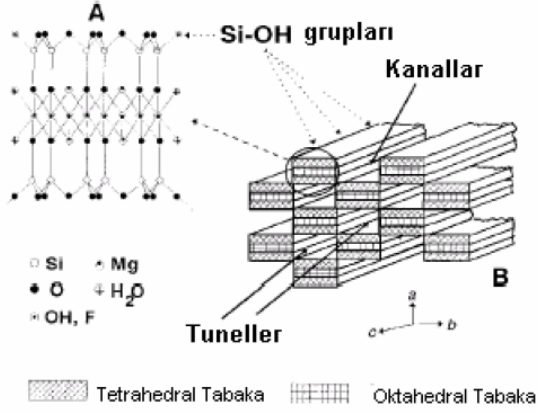
Sepiyolit ilaç ve kauçuk sanayiinde, tarım, hayvancılık ve besicilik sektöründe, endüstriyel atık suların arıtılmasında, atık baca gazlarının ve çevrenin temizlenmesinde kullanılmaktadır. Sepiyolit kimyasal bileşimi Tablo 3.3'de verilmektedir [20].

Tablo 3.3. Sepiyolit kimyasal bileşimi [20]

Bileşenler	Yüzde miktarı
Cr	0,01-0,1
SiO <sub>2</sub>	52,90
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,27
MgO	25,89
CaO	0,01
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,36
Yakma kaybı	20,55

Sepiyolit, taban oksijen düzlemlerinden aşağı veya yukarı doğru yönelik şekilde düzenlenmiş Si-O tetrahedronlarıyla, oktahedral tabakalardan oluşan bir kristal yapıya sahip malzeme olduğu bilinmektedir. Değişik kimyasal konumlarda olmak üzere, sepiyolit yapısında mevcut higroskopik su (kaba nem), zeolitik su, bağlı su

(kristal suyu), hidroksil suyu (bünye suyu) olmak üzere 4 çeşit su molekülü tanımlanmaktadır. Sepiyolit kristal yapısı Şekil 3.1’de verilmektedir [20].



Şekil 3.1. Sepiyolit kristal yapısı [20]

Dünya sedimanter sepilyolit üretiminin büyük bir kısmı İspanya tarafından karşılanmaktadır. Maden Tetkik Arama Enstitüsü (MTA)’nın değişik projeler kapsamında yaptığı çalışmalarda, İspanya’da sonra dünyanın en büyük sepilyolit rezervlerinin Türkiye’de olduğu ve 3 ayrı kalitede sedimanter kökenli sepilyolit varlığı tespit edilmektedir. Fillosilikatler (tabakalı silikatler) grubuna mensup magnezyum hidrosilikatlerden ibaret doğal bir kil minerali olan sepilyolit; yüksek yüzey alanı, lifsi yapısı, porozitesi, kristal morfolojisi ve kompozisyonu, yüzey aktivitesi, düşük konsantrasyonlarda yüksek viskoziteli duraylı süspansiyonlar oluşturması vs. gibi özelliklerinden dolayı sayısız kullanım alanına sahip bulunmaktadır [21].

Sepilyolit, tabiatta iki değişik poliformik yapıda çökelmektedir. Bunların birincisi; amorf, kompakt halde ve masif yumrular şeklinde olan ve dış görünüşü deniz köpüğünü andırıldığı için almanca Meerschaum, Osmanlı türkçesiyle Derya köpüğü ve günümüzde lületaşı adı ile bilinen asepilyolit, ikincisi ise; küçük, yassı ve yuvarlak partiküller veya amorf agregalar halinde oluşan  $\beta$ - sepilyolit tir.

Günümüzde sanayi sepilyoliti olarak bilinen ve süs eşyası yapımına uygun olmayan  $\beta$ -sepilyolit, tabakalı bir sepilyolit türü olarak, oluşumu, bileşimi, özellikleri ve kullanım alanları itibariyle c-sepilyolitten ayrılmaktadır. Çeşitli sepilyolitler için hesaplanmış kimyasal formüllerin birçoğu, tetrahedral tabakada Si’nin,  $Al^{+3}$  ve  $Fe^{+3}$

tarafından az miktarda ornatıldığını göstermektedir. Magnezyum ise, oktahedral Fe<sup>+3</sup> pozisyonların %90 ile %100'ünü doldurmaktadır [22].

Her ne kadar magnezyum sepiyolitleri yaygın bir tür olsa da bunun diğer türleri de belirlenmektedir. Sepiyolit (demir-sepiyolit)'de Si<sup>+4</sup>'in bir kısmı Fe<sup>+3</sup> ile yer değiştirir. Bu esnada oluşan elektriksel yük kaybı Mg<sup>+2</sup>'un bir kısmının tetrahedral tabakadaki Fe<sup>+3</sup> ile yer değiştirmesiyle dengelenmektedir. Nikelli sepiyolit veya falkondoit, oktahedral tabakada %9.78 NiO<sub>2</sub> içermektedir. Laflinitte, sepiyolit yapısındaki genel Mg'nin yerini yapının kanalları içindeki suda bulunan 2 Na iyonunun aldığını göstermektedir. Türkiye'de şimdiye kadar tanımlanmış farklı türler; Eskişehir-Mihalıççık-Killik mevkiindeki laflinit ile Ankara Beypazarı-Karaşar ve Uşakgöl Yaylası mevkiindeki Al-Fe sepiyolit oluşmaktadır. Sepiyolit teorik SiO<sub>2</sub>/MgO oranı 2.22 olup, SiO<sub>2</sub>= %55.60 ve MgO= %24.99 olmaktadır. Susuz bazda bu oranlar, SiO<sub>2</sub>= %61.70 ve MgO= %27.60'dır. Genelde ise, SiO<sub>2</sub>= %53.90 ±1.9 ve MgO= %21- 25 arasında değişmektedir [23].

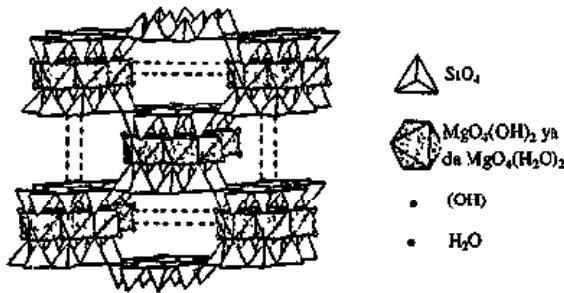
Ülkemizdeki bazı lületaşı ve sedimanter sepiyolitler ile dünyadaki; bazı sepiyolitlerin kimyasal bileşimleri Tablo 3.4 'de verilmektedir [24].

Tablo 3.4. Bazı sepiyolit çeşitlerinin kimyasal bileşimleri [24]

Bileşim -(%>	Lületaşı		Sedimanter sepiyolit (Sanayi sepiyoliti)				Hidrotermal sepiyolit	Alüminyumlu sepiyolit	Laflinit	
	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)		(9)
SiO <sub>2</sub>	52.90	54.02	53.70	55.97	60.60	52.05	52.50	57.00	52.43	50.80
MgO	25.89	23.13	23.31	22.81	22.45	23.74	21.31	10.10	15.08	16.18
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.27	0.19	1.15	1.56	1.73	1.03	0.60	8.50	7.05	0.66
Na <sub>2</sub> O	-	0.02	0.67	0.12	0.16	-	-	3.70	-	8.16
K <sub>2</sub> O	-	0.02	0.61	0.27	0.58	-	-	1.20	-	-
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.36	0.51	0.64	0.77	0.62	0.04	2.99	25Q	2.24	1.05
FeO	-	-	0.02	-	-	0.01	0.70	-	2.40	1.51
MnO	-	-	-	0.02	-	-	-	0.20	-	-
TiO <sub>2</sub>	-	-	-	0.12	-	-	-	0.30	-	-
CaO	0.01	0.06	0.03	0.57	0.40	0.51	0.47	2.00	-	0.12
A.Z.	20.55	21.63	19.59	17.75	13.22	21.71	21.27	13.35	19.97	22.60

### 3.3.1 Sepiyolit'in kristal yapısı

Sepiyolit, kristalize olmuş kil mineralleri arasında yaygın ve önemli bir yere sahip olan silikatler grubuna ait bir kil minerali olduğu bilinmektedir; ancak, amfibol tipi çift zincir yapısının oluşturduğu zincir kafes tipi (lifsı yapı) nedeniyle, yine bu grup içinde yer alan, tabaka (düzlem) kafes tipi minerallerden ayrılmaktadır. Sepiyolit, taban oksijen düzlemlerinden aşağı veya yukarı doğru yönelik şekilde düzenlenmiş Si-O tetrahedronları ile brusit benzeri oktahedral (sekiz yüzlü) tabakalardan oluşan bir kristal yapısına sahip olmaktadır. Burada, tepe oksijenleri aynı yönde olan tetrahedronlar, X-eksenine paralel olarak uzanan şeritleri oluştururken, zıt yönde olanları da oktahedral katyonlara bağlanarak lif doğrultusunda (X-ekseni boyunca) sürekli, dik doğrultuda (Y-ekseni boyunca) sınırlı boyutta 2:1 katmanlı yapı oluşturmaktadır. Şeritlerin sepiyolitte üç, paligorskite ise iki piroksen zincirinin birbirine bağlanmasıyla oluşan genişlikleri oluşmaktadır. Şeritler arasındaki dikdörtgen kanallarda, Ca ve Mg iyonları ile değişen miktarlarda zeolitik su bulunmaktadır. Yapı formülünde (OH)<sub>2</sub> olarak gösterilen su molekülleri ise şerit kenarlarındaki oktahedral Mg'a koordine olmaktadır. Sepiyolit kristalinin şematik görünümü Şekil 3.2'de verilmektedir [25].



Şekil 3.2. Sepiyolit kristalinin şematik görünümü [25]

### 3.3.2. Sepiyolit'in mineralojik özellikleri

Sedimanter tabakalar halinde çökelen sepiyolitler, genellikle toprağımsı, ince taneli ve kaygan görünümlü olmaktadır. Bu tip sepiyolitlerde, sepiyolit minerali, bileşimde %90'ı aşan oranlarda bulunmakta ve buna eşlik eden mineraller de; genelde dolomit ve smektit grubu killer ile manyezit, paligorskite ve detritik mineraller olmaktadır.



Bunların haricinde kil dışı karbonat mineralleri, kuvars, feldspat ve fosfatlar da olabilmektedir. Ayrıca, hemen her zaman organik maddeler de bu tipteki sepiyolit kilinin bileşiminde yer almaktadır. Ancak, sepiyolit kiline koyu renk veren organik maddenin oranı %10'u aşmamaktadır. Masif yapılı sepiyolit kilinde ise gerek intraklastlar, gerekse hamur maddesi sepiyolit mineralinden meydana gelmektedir. Genellikle organik madde içermeyen bu tipteki sepiyolit içeriği %90'dan fazla olmaktadır. Dolomitli sepiyolitler çoğunlukla %50 ve daha fazla oranlarda sepiyolit içermektedirler. Sepiyolit dışındaki başlıca bileşen, dolomit minerali, yer yer değişik oranlarda illit, detritik kuvars ve volkanik cam da bulunmaktadır. Sepiyolit içeriğinin %50'nin altına düştüğü durumlarda, malzeme sepiyolitli dolomit niteliğini kazanmaktadır. Ancak, ana sepiyolit seviyesindeki malzemede sepiyolit hemen her zaman %10 ve daha fazla oranlarda bileşimde yer almaktadır [26].

### **3.3.3. Sepiyolit'in fiziksel, fizikokimyasal, reolojik, termal ve katalitik özellikleri**

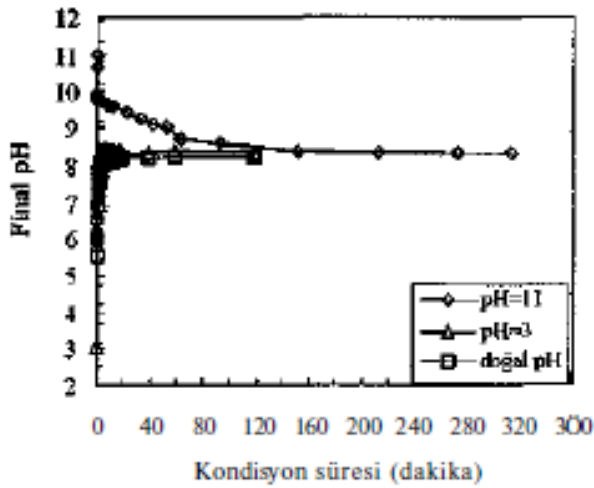
Kaygan görümlü, ince taneli, toprağımsı bir yapıya sahip tabakalı sepiyolit, genellikle beyaz, krem, gri veya pembe renkli olabilmektedir; organik madde içeriğine bağlı olarak, Sivrihisar güneyi Neojen havzasındaki bazı türlerde olduğu gibi, koyu kahverengi ve siyahımsı da olabilmektedir. Yoğunluğu 2-2.5 g/cm<sup>3</sup> arasında olup, çok gözenekli olan türlerin yoğunluğu zaman zaman birin altına düşebilmektedir; kuruduğu zaman yoğunluğu düşeceğinden suda yüzme özelliği göstermektedir. Sepiyolit kuruma sıcaklığı 40°C'dir; ergime sıcaklığı ise 1400-1450°C arasında-değişmektedir [27].

Sepiyolit koloidal davranışını belirleyebilmek için asidik ve bazik pH'larda zamana bağlı, olarak yapılan ölçümlerde, sepiyolit kendi tabi denge pH'sına (pH=8.5) yaklaşık 18 dakikada ulaşıldığı; buna karşılık başlangıç pH'sı 3'e ayarlanan sepiyolit süspansiyonunun 14 dakika içinde, başlangıç pH'sı 11'e ayarlanan süspansiyonun ise 3-5 saat içinde tabi denge pH'sına ulaşıldığı belirlenmektedir. Buradan sepiyolit süspansiyonlarının her ortamda pH=8.5 civarında tampon bir pH oluşturduğu anlaşılmaktadır.

Katı konsantrasyonuna bağılı olarak yapılan zeta potansiyel ölçümleri, sepiyolitın düşük konsantrasyonlarında (2-4 mg/ml) negatif yük sergilediğini ve zeta potansiyelin  $-15.4 \pm 2$  mV civarında sabit kaldığını göstermiştir. Bu durum, sepiyolitın tuz tipi minerallerden çok kil gibi davrandığına işaret etmektedir [28].

Beyaz ve kahverengi Türk sepiyolitleri ile pH'ya bağılı olarak yapılan zeta potansiyel ölçümlerinde, beyaz sepiyolitın sıfır yük noktası (syn) pH=4 civarında; kahverengi sepiyolitın syn'isi ise pH=5 civarında bulunmuş ve kation değişiminden dolayı özellikle çok değerlikli iyonların ( $\text{Ca}^{+2}$ ,  $\text{Al}^{+3}$ ,  $\text{Pb}^{+2}$ ,  $\text{Co}^{+2}$ ) magnezyum ile yer değiştirerek yüzeyin yükünü belirlemede önemli rol oynadıkları görülmektedir.

Şekil 3.3'de değişik başlangıç pH'larda kıvamlandırılan sepiyolit süspansiyonlarının pH-profilleri verilmektedir [29].



Şekil 3.3. Değişik başlangıç pH'larda kıvamlandırılan sepiyolit süspansiyonlarının pH-profilleri [29]

Sepiyolit ve Paligorskit jel oluşturma özelliğine sahip en önemli iki kil minerali olduğu bilinmektedir. Bunlar diğer killere nazaran nispi olarak düşük konsantrasyonlarda, su veya yüksek-düşük polariteye sahip diğer organik çözücüler ile, yüksek viskoziteli ve duraylı süspansiyonlar oluşturabilmektedir [30].

Elektron mikroskopunda yapılan incelemelerde, sepiyolitın iğne şeklindeki partiküllerinin aglomera yapıda olduğu ve bunların çalı-ot yığınlarına benzer geniş lif kümeleri oluşturduğu gözlemlenmektedir. Bu lif yığınları, suda veya yüksek düşük polariteli diğer çözücülerde kolayca dağılarak sıvıyı bünyelerine hapsetmekte ve bu

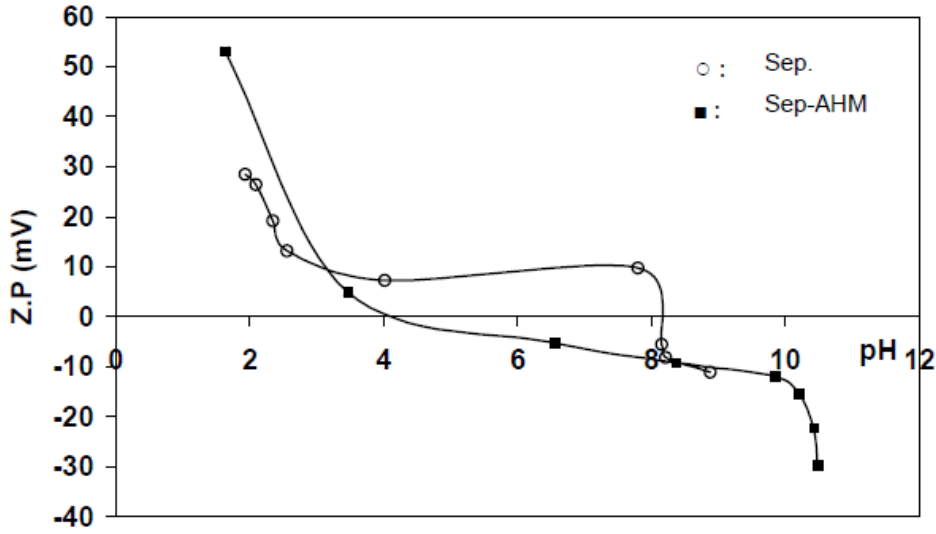
yolla süspansiyonun viskozitesini artırmaktadırlar. Bu tür sepiyolit süspansiyonları Newton yasasına uymayan (Non-Newtonian) davranış biçimi göstermektedirler. Bu durum süspansiyonun konsantrasyonu, pH 'sı, çekme gerilimi ve elektrolitin bileşimi gibi bir çok parametreye bağlı kalmaktadır [31].

Doğal sepiyolit; fiziksel adsorplanmış higroskopik su, kimyasal adsorplanmış zeolitik su, kristal yapıda bulunan bağlı su ve hidroksil suyu olmak üzere dört çeşit su içermektedir. Sepiyolite ısı işlem uygulandığında, adı geçen su molekülleri nedeniyle, değişik termal davranışlar göstererek yapısal ve morfolojik değişimlere uğramaktadır [32].

Doğal sepiyolitte SiO<sub>2</sub> mol oranının daha yüksek olması asidik özelliğin daha yüksek olmasını sağlamaktadır. Isıl aktivasyon sıcaklığı ile sepiyolitin asidik karakteri daha da artmakta ve buna paralel olarak asit icatalizli reaksiyonlardaki katalizör etkinliği de fazlalaşmaktadır. Katalizör etkinliğin en yüksek olduğu ısı aktivasyon sıcaklığı 500- 600°C'dir. Sepiyolit hem asidik hem de bazik merkeze sahip olması nedeniyle, asit-baz çift fonksiyonlu bir katalizördürler [33].

Saf sepiyolitin IR spektrumunda bulunan 3439 - 3585 cm<sup>-1</sup> ve 1457 cm<sup>-1</sup> 'deki pikler modifikasyondan sonra yok olmaktadır. Burada yapıdan suyun uzaklaşması sebep olarak gösterilebilmektedir. Aynı sebepten 1211 ve 883 cm<sup>-1</sup> 'de gözlenen pikler de yok olmaktadır. Ayrıca modifiye örneğin IR spektrumunda 1384 cm<sup>-1</sup> 'de sepiyolitte olmayan bir pik gözlenmekte, bu pikin saf AHM' nin 1401 cm<sup>-1</sup> 'de bulunan oktahedral tabakada magnezyuma koordine olmuş bağlı su pikinin belli oranda kaymasıyla ortaya çıkabilmektedir. Mekanik karışım örneğinin IR spektrumları da bu görüşleri desteklemektedir [34].

Şekil 3.4'de modifiye sepiyolit örneklerinin zeta potansiyeli üzerine pH'nın etkisi verilmektedir [34].



Şekil 3.4. Modifiye sepiyolit örneklerinin zeta potansiyeli üzerine pH'ın etkisi [37]

Büyük yüzey alanı, mekanik dayanım ve termal duraylılığından dolayı son zamanlarda sepiyolit granülleri, katalizör taşıyıcı olarak smektit ve kaolin grubu minerallere tercih edilmektedir [35].

### 3.3.4. Dünyada ve Türkiye'de sepiyolit

Dünya sedimanter sepiyolit üretiminin hemen hemen tamamı İspanya tarafından karşılanmaktadır. Pek çok sepiyolit yatağı bulunan bu ülkeye ait sepiyolit rezervleri 15-20 milyon ton civarındadır. İspanya dışında Çin Halk Cumhuriyeti'nde bazı ekonomik sepiyolit yataklarının varlığı bilinmektedir. Bu sepiyolit oluşumları son derece uzun lifli olup asbesti andırmaktadır. Rezervleri konusunda bilgi yoktur, ancak, bir miktar üretim yapılarak İspanya'ya gönderildiği bilinmektedir. Sanayi sepiyoliti olarak adlandırılan sedimanter sepiyolit ABD, Çin ve Türkiye'de az miktarda üretimi dışında, İspanya dünya pazarını tek başına elinde tutmaktadır. Türkiye'nin ekonomik olarak değerlendirilebilecek sanayi veya tabakalı tip sepiyolit yatakları, Eskişehir, Çanakkale, Bursa, Kütahya ve İsparta'da bulunmaktadır. Eskişehir civarında, Neojen yaşlı göl fasiyesinde sedimanter olarak teşekkül eden sepiyolit zuhurlarına ait mümkün rezerv verileri Tablo 3.6'de gösterilmektedir [36].

Tablo 3.6. Eskişehir civarındaki bazı bölgelerin tabakalı sepiyolit rezervleri (ton) [35].

<b>BÖLGE</b>	<b>REZERV (mümkün)</b>
Yörükçayır	4.680 000
Kepeztepe	3.200.000
Çerkezkireç	32.000.000
Söğütlük	16.800.000
<b>TOPLAM</b>	<b>56.680.000</b>

Bunların dışında, sepiyolit içeriği %50'nin altında olan ve dokusal özellikleri itibarıyla hayvan yaygısı (pet-litter) olarak kullanılabilen oluşumlar belirlenmektedir. %50'nin üzerinde sepiyolitli cevher rezervi, görünür rezerv bazında 1.5 milyon ton civarındadır. Hayvan yaygısı (pet-litter) olarak kullanılmaya elverişli sepiyolit rezervlerinin ise, bir kaç milyon ton civarında olduğu tahmin edilmektedir. Ülkemizde tabakalı sepiyolit (sanayi sepiyoliti) üretimi, Eskişehir-Sivrihisar güneyi Neojen havzasında, İlyaspaşa ve Yenidoğan köyleri civarındaki ocaklarda zaman zaman yürütülmektedir. Buna ilaveten, Günyüzü-Kayakent civarında da sepiyolitli dolomit üretimi yapılmaktadır [36].

### 3.3.5. Sepiyolit'in kullanım alanları

Sepiyolit, yüksek yüzey alanı, lifsi ve gözenekli yapısı, fiziko-kımyasal aktivitesi vs gibi özelliklerinden dolayı adsorban killer arasında yaygın bir kullanım alanına sahip olmaktadır. Sepiyolitin teknolojik uygulamalarına yönelik akademik ve teknik düzeyde yürütülen çalışmalar, üniversitelerin ilgili bölümleri, araştırma enstitüleri ve sanayi kuruluşlarında halen yoğunlaşarak devam etmektedir. Önemli sayılabilecek miktarda rezerve sahip olan ülkemizde, sepiyolit kullanımı henüz yaygın olmamakla birlikte hayvan yaygısı olarak kullanımı için yurt içi piyasa oluşmaya başlamaktadır. Ancak, Japonya ve İspanya'da sepiyolitin teknolojik kullanımı ile ilgili olarak alınmış çok sayıda patent bulunmaktadır. Özellikle 1985 yılından itibaren alman patent sayısında artış görülmektedir. Bugün için sadece Japonya'da, sepiyolitin doğrudan veya dolaylı olarak kullanımına yönelik 2500'ün üzerinde patentin mevcut olduğu bilinmektedir [37].

Sepiyolit mineralinin teknolojik uygulamaları, sahip olduğu üç temel özelliğe dayanmaktadır. Bunlar;

- katalitik özelliğine dayalı katalitik amaçlı uygulamalar,
- reolojik özelliğine dayalı reolojik amaçlı uygulamalardır [37].

Lületaşının genel grubu olan sepiyolit özelliklerine bağlı olarak değişik amaçlarla kullanılmaktadır. Sepiyolit absorpsiyon (emme), katalitik (kimyasal hızlandırma) ve reolojik (kalınlaştırma) özelliklerine sahiptir. Emme özelliğine bağlı olarak çiflik ve ahırlarda koku giderici, tarım ve böcek ilacı taşıyıcısı, madeni ve bitkisel yağların arıtılması, atık su arıtma, karbonsuz kopya kağıdı ve sigara filtreleri, toksin ve bakteri emici mide ilaçları ile deterjan ve temizlik maddeleri üretiminde kullanılmaktadır [37].

Kimyasal hızlandırma özelliğine bağlı olarak bazı kimyasalların üretimi veya dönüştürülmesi, otomobil ekzosu ve baca filtresi imalatı, bazı sıvı yakıt işlemlerinde kullanılmaktadır. Yine kalınlaştırma özelliğine bağlı olarak tarım ilaç ve gübreleri, kağıt ve benzeri ürünlerin imalatı, yüksek teknolojlili tuğla ve seramik üretimi ve deterjan imalatı gibi işlerde yararlanılmaktadır. Görüldüğü gibi lületaşının içinde bulunduğu sepiyolit maden grubu pek çok sanayi alanında kullanılabilir. Manyezit rezervleri yakınında yer altı termal sularının etkileriyle oluşmuş (farklı bir oluşum gösteren) lületaşı damarları bilinmektedir. Konya'nın Yunak ilçesinde bu tür oluşumlar görülmektedir. Eskişehir dolaylarında da (bilinen yumru tipten ayrı olarak) damar tipi lületaşı yatakları belirlenmiş olmasına rağmen bu konuda yeterli çalışma yapılmadığından üretim kapasite belirlenmesi ve fiili üretim mümkün olamamaktadır. Eskişehir'in bir doğal bütün (Sakarya-Porsuk havzası) olarak tanınmasındaki önemi ortaya koymaktadır. Manyezit oluşumları, yer üstü akarsuları, yer altı termal suları ve fay oluşumları gibi değişik yerel ve doğal özelliğin bir araya gelmesi ile sepiyolit (özel olarak lületaşı) gibi yeni başka özellikler ortaya çıkmaktadır [38].

Sepiolit günümüzde bir çok alanda etkisi kanıtlanmış bir kil minerali olduğu bilinmektedir. Sigara filtrelerinde, yüzyıllardır avrupa da pipo üretiminde, deterjan ve temizlik malzemelerinde, karbı-onsuz kopya kağıdı ve deodorant etkili mendillerde, katalizör taşıyıcı olarak, tarımda, besicilikte, sondaj makinalarında, kauçuk sanayinde, boyalarda, seramik üretiminde, fren balatalarında asbest yerine, kaplanmış ark-kaynak elektronlarında kullanılmaktadır. Absorbe ve adsorbe özelliği çok yüksek olan bu mineral çok yakında tüm türkiyenin bildiği bir yapı haline gelmektedir [39].

Sepiyolit genel olarak;

- 1) Koku Giderici olarak; Kedi kumu çiftliklerde, ahırlarda ve tüm evcil hayvanlarda
- 2) Tarımda ve böcek ilaçlamasında; taşıyıcı olarak
- 3) Madeni yağlarda ve nebati yağlarda; rafinasyonunda
- 4) Atık su arıtma sistemlerinde;
- 5) Eczacılık; gastrointestinal sistemle ilgili ilaçlarda toksin ve bakteri emici olarak.
- 6) Kozmetik ürünlerde; maske vs...
- 7) Besicilik'te geniş kullanım alanı vardır [40].

Sepiyolitin sorpsiyon kapasitesi, diğer killerden daha yüksektir. Mekanik direnç ile birlikte bu özellik, su ve yağ absorbanı olarak çok çeşitli alanlarda kullanımına imkân vermektedir. Sepiyolit ayrıca yüksek oranda rutubet ve organik buhan emme kapasitesine sahiptir. Başlangıçta absorpsiyon hızı, silika jel veya aktif aluminaya göre daha düşük olmasına karşın hegzan, benzen ve metil alkol gibi organik sıvıları çok daha yüksek kapasitede absorbe edebilir. İstenmeyen kokuları absorbe etme konusunda büyük bir kapasiteye sahip olan sepiyolit, evcil ve ahır hayvanlarının artıklarının emilmesinde hayvan altlığı olarak kullanılmaktadır. Özellikle Avrupa'da kedi toprağı olarak bol miktarda tüketilmektedir. Halen bu alanda Avrupa pazarı 1 milyon ton civarında olup buna, ağır killer olarak tanımlanan Cabentonit ve Nabentonit, hafif killer olarak adlandırılan sepiyolit ve diyatomit, silisli mineraller, talaş veya sentetik malzemeler dahil edilmektedir [41].

Deterjan ve temizlik maddelerinde kullanımı son yıllarda incelemeye alınan yüksek iyon deęişim kapasitesine sahip killer, sert suların yumuřatılması işlemlerinde uygulama alanı bulmaktadır. Sıvı deterjan bileşimlerinde süspansiyon malzemesi olarak kullanılan sepiyolit özelliğini göstermektedir. Sepiyolit reolojik özellikleri, sepiyolitli süspansiyonları çok yararlı bir tiksotropi (süspansiyonda katı tanelerin çökmeye karşı gösterdikleri direncin, süspansiyonun hareketlenme-siyle azalıp, durgun halde iken artması) malzemesi ve kalınlaştırıcı haline getirmektedir. Sepiyolit bir dięer önemli reolojik özellięi de, dięer killere göre tuzlu ortamlarda daha duyarlı olmasıdır [42].

Sepiyolit likit poliester reçinelerinde kalınlaştırıcı ve tiksotropi sağlayıcı katkı maddesi olarak kullanılmaktadır. Böylece pigmentlerin çökmesi ve uygulamadan sonra eğilmesi önlenmektedir. Sepiyolit bu tür organik ortamlarda kullanılabilmesi için hidrofilyk yüzeylerinin poliester ile uyumlu hale getirilmesi gerekmektedir. Estratil Al-100'de dörümlü amonyum tuzları ile yüzey özellikleri deęiştirilmiş (işlenmiş) sepiyolit viskozite deęerleri ve tiksotropi indeksi verilmektedir. Yüzey aktif maddelerle yüzeyi hidrofobik hale getirilen ve bu sayede madeni yağlarda iyi bir daęılma özellięi gösteren sepiyolitten yüksek viskoziteli gres yaęı elde edilebilmektedir [42].

Günümüzde sondaj çamuru olarak genellikle kil süspansiyonları kullanılmaktadır. Sepiyolit elektrolit varlığına karşı minimum hassasiyet gösterdięinden, tuzlu ortamlarda, dięer killere (bentonit vs.) göre daha durarlı olmaktadır. Bu özellięiyle, petrol sondajlarında kullanılan sondaj çamurlarında tercih edilen bir kil minerali olmaktadır. Ayrıca poliprolen içerisine katılan sepiyolit dolgu malzemesinin mekanik özelliklerine etkisinin deneysel incelemesi sonucunda sepiyolit ilavesinin poliprolen'in mekanik özelliklerinin artırdığı görülmektedir[43].

Sepiyolit, bentonit, lignosülfonat ve dięer bağlayıcılar kullanılarak yapılan arařtırmalar sonucunda, sepiyolit dięerlerinden daha iyi bağlayıcı özellięe sahip olduęu tespit edilmektedir. Bu nedenle balık, kümes hayvanları ve küçük baş hayvan yemlerinin peletlenmesinde yaygın olarak kullanılmaya başlamış ve domuzlar için



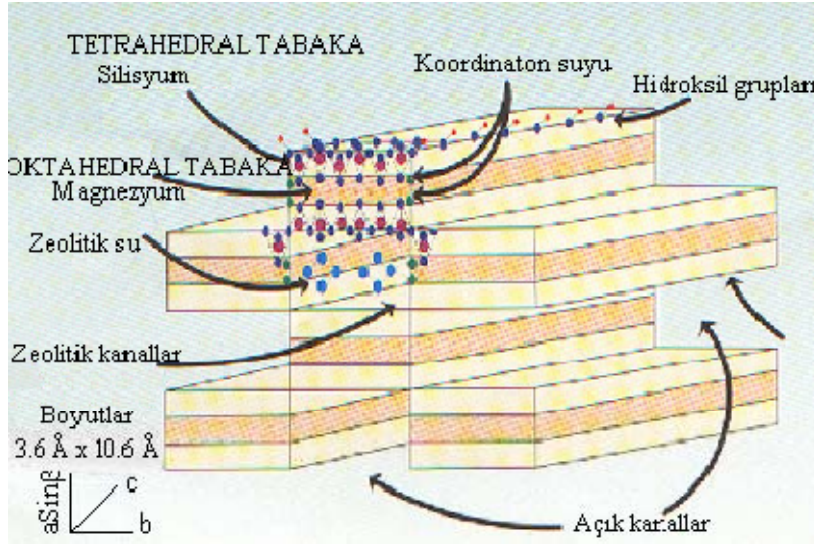
kullanılan yağlı tip yemlerden tavşanlar için kullanılan lifsi yemlere kadar bir çok farklı türde yemlerin peletlenmesinde başarılı sonuçlar elde edilmektedir [44].

Kauçuk sanayinde, organik ve inorganik bileşimli dolgu maddeleri kullanılmaktadır. Halen kullanılan inorganik dolgu maddesi iki tip olarak bulunmaktadır. Bunlar; örneğin sıhka gibi, kimyasal olarak çöktürülmüş malzemeler de sepiyolit gibi mikronize doğal malzemeler olmaktadır. Dolgu maddeler ayrıca, kuvvetlendirici, yarı kuvvetlendirici ve seyrelticiler olarak da gruplandırılabilir. Çok geniş yüzey alanı, siloksan ve silanol grupları içermesi nedeniyle sepiyolit, elastik özelliğe sahip plastik maddelerin varlığında belirli bir aktivite gösterebilmekte ve yarı kuvvetlendirici bir dolgu maddesi gibi davranmaktadır. Şu halde sepiyolit, ucuz bir canlandırıcı ile birlikte, diğer dolgu maddelerine nazaran çok daha iyi mekanik özelliklere sahip, vulkanize kauçuk üretimine son derece elverişli bir katkı maddesi olmaktadır [45].

Asbestli sürtünme malzemeleri, motorlu araçların fren sistemlerinde kullanılan geleneksel malzemelerdir. Ancak, 1970'li yıllardan itibaren yürütülen faaliyetler ile, asbestin insan sağlığı üzerindeki kansorejen etkisi, geniş kitlelere duyurulmuş ve kullanımdan kaldırılması yönünde kuvvetli kamuoyu baskıları oluşmaktadır. Bu nedenle, gelişmiş ülkelerde, alternatif olarak kullanılacak bir çok doğal ve sentetik malzeme üzerinde araştırmalar yoğunlaştırılmakta, lifsi yapıda olması ve buna karşılık kansorejen etkisinin asbeste kıyasla son derece düşük olması dolayısıyla, sepiyolit asbest yerine kullanılması gündeme gelmektedir. Halen üretilmekte olan asbestli sürtünme malzemeleri ile karşılaştırıldığında, sepiyolitli sürtünme malzemelerinin daha iyi ısıl direnç, düşük sürtünme, düşük özgül ağırlık ve presle daha iyi şekillendirme özelliklerine sahip olduğu belirlenmektedir. Üretim maliyeti asbestli malzemelere göre biraz yüksek olmasına karşın, malzemenin kullanım ömrü göz önüne alındığında sepiyolitli malzeme daha ucuza gelmektedir [46].

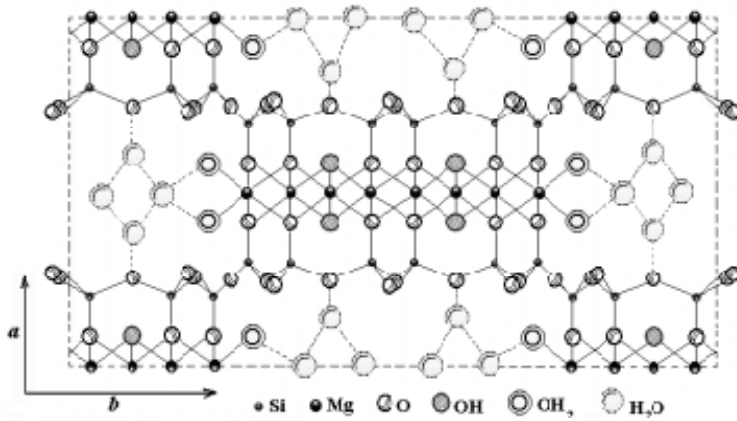
Fillosilikat grubuna bağlı olan sepiyolit doğal bir hydrate magnezyum silikat minerali olduğu bilinmektedir.  $[\text{Si}_2\text{Mg}_9\text{O}_{30}(\text{OH})_6(\text{OH}_2)_4\text{H}_2\text{O}]$ . Lifsi yapısı ile talk gibi kurdellalardan ve fiber yönünde (c-ekseni) blok ve tünellerin birbiri ardınca

dizilmesinden oluşmaktadır. Her bir blok iki tetrahedral silika tabakası arasında sandivçilenmiş merkezi bir magnezyum oksit hidroksitten oluşmaktadır. Silika tabakalarının süreksizliğinden dolayı silikat tanelerinin dış yüzeylerinde silanol grupları (Si-OH) yer almaktadır. Kanalların kenar uçlarında bulunan bu gruplar çeşitli organik ve inorganik kimyasallarla doğrudan temas sağlayarak sepiyolit içeren farklı yüzey organik fonksiyonel grupların teşekkülüne neden olmaktadır. Moleküler elek yapısından dolayı sepiyolit müthiş bir adsorpsiyon kapasitesine sahip olmaktadır. Şekil 3.5’de sepiyolit’in fiber morfolojisinin kesit görünümü verilmektedir [47].



Şekil 3.5. Sepiyolit'in fiber morfolojisinin kesit görünümü [47]

Sepiyolit'in yüzey alanı ve porozitesi asit ve ısıl işlemlerle modifiye edilebilmektedir. Sepiyolit ile, atık sulardan  $Zn^{+2}$ ,  $Cd^{+2}$ ,  $Cu^{+2}$ ,  $Ni^{+2}$  ve  $Co^{+2}$  gibi iyonların giderimi mümkün olmaktadır. Şekil 3.6’da sepiyolit’in moleküler yapısı verilmektedir [48].

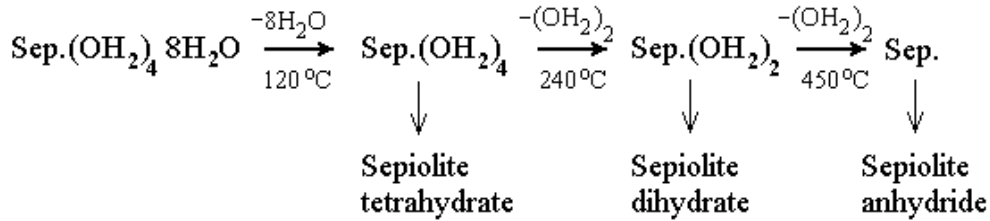


Şekil 3.6. Sepiyolit'in moleküler yapısı [49].

Sepiyolit için Brauner ve Preisinger (1956) tarafından önerilen yapısal formül



X ve Z, oktahedral ve tetrahedral eşgüdüm içindeki iyonları göstermektedir. Şekil 3.7'de sepiyolit'in dehidrasyon aşamalarının şematik gösterimi verilmektedir [50].



(3.2)

Şekil 3.7. Sepiyolit'in dehidrasyon aşamalarının şematik gösterimi [50]

Sepiyolit lifsi yapıda olup kanallarında çok su bulunmaktadır. Sepiyolit'in nemi enjeksiyondan önce alınarak kimyasal bağ oluşturması sağlanmaktadır. Sepiyolit ısıtma işlemi sırasında 120°C'de 8H<sub>2</sub>O'nun, 240 °C'de (OH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>'nin, 450 °C'de de (OH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>'nin uçtuğu görülmektedir. Sep.(OH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>8H<sub>2</sub>O olan sepiyolit'in ısıtma işlemi sırasında neminin alınması sonucu (OH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>8H<sub>2</sub>O uçurulduğu görülmektedir [50].

Sepiyolit, moleküler boyutlu kanalları ve yüksek yüzey alanından dolayı adsorbent ve katalizör desteği olarak bir çok endüstriyel uygulama alanına sahiptir [51].

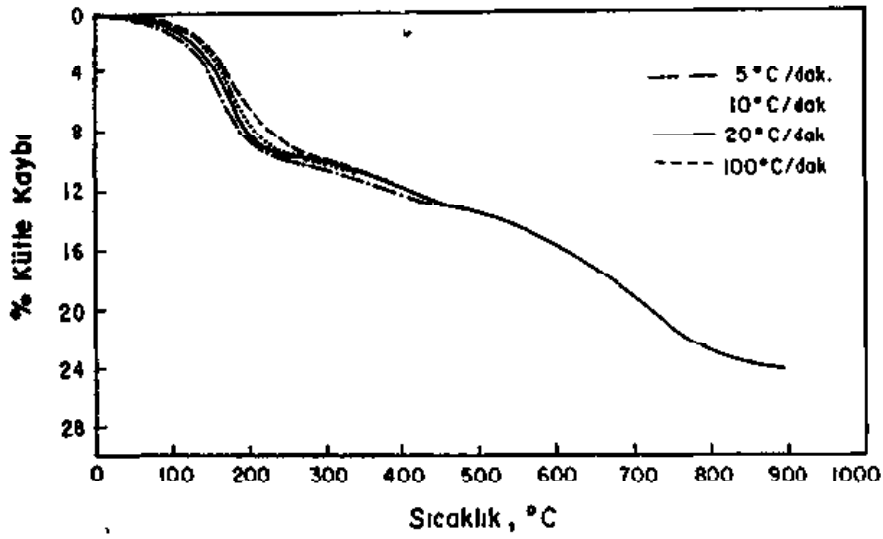
Bu uygulamalarda mineral yüksek yüzey alan değerlerine ilave olarak, kullanım esnasında ısı etkilerine karşı dayanıklılık göstermektedir. Termogravimetri cihazında yapılan deneylerde, 900°C sıcaklığa kadar yapıda mevcut suların uzaklaşması ile mineralde yaklaşık %24 kütle kaybı gözlenmektedir. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ile asit ön aktivasyonu yapılan numunelerde bu değer %14 mertebelerine düşmektedir. Asit ön aktivasyonu, kristal yapıda ve gözenek dağılımında iyileşmeye neden olarak mineralin yüzey alan değerinde 2.5 kat artışa neden olmaktadır. Diğer taraftan asit ön işlemi, ısıl aktivasyon esnasında kristal yapıda meydana gelebilecek bozulmaları da sınırlamaktadır. 900 °C sıcaklıkta ısıl aktivasyonu yapılan numunenin yüzey alan değeri yaklaşık 60 m/g iken asit ön aktivasyonlu sepiolitte bu değer 360 m/g olarak gözlemlenmektedir. Sepiolit, mineral yapısmda değişik kimyasal konumlarda dört çeşit su molekülü ihtiva etmektedir [51].

- (i) Hidroskopik su: Sepiolit yüzeyine adsorblanmış su molekülü hidroskopik su olmaktadır (kaba nem).
- (ii) Zeolitik su: Sepiolit yapısındaki kanal boşluklarına yerleşmiş su olmaktadır. Kendi aralarında ve bağlı su molekülleri ile mineralin yarım hücre formülü hidrojen bağı yapmaktadır.
- (iii) Bağlı su: Sepiolit yapıdaki oktahedral tabakanın uç magnezyum koordinasyonunda yer alan su molekülü olmaktadır
- (iv) Hidroksil suyu: Yapıda oktahedral tabakanın ortasında magnezyum koordinasyonunda yer alan hidroksil gruplarının bozunması sonucu oluşan su molekülü olmaktadır (yapı suyu). Bu su molekülleri ısı etkileri ile yapıdan uzaklaşmaktadırlar. Bu uzaklaşma esnasında kanallarda bozulma oluşmakta ve mineralin fiziko kimyasal özelliklerinde, yüzey alan değerlerinde ve gözenek yapısmda da değişiklikler meydana gelmektedir [52].

Sepiyolit ve asit ön aktivasyonu yapılmış sepiyolit numunelerinin % kütle kaybının sıcaklık ile değişimi (TG eğrileri) ve diferansiyel kütle değişiminin sıcaklık değişimine oranının ısıl aktivasyon sıcaklığı ile değişimi (DSC eğrileri) mineralin yapısında bulunan hidroskopik su, ortam nemliliğine göre farklılıklar göstermektedir [53].

Çalışmada kullanılan sepiolit mineralinde hidroskopik su ve zeolitik suyun yapı kanallarının boşaltması 220°C civarında %8.70 kütle kaybı ile tamamlanmaktadır [53].

Sepiyolit'in DSC eğrisinde yüksek bir pik ile gözlenmektedir. Sepiyolit yapısında magnezyum koordinasyonunda (kristal yapı içerisinde) bulunan bağlı su, yapıyı iki basamakta terkeder. Literatür çalışmaları, bağlı suyun ilk yarısının yapıyı 250 °C - 450 °C sıcaklık aralığında terkettiğini göstermektedir. Bu çalışmalarla benzer bir davranış ile bağlı suyun bir kısmı yapıyı 450 °C sıcaklığa kadar yaklaşık %5.4 kütle kaybı ile terkettir. DSC eğrisinde bu bölgede küçük dar bir pik görülmektedir. Bağlı suyun bir kısmının minerali terkmesi ile sepiolit yapıda yeni düzenlemeler oluşmaktadır. Bu düzenlemeler kristal yapıda oluşmakta ve yapı kanallarında değişiklikler yapmamaktadır. Meydana gelen kristal yapı çökmesi aktivasyon hızını etkilemektedir. Yapıda kalan bağlı suyun koparılması ve kristal yapı içerisindeki küçük gözeneklerden kanal boşluklarına taşınarak mineralden uzaklaştırılması zorlaşmaktadır. Literatür çalışmaları bağlı suyun tamamının 750 °C sıcaklığa kadar minerali terkettiğini göstermektedir. Çalışmada 450°C sıcaklık civarında yüzde kütle kaybı yaklaşık sabit kalarak (TG eğrisinde gözlenen ufak bir düzlük bölgesinden sonra), bağlı suyun geri kalan kısmının yapıyı yeniden terk etmeye başlaması ile yine değişim göstermeye başlamaktadır. Yaklaşık %8.5'lik ilave kütle kaybı ile bağlı suyun yapıyı terk etmesi 750°C sıcaklığa kadar devam etmektedir. Hidroksil suyunun minerali terk etmesi yaklaşık %1.5 kütle kaybı ile 850°C sıcaklıkta tamamlanmaktadır. Bağlı suyun ikinci bölümünün ve hidroksil suyunun uzaklaştırılması DSC eğrisinde yayvan bir eğri ile gözlenmektedir. 900°C son sıcaklıkta aktivasyonun tamamlanabilmesi için yarım saat bekletilen numunelerde ilave kütle kaybı gözlenmemektedir. Şekil 3.8'de değişik parçacık boyutlarında, sepiyolit'in yüzde kütle kaybının aktivasyon sıcaklığı ile değişimi verilmektedir [54].



Şekil 3.8. Değişik ısıtma hızlarında, sepiyolit'in yüzde kütle kaybının aktivasyon sıcaklığı ile değişimi (Parçacık boyutu = 0.91 mm) [54]

Asit ön aktivasyonu yapılan numuneler 40°C sıcaklıkta kurutulduğu için hidroskopik suyun büyük bir kısmının yapıyı terketmiş olması beklenmektedir. Dolayısıyla çalışmada hidroskopik ve zeolitik suyun yapıyı terketmesi, beklenen üst sıcaklık değeri olan 250°C'ye kadar yaklaşık %7.5 civarında kütle kaybı ile olmaktadır. Asit ön aktivasyonu yapılmış sepiolitte bağlı su ve hidroksil suyunun minerali terk etmesi ile gözlenen kütle kaybı değeri de, orijinal sepiolit mineralinden daha az miktarda olmaktadır. Asit ön işlemi, magnezyum uzaklaştırılmasına neden olmaktadır. Bu uzaklaştırmayla beraber, magnezyum koordinasyonlarında bulunan bağlı su ve hidroksil suyunun bir kısmının da yapıyı terketmesi görülmektedir. Diğer taraftan asit aktivasyonu ile gözenek yapısında meydana getirilen ön iyileştirme ısı etkileri ile oluşan kristal çökmeyi sınırlamaktadır. Böylece orjinal sepiolit mineralinde sıcaklık artışı ile kristal içerisinde ki gözeneklerde gözlenen kütle taşınım sınırlamasının etkisi azalmaktadır. Dolayısıyla asit ön aktivasyonu yapılmış numunelerde bağlı suyun ve hidroksil suyunun minerali terketmesi birbirini takip etmektedir. TG eğrisinde düzlük görülmemekte ve DSC eğrisinde de suların ayrılış sıcaklık farklılıkları gözlenmemektedir. 250°C ile 900°C sıcaklıkları arasında yaklaşık %6.5 kütle kaybı olmaktadır. Gözlenen bu değer aynı sıcaklık aralığında orjinal sepiolit numunesinde ulaşılan değer yaklaşık yarısı kadar olmaktadır. Asit ön aktivasyonu, yapıda bulunan bağlı su ve hidroksil suyunun yaklaşık yarısının ısı aktivasyon öncesi yapıyı terketmesini sağlamaktadır [55].

Bu ön uzaklaştırma sıcaklık etkileri ile meydana gelen kristal çökmeyi ve mikro gözenek tıkanmasını da sınırlamaktadır. Sepiyolit 1200°C'de fibröz morfolojisini kaybetmektedir. Bu sıcaklıkta liflerde sinterleme başlamaktadır. 1450°C sıcaklıkta sepiyolitte yapısal değişiklikler elde edilmekte ve sepiyolitte ergime olmaktadır [55].

1200°C'ye kadar sepiyolit dehidrasyon aralığında endotermik pikler ile dört farklı adımları göstermektedir. Elektromikroskop çalışmaları sonucu iki türlü sepiyolite rastlanmaktadır; Alfa ve Beta sepiyolit. Alfa sepiyolit 4-5 mikron uzunluk ve 0,2 mikron kalınlıktaki lifsel sepiyolit, beta sepiyolit ve daha az lifsel görümlü, pulcuklar şeklindeki olmaktadır. Alfa Sepiyolit katı; patates yumruları şeklinde olmaktadır. Elle kullanılan madeni kesicilerle işlenebilecek sertlikte ve homojen olmaktadır. İşte bu tip sepiyolitler lületaşı olarak adlandırılmaktadırlar. Beta sepiyolitte ise aynı ana kayadan kurtulan ve başka bir kaynaktan çıkan MgO, çok sığ bir bataklık ortamında yine magnezyum hidro-silikata dönüşerek çökeliyorsa, lületaşı gibi katı kütleler yerine tabakalı bir şekilde bulunmaktadır. Beta sepiyolitinin diğer bir adı da sepiyolitik kil olarak adlandırılmaktadır. Alfa sepiyolit olan lületaşı bir yarı kıymetli taşken, beta sepiyolit olan sepiyolitik kil bir sanayi madeni olarak adlandırılmaktadır [56].

Sepiyolitik kilin kullanım alanları: kordiyerit bileşimli kaliteli seramik üretiminde, katalitik konvektörlerin üretiminde, korozyona dirençli oto boyası imalinde, bio reaktörlerde, özel kağıt yapımında, füze ve diğer uzay araçlarının yalıtımında, iyon değiştiriciliğinde, hafif yapı malzemesi imalinde parafinlerin ayrılmasının sağlanmasında ve ülserle karşı ilaç yapımında kullanılmaktadır. Bu noktada sepiyolitik kilin önemi dikkat çekmektedir. Sepiyolitik kile daha fazla önem vermek ve sepiyolitik kili araştırmak gereği ortaya çıkmaktadır [57].

## BÖLÜM 4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

### 4.1. Kullanılan Malzemeler

Bu çalışmada matris malzeme olarak granül halindeki Poliamid 66, dolgu malzemesi olarak toz halindeki sepiyolit kullanılmıştır. Poliamid 66 Bergamid B70 ticari adıyla Polyone firmasından, sepiyolit ise Assad madencilik firmasından temin edilmiştir.

Aşağıda Tablo 4.1 ve Tablo 4.2’de sırasıyla deneysel çalışmada kullanılan PA66 ve sepiyolit’in fiziksel ve mekanik özellikleri verilmektedir.

Tablo 4.1. PA 66’nın fiziksel ve mekanik özellikleri [9]

Erime Akış İndisi g/10 (260°C – 5kg)	5,80
Çekme Mukavemeti (MPa)	70
İzod Darbe Enerjisi (kJ/m <sup>2</sup> )	6,50
Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	1,14
Sertlik (ShoreD)	80
Ergime Sıcaklığı (°C)	260
Camsı Geçiş Sıcaklığı (°C)	90

Tablo 4.2. Sepiyolit’in fiziksel ve mekanik özellikleri [22]

PH	8,7
Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	2
Sertlik (Mohs)	<2.5
Ergime Sıcaklığı (°C)	1400
Kuruma Sıcaklığı (°C)	40
Isı Aktivasyon Sıcaklığı (°C)	500-600



## 4.2. Üretim Yöntemi

Sepiyolit takviyeli polimerik kompozitlerin enjeksiyon kalıplama yöntemi ile şekillendirilmiştir. Sepiyolit tozu PA66 matrikse sırasıyla ağırlıkça % 5 ve %10 eklenerek yeni polimerik kompozit malzeme elde edilmiştir.

Granül halindeki PA 66, sepiyolit ile karıştırılmadan önce kurutma fırınında 80°C’de 6 saat, toz halindeki sepiyolit ise 250°C’de 2 saat süresince kurutulmuştur. Karıştırılarak kompozit haline getirilen PA66 ile sepiyolit karışımı enjeksiyonla kalıplanmadan önce tekrar 80°C’de 6 saat süresince kurutulmuştur.

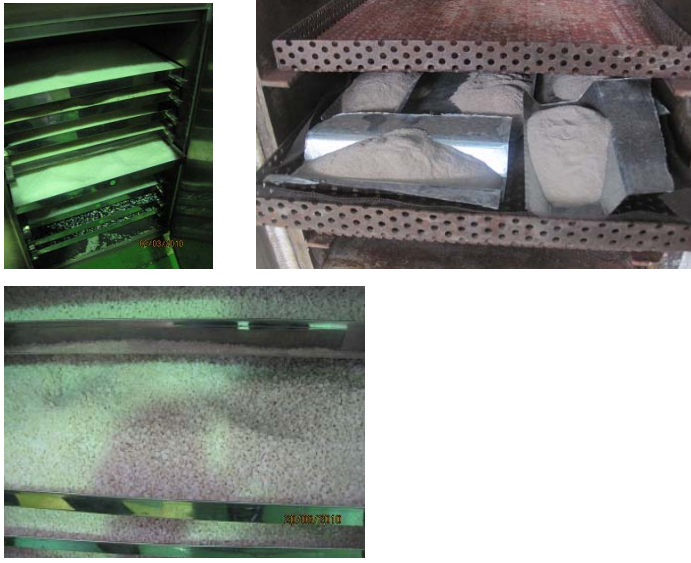
Ağırlıkça %5 ve %10 oranında sepiyolit ile karıştırılan Poliamid 66 Engel marka enjeksiyon makinası kullanılarak şekillendirilmiştir. Makinadaki bilgisayar sistemi ile bütün işlem parametreleri üzerinde otomatik kontrol sağlanmıştır. İşlem parametreleri Tablo 4.3’de verilmektedir.

Tablo 4.3. Enjeksiyon makinesinde işlem parametreleri

PARAMETRELER	Saf PA 66	Poliamid 66 + %5	Poliamid 66 + %10
Enjeksiyon hızı (mm/sn)	45	45	45
Enjeksiyon basıncı (Bar)	80	80	80
Ütüleme basıncı (Bar)	40	40	40
Ütüleme Süresi (sn)	3	3	3
Kalıp sıcaklığı °C	15	30	30
Kalıp koruma zamanı (sn)	1	1	1
Kalıp koruma basıncı (Bar)	30	30	30
Mal alma geri basıncı (Bar)	1	1	1
Ütülemeye geçiş konumu (mm)	6	6	6
Geri emiş basıncı (Bar)	35	35	35
Meme sıcaklığı (°C)	240	280	280
1.Ocak sıcaklığı (°C)	255	290	290
2.Ocak sıcaklığı (°C)	260	290	290
3.Ocak sıcaklığı (°C)	265	295	295

Sepiyolit ordel marka, poliamid 66 ise camak marka fırın kullanılarak kurutulmuştur.

Şekil 4.1’de poliamid 66 ve sepiyolit’in ısıtma öncesi fırın içerisindeki görünüşleri verilmektedir.



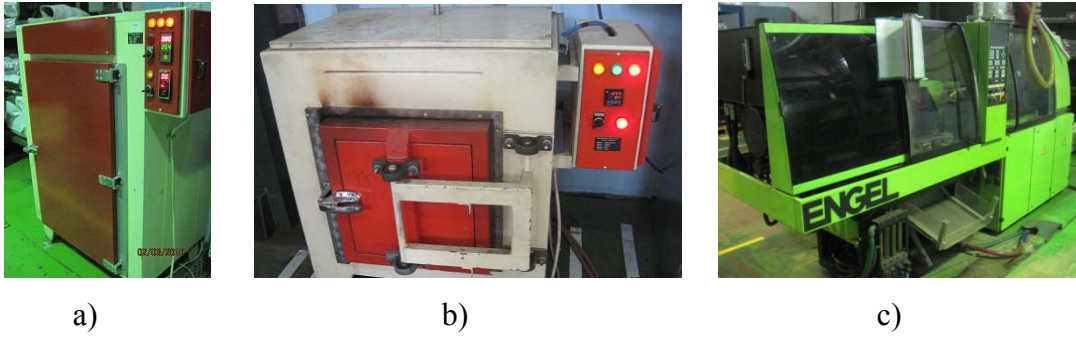
a)

b)

c)

Şekil 4.1 a) Poliamid 66 granülü'nün ön ısıtma için fırın içerisindeki görünümü b) Sepiyolit tozu'nun ön ısıtma için fırın içerisindeki görünümü c) Poliamid 66 ve Sepiyolit karışımının tepsi içerisindeki görünümü

Şekil 4.2'de poliamid 66 ve sepiyolit neminin alındığı fırın ve enjeksiyonun yapıldığı makina resimleri verilmektedir.



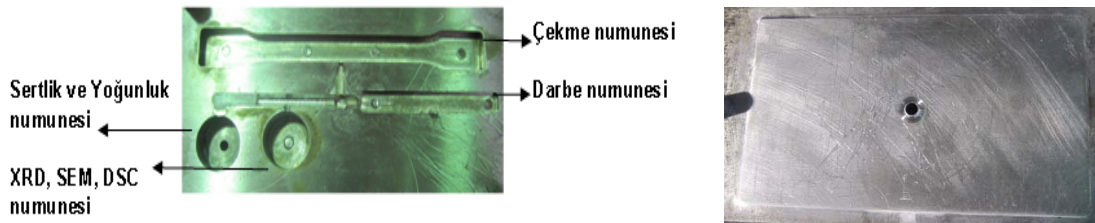
a)

b)

c)

Şekil 4.2. a) Poliamid 66 granülü'nün neminin alındığı fırın b) Sepiyolit tozu'nun neminin alındığı fırın c) Enjeksiyon'un gerçekleştirildiği makina

Şekil 4.3'de numune kalıbının ve yanma deneyi için kullanılan plaka kalıbının görünümü verilmektedir.



a)

b)

Şekil 4.3. a) Numune kalıbının görünümü b) Yanma deneyi için kullanılan plaka kalıbının görünümü

### 4.3. Çekme Deneyi

Çekme testleri Şekil 4.4'de gösterilen Zwick 0440 marka çekme cihazıyla ISO 527.2'ye [58] uygun olarak çekme hızı 10mm/dk olacak şekilde ayarlanmıştır. Çekme mukavemeti ve % uzama elde edilmiştir. Her bir test 23°C ortam şartlarında yapılmış olup ISO 294-1'e [59] uygun olarak şekillendirilen çekme numune boyutları Şekil 4.5'da verilmiştir. Çekme mukavemeti;  $\sigma = F/A$  (MPa), % uzama ise;  $\% \varepsilon = (\Delta L / L_0)$ . 100 formulleri kullanılarak hesaplanmıştır. Çekme testleri için 5 numune kullanılmış olup sonuçların aritmetik ortalaması alınmıştır. Çekme testleri için numuneler ayrı ayrı -40°C'ye soğutulup ortam sıcaklığında bekletme ve +80°C'ye ısıtılıp ortam sıcaklığında bekletme sonrasında test edilmiştir.

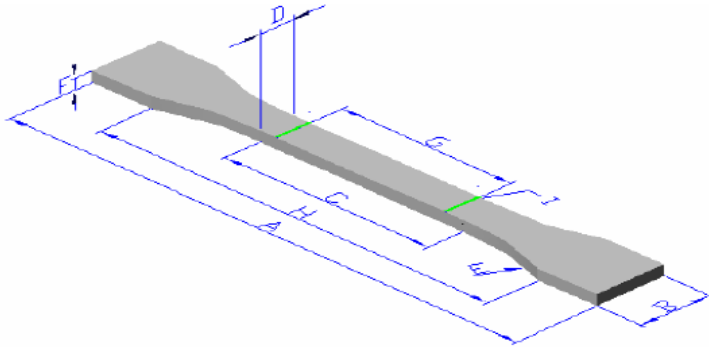


a)



b)

Şekil 4.4. a) Zwick 0440 marka çekme test cihazı b) Çekme çeneleri



Şekil 4.5. Çekme numunesi şekil ve boyut ölçüleri

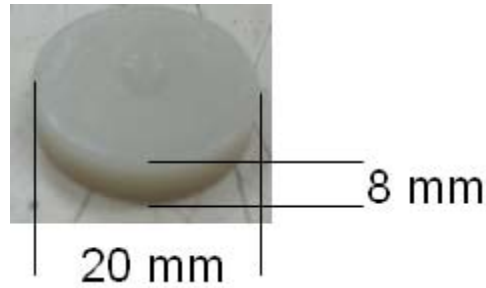
- A. Toplam uzunluk 150 mm
- B. Uçlarda genişlik 20 mm
- C. Dar paralel kısmın uzunluğu 60 mm
- D. Dar paralel kısmın genişliği 10 mm
- E. Yarıçap, minimum 60 mm
- F. Kalınlık 6 mm

#### 4.4. Sertlik Deneyi

Sertlik testleri Şekil 4.6'da gösterilen Tronic LX-D 100 marka Shore D sertlik test cihazıyla ISO 868'e [60] uygun olarak gerçekleştirilmiştir. Her bir test 23°C ortam şartlarında yapılmış olup sertlik testi numune boyutları Şekil 4.6'da verilmiştir. Sertlik testi için 20 mm çap ve 8 mm kalınlığında test numunesi kullanılmıştır. Sertlik testleri için 5 numune kullanılmış olup sonuçların aritmetik ortalaması alınmıştır.



a)

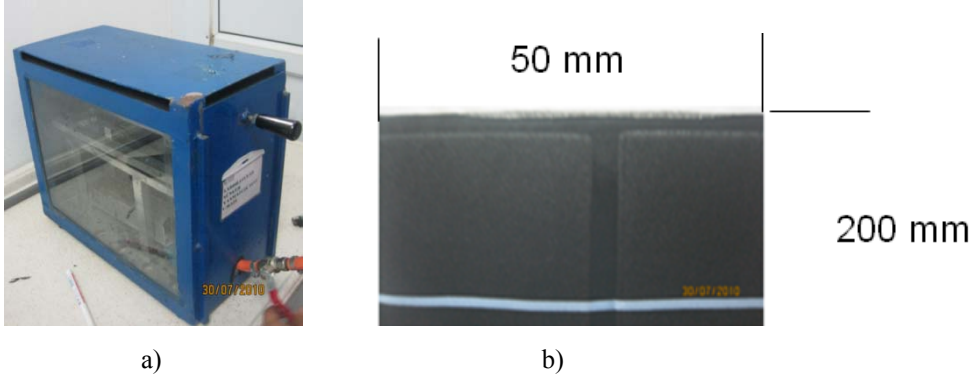


b)

Şekil 4.6. a) Tronic LX-D 100 marka Shore D sertlik ölçer test cihazı b) Sertlik numunesi şekil ve boyut ölçüleri

#### 4.5. Yanma Deneyi

Yanma testleri Şekil 4.7’de gösterilen Yan T NHB 208 marka yanma test cihazıyla UL 94’e [61] uygun olarak gerçekleştirilmiştir. Her bir test 23°C ortam şartlarında yapılmış olup yanma test plakası Şekil 4.7’de verilmiştir. Yanma testi için 50 mm genişlik ve 200 mm uzunluğunda test plakası kullanılmıştır. Yanma 50 mm uzunluğundaki çizgiye ulaştıktan sonra kronometre çalıştırılır ve yanma süresi yanma mesafesine bölünerek hangi tip yanma olduğu tespit edilir.



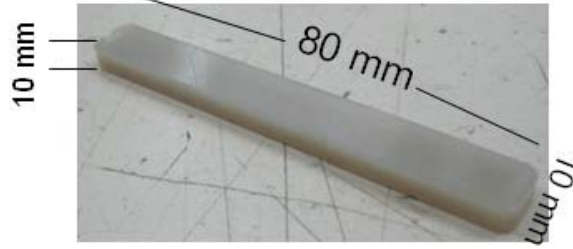
Şekil 4.7. a) Yan T NHB 208 marka yanma test cihazı b) Yanma test plakası şekil ve boyut ölçüleri

#### 4.6. Çentik Darbe Deneyi

Çentik darbe testleri Şekil 4.8’de gösterilen Zwick XC-22 marka çentik darbe test cihazıyla ISO 179-1’e [62] uygun olarak standart izod çentikli darbe deney numuneleri kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Her bir test 23°C ortam şartlarında yapılmış olup izod darbe numune boyutları Şekil 4.8’de verilmiştir. Çentik darbe testi için 80 mm uzunluk, 10 mm genişlik ve 4 mm kalınlığında test numunesi kullanılmıştır. Çentik darbe testleri için 5 numune kullanılmış olup sonuçların aritmetik ortalaması alınmıştır. Çentik darbe testleri için numuneler ayrı ayrı -40°C’ye soğutulup ortam sıcaklığında bekletme ve +80°C’ye ısıtılıp ortam sıcaklığında bekletildikten sonra da test edilmiştir.



a)



b)

Şekil 4.8. a) Zwick XC-22 marka çentik darbe test cihazı b) Çentik darbe test numunesi şekil ve boyut ölçüleri

#### 4.7. Yoğunluk Deneyi

Yoğunluk testleri Şekil 4.9'da gösterilen Rational 010 marka yoğunluk ölçer test cihazıyla ISO 1183-1'e [63] uygun olarak gerçekleştirilmiştir. Her bir test 23°C ortam şartlarında yapılmış olup yoğunluk testi numune boyutları Şekil 4.9'da verilmiştir. Yoğunluk testi için 20 mm çap ve 8 mm kalınlığında test numunesi kullanılmıştır. Yoğunluk testleri için 5 numune kullanılmış olup sonuçların aritmetik ortalaması alınmıştır.

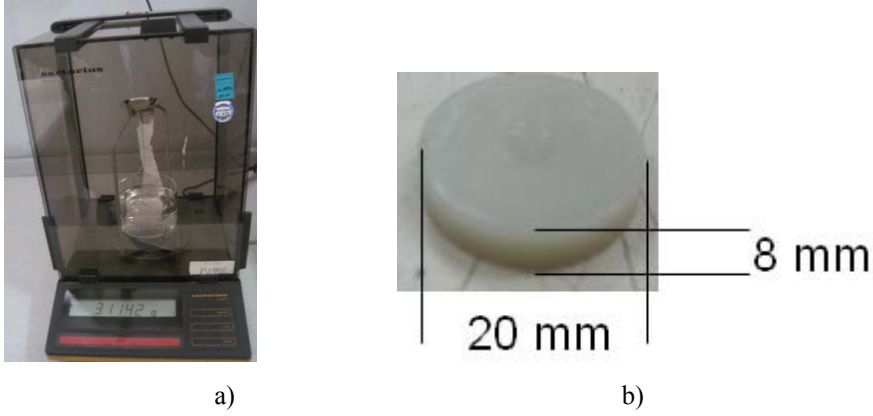
Yoğunluk sonuçları  $d = \frac{M_h}{M_h - M_{su}}$  formülü ile hesaplanmıştır ( $d = \text{g/cm}^3$ ,  $m = \text{g}$ ).

$M_h$  = havadaki ağırlık,  $M_{su}$  = sudaki ağırlık

Yoğunluk testi karışım oranı sağlaması ise;

$[(\text{PA66 karışım oranı} \times \text{PA66 yoğunluk}) + (\text{Sepiyolit karışım oranı} \times \text{sepiyolit yoğunluk})]$

formülü ile hesaplanmıştır.



Şekil 4.9. a) Rational 010 marka yoğunluk ölçer hassas terazi b) Yoğunluk test numunesi şekil ve boyut ölçüleri

#### 4.8. Ergime Akış İndeksi (EAI) Deneyi

Ergime akış testleri Şekil 4.10'da gösterilen Tescon XNR-400A marka ergime akış test cihazıyla ISO 1133'e [64] uygun olarak gerçekleştirilmiştir. Her bir test 23°C ortam şartlarında yapılmıştır. Ergime akış testi için belirli basınç ve sıcaklık altında erimiş plastiğin, erime akış indisi g/10dk olarak saptanır. Ağırlığın etkisiyle ergimiş polimer orfisten akmaya başlar. Çıkan kısım tartılır.  $EAI = 600 \times m/t$  formülü ile hesaplanır ( $EAI = g/10dk$ ,  $m = g$ ,  $t = 10dk$ ).



Şekil 4.10. Tescon XNR-400A marka ergime akış test cihazı

#### 4.9. Taramalı Elektron Mikroskobu Çalışmaları (SEM / EDS)

Mikroskobik araştırmalar için hazırlanan Sepiyolit tozu, Poliamid 66, %5 sepiyolit takviyeli Poliamid 66 ve %10 sepiyolit takviyeli Poliamid 66 numunelerine taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelemesi yapılmış olup mikroyapı görüntüleri ile

(EDS) analizleri yapılmıştır. Numunelerin SEM görüntüleri Sakarya Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümü laboratuvarında, Jeol JSM – 6060LV marka cihazla yapılmıştır.

#### **4.10. X- Işınları Difraksiyon Analizi**

Sepiyolit tozu, Poliamid 66, %5 sepiyolit takviyeli Poliamid 66 ve %10 sepiyolit takviyeli Poliamid 66 numuneleri X-ışınları incelemelerine tabi tutulmuştur. Yapılan X- ışınları incelemeleri Sakarya Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümü laboratuvarında Rigaku Ultima DMAX 2200 X-Işını Difaktometresi ile Cu ışın tüpü kullanılarak bileşimler belirlenmiştir.

#### **4.11. DSC ve TGA Analizi**

Sepiyolit tozu ve Poliamid 66 numunesi DSC ve TGA analizine tabi tutulmuştur. Yapılan DSC ve TGA analizleri Sakarya Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümü laboratuvarında TA STG Q600 marka cihaz ile yapılmıştır.



## BÖLÜM 5. DENEYSEL SONUÇLAR

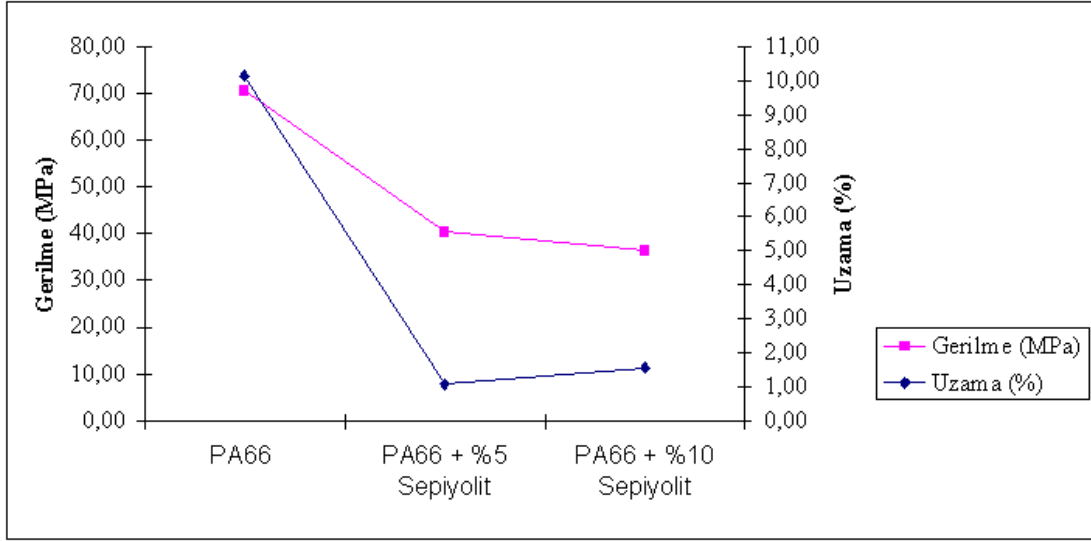
### 5.1. Çekme Deneyi Sonuçları

Malzemenin yük altında dayanımının incelendiği bu standardın tespiti için universal mekanik çekme cihazında ISO 294-1 [59] normlarınca basılmış olan çekme numuneleri ile deney yapılmıştır.

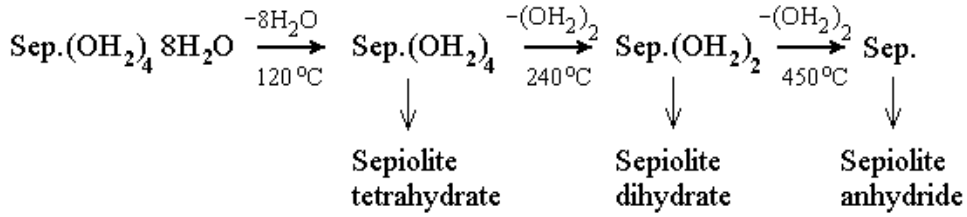
Çekme testleri sonucunda bazı başarısız sonuçlar alınmıştır ki bunun nedeni de lifsi yapıda olan ve yapısında hidroskopik ve zeolitik su bulunduran sepiyolit tozunun ön ısıtmaya tabi tutulmayıp neminin alınmamış olmasıdır. Tablo 5.1’de nemi alınmamış sepiyolit ilaveli PA 66, PA 66 + % 5 Sepiyolit, PA 66 + % 10 Sepiyolitin çekme sonucu elde edilen gerilme ve uzama değerleri verilmektedir. Şekil 5.1’de nemi alınmamış sepiyolit ilaveli PA 66, PA 66 + % 5 Sepiyolit, PA 66 + % 10 Sepiyolitin çekme sonucu elde edilen gerilme ve uzama diyagramı verilmektedir.

Tablo 5.1. Nemi alınmamış sepiyolit ilaveli PA 66, PA 66 + % 5 Sepiyolit, PA 66 + % 10 Sepiyolitin çekme sonucu elde edilen gerilme ve uzama değerleri

Numuneler	Çekme Mukavemeti (MPa) (23°C)	Uzama (%) (23°C)
Poliamid 66	70,65	10,15
Poliamid 66 - %5 Sepiyolit	40,31	1,07
Poliamid 66 - %10 Sepiyolit	36,40	1,56



Şekil 5.1. Nemi alınmamış sepiyolit ilaveli PA 66, PA 66 + % 5 Sepiyolit, PA 66 + % 10 Sepiyolitin çekme sonucu elde edilen gerilme ve uzama diyagramı



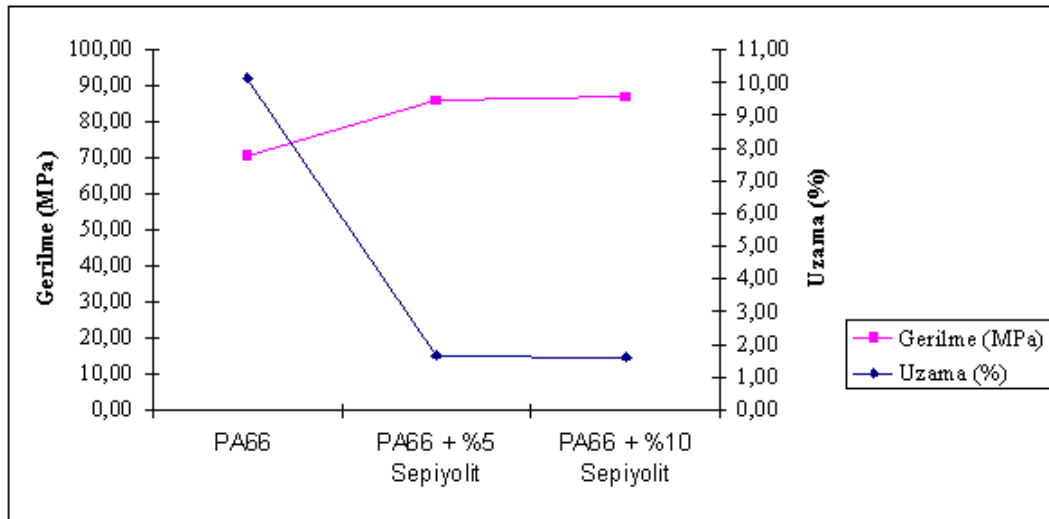
(5.1)

Sepiyolit'in dehidrasyon aşamalarından da görüleceği üzere yapısındaki su molekülleri göze çarpmaktadır. 240°C'de 2 saat tutularak sepiyolit dihidrat elde edilmiş olup yapısındaki hidroscopik ve zeolitik su uzaklaştırılmaktadır.

Sepiyolit tozunun lifsi yapısındaki hidroscopik ve zeolitik suyun uzaklaştırılması sonucu tekrar numune basılıp yapılan çekme test sonuçlarında belirgin artışlar görülmüştür. Klimatize ortamda ayrı ayrı +80 dereceye ısıtılan, -40 dereceye soğutulan ve sonrasında oda sıcaklığında bekletilen malzemelere yapılan çekme testleri sonuçları malzemenin mukavemetinin arttığını göstermiştir. Tablo 5.2'de 23°C'de ki çekme sonucu elde edilen gerilme ve uzama değerleri verilmektedir. Şekil 5.2'de 23°C'de ki çekme sonucu elde edilen gerilme ve uzama diyagramı verilmektedir.

Tablo 5.2. 23°C Çekme sonucu elde edilen gerilme ve uzama değerleri

Numuneler	Çekme Mukavemeti (MPa) (23°C)	Uzama (%) (23°C)
Poliamid 66	70,65	10,15
Poliamid 66 - %5 Sepiyolit	85,82	1,66
Poliamid 66 - %10 Sepiyolit	86,83	1,61

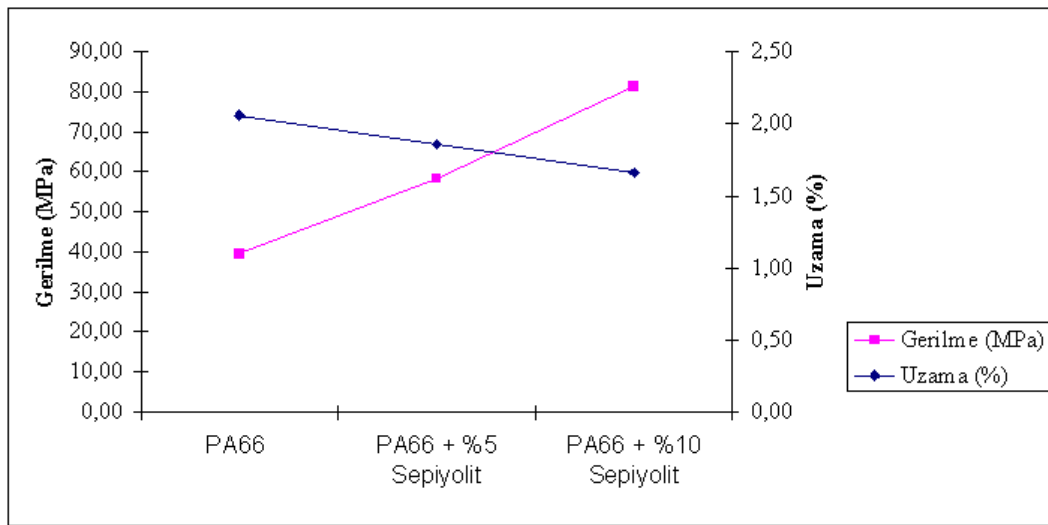


Şekil 5.2. 23°C Çekme sonucu elde edilen gerilme ve uzama diyagramı

Tablo 5.3'de +80°C'de ki çekme sonucu elde edilen gerilme ve uzama değerleri verilmektedir. Şekil 5.3'de +80°C'de ki çekme sonucu elde edilen gerilme ve uzama diyagramı verilmektedir.

Tablo 5.3. +80°C Çekme sonucu elde edilen gerilme ve uzama değerleri

Numuneler	Çekme Mukavemeti (MPa) (+80°C)	Uzama (%) (+80°C)
Poliamid 66	39,49	2,06
Poliamid 66 - %5 Sepiyolit	58,36	1,86
Poliamid 66 - %10 Sepiyolit	81,44	1,66

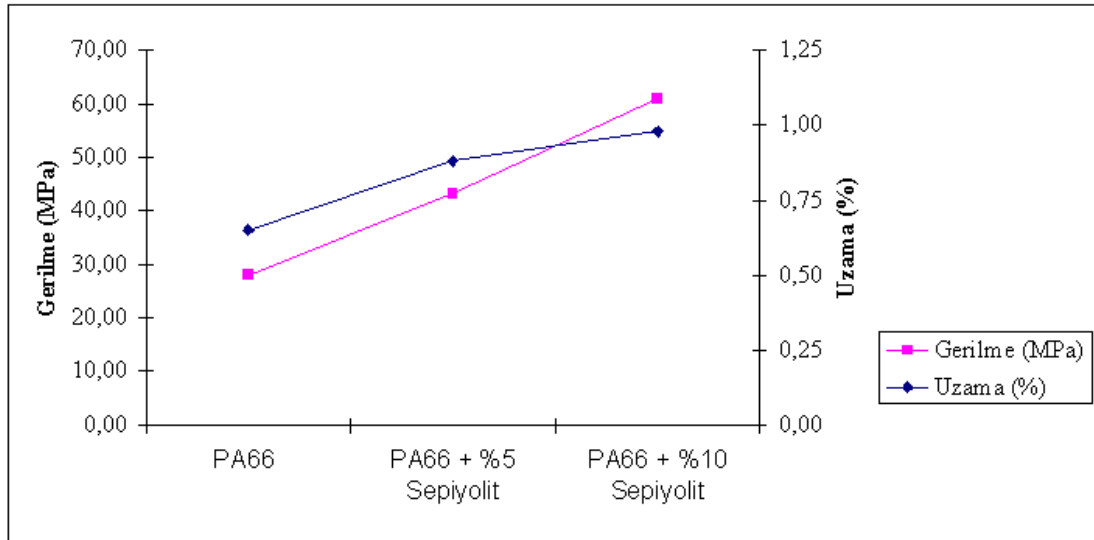


Şekil 5.3. +80°C Çekme sonucu elde edilen gerilme ve uzama diyagramı

Tablo 5.4'de -40°C'de ki çekme sonucu elde edilen gerilme ve uzama değerleri verilmektedir. Şekil 5.4'de -40°C'de ki çekme sonucu elde edilen gerilme ve uzama diyagramı verilmektedir.

Tablo 5.4. -40°C Çekme sonucu elde edilen gerilme ve uzama değerleri

Numuneler	Çekme Mukavemeti (MPa) (-40°C)	Uzama (%) (-40°C)
Poliamid 66	27,95	0,65
Poliamid 66 - %5 Sepiyolit	43,21	0,88
Poliamid 66 - %10 Sepiyolit	60,99	0,98



Şekil 5.4. -40°C Çekme sonucu elde edilen gerilme ve uzama diyagramı

Tablo 5.5’de Çekme testleri genel sonuçları verilmektedir.

Tablo 5.5. Çekme testleri genel sonuçları

Numuneler	Çekme Mukavemeti (MPa) (23°C)	Çekme Mukavemeti (MPa) (+80°C)	Çekme Mukavemeti (MPa) (-40°C)	Uzama (%) (23°C)	Uzama (%) (+80°C)	Uzama (%) (-40°C)
Poliamid 66	70,65	39,49	27,95	10,15	2,06	0,65
Poliamid 66 - %5 Sepiyolit	85,82	58,36	43,21	1,66	1,86	0,88
Poliamid 66 - %10 Sepiyolit	86,83	81,44	60,99	1,61	1,66	0,98

Özdemir’in [4] yaptığı deneysel çalışmada, Poliamid 66 içerisine katılan cam elyafın mekanik özelliklere etkisinin deneysel incelemesi sonucunda cam elyaf takviyesinin Poliamid 66’nın çekme mukavemetini artırdığı görülmektedir. Poliamid 66’nın çekme mukavemeti 75 MPa, %20 cam elyaf takviyeli poliamid 66’nın ise 120 MPa olduğu görülmektedir. Sepiyolit takviyesi ile cam elyaf takviyesinin Poliamid 66 ile kompoziti sonucunda çekme mukavemetlerinin arttığı görülmektedir.

Singe ve arkadaşları [43], Poliprolen içerisine katılan sepiyolit dolgu malzemesinin mekanik özelliklerine etkisinin deneysel incelemesi sonucunda sepiyolit ilavesinin poliprolen’in çekme mukavemetini artırdığı görülmektedir. Poliprolen çekme mukavemeti 65 MPa, %10 sepiyolit ilaveli poliprolen çekme mukavemetinin ise 80 MPa olduğu görülmektedir.

Tablo 5.6’da PA 66, PA 66+%5 sepiyolit ve PA 66+%10 sepiyolitın çekme sonucu elde edilen gerilme değerleri ile Özdemir [4] ve Singe ve arkadaşlarının [43] çekme sonucu elde ettikleri gerilme değerlerinin karşılaştırılması verilmektedir.

Tablo 5.6. PA 66, PA 66+%5 sepiyolit ve PA 66+%10 sepiyolit in çekme sonucu elde edilen gerilmedeğerleri ile Özdemir ve Singe ve arkadaşlarının çekme sonucu elde ettikleri gerilme değerleri

Literatür-Deneysel karşılaştırma	PA 66	PA66-%5 Sepiyolit	PA66-%10 Sepiyolit	Özdemir PA66	Özdemir PA66 + %20 Cam elyaf	Singe ve arkadaşları PP	Singe ve arkadaşları PP+%10sepiyolit
Çekme Mukavemeti (MPa) (23°C)	70,7	85,8	86,8	75	120	65	80

## 5.2. Sertlik Deneyi Sonuçları

Poliamid 66 içerisindeki sepiyolit oranı arttıkça malzemenin sertliğinin de o derece arttığı görülmüştür. İncelenen numunelerden alınan sertlik sonuçları cihazla ölçüm sırasında Şekil 5.5’de verilmektedir.



a)



b)



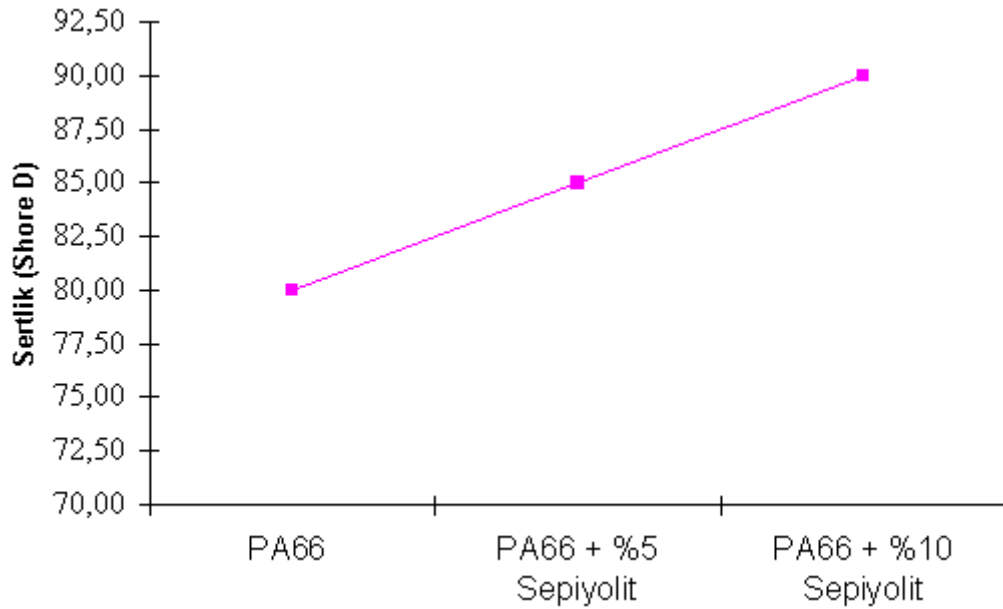
c)

Şekil 5.5. a) Poliamid 66 sertlik ölçümü b) Poliamid 66 + %5Sepiyolit sertlik ölçümü c) Poliamid 66 + %10 Sepiyolit sertlik ölçümü

Tablo 5.7’de sertlik testi ölçüm sonuçları verilmektedir. Şekil 5.6’da sertlik testi sonuç diyagramı verilmektedir.

Tablo 5.7. Sertlik testi ölçüm sonuçları

Numuneler	Sertlik Sonuçları (Shore D)
Poliamid 66	80
Poliamid 66 - %5 Sepiyolit	85
Poliamid 66 - %10 Sepiyolit	90



Şekil 5.6. Sertlik testi sonuç diyagramı

Özdemir'in [4] yaptığı deneysel çalışmada, Poliamid 66 içerisine katılan cam elyafın mekanik özelliklere etkisinin deneysel incelemesi sonucunda cam elyaf takviyesinin Poliamid 66'nın sertliğini artırdığı görülmektedir. Poliamid 66'nın sertliği 80 shore, %20 cam elyaf takviyeli poliamid 66'nın ise 95 shore olduğu görülmektedir.

Singe ve arkadaşları [43], Poliprolen içerisine katılan sepiyolit dolgu malzemesinin mekanik özelliklerine etkisinin deneysel incelemesi sonucunda sepiyolit ilavesinin



poliproblen'in sertliğini artırdığı görülmektedir. Poliproblen sertliği 70 shore, %10 sepiyolit ilaveli poliproblenin sertliğinin ise 80 MPa olduğu görülmektedir.

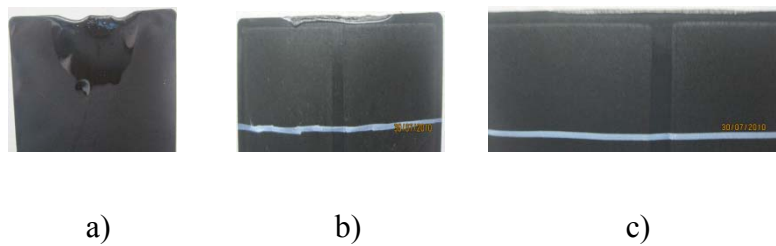
Tablo 5.8'de PA 66, PA 66+%5 sepiyolit ve PA 66+%10 sepiyolit sertlik testi sonucu elde edilen değerler ile Özdemir [4] ve Singe ve arkadaşlarının [43] test sonucu elde ettikleri sertlik değerlerinin karşılaştırılması verilmektedir.

Tablo 5.8. PA 66, PA 66+%5 sepiyolit ve PA 66+%10 sepiyolit sertlik testi sonucu elde edilen değerleri ile Özdemir ve Singe ve arkadaşlarının test sonucu elde ettikleri sertlik değerleri

Literatür- DeneySEL Karşılaştırm a	PA66	PA66-%5 Sepiyolit	PA66- %10 Sepiyolit	Özdemir PA66	Özdemir PA66+ %20 Cam elyaf	Singe ve arkadaşl arı PP	Singe ve arkadaşları PP+%10 sepiyolit
Sertlik (Shore D)	80	85	90	80	95	70	80

### 5.3. Yanma Deneyi Sonuçları

Poliamid 66 içerisindeki sepiyolit oranı arttıkça malzemenin yanmazlık kabiliyetinin de o derece arttığı görülmektedir. Saf poliamid 66'nın yanma deneyi sonucunda sepiyolit ilaveli poliamid 66'ya göre daha fazla deformasyona uğradığı Şekil 5.7'de görülmektedir.



Şekil 5.7. a) Poliamid 66 yanma test sonucu b) Poliamid 66 + %5Sepiyolit yanma test sonucu c) Poliamid 66 + %10Sepiyolit yanma test sonucu

### 5.4. Çentik Darbe Deneyi Sonuçları

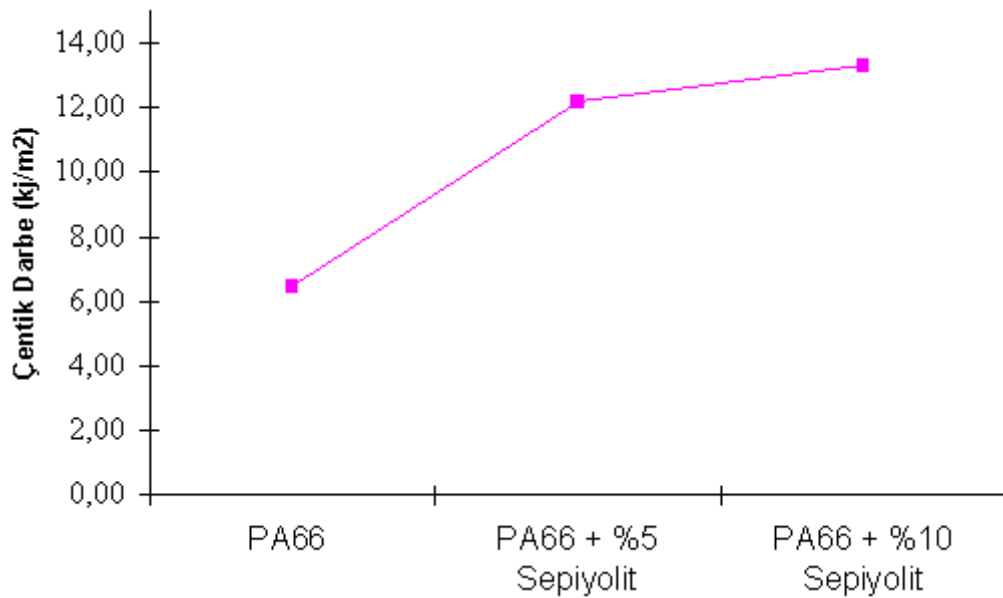
Malzemenin dayanımını gösteren bu deneyde ISO 179-1 [62] standardına göre üretilen numuneler çentik açılarak hazırlanmıştır. Çubukların çentikli alanına dik gelecek şekilde belirli bir yükseklikten bir çekiç düşürülüp çubuğa çarpması

sağlanmıştır. Numunenin kırıldığı enerji raporlanarak ürünün birim alanının dayanabileceği en yüksek enerji miktarı belirlenmiştir.

Poliamid 66 içerisindeki sepiyolit oranı arttıkça malzemenin darbe direncinin de o derece arttığı görülmüştür. Tablo 5.9'da 23°C'de ki çentik darbe test sonuçları verilmektedir. Şekil 5.8'de 23°C'de ki çentik darbe test sonuç diyagramı verilmektedir.

Tablo 5.9. 23°C Çentik darbe test sonuçları

Numuneler	Çentik Darbe Testi (kJ/m <sup>2</sup> ) (23°C)
Poliamid 66	6,46
Poliamid 66 - %5 Sepiyolit	12,19
Poliamid 66 - %10 Sepiyolit	13,31

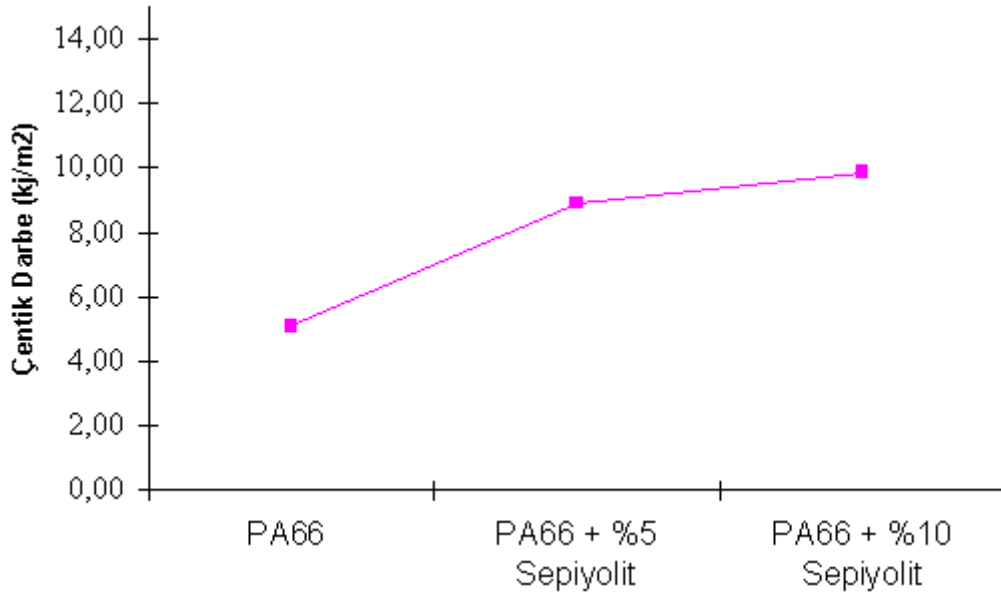


Şekil 5.8. 23°C Çentik darbe test sonuç diyagramı

Tablo 5.10'da +80°C'de ki çentik darbe test sonuçları verilmektedir. Şekil 5.9'de +80°C'de ki çentik darbe test sonuç diyagramı verilmektedir.

Tablo 5.10. +80°C Çentik darbe test sonuçları

Numuneler	Çentik Darbe Testi (kJ/m <sup>2</sup> ) (+80°C)
Poliamid 66	5,08
Poliamid 66 - %5 Sepiyolit	8,91
Poliamid 66 - %10 Sepiyolit	9,86

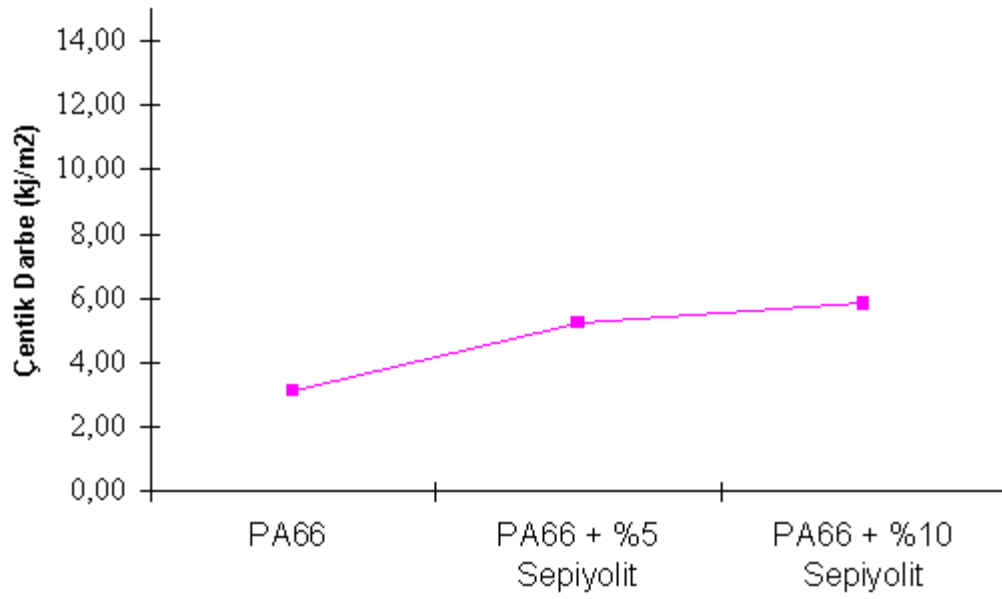


Şekil 5.9. +80°C Çentik darbe test sonuç diyagramı

Tablo 5.11’de  $-40^{\circ}\text{C}$ ’de ki çentik darbe test sonuçları verilmektedir. Şekil 5.10’da  $-40^{\circ}\text{C}$ ’de ki çentik darbe test sonuç diyagramı verilmektedir.

Tablo 5.11.  $-40^{\circ}\text{C}$  Çentik darbe test sonuçları

Numuneler	Çentik Darbe Testi ( $\text{kJ/m}^2$ ) ( $-40^{\circ}\text{C}$ )
Poliamid 66	3,11
Poliamid 66 - %5 Sepiyolit	5,24
Poliamid 66 - %10 Sepiyolit	5,83



Şekil 5.10.  $-40^{\circ}\text{C}$  Çentik darbe test sonuç diyagramı



<b>Çentik Darbe (kJ/m<sup>2</sup>)</b>	6,5	12,2	13,3	6,8	13	5,2	80
--	-----	------	------	-----	----	-----	----

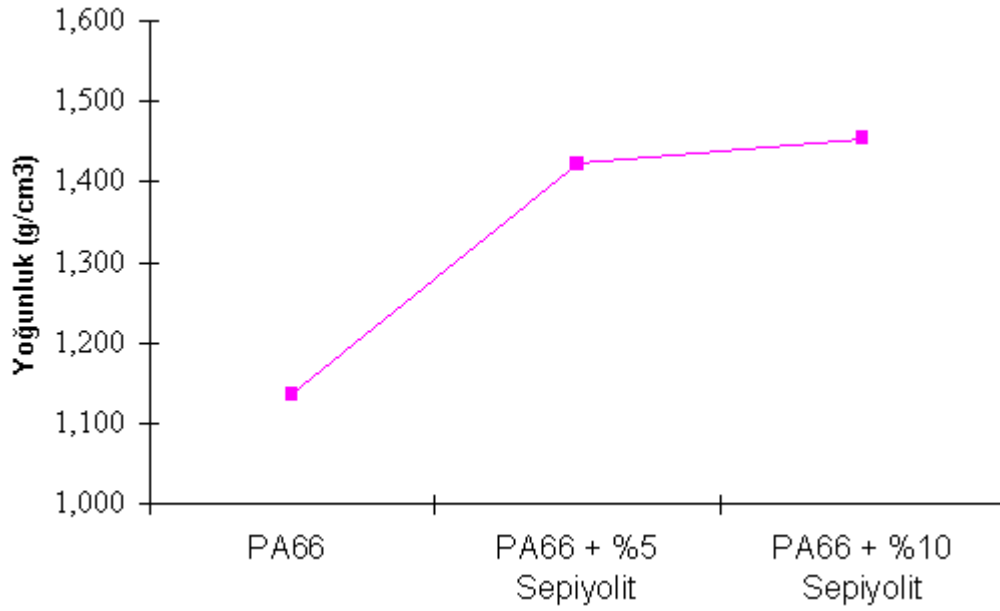
Tablo 5.13. PA 66, PA 66+%5 sepiyolit ve PA 66+%10 sepiyolit in çentik darbe testi sonucu elde edilen değerler ile Özdemir ve Singe ve arkadaşlarının test sonucu elde ettikleri çentik darbe değerleri

### 5.5. Yoğunluk Deneyi Sonuçları

Poliamid 66 içerisindeki sepiyolit oranı arttıkça malzemenin yoğunluğunun da arttığı görülmüştür. Tablo 5.14’de incelenen numunelerden alınan yoğunluk ölçüm sonuçları verilmektedir. Şekil 5.11’de yoğunluk ölçüm sonuç diyagramı verilmektedir.

Tablo 5.14. Yoğunluk ölçüm sonuçları

<b>Numuneler</b>	<b>Yoğunluk Testi (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Kompozit karışım oranına göre teorik olarak hesaplanan yoğunluk (g/cm<sup>3</sup>)</b>
Poliamid 66	1,14	
Poliamid 66 + %5 Sepiyolit	1,42	1,43
Poliamid 66 + %10 Sepiyolit	1,45	1,46



Şekil 5.11. Yoğunluk ölçüm sonuç diyagramı

Kompozit karışım oranına göre teorik olarak hesaplama;

$$\text{PA 66 + \%5 Sepiyolit} = (0,95 \times 1,4) + (0,05 \times 2) = 1,43$$

$$\text{PA 66 + \%10 Sepiyolit} = (0,90 \times 1,4) + (0,1 \times 2) = 1,46$$

Özdemir'in [4] yaptığı deneysel çalışmada, Poliamid 66 içerisine katılan cam elyafın mekanik özelliklere etkisinin deneysel incelemesi sonucunda cam elyaf takviyesinin Poliamid 66'nın yoğunluğunu artırdığı görülmektedir. Poliamid 66'nın yoğunluğu 1,138 g/cm<sup>3</sup>, %20 cam elyaf takviyeli poliamid 66'nın ise 1,45 g/cm<sup>3</sup> olduğu görülmektedir. Sepiyolit takviyesi ile cam elyaf takviyesinin Poliamid 66 ile kompoziti sonucunda yoğunluklarının aynı oranda arttığı görülmektedir.

Tablo 5.15'de PA 66, PA 66+%5 sepiyolit ve PA 66+%10 sepiyolit yoğunluk testi sonucu elde edilen değerler ile Özdemir'in [4] test sonucu elde ettiği yoğunluk test sonucu değerlerinin karşılaştırılması verilmektedir.

Tablo 5.15. PA 66, PA 66+%5 sepiyolit ve PA 66+%10 sepiyolit in yoğunluk testi sonucu elde edilen değerler ile Özdemir'in test sonucu elde ettiği yoğunluk test sonucu değerleri

	PA66	PA66-%5 Sepiyolit	PA66- %10 Sepiyolit	Özdemir PA66	Özdemir PA66 + %20 Cam elyaf
<b>Yoğunluk (g/cm<sup>3</sup>)</b>	1,14	1,42	1,45	1,14	1,45

### 5.6. Ergime Akış İndeksi Deneyi Sonuçları (EAI)

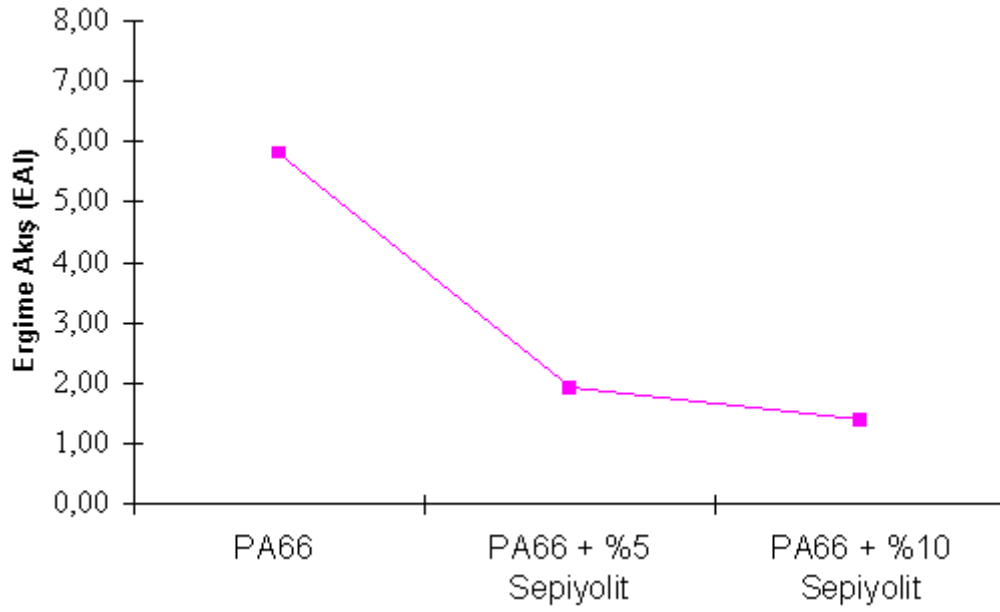
Poliamid 66 içerisindeki sepiyolit oranı arttıkça aynı sıcaklık ve ağırlıkta malzemenin akışkanlığının azaldığı görülmüştür. Sepiyolit ilaveli Poliamid 66 akışkanlığını arttırmak için sıcaklık 260°C'den 290°C'ye çıkarılmıştır.

Tablo 5.16 ve Tablo 5.17'de incelenen numunelerden alınan ergime akış hızları sırasıyla 260°C ve 290°C için verilmektedir. Şekil 5.12 ve 5.13'de incelenen numunelerden alınan ergime akış hızları test sonuç diyagramları sırasıyla 260°C ve 290°C için verilmektedir.

Tablo 5.16. 260 °C'de ergime akış hızı test sonuçları (260 °C-5kg)

<b>Numuneler</b>	<b>Ergime Akış İndeksi (gr/10dak)</b>
Poliamid 66	5,82
Poliamid 66 - %5 Sepiyolit	1,91
Poliamid 66 - %10 Sepiyolit	1,39

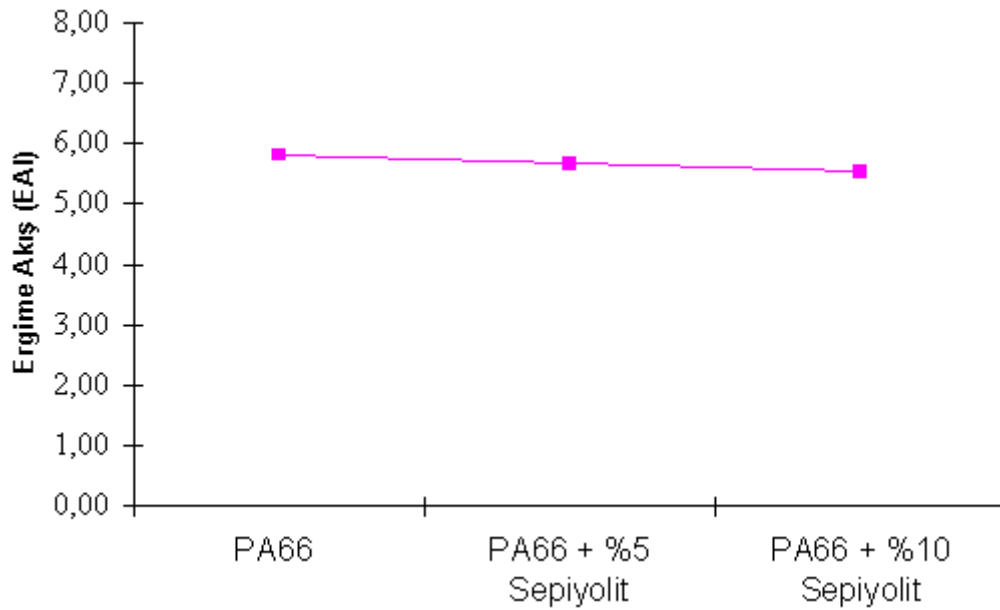




Şekil 5.12. 260 °C'de ergime akış hızı test sonuç diyagramı (260 °C-5kg)

Tablo 5.17. 290 °C'de ergime akış hızı test sonuçları (290 °C-5kg)

Numuneler	Ergime Akış İndeksi (gr/10dak)
Poliamid 66	5,82
Poliamid 66 - %5 Sepiyolit	5,67
Poliamid 66 - %10 Sepiyolit	5,53



Şekil 5.13. 290 °C’de ergime akış hızı test sonuç diyagramı (290 °C-5kg)

Tablo 5.18’da genel sonuçlar verilmektedir.

Tablo 5.16. Genel sonuçlar

PA 66- Sepiyolit Karışım	Çekme Mukavemeti (MPa) (23°C)	Çekme Mukavemeti (MPa) (+80°C)	Çekme Mukavemeti (MPa) (-40°C)	Uzama (%) (23°C)	Uzama (%) (+80°C)	Uzama (%) (-40°C)	Çentik Darbe (kJ/m <sup>2</sup> ) (23°C)	Çentik Darbe (kJ/m <sup>2</sup> ) (+80°C)	Çentik Darbe (kJ/m <sup>2</sup> ) (-40°C)	Serilik (ShoreD)	Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	Ergime Akış (g/10) (260 °C+5kg)	Ergime Akış (g/10) (290 °C+5kg)
PA 66	70,65	39,49	27,95	10,15	2,06	0,65	6,46	5,08	3,11	80	1,136	5,82	-
PA 66 + %5 Sepiyolit	85,82	58,36	43,21	1,66	1,86	0,88	12,19	8,91	5,24	85	1,423	1,91	5,67
PA 66 + %10 Sepiyolit	86,83	81,44	60,99	1,61	1,66	0,98	13,31	9,86	5,83	90	1,454	1,39	5,53

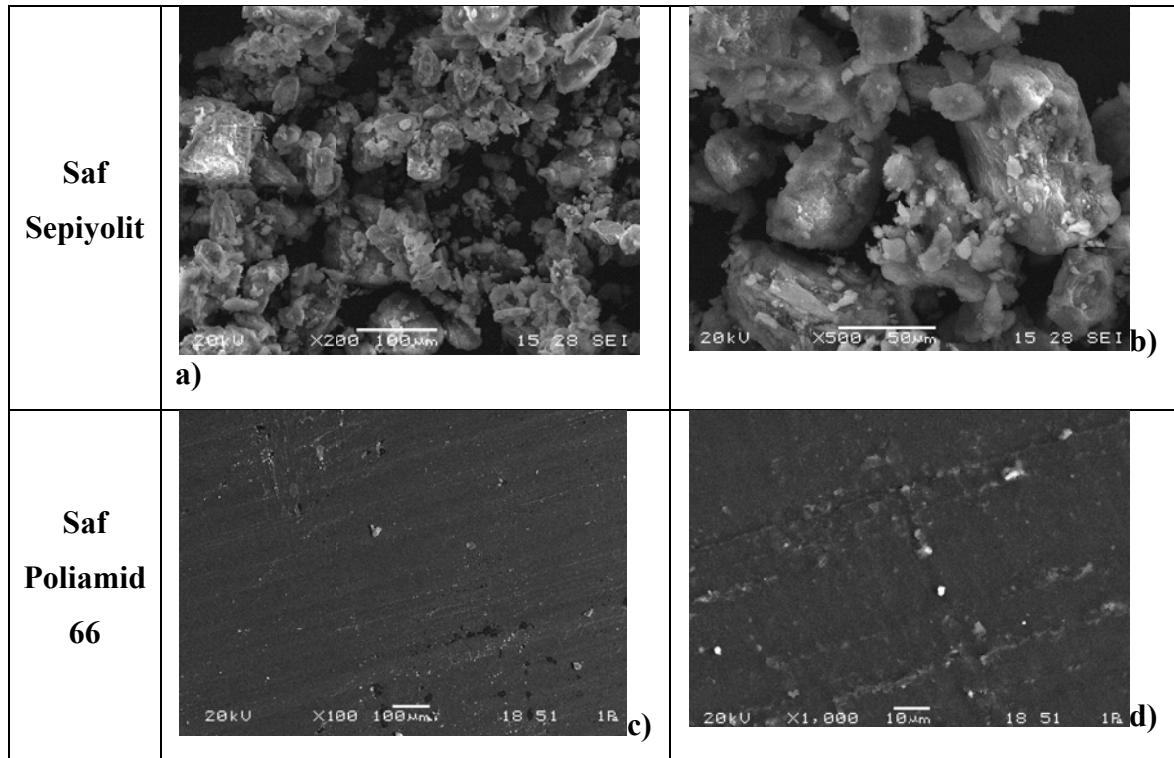
## 5.7. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM / EDS) Sonuçları

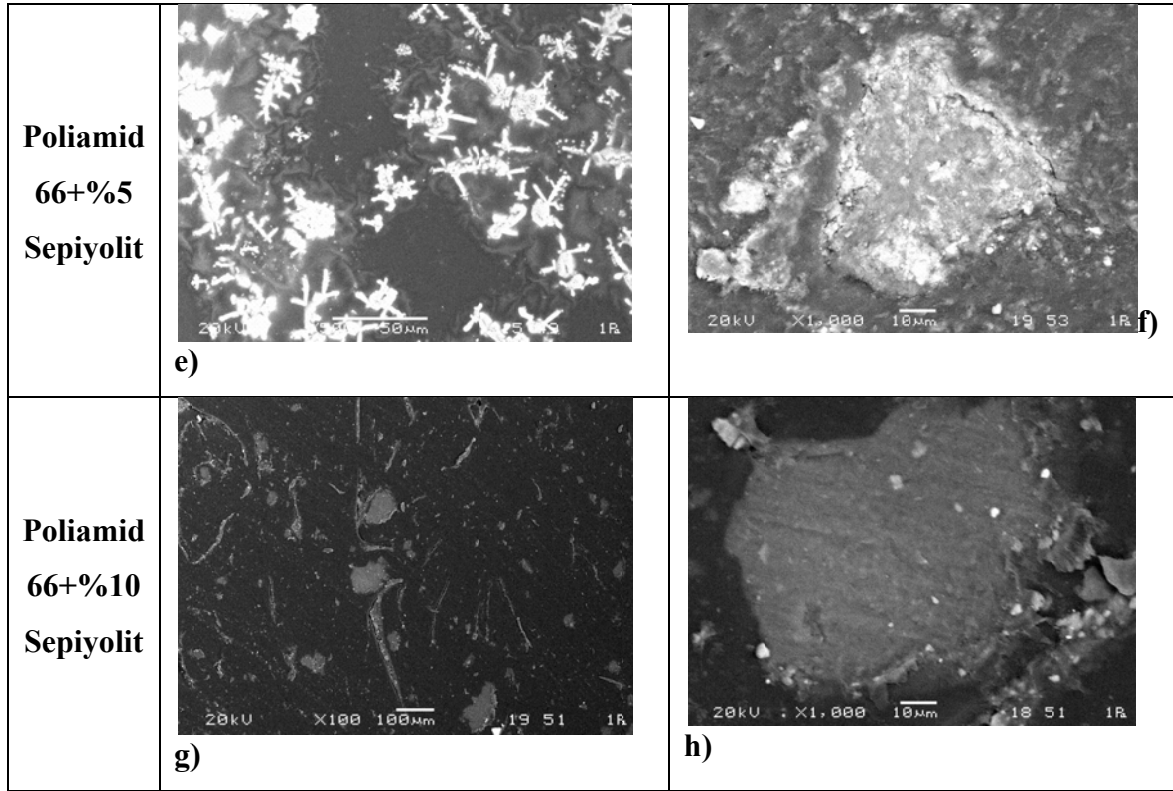
Ağırlıkça %5 ve %10 sepiyolit içeren PA 66 ve saf PA 66’nın mikroyapıları Şekil 5.14’de verilmektedir. Şekil 5.14. c ve d’de verilen saf PA 66’ya ait mikroyapı içerisinde herhangi bir takviye elemanı olmadığı SEM analizinden anlaşılmaktadır.

Şekil 5.14. e ve f’de %5 sepiyolit takviyeli Poliamid 66’nın SEM görüntüsünde yapı içerisindeki sepiyolit lifleri görülmektedir.

Şekil 5.14. e’de sepiyolit lif kümelerinin içerisine poliamid 66’nın iyi şekilde girdiği görülmektedir. Poliamid 66’nın içerisinde sepiyolit’in homojen bir şekilde dağılmış olduğu görülmektedir.

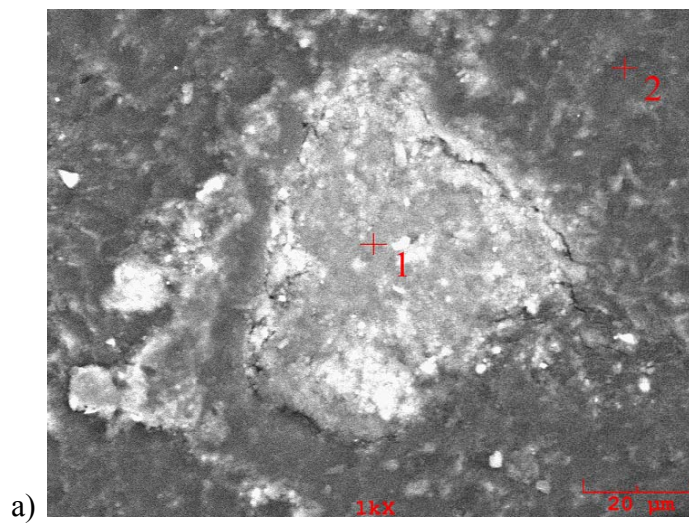
Şekil 5.14. g’de %10 sepiyolit takviyeli Poliamid 66’nın SEM görüntüsünde de matriks içerisindeki dağılımın homojen olduğu görülmektedir. Sepiyolit’in Poliamid 66 içerisinde iyi dağıldığı ve birbirleri ile mekanik bağ yaptığı gözlemlenmektedir. Arayüzeylerde de boşluk olmadığı görülmektedir. Sepiyolit miktarı arttıkça dağılım miktarı da artış göstermektedir. Yüksek büyütmeler Şekil 5.14. f ve h’de bazı bölgelerde sepiyolit’in matriks içerisinde aglomere olduğu görülmektedir. Şekil 5.14. a’da saf sepiyolit’in SEM görüntülerinde de sepiyolit’in lifsi yapıları görülmektedir.

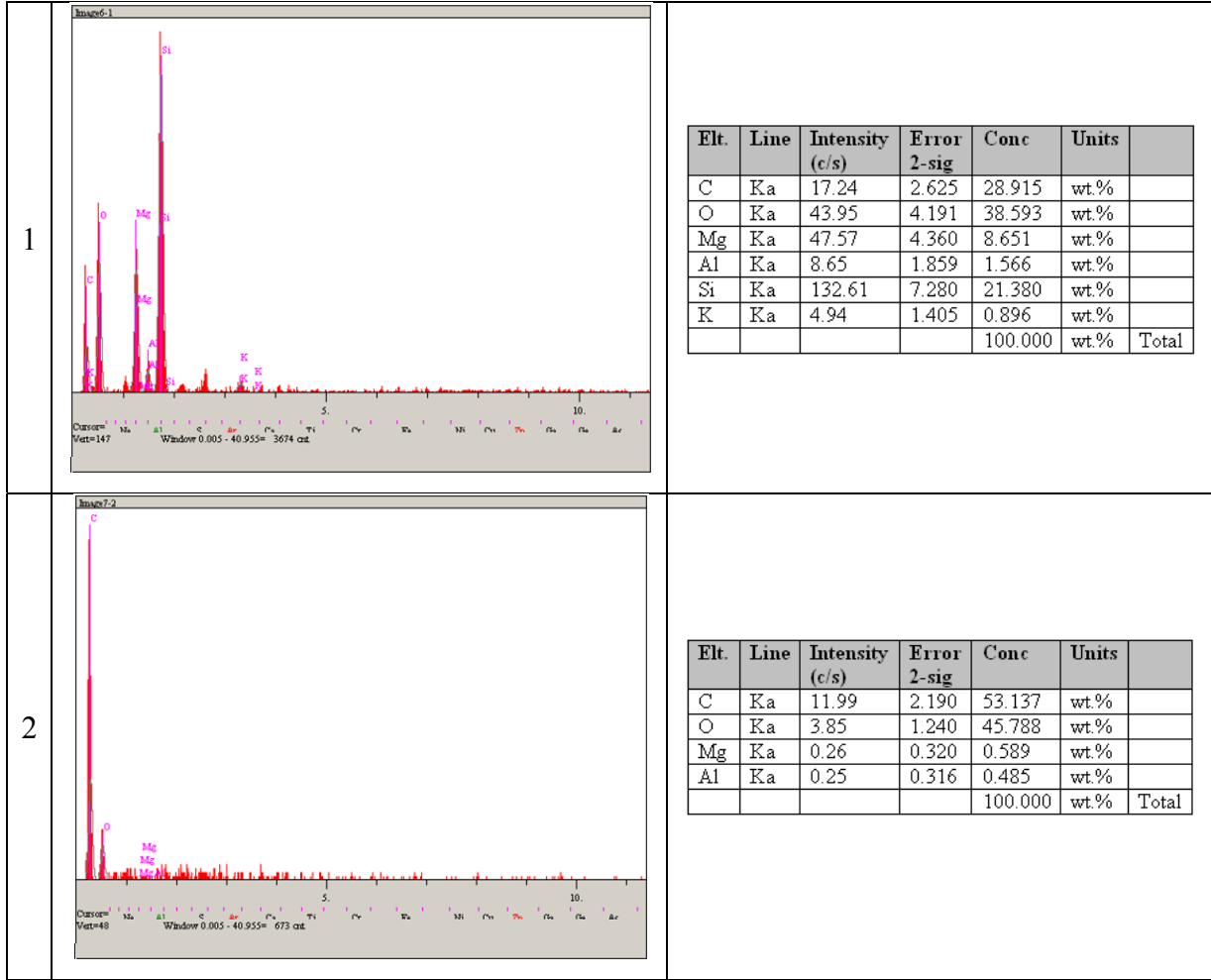




Şekil 5.14. Devamı

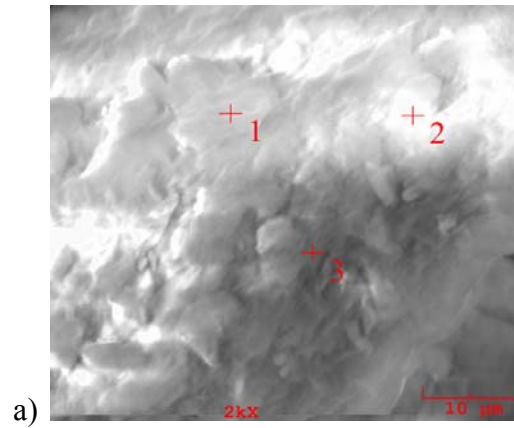
Şekil 5.15’de ağırlıkça %5 sepiyolit ilave edilmiş Poliamid 66’nın SEM fotoğrafı (a) ve EDS analizleri verilmektedir.





Şekil 5.15.b) EDS analizleri

Taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak yapılan mikro yapı analizleri esnasında mikroskobun enerji dağılım spektrumu (EDS) fonksiyonu kullanılarak numune üzerinden fazların kimyasal bileşimi tespit edilmiştir. SEM resminde açık renkte görülen bileşen dolgu/takviye maddesi olarak kullanılan sepiyolittir. Şekil 5.15'den alınan alınan EDS incelemesinden ağırlıkça element oranları incelendiğinde 1 noktasında aglomere olan sepiyolitin içerisindeki silisyum (ağ. %21,4) ve magnezyum (ağ. %8,7) fazlarının yoğun olduğu görülmektedir. Poliamid 66 içerisinde ilave edilen sepiyolitin bazı noktalarda aglomere olduğu anlaşılmaktadır. SEM resminde siyah bölgeler Poliamid 66'dır. EDS analizinde 2 noktasında ise Poliamid 66 fazlarının yoğun olduğu karbon (ağ. %53) ve oksijen fazlarından (ağ. %46) görülmektedir. Diğer elementler 2 nolu bölgeden algılanamamıştır.



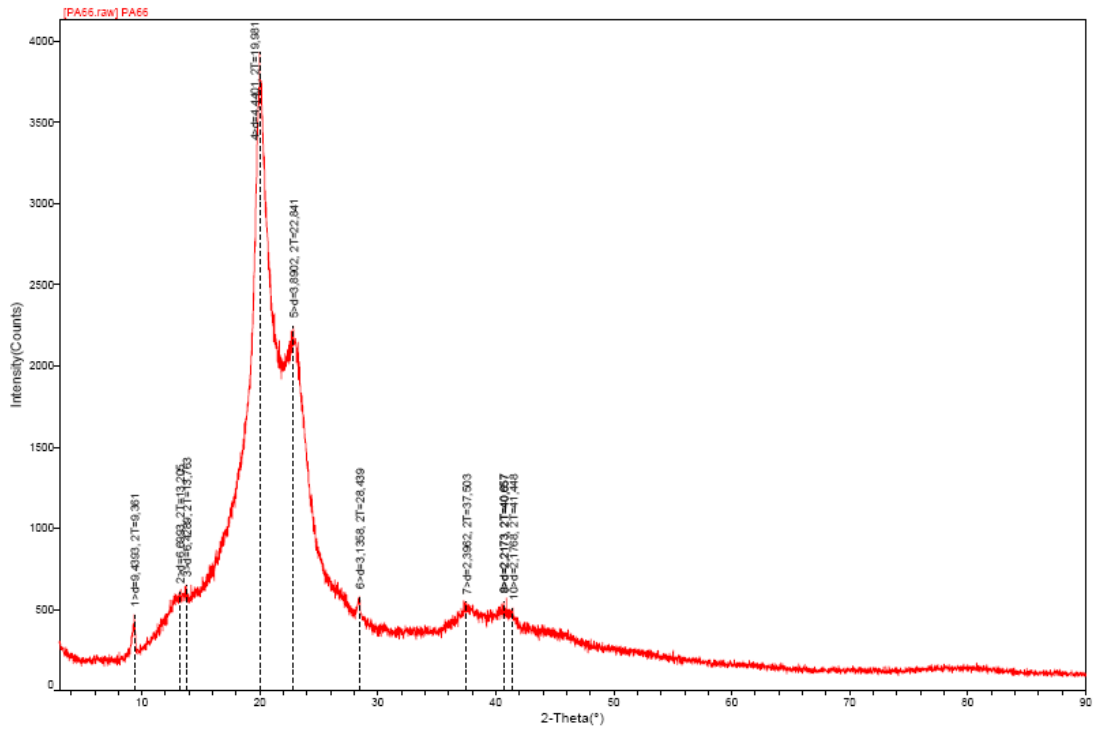
1	<p>Chart: Yset=398 Window 0.005 - 40.955 eV 7718 out</p>	<table border="1"> <thead> <tr> <th>El.</th> <th>Line</th> <th>Intensity (c/s)</th> <th>Error 2-sig</th> <th>Conc</th> <th>Units</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>O</td> <td>Ka</td> <td>114.48</td> <td>6.765</td> <td>43.083</td> <td>wt.%</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Mg</td> <td>Ka</td> <td>122.17</td> <td>6.988</td> <td>13.931</td> <td>wt.%</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Al</td> <td>Ka</td> <td>33.98</td> <td>3.686</td> <td>4.195</td> <td>wt.%</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Si</td> <td>Ka</td> <td>335.03</td> <td>11.573</td> <td>37.833</td> <td>wt.%</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Fe</td> <td>Ka</td> <td>4.21</td> <td>1.297</td> <td>0.958</td> <td>wt.%</td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td>100.000</td> <td>wt.%</td> <td>Total</td> </tr> </tbody> </table>	El.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units		O	Ka	114.48	6.765	43.083	wt.%		Mg	Ka	122.17	6.988	13.931	wt.%		Al	Ka	33.98	3.686	4.195	wt.%		Si	Ka	335.03	11.573	37.833	wt.%		Fe	Ka	4.21	1.297	0.958	wt.%						100.000	wt.%	Total														
El.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units																																																												
O	Ka	114.48	6.765	43.083	wt.%																																																												
Mg	Ka	122.17	6.988	13.931	wt.%																																																												
Al	Ka	33.98	3.686	4.195	wt.%																																																												
Si	Ka	335.03	11.573	37.833	wt.%																																																												
Fe	Ka	4.21	1.297	0.958	wt.%																																																												
				100.000	wt.%	Total																																																											
2	<p>Chart: Yset=156 Window 0.003 - 40.955 eV 3650 out</p>	<table border="1"> <thead> <tr> <th>El.</th> <th>Line</th> <th>Intensity (c/s)</th> <th>Error 2-sig</th> <th>Conc</th> <th>Units</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>C</td> <td>Ka</td> <td>0.00</td> <td>0.000</td> <td>0.000</td> <td>wt.%</td> <td></td> </tr> <tr> <td>O</td> <td>Ka</td> <td>46.19</td> <td>4.297</td> <td>38.269</td> <td>wt.%</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Mg</td> <td>Ka</td> <td>42.06</td> <td>4.101</td> <td>12.223</td> <td>wt.%</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Al</td> <td>Ka</td> <td>11.61</td> <td>2.154</td> <td>3.408</td> <td>wt.%</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Si</td> <td>Ka</td> <td>130.97</td> <td>7.236</td> <td>34.290</td> <td>wt.%</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Ca</td> <td>Ka</td> <td>2.34</td> <td>0.967</td> <td>0.647</td> <td>wt.%</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Fe</td> <td>Ka</td> <td>22.05</td> <td>2.969</td> <td>11.163</td> <td>wt.%</td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td>100.000</td> <td>wt.%</td> <td>Total</td> </tr> </tbody> </table>	El.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units		C	Ka	0.00	0.000	0.000	wt.%		O	Ka	46.19	4.297	38.269	wt.%		Mg	Ka	42.06	4.101	12.223	wt.%		Al	Ka	11.61	2.154	3.408	wt.%		Si	Ka	130.97	7.236	34.290	wt.%		Ca	Ka	2.34	0.967	0.647	wt.%		Fe	Ka	22.05	2.969	11.163	wt.%						100.000	wt.%	Total
El.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units																																																												
C	Ka	0.00	0.000	0.000	wt.%																																																												
O	Ka	46.19	4.297	38.269	wt.%																																																												
Mg	Ka	42.06	4.101	12.223	wt.%																																																												
Al	Ka	11.61	2.154	3.408	wt.%																																																												
Si	Ka	130.97	7.236	34.290	wt.%																																																												
Ca	Ka	2.34	0.967	0.647	wt.%																																																												
Fe	Ka	22.05	2.969	11.163	wt.%																																																												
				100.000	wt.%	Total																																																											
3	<p>Chart: Yset=404 Window 0.003 - 40.955 eV 9207 out</p>	<table border="1"> <thead> <tr> <th>El.</th> <th>Line</th> <th>Intensity (c/s)</th> <th>Error 2-sig</th> <th>Conc</th> <th>Units</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>O</td> <td>Ka</td> <td>154.88</td> <td>7.870</td> <td>47.168</td> <td>wt.%</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Mg</td> <td>Ka</td> <td>153.31</td> <td>7.830</td> <td>15.274</td> <td>wt.%</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Al</td> <td>Ka</td> <td>24.76</td> <td>3.147</td> <td>2.701</td> <td>wt.%</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Si</td> <td>Ka</td> <td>349.07</td> <td>11.816</td> <td>33.714</td> <td>wt.%</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Ca</td> <td>Ka</td> <td>3.90</td> <td>1.249</td> <td>0.411</td> <td>wt.%</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Fe</td> <td>Ka</td> <td>3.79</td> <td>1.232</td> <td>0.733</td> <td>wt.%</td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td>100.000</td> <td>wt.%</td> <td>Total</td> </tr> </tbody> </table>	El.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units		O	Ka	154.88	7.870	47.168	wt.%		Mg	Ka	153.31	7.830	15.274	wt.%		Al	Ka	24.76	3.147	2.701	wt.%		Si	Ka	349.07	11.816	33.714	wt.%		Ca	Ka	3.90	1.249	0.411	wt.%		Fe	Ka	3.79	1.232	0.733	wt.%						100.000	wt.%	Total							
El.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units																																																												
O	Ka	154.88	7.870	47.168	wt.%																																																												
Mg	Ka	153.31	7.830	15.274	wt.%																																																												
Al	Ka	24.76	3.147	2.701	wt.%																																																												
Si	Ka	349.07	11.816	33.714	wt.%																																																												
Ca	Ka	3.90	1.249	0.411	wt.%																																																												
Fe	Ka	3.79	1.232	0.733	wt.%																																																												
				100.000	wt.%	Total																																																											

Şekil 5.16. a) Saf sepiyolit SEM fotoğrafı b) EDS analizleri

Şekil 5.16 a’da görülen saf sepiyolit numunesinden alınan SEM-EDS incelemesinden Şekil 5.16 b’de verilen ağırlıkça element oranları incelendiğinde 1, 2 ve 3 noktalarında sepiyoliti oluşturan silisyum ve magnezyum fazları yoğun olarak görülmektedir.

### 5.8. X- Işınları Difraksiyon Analiz Sonuçları

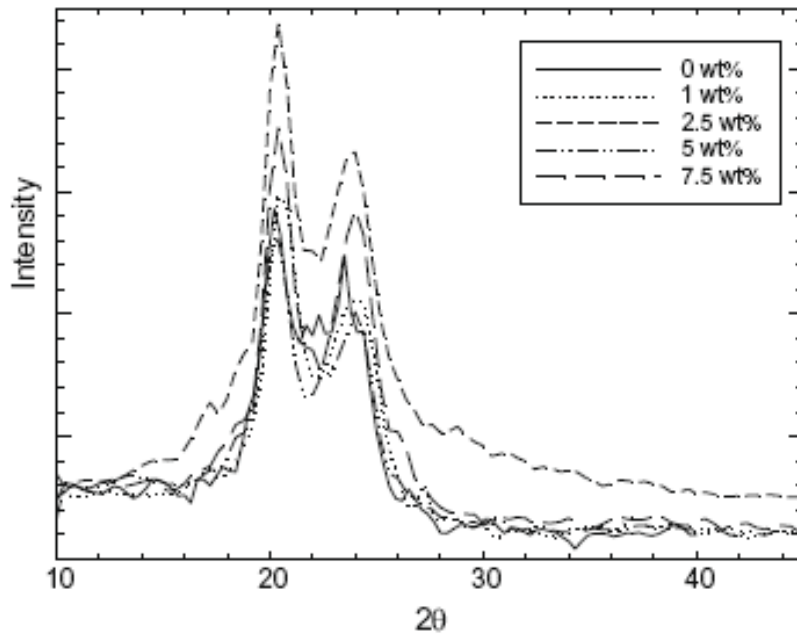
Poliamid 66, sepiyolit, ağırlıkça %5 ve %10 sepiyolit takviyeli poliamid 66 numunelerinin X-Ray analizleri alınarak mevcut olan bileşikler tespit edilmiştir. Şekil 5.17’de poliamid-66 X-ışınları analizi verilmektedir.



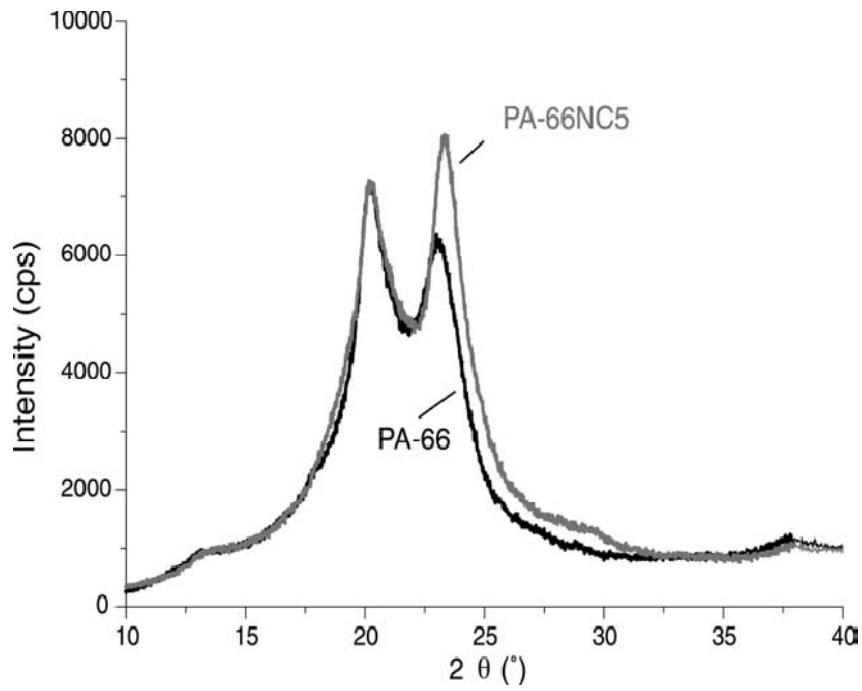
Şekil 5.17. Poliamid 66 X-ışınları analizi

Matriks malzemesi olarak kullanılan Poliamid 66 X-ışınları analizi sonucunda kristal düzlemleri arasındaki uzaklık (d) 4,44 Å tespit edilmiştir.

Şekil 5.18’de Cong ve arkadaşlarının [5], Şekil 5.19’da Li-Xin ve arkadaşlarının [9] PA 66 X-ışınları analiz çalışmaları verilmektedir.



Şekil 5.18. Cong ve arkadaşlarının Poliamid 66 X-ışınları analizi



Şekil 5.19. Li-Xin ve arkadaşlarının Poliamid 66 X-ışınları analizi



Cong ve arkadaşları [5], Poliamid 66'nın X-ışınları analizi sonucunda kristal düzlemleri arasındaki uzaklığı (d) 4,76 Å tespit etmişlerdir. Li-Xin ve arkadaşları [9] ise Poliamid 66'nın X-ışınları analizi sonucunda kristal düzlemleri arasındaki uzaklığı (d) 4,63 Å tespit etmişlerdir.

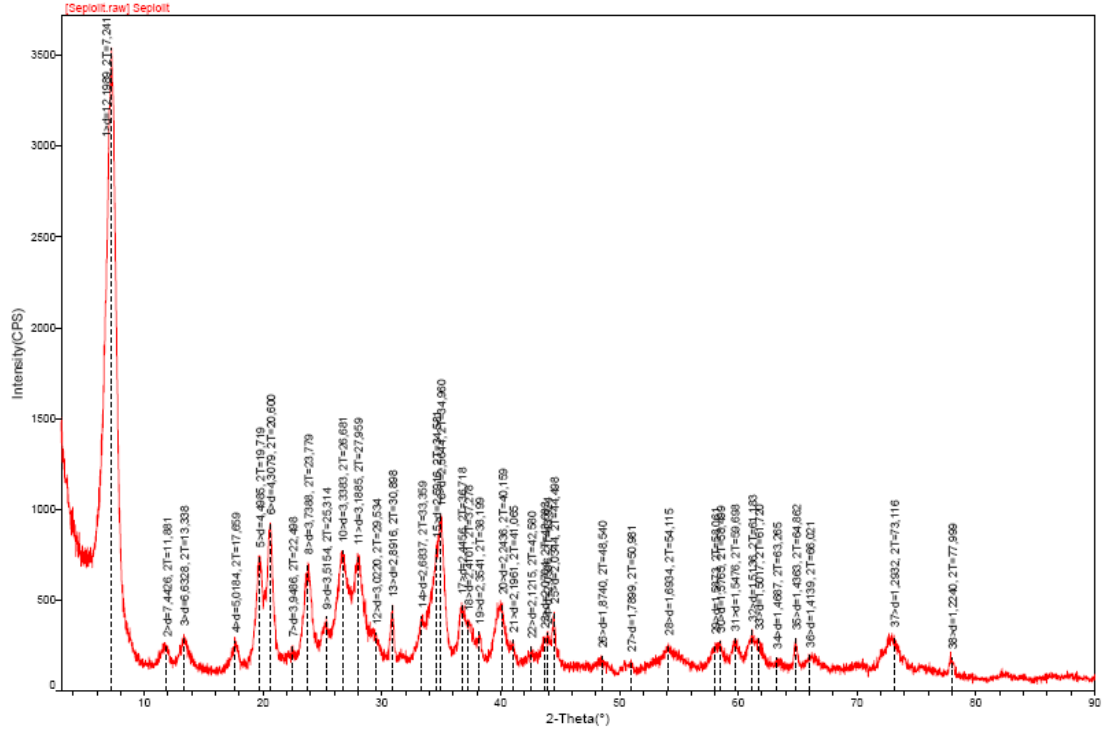
Matriks malzemesi olarak kullanılan Poliamid 66'nın X ışınları analizi sonucunda kristal düzlemleri arasındaki mesafenin, Cong ve arkadaşları ile Li-Xin ve arkadaşlarının buldukları kristal düzlemleri arasındaki mesafe ile yakın değerler olduğu görülmektedir.

Tablo 5.19'de deneylerde kullanılan matriks malzemesi PA 66 ile Cong ve arkadaşlarının [5] ve Li-Xin ve arkadaşlarının [9] PA 66'nın X-ışınları analizleri sonucunda kristal düzlemleri arasındaki uzaklık olan d mesafesinin karşılaştırılması verilmektedir.

Tablo 5.19. Deneylerde kullanılan matriks malzemesi PA 66 ile Cong ve arkadaşlarının ve Li-Xin ve arkadaşlarının PA 66'nın X-ışınları analizleri sonucunda kristal düzlemleri arasındaki uzaklıklar

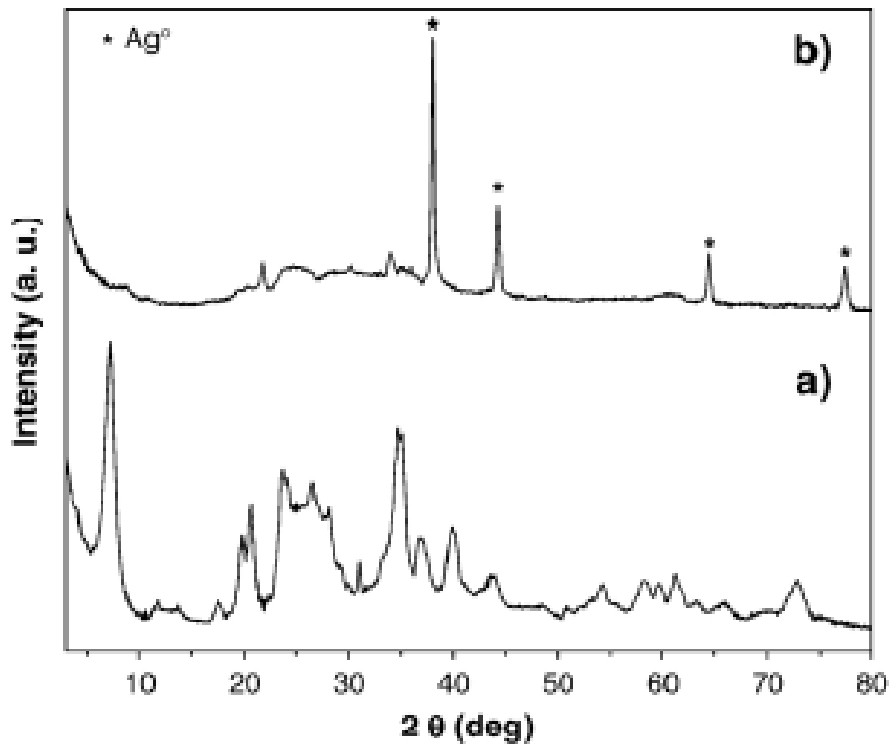
<b>X-RD Analizi kristal düzlemleri arasındaki uzaklık</b>	<b>Deneylerde kullanılan PA 66 matriks malzemesinin kristal düzlemleri arasındaki uzaklığı</b>	<b>Cong ve arkadaşlarının tespit ettikleri PA66'nın kristal düzlemleri arasındaki uzaklığı</b>	<b>Li-Xin ve arkadaşlarının tespit ettikleri PA66'nın kristal düzlemleri arasındaki uzaklığı</b>
(d mesafesi)	4,44 Å	4,76 Å	4,63 Å

Aşağıda şekil 5.20’de sepiyolit’in X-ışınları analizi verilmektedir.



Şekil 5.20. Sepiyolit X-ışınları analizi

Takviye olarak kullanılan sepiyolit tozunun X-ışınları analizi sonucunda kristal düzlemleri arasındaki uzaklık (d) 12,19 Å tespit edilmiştir.



Şekil 5.21. Sarıkaya ve arkadaşlarının sepiyolit X-ışınları analizi

Sarıkaya ve arkadaşları [55], sepiyolit'in X-ışınları analizi sonucunda kristal düzlemleri arasındaki uzaklığı ( $d$ ) 12,00 Å belirlemişlerdir.

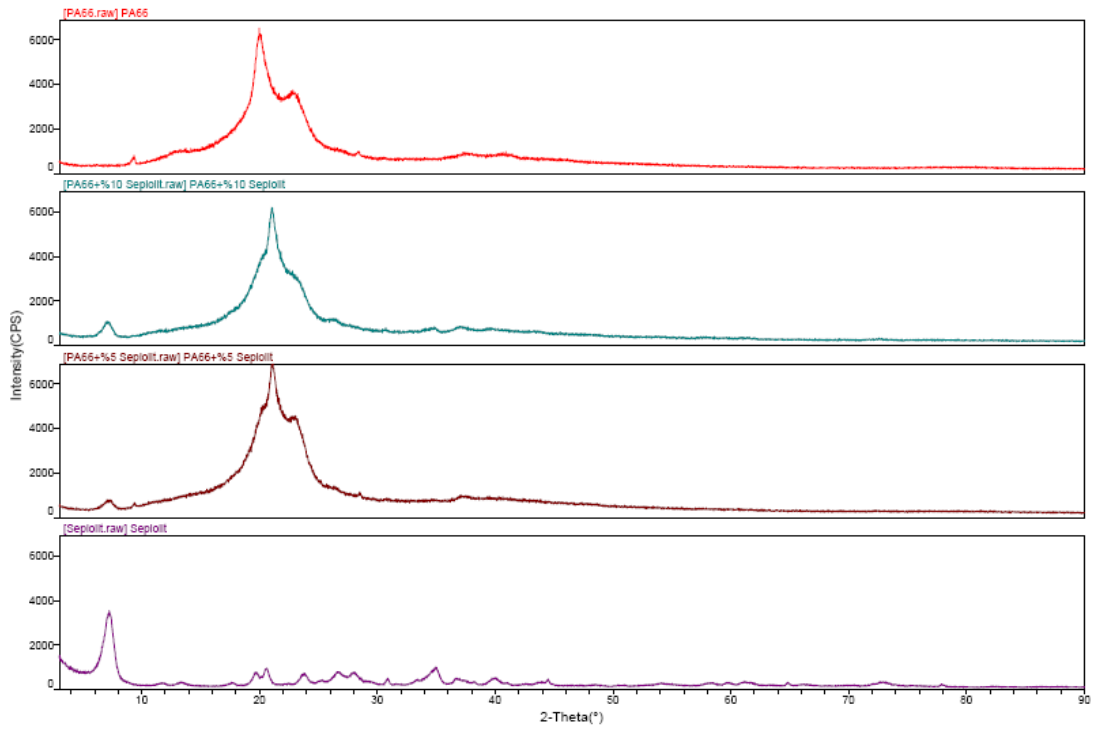
Takviye olarak kullanılan sepiyolit tozunun X ışınları analizi sonucunda kristal düzlemleri arasındaki mesafenin, Sarıkaya ve arkadaşlarının buldukları kristal düzlemleri arasındaki mesafe ile yakın değerler olduğu görülmüştür.

Tablo 5.20'de deneylerde dolgu/takviye olarak kullanılan sepiyolit ile Sarıkaya ve arkadaşlarının [55] sepiyolit'in X-ışınları analizleri sonucunda kristal düzlemleri arasındaki uzaklık olan  $d$  mesafesinin karşılaştırılması verilmektedir.

Tablo 5.20. Deneylerde dolgu/takviye olarak kullanılan sepiyolit ile Sarıkaya ve arkadaşlarının sepiyolit X-Işınları analizleri sonucunda kristal düzlemleri arasındaki uzaklıklar

X-RD Analizi kristal düzlemleri arasındaki uzaklık	Deneylerde dolgu/takviye olarak kullanılan sepiyolit kristal düzlemleri arasındaki uzaklığı	Sarıkaya ve arkadaşlarının tespit ettikleri sepiyolit kristal düzlemleri arasındaki uzaklığı
(d mesafesi)	12,19 Å	12,00 Å

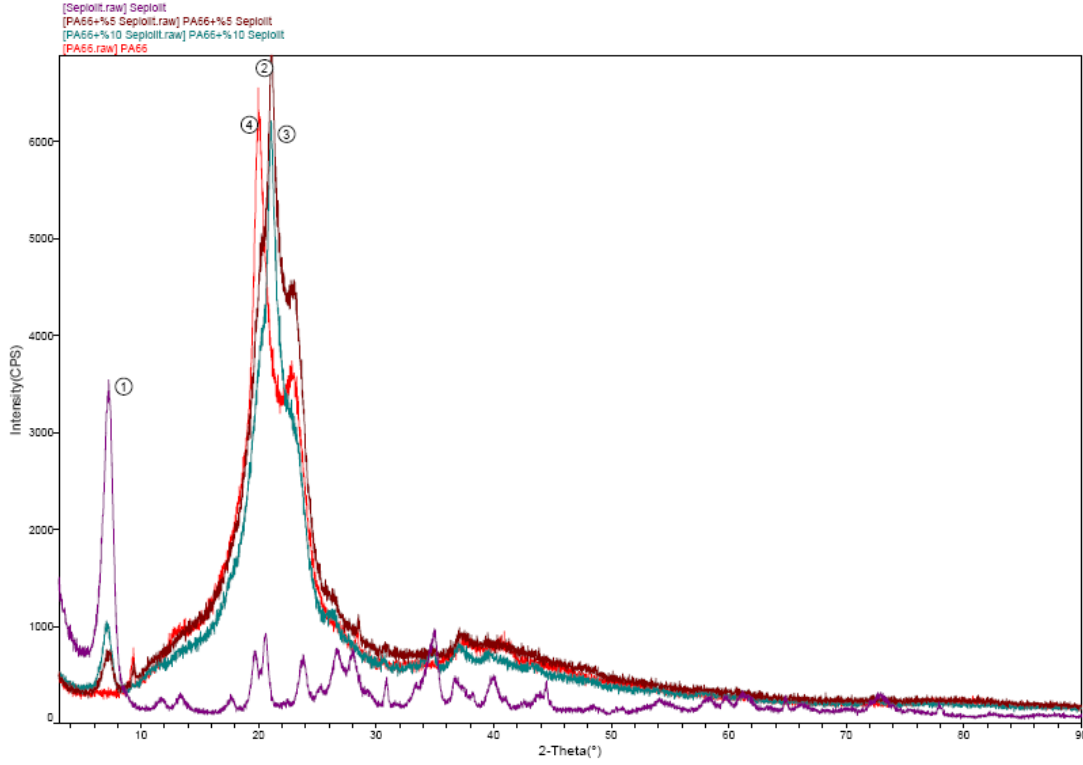
Aşağıda Şekil 5.22’de Poliamid 66, sepiyolit, %5 ve %10 sepiyolit takviyeli poliamid 66’nın X-ışınları sonuçları verilmektedir.



Şekil 5.22. Poliamid 66, sepiyolit, %5 ve %10 sepiyolit takviyeli poliamid 66’nın X-ışınları analizi

Şekil 5.22’de da görüleceği üzere sepiyolit miktarının artmasına bağlı olarak ikincil fazın miktarının arttığı görülmektedir.

Aşağıda Şekil 5.23’de Poliamid 66, sepiyolit, %5 ve %10 sepiyolit takviyeli poliamid 66’nın X-ışınları analizi üst üste konularak sepiyolit artışına bağlı olarak ikinci fazın miktarının arttığı daha açık görülmektedir.

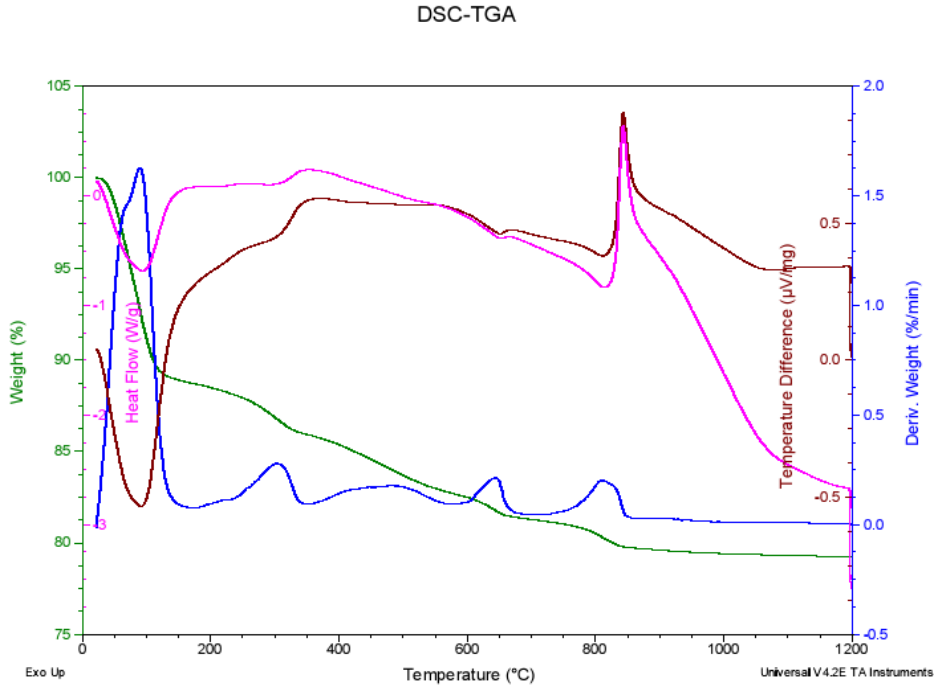


Şekil 5.23. Sepiyolit artışına bağlı olarak ikincil fazın artışının görünümü

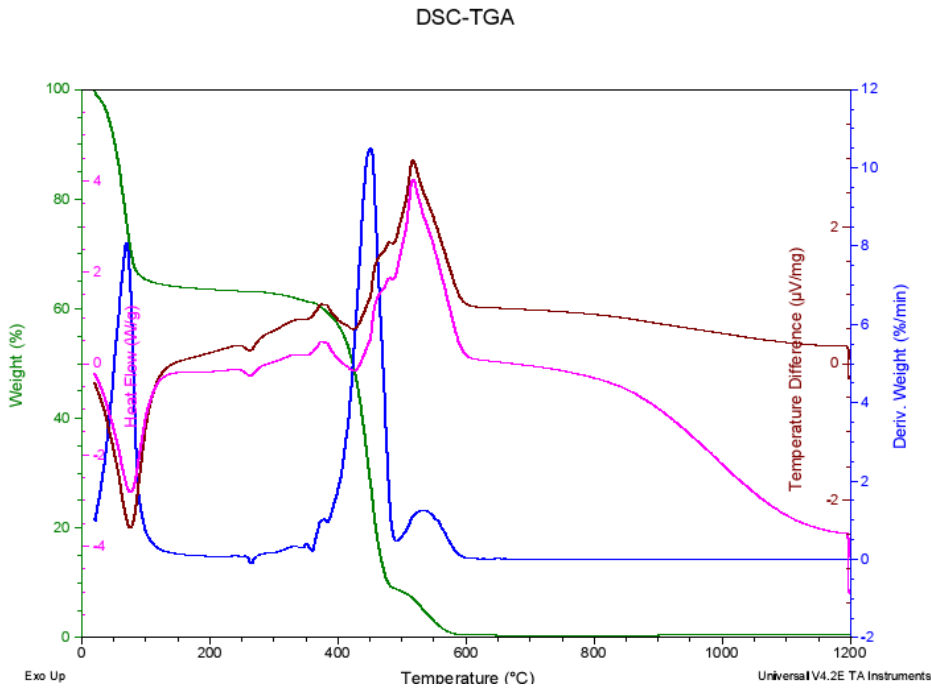
### 5.9. DSC ve TGA Analiz Sonuçları

Saf PA 66 ve saf sepiyolit’in DSC ve TGA analizleri yapılmıştır. TGA analizinde kontrollü bir hızla, uygun bir atmosferde ısıtılan saf PA 66 ve saf sepiyolit’in kütledeki değişimleri incelenmiştir.

Şekil 5.24’de Saf sepiyolit, Şekil 5.25’de saf PA 66’nın DSC ve TGA analizleri verilmektedir.



Şekil 5.24. Saf sepiyolit'in DSC ve TGA analizi



Şekil 5.25. Saf poliamid 66'nın DSC ve TGA analizi

Şekil 5.24'de sepiyolit'in DSC analizinde sepiyolit'in yapısında bulunan  $8\text{H}_2\text{O}$ 'nun  $120^\circ\text{C}$ 'de,  $(\text{OH})_2$ 'nin  $240^\circ\text{C}$ 'de, kalan  $(\text{OH})_2$ 'nin ise  $450^\circ\text{C}$ 'de uçtuğu görülmektedir. Çalışmada dolgu malzemesi olarak kullanılan sepiyolit mineralinde

hidroskopik su ve zeolitik suyun yapı kanallarını boşaltması 450°C civarında %15'lik kütle kaybı ile tamamlanmaktadır. Sepiolit yapı içerisinde bulunan bağlı su, yapıyı iki basamakta terk ettiği görülmektedir. TGA analizi ile, bağlı suyun ilk yarısının yapıyı 120°C'de ikinci yarısının ise 250°C - 450°C sıcaklık aralığında terkettiği görülmektedir. Bağlı suyun bir kısmının minerali terketmesi ile sepiolit yapıda yeni düzenlemeler oluşmaktadır. Bu düzenlemeler kristal yapıda oluşmakta ve yapı kanallarında değişiklikler yapmamaktadır. Yapıda kalan bağlı suyun koparılması ve kristal yapı içerisindeki küçük gözeneklerden kanal boşluklarına taşınarak mineralden uzaklaştırılması zorlaşmaktadır. Literatürde mevcut bir çalışmada [55], bağlı suyun tamamının 750 °C sıcaklığa kadar minerali terk ettiği rapor edilmektedir. TGA analizinde 450°C sıcaklık civarında yüzde kütle kaybı yaklaşık sabit kalarak (TGA eğrisinde gözlenen ufak bir düzlük bölgesinden sonra), bağlı suyun geri kalan kısmının yapıyı yeniden terk etmeye başlaması ile yine değişim göstermeye başlamaktadır. Yaklaşık %4'lük ilave kütle kaybı ile bağlı suyun yapıyı terk etmesi 850°C sıcaklığa kadar devam etmektedir. Hidroksil suyunun minerali terk etmesi son olarak yaklaşık %1 kütle kaybı ile 900°C sıcaklıkta tamamlanmaktadır. Bağlı suyun ikinci bölümünün ve hidroksil suyunun uzaklaştırılması TGA eğrisinde yayvan bir eğri ile gözlenmektedir. 900°C son sıcaklıkta numunelerde ilave kütle kaybı gözlenmemektedir. Sepiyolit 1200°C'de lifsi yapısını kaybeder. Bu sıcaklıkta liflerde sinterleme başlar. 1450°C sıcaklıkta sepiyolitte yapısal değişiklikler elde edilir ve sepiyolitte erime olur.

Şekil 5.25'de poliamid 66 TGA analizinde malzeme içerisindeki nemin uzaklaştırılması 80°C civarında %35 kütle kaybı ile meydana geldiği görülmektedir.

## BÖLÜM 6. GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER

### 6.1. Genel Sonuçlar

1. Enjeksiyon kalıplama ile üretilen numuneler incelendiğinde Poliamid 66 içerisine belirli oranlarda katılan sepiyolit tozu malzemenin çekme mukavemetini artırmıştır. Klimatize ortamlarda bekletilip (+80°C, -40°C) yapılan çekme sonuçlarında da görülmüştür ki sepiyolit tozu bu sıcaklıklarda da malzemenin çekme mukavemetini artırmıştır. 23°C'de ki Saf PA 66'nın çekme mukavemeti 70,65 MPa iken, %5 sepiyolit takviyeli PA 66'nın çekme mukavemeti 85,82 MPa, %10 sepiyolit takviyeli PA66'nın çekme mukavemeti ise 86,83 MPa olmuştur. +80°C'de ki Saf PA 66'nın çekme mukavemeti 39,49 MPa iken, %5 sepiyolit takviyeli PA 66'nın çekme mukavemeti 58,36 MPa, %10 sepiyolit takviyeli PA66'nın çekme mukavemeti 81,44 MPa olmuştur. -40°C'de ki Saf PA 66'nın çekme mukavemeti 27,95 MPa iken, %5 sepiyolit takviyeli PA 66'nın çekme mukavemeti 43,21 MPa, %10 sepiyolit takviyeli PA66'nın çekme mukavemeti 60,99 MPa olmuştur.

Sepiyolit takviyeli Poliamid 66'nın SEM görüntüsünde sepiyolit lif kümelerinin içerisine poliamid 66'nın iyi şekilde girdiği ve matris içerisindeki dağılımın homojen olduğu görülmektedir. Sepiyolit'in Poliamid 66 içerisinde iyi dağıldığı ve birbirleri ile mekanik bağ yaptığı gözlemlenmektedir. Sepiyolit takviyeli Poliamid 66'nın SEM görüntüsünde yapı içerisinde keskin bir geçiş olmadığı ve arayüzeylerde de boşluk olmadığı görülmektedir. Sepiyolit'in matris tarafından iyi ıslatıldığı, temas yüzeylerinde boşluklar oluşmadığı, matris ile sepiyolit'in temas yüzeyinde kimyasal reaksiyonun olmadığı anlaşılmaktadır. Bu nedenlerden dolayı temas yüzeyindeki bağların kuvvetli olduğu ve sepiyolit takviyesi ile Poliamid 66'nın mukavemetinin arttığı görülmektedir.



2. Poliamid 66 içerisine katılan sepiyolit tozu malzemenin sertliğini artırmıştır. Saf PA 66'nın sertliği 80 shore iken, %5 sepiyolit takviyeli PA 66'nın sertliği 85 shore, %10 sepiyolit takviyeli PA66'nın sertliği 90 shore olmuştur.

Sepiyolit takviyeli Poliamid 66'nın SEM görüntüsündende anlaşıldığı gibi sepiyolit'in iyi bağlayıcı özelliği, matriks içerisindeki homojen dağılımı, temas yüzeylerinde boşluklar oluşmadan temas yüzeyindeki bağların kuvvetli olması nedeni ile sepiyolit takviyesi Poliamid 66'nın sertliğini artırmıştır.

3. Poliamid 66 içerisine katılan sepiyolit tozu malzemenin yanma direncini artırmıştır. Saf PA 66'da 10 mm giden yanma mesafesi, %5 sepiyolit takviyeli PA 66'da 2 mm'ye, %10 sepiyolit takviyeli PA 66'da 1 mm mesafe yol almıştır.

Sepiyolit, DSC analizinde de görüldüğü gibi yüksek ergime sıcaklığına sahip ve yüksek sıcaklıklarda kararlı yapıya sahip bir mineraldir. Bu nedenden dolayı sepiyolit takviyesi poliamid 66'yı yanmaya karşı daha dirençli hale getirmektedir.

4. Poliamid 66 içerisine katılan sepiyolit tozu malzemenin çentik darbe direncini artırmıştır. Klimatize oratamlarda bekletilip (+80°C, -40°C) yapılan çentik darbe test sonuçlarında da görülmüştür ki sepiyolit tozu bu sıcaklıklarda da malzemenin darbe direncini artırmıştır. 23°C'de ki testlerde Saf PA 66'nın darbe direnci 6,46 kJ/m<sup>2</sup> iken, %5 sepiyolit takviyeli PA 66'nın darbe direnci 12,19 kJ/m<sup>2</sup>, %10 sepiyolit takviyeli PA66'nın darbe direnci 13,31 kJ/m<sup>2</sup> olmuştur. +80°C'de ki testlerde Saf PA 66'nın darbe direnci 5,08 kJ/m<sup>2</sup> iken, %5 sepiyolit takviyeli PA 66'nın darbe direnci 8,91 kJ/m<sup>2</sup>, %10 sepiyolit takviyeli PA66'nın darbe direnci 9,86 kJ/m<sup>2</sup> olmuştur. -40°C'de ki testlerde Saf PA 66'nın darbe direnci 3,11 kJ/m<sup>2</sup> iken, %5 sepiyolit takviyeli PA 66'nın darbe direnci 5,24 kJ/m<sup>2</sup>, %10 sepiyolit takviyeli PA66'nın darbe direnci 5,83 kJ/m<sup>2</sup> olmuştur.

Sepiyolit'in Poliamid 66 içerisinde homojen dağılması ve birbirleri ile mekanik bağ yapması, yapı içerisinde keskin bir geçiş olmaması ve arayüzeylerde de boşluk olmaması nedeni ile sepiyolit ilavesi poliamid 66'nın darbe direncini artırmıştır.

5. Poliamid 66 içerisine katılan sepiyolit tozu malzemenin yoğunluğunu artırmıştır. Saf PA 66'nin yoğunluğu  $1,136 \text{ g/cm}^3$  iken, %5 sepiyolit takviyeli PA 66'nin yoğunluğu  $1,423 \text{ g/cm}^3$ , %10 sepiyolit takviyeli PA66'nin yoğunluğu  $1,454 \text{ g/cm}^3$  olmuştur.

6. Poliamid 66 içerisine katılan sepiyolit tozu malzemenin ergime akış indeksini düşürmüştür. Sepiyolit ilaveli Poliamid 66 için sıcaklık yükseltilerek akışkanlık değeri artırılmıştır.  $260^\circ\text{C}$ -5kg için Saf PA 66'nin ergime akış indisi  $5,82 \text{ g/10dk}$ . iken,  $290^\circ\text{C}$ -5kg için %5 sepiyolit takviyeli PA 66'nin ergime akış indisi  $5,67 \text{ g/10dk}$ , %10 sepiyolit takviyeli PA66'nin ergime akış indisi  $5,53 \text{ g/10dk}$ . olmuştur.

Sepiyolit, DSC analizinde de görüldüğü gibi yüksek ergime sıcaklığına ve yüksek ısı aktivasyon sıcaklığına sahiptir. Sepiyolit takviyeli poliamid 66'nin ekstruder ve enjeksiyon içerisindeki akışkanlığını artırmak için saf poliamid 66'ya nazaran daha yüksek sıcaklıklara ihtiyaç olduğu görülmüştür.

7. SEM analizinde saf PA 66'ya ait mikroyapı içerisinde herhangi bir takviye elemanı olmadığı görülmüştür. Saf PA 66 ortalama tane boyutu  $10 \mu\text{m}$ 'dir. Saf sepiyolit SEM incelemesinde  $50 \mu\text{m}$  tane boyutunda fibersel sepiyolit görülmüştür. Sepiyolit takviyeli PA 66 SEM incelemesinde aglomere sepiyolit grupları da görülmüştür. Ara yüzeyde boşluk olmadığı ve malzemenin matriks tarafından iyi tutulduğu tespit edilmiştir. Poliamid 66'nin sepiyolit lifleri içerisine iyi dağıldığı ve birbirleri ile mekanik bağ yaptığı gözlemlenmiştir.

8. EDS analizinde sepiyolit tanelerinden ve matriksten alınan analiz sonuçları kompozitin sepiyolit ve PA 66'dan meydana geldiğini göstermektedir.

9. X-RD analizinde PA 66 ve sepiyolit mevcut olan bileşikler tespit edilmiştir. Sepiyolit miktarının artışına bağlı olarak ikincil fazın miktarının arttığı görülmüştür. Poliamid 66 X-ışınları analizi sonucunda kristal düzlemleri arasındaki uzaklık (d)  $4,44$ , sepiyolit X-ışınları analizi sonucunda kristal düzlemleri arasındaki uzaklık (d)  $12,19$  tespit edilmiştir.

## 6.2. Öneriler

1. Enjeksiyon parametrelerinin sepiyolit takviyeli Poliamid 66 kompozitinin mekanik özelliklerine etkisi araştırılabilir.
2. Mal alma geri basıncın (arka basınç) sepiyolit takviyeli PA66 kompozit özelliklerine etkisi araştırılabilir.
3. Enjeksiyon hızı ve enjeksiyon basıncının sepiyolit takviyeli PA66 kompozit özelliklerine etkisi araştırılabilir.
4. Mal alma hızının sepiyolit takviyeli PA66 kompozit özelliklerine etkisi araştırılabilir.
5. Yolluk sıcaklığı ve soğuma süresinin sepiyolit takviyeli PA66 kompozit özelliklerine etkisi araştırılabilir.
6. Kalıp koruma basıncı ve kalıp koruma zamanının sepiyolit takviyeli PA66 kompozit özelliklerine etkisi araştırılabilir.

## KAYNAKLAR

- [1] AKOVALI, G., “Polimerik İleri Malzemeler”, Metalurji Mühendisleri Odası Yayını, cilt 20, s.32, 1996.
- [2] SAVASÇI, Ö.T., UYANIK, N., AKOVALI, G., “Ana Hatları ile Plastikler ve Plastik Teknolojisi”, Çantay Kitabevi, İstanbul, s.17, 1998.
- [3] SILVA, E.F., SOARES, B.G., “Polyethylene/polyamide-66 Blends containing mercapto-modified EVA”, Journal of Applied Polymer Science, 60, 1687-1694, 1996.
- [4] ÖZDEMİR, E., “Polipropilen (PP) ve Naylon 66 (PA66) Plastiklerine Katılan Cam Elyafın Mekanik Özelliklere Etkisinin Deneysel İncelenmesi” Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Ankara, s.28, 2001.
- [5] CONG, P., XIANG, F., LIU, X., Li, T., “Morphology and microstructure of polyamide66 wear debris and transfer film: In relation to wear mechanisms”, Wear 265, 1100– 1105, 2008.
- [6] SENTHILVELAN, S., GNANAMOORTHY, R., “Damping characteristics of unreinforced, glass and carbon fiber reinforced nylon 6/6 spur gears”, Polymer Testing, 25:56-62 , s.19, 2006.
- [7] RAJESHBIJWE, J., TEWARI, U., “Abrasive wear performance of various polyamides”, Wear 252, 769–776, 2002.
- [8] SRINATH, R., “Sliding wear performance of polyamide 66–clay nanocomposites in water”, Composites Science and Technology 67, 399–405, 2007.
- [9] LI-XIN, Z., LI-YUN, Z., SHU-GUO, Z., “Tribological performance of nano- $Al_2O_3$  reinforced polyamide 66 composites”, Materials Letters 60, 2590–2593, 2006.
- [10] AKKURT, S., “Plastik Malzeme Bilgisi”, Birsen Yayınevi, İstanbul , 55-61, 1991.
- [11] ŞAHİN, Y., “Kompozit Malzemelere Giriş”, Gazi Üniversitesi Yayını, Ankara, s.41, 2000.

- [12] BRLY, A. W., HEATH, R.J., SCOTT, M.J., “Plastic Materials Properties and Application” 1st. Edition, John Wiley, 1988.
- [13] SINGLETON, C. A., BAILLIE, P.W.R., BEAUMONT, T.Peijs., “On The Mechanical Properties, Deformation and Fracture of a Natural Fibre/Recycled Polymer Composite”, Part B 34, 519-526, 2003.
- [14] FRANKLIN, S. E., “Wear experiments with selected engineering polymers and polymer composites under dry reciprocating sliding conditions”, Wear 251, 1591–1598, 2001.
- [15] OLCAY Y., AKYOL M., GEMCİ, R., “Polimer Esaslı Lif Takviyeli Kompozit Malzemelerin arabirim Mukvemeti Üzerine Farklı Kür Metodlarının Etkisinin İncelenmesi”, Uludağ Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi, Cilt 7, Sayı 1, 2002.
- [16] GHOSH, T., GRMELA, M., CARREAU, P.J., “Rheology of Fiber Filled Thermoplastics”, Polymer Composites, Wear 16, 144-153, 1995.
- [17] ALVAREZ, A., “Sepiolite: properties and uses in Palygorskite and Sepiolite Occurrence, Genesis and Uses”, Developments in Sedimentology, 37, Elsevier, Amsterdam, 253-287, 1984.
- [18] SABAH, E., ÇELİK, M. S., “Sepiyolit oluşumu, özellikleri, kullanım alanları”, İnci Ofset, Afyon, s.23, 1998.
- [19] ALVAREZ, A., “Sepiolite Properties and Uses, In: A.Singer and E. Galan, eds. Palygorskite-Sepiolite. Occurrences, Genesis and Uses” Developments in Sedimentology 37, 253-287, 1984.
- [20] ARIK, H., KADİR, S., ve SARITAŞ, S., “Kahverengi Sepiyolitinin Sıcaklığa Bağlı Olarak Dönüşümlerinin ve Refrakterlik Özelliğinin Araştırılması”, Kasım, cilt 11, s.19, 1996.
- [21] BRAUNER, K., and PREISINGER, A., “Struktur und Entstehung des Sepioliths”, Tschermaks Miner. Petrog. Mitt., 6, 120-140, 1956.
- [22] CABELLO, J.A., CAMPELO, J.M., GARCIA, A., LUNA, D., MARINAS, J.M., “Liquid Phase Hydrogenation of 1 Alkenes over  $\text{Rh}/\text{AlPO}_4$  and  $\text{Rh}/\text{Sepiolite}$  Catalysts”, J. Molecular Catalysis., 249-256, 1993.
- [23] DELLACAILLENE, J., FRIPAT, J., “Al Modified Sepiolite as Catalyst or Catalyst Support”, Catalysis Today, 14, 125-140, 1992.
- [24] FUJIWARA, I., SATO, M., “Adsorption of Water Vapor on Sepiolite for Chemical Heat Pumps”, J. Chem. Eng. Japon, 25, 609-610, 1992.
- [25] SARIKAYA, Y., “Effect of Outgassing Temperature on Surface Area of Sepiolite”, Communications, 27, 45-49, 1981.

- [26] SARIKAYA, Y., BİÇER, N., BİÇER, C., CEYLAN, H., BOZDOĞAN, T., “Isıl Aktivasyonun Dolamitli Bir Sepiolitin Adsorblama Özellikleri Üzerine Etkileri”, Ulusal Kil Sempozyumu, Ankara, 221-227, 1985.
- [27] SUGIURA, M., HAYASHI, H., SUZUKI, T., “Adsorption of Ammonia by Sepiolite in Ambient Air”, Clay Sa. , 8, 87-100, 1981
- [28] YENİYOL, M., “Vein-like Sepiolite Occurrence as a Replacement of Magnesite in Konya, Turkey”, Clay and Clay Mm., 34,353-356, 1986.
- [29] CAILLERE, S., “Sepiolite. In: G.W. Brindley, x- Ray Identification and Structures of Clay Minerals”, Mineral Society, London, 224-233, 1951.
- [30] İRKEÇ, T., “Sepiyolitin Kullanım Alanları ve MTA-GIRIN Ortak Araştırma Projesinin Sonuçları”, MTA Doğal Kaynaklar ve Ekonomi Bülteni, Cilt 13, sayı 5-6, 32-37, 1993.
- [31] KARA, M., GÜNAY, E. ve BAYKARA, T., “Sepiyolitin Seramik Malzeme Olarak Karakterizasyonu ve Sinterleme Davranışı”, Uluslararası Seramik Kongresi, Cilt-1,70-75, 1996.
- [32] KARA, M., SABAH, E., YÜZER, H., and ÇELİK, M.S., “Sepiolite as an Adsorbent for Elimination of Mine Wastes, Proceedings of the 5th International Symposium on Environmental Issues and Waste Management in Energy and Mineral Production”, Ankara, 717-721, 1998.
- [33] NAGY, B., BRADLEY, W.F., “The Structural Scheme of Sepiolite”, Am. Mineral., 40, 885-892, 1955.
- [34] ÖCAL, H., GENÇOĞLU, H., ve İRKEÇ, T., “Eskişehir- Sivrihisar Sedimanter Sepiyolitlerinin Teknolojik Özellikleri”, VII. Ulusal Kil Sempozyumu, Ankara, 1955.
- [35] ROBERTSON, R.A.S., “Sepiolite : a Versatile Raw Material”, Chem. Ind., 1492-1495, 1957.
- [36] ROGERS, L.E., QUIRK, J., and NORRISH, K., “Occurrence of an Aluminum-Sepiolite in a Soil Having Unusual Water Relationships”, J. Soil Sei., 7,177-184, 1956.
- [37] SABAH, E., SAĞLAM, H., KARA, M., and ÇELİK, M.S., “Uptake of Cationic Surfactants by Clay Absorbent: Sepiolite, 5th Southern Hemisphere Meeting on Mineral Technology”, Buenos Aires, Argentina, 277-280, 1997.
- [38] SABAH, E., “Çeşitli Amin Türleri Kullanılarak Sepiyolitin Adsorpsiyon Mekanizmasının Açıklanması”, Osmangazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir, s.245-246, 1998.

- [39] SABAH, E., ve ÇELİK, M.S., “Sepiyolit Oluşumu, Özellikleri, Kullanım Alanları”, VII. Ulusal Kil Sempozyumu, Ankara, 1955.
- [40] SERNA, C., and VAN, G. E., “Infrared Study of Sepiolite and Palygorskite Surfaces”, Proc. Int. Clay Conf. Oxford, 197- 206, 1978.
- [41] SERPEN, U., ECE, Ö.I., ÖZKAN, B., ve GÖK, İ.M., “Laughlinit, Nontronite ve Sepiyolit Minerallerinin Jeotermal Sondaj Çamuru Olarak Kullanılması”, VIII. Ulusal Kil Sempozyumu, DPÜ, Kütahya, 287-293, 1997.
- [42] SERRATOSA, J.M., “Surface Properties of Vibrous Clay Minerals (Palygorskite and Sepiolite)”, Proc. Int. Clay Conf, Oxford. Elsevier, 99-109, 1978.
- [43] SINGE, A., and GALA, E., “Polyproblene- Sepiolite, Occurrences Genesis, and Uses”, Developments in Sedimentology 37, s.35, 1984.
- [44] VICENT, M. A., LOPE Gonzalez, J.D., and Banares Munoz, M.A., “Acid Activation of a Spanish Sepiolite, Physicochemical Karakterizatio, free Silica Content and Surface Area of the Solids obtained”, Clay Minerals 29, 361-367, 1994.
- [45] ÖZTUNALI, Ö., “Yunak Sepiyolitinin Mineralojisi ve Oluşumu”, 2. Ulusal Kil Sempozyumu, Hacettepe Üniversitesi, Ankara, 171-186, 1985.
- [46] YENİYOL, M., “Yenidoğan (Sivrihisar) Sepiyolit Yatağının Jeolojisi, Mineralojisi ve Oluşumu”, MTA Dergisi 114,71-84, 1992.
- [47] ARIK, H., “Sepiyolitten Karbo-thermal Indirgeme Yöntemiyle Silisyum Nitrür ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) Dönüşümünün Araştırılması”, VII Ulusal Kil Sempozyumu, 27-30 Eylül, Ankara, Turkey, 1995.
- [48] WEIMER, A.W., “Thermochemistry and Kinetics” in Carbide, Nitride and Boride Materials Synthesis and Processing by Weimer, A.W. (Ed), 2, Chapter 3, p.79-114, Chapman & Hall, ISBN 0 412 54060 6, London, 1007, 1992.
- [49] AHLRICHS, J.L., SERNA, C., SERRATOSA, J.M., “Structural hydroxyls in sepiolite”, Clays and Clay Minerals, 23, 119-124, 1975.
- [50] BALCI, S., “Effect of heating and acid pretreatment on pore size distribution of sepiolit”, Clay Minerals, 34, 647-655, 1999.
- [51] BALCI, S., “Effect of heat decomposition and acid activation on the porosity of sepiolite”, 1st Industrial Raw Materials Symposium, 221-231, 1995.
- [52] BRIGATTI, M.F., MEDICI, L., POPPI, Li., “Sepiolite and industrial wastewater purification: Removal of  $\text{Zn}^{+2}$  and  $\text{Pb}^{+2}$  from aqueous solution”, Applied Clay Science, 11, 43-54, 1996.

- [53] HELLIOS-RYBICKA, E., “Sorption of Ni, Zn and Cd on sepiolite”, *Clay Minerals*, 20, 525-527, 1985.
- [54] KURAMA, H., ÖZ, D., ve KAYA, M., “Technological evaluation of Turkish sepiolites, Changing Scopes in Mineral Processing, 407-414, 1996.
- [55] SARIKAYA, Y., ve COŞAR, Y., “Effect of Heat and acid activation on the properties of adsorption capacity of Eskisehir Sepiolite”, 8th National Clay Symposium, Kütahya, 147-154, 1997.
- [56] YARIV, S., HELLER-KALLAI, L., “Thermal treatment of sepiolite-and palygorskite-stearic acid associations”, *Chemical Geology*, 45, 313- 327, 1984.
- [57] GONZALEZ-PRADAS, E., VALVERDE-GARCIA, A., VILLAFRANCA-SANCHEZ, M., “Removal of aromatic amines aqueous solution by activated sepiolite”, *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 47, 15-22, 1996.
- [58] ISO 527-2, “Determination of tensile properties”, Part 2: Test conditions for moulding and extrusion Plastics, 1996.
- [59] ISO 294-1, “Injection moulding of test specimens of thermoplastic materials, Part 1: General principles, and moulding of multipurpose and bar test specimens, 2006.
- [60] ISO 868, “Determination of Indentation hardness by means of a durameter”, 2003.
- [61] UL 94, “Tests for Flammability of Plastic Materials for Parts in Devices and Appliances”, 2006.
- [62] ISO 179-1, “Determination of Charpy impact properties”, Part 1: Non-instrumented impact test, 2010.
- [63] ISO 1183-1, “Methods for determining the density of non-cellular Plastics, Part 1: Immersion method, liquid pycnometer method and titration method, 2004.
- [64] ISO 1133, “Determination of the melt mass-flow rate (MFR) and the melt volume-flow rate (MVR) of thermoplastics”, 2005.



## ÖZGEÇMİŞ

Ali Osman GÜR, 15.06.1984 yılında Bayburt' da doğdu. İlk, orta ve lise eğitimini Gebze'de tamamladı. 2002 yılında Gebze Anibal Anadolu Lisesinden mezun oldu. 2003 yılında başladığı Sakarya Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümünü 2007 yılında bitirdi. 2007 yılında Sakarya Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümünden mezun olduktan sonra askerlik görevini yerine getirip, 2008 yılında Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü'nde Yüksek Lisans eğitimine başladı. Cavo Otomotiv A.Ş.'de Üretim-Kalite Mühendisi olarak çalışmaktadır.