



## GERİ KAZANILMIŞ NAYLONUN MEKANİK VE MİKROYAPI ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Hüseyin ÜNAL<sup>1</sup>, Fehim FINDIK<sup>1</sup>, İrfan AY<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Sakarya Üniversitesi, Teknik Eğitim Fakültesi, Ozanlar/ADAPAZARI

<sup>2</sup>Balıkesir Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Balıkesir

### ÖZET

Çevre, tarih boyunca insanlar için önemli bir yer tutmaktadır ve günümüz toplumlarında çevre kavramının önemi giderek artmaktadır. Katı atıkların bir kısmını oluşturan plastikler, günlük yaşamın vazgeçilmez malzemeleri olmuşlardır. Kağıt gibi bir defa kullanılıp atılan plastikler, ciddi çevre problemlerine sebep olmaktadır. Ancak, büyük miktarlardaki atık plastikleri bertaraf etmek, teknik olarak basit bir işlem değildir. Ayrıca, endüstride üretim esnasında oluşan plastik atıkların miktarı da gözden kaçırılmayacak kadar önemli olup, hem ülke ekonomisi hem de çevre açısından

mutlaka geri kazanılması için çalışmalar yapılmalıdır. Bu çalışma, üretim esnasında oluşan plastik katı atıkların mekanik geri kazanım yöntemiyle tekrar endüstriye kazandırılması ve ekonomikliğin sağlanması amacıyla yapılmıştır. Otomotiv endüstrisinde kullanılmak amacıyla naylon malzemeye değişik oranlarda (% 10-30 ) E tipi cam elyaf katılarak mekanik ve mikroyapı incelemeleri yapılmıştır. Mekanik özellikleri incelemek için çekme, darbe ve sertlik deneyler yapılmıştır. Ayrıca mikroyapı incelemeleri için tarama elektron mikroskobu kullanılmış olup sonuçlar birbirleri ile ilişkilendirilmiştir.

**Anahtar kelimeler :** Geri dönüşüm, naylon, takviyeli naylon, kompozit, cam elyaf.

## THE INVESTIGATION OF MECHANICAL AND MICROSTRUCTURAL PROPERTIES OF RECYCLED NAYLON

### ABSTRACT

Environment has a great importance for human kind during the history. In addition, recently the importance of environment concept has been growing rapidly. Plastics are a part of solid wastes and they have been used a wide range of application in daily life. However, a great quantity of plastic waste causes environment pollution. To remove the plastic waste is not easy process. Moreover, a big amount of plastic waste constitute during the production of plastic materials which are very important. So, post consumer plastic wastes and plastic wastes constitute during the production should be recycled and reprocessed before considered as a final waste.

In this study, it is undertaken with the objective of the determining mechanical and microstructural properties of the fiber-reinforced primary recycled nylon. Glass fibers are changed 0% up to 30 in the plastic based composites. Tensile, impact and hardness tests are made for investigation of mechanical properties of the specimens. Scanning electron microscope are also used for the characterization of different specimens. Results are correlated each other.

**Keyword :** recycling, nylon, reinforced nylon, composite, glass-fibre

## 1.GİRİŞ

Son yıllarda, özellikle günlük yaşamımızda ve birçok mühendislik uygulamalarında en çok kullanılan malzemelerin birisi de plastiklerdir. İlaç sanayinden spor malzemelerine, otomobillerden uzay araçlarına, gıda ambalajlarından tarımda kullanılan sera örtülerine kadar hafif, dayanıklı, ucuz ve kolay şekillendirilebilme özelliklerinden dolayı endüstride, günlük hayatta ve daha bir çok alanda oldukça çok kullanım alanı bulmaktadır. Ancak plastiklerin sağladığı avantajlar yanında, birkaç dezavantajı da vardır. Bunların en önemlileri, düşük mukavemet ve yüksek sıcaklıklarda deformasyon özelliği göstermesidir [Demirkesen,1991]. İşte plastiklerin iyi olan özelliklerinden faydalanmak, kötü olan özelliklerini de iyileştirmek amacıyla iki yada daha fazla malzemeyi birleştirmek suretiyle polimerik esaslı kompozit malzemeler oluşturulmaktadır.

Plastik malzemelerin mukavemetini artırmak için cam elyafı, karbon elyafı ve kevlar gibi mukavemet artırıcı malzemeler ilave edilir. Özellikle, cam elyafı, ucuz olması ve makul mukavemet özellikleri göstermesinden dolayı, plastik malzemelerin mukavemetlerinin artırılmasında çok yaygın olarak kullanılır. Özellikle uçak ve uzay endüstrilerinde karbon elyafı kullanılırken, otomobil ve elektrik endüstrisinde de cam elyafı kullanılmaktadır. Ayrıca maliyeti düşürmek amacıyla plastiklere talk,  $CaCO_3$  ve kaolen gibi dolgu malzemeleri de ilave edilir.

Cam elyaflar uzun veya kısa olabilmektedir. Kısa cam elyaflar, genellikle kırılmış demet şeklindedir. Kısa cam elyaf kullanılarak takviye edilen plastikler içerisinde en önemlileri, poliamid ve polipropilen'dir. Cam elyaf ile takviye edilen poliamid, endüstriyel amaçlı bir çok parçanın üretiminde kullanılmaktadır.

Kısa cam elyaflar, poliamid malzemenin ağırlığının % 40'ı oranında matrise ilave edilebilmektedir. Ancak, artan cam elyaf oranı ile kompozit malzemenin yüzey pürüzlülüğü artarken %uzama miktarı azalmaktadır. Ayrıca, kompozit malzemenin enjeksiyonda kalıptan çıkmasını kolaylaştırmak için kullanılan yağlayıcılar ile, fiberle matris arasındaki yapışmayı artırmak için kullanılan bağlayıcılar, malzemenin özellikleri üzerinde önemli rol oynarlar.

Cam elyafı ile taşıyıcı reçine arasındaki birleşmenin iyi olması, kompozit malzemenin kalitesini etkiler. Malzemenin mekanik özellikleri de, cam elyaf takviyesinin kompozit malzeme içerisindeki oranına, karışımdaki dağılımına ve yönüne bağlıdır. Cam elyaflar, demet halinde birleştirilmeden önce, bağlayıcı adı verilen bir kimyasal bileşim ile kaplanır. Kompozit malzeme içerisinde cam elyafın performansını etkileyen en önemli faktörlerden birisi, bağlayıcının çeşididir. Bağlayıcı, polimerik matris ile cam elyaf arasındaki yapışmayı sağlar. Cam elyaf üzerine kaplanan bağlayıcı, ana matris ile uyumlu olmalıdır. Aksi takdirde, malzemeye uygulanan kuvvet ile fiberler ana matristen sıyrılarak ayrılır. Sonuç olarak, arzu edilen mukavemet özellikleri elde edilemez.

Kısa cam elyaflarla takviye edilmiş plastikler, özellikle enjeksiyonla kalıplama tekniğine çok uygun olup sistemin hızlı ve ekonomik olması, bu malzemelerden imal edilen parçaların endüstride kullanımı her geçen gün artmaktadır [Öksüz, 1997].

Poliamidlerin, neme olan hassasiyetleri oldukça yüksektir. Bu malzemeler, depolama veya taşıma sürecinde havadan nem alırlar. Bu sebeple, enjeksiyonla şekillendirilmeden önce mutlaka kurutulmalıdır. Yada nem almayan alüminyum kaplı torbalarda muhafaza edilmelidir. Poliamidin bünyesindeki nem, matris ile fiber arasındaki yapışmayı azaltır. Bundan nedenle, kompozit malzemenin mekanik özellikleri azalır. Enjeksiyonla sı buharına dönüşen nem, malzemenin yüzeyinde çöküntü, iç yapısında da kabarcıklar yaparak çeşitli enjeksiyon kusurlarına yol açar [Ülçer, 1996].

Bu çalışmada, endüstriyel atık olan poliamid 6 tür ipliklerin değerlendirilmesi, ekonomiye kazandırılması amaçlanmıştır. Bunun için poliamid malzeme bünyesine değişik oranlarda (% 10-30) E-tipi cam elyafı ilav edilmiş olup, mekanik ve mikroyapı özelliklerin incelemesi yapılmıştır. Belirlenen oranlarda hazırlanan numunelere çekme, darbe ve sertlik deneyleri uygulanmış tablo ve grafik haline getirilmiştir. Tarama elektro mikroskopu (SEM) kullanılarak mikroyapı incelemeleri yapılmıştır.

## MATERYAL VE METOD

### 1. Malzeme

Bu çalışmada kullanılan malzeme, üretim esnasında oluşan atık iplik şeklindeki poliamid 6'dır. Poliamid, bilinen mekanik özellikler ve enjeksiyon makineleriyle kalıplanabilecek özellikte olup, endüstriyel atık durumunda olan poliamid 6, Amerikan Allied Signal firmasından temin edilmiştir. Deneylerde kullanılan cam elyaf 10 µm çapında ve 3-4,5 m uzunluğunda olup kırılmış demet şeklindedir. Cam elyaflar, üretici firma tarafından poliamid malzemeye yapışkan olan silan adı verilen bağlayıcı malzemeyle kaplanmıştır. Kullanılan E-tipi cam elyaflar, Cam Elyaf firmasından temin edilmiştir.

### 2. Kompozit malzemenin Hazırlanması

Kompozit, E tipi cam elyafı ve geri kazanılmış Poliamid 6 (GK PA 6)'dan oluşmaktadır. Poliamid 6 reçine matrisine, ağırlık olarak % 10-30 oranında cam elyafı ilave edilerek kompozit malzeme (CET GK PA 6) oluşturulmuştur. Endüstriyel atık durumunda olan poliamid 6 tür iplikler, önce kırıcıdan geçirilerek boyut ayarlamaya tabii tutulmuştur. Sonra, enjeksiyon makinasında üretilen parçanın kalıptan kolay çıkmasını sağlamak için %0,5 oranında CaCO<sub>3</sub> ilave edilmiştir. Sonra malzeme, NRJ-75SG çift(ikiz) vidalı kompozit ekstrüderinde cam elyaf ve poliamid matristen oluşan granül haline getirilmiştir. 10 ayrı ısıtıcıdan oluşan ekstrüderin ısıtıcı sıcaklıkları 230-280 °C arasında tutulmuştur. Vida devir hızı ise 175 dev/dak. olarak alınmıştır.

Poliamidlerin neme olan hassasiyetlerinden dolayı granüller, enjeksiyonla kalıplama işleminden önce 80 °C'de 4 saat süreyle fırında kurutulmuşlardır. Deney numunelerinin kalıplanmasında ERAT marka FE 130 tipi enjeksiyon makinesi kullanılmıştır. Deney numunelerinin enjeksiyonla kalıplama şartları tablo 1'de verildiği gibidir.

Tablo 1. PA 6 numunelerin enjeksiyonla kalıplama şartları

Arka ısıtıcı (°C)	280
Orta ısıtıcı (°C)	240
Ön ısıtıcı (°C)	250
Nozül sıcaklığı (°C)	260
Ergiyik sıcaklığı (°C)	255
Kalıp sıcaklığı (°C)	60
Enjeksiyon basıncı (bar)	100

### 2.3. Mekanik Ölçümler

Bütün mekanik deneyler, 23 °C ve % 50 nem ortamında laboratuvar koşullarında gerçekleştirilmiştir. Aynı zamanda bütün numuneler, 23 °C ve % 50 nem ortamında 24 saat şartlandırılmıştır. Çekme deneyi, ISO R527.2 standardı kullanılarak Zwick 2010 marka çekme cihazı kullanılmıştır. Çekme deney hızı 10 mm/dak. olarak alınmıştır.

Darbe özellikleri, ISO 180 standardına uygun olarak gerçekleştirilmiştir. Darbe cihazı, Zwick marka ve B.5113.300 tipindedir. Çekiç darbe hızı ise 3,46 m/sn'dir.

Sertlik deneyi, ISO 868'de belirtildiği şekilde gerçekleştirilmiştir. Bu deneyde, Zwick marka 3100S model sertlik ölçme cihazı kullanılmıştır. Sertlik ölçümü Shore D cinsinden yapılmıştır.

Deneylerin her birinde, en az beş numune üzerinde çalışma yapılmış ve aritmetik ortalaması alınmıştır.

### 2.4. Mikroyapı İncelemesi

Elde edilen numunelerin mikroyapı incelemesi, Camscan marka S4 model tarama elektron mikroskobu ile yapılmıştır. Çekme deneyi sonunda elde edilen numunenin kırık yüzeyi, tarama elektron mikroskobunda incelenmeden önce altın ile kaplanmıştır.

### 3. DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMA

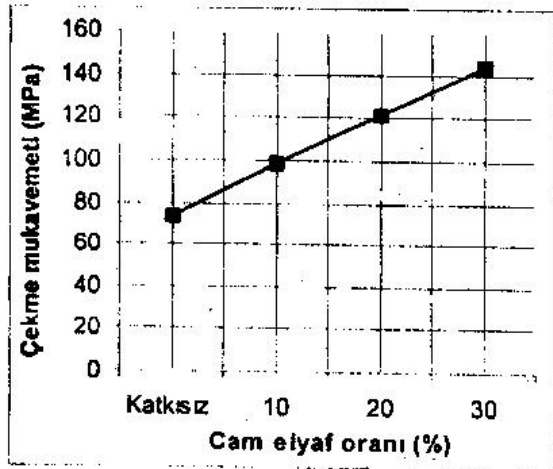
#### 3.1. Mekanik Özellikler

Deneysel çalışmalar neticesinde, ağırlık olarak değişik oranlarda (%10-30) cam elyaf içeren geri kazanılmış poliamid 6 esaslı kompozit numunelerden elde edilen mekanik özellikler tablo 2'deki gibidir.

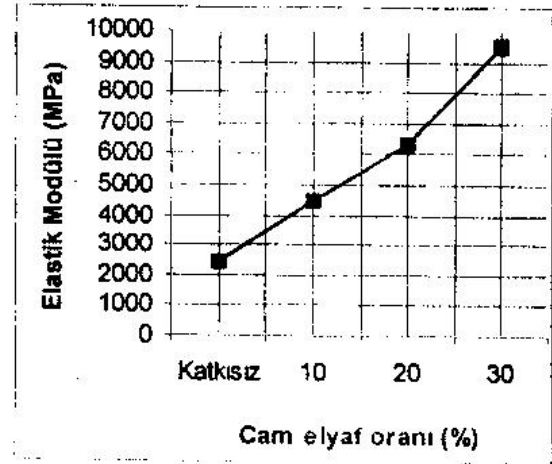
Tablo 2. Cam elyaf takviyeli geri kazanılmış PA 6'nın mekanik özellikleri

Malzeme Cinsi	Çekme muk. (MPa)	Elastik modülü (MPa)	Uzama (%)	Darbe muk. (MPa)	Sertlik (Shore D)
Katkısız GK PA 6	73,70	2445	53,31	3,6	52
%10 CET GK PA 6	98,79	4450	5,39	5,8	53
%20 CET GK PA 6	121,50	6327	4,28	7,6	55
%30 CET GK PA 6	144,13	9465	2,33	11,4	58

Cam elyaf takviyeli kompozit malzemenin mekanik özellikleri, proses şartlarına bağlıdır. Aynı zamanda fi uzunluğuna, dağılımına, fiberlerin yönleneşine ve fiber oranına bağlıdır [Eriksson,1996a]. Şekil 1 görüldüğü gibi ana matris içindeki cam elyaf oranının artışı ile poliamid 6 esaslı kompozit malzemenin çek mukavemeti artmaktadır. Katkısız durumda geri kazanılmış poliamid 6'nın çekme mukavemeti 73,70 MPa iken ana matrise %10 cam elyaf ilavesi ile çekme mukavemeti %34, %20 cam elyaf ilavesi ile %64, %30 cam el ilavesi ile %96 oranında artmıştır. Bunun sebebi de, kompozit malzemeye uygulanan gerilme, matris fiberlere kayma gerilmeleri vasıtasıyla iletilmektedir. Dolayısıyla gerilme, matristen daha mukavim olan fiber tarafından taşınır. Elyaf içeren kompozit malzemelerde matris malzemenin esas fonksiyonu, fiberleri birar tutmak, kompozit malzemeni şekillendirilmesini sağlamak ve gerilmeleri yüksek mukavemetli fiber iletmektir.

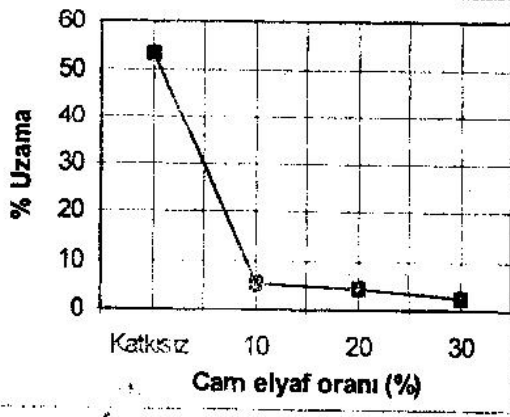


Şekil 1. Geri kazanılmış PA 6'nın çekme mukavemeti-cam elyaf oranı ilişkisi

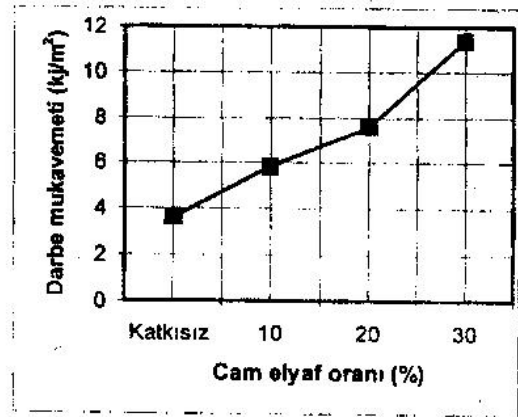


Şekil 2. Geri kazanılmış PA 6'nın elastik modülü-cam elyaf oranı ilişkisi

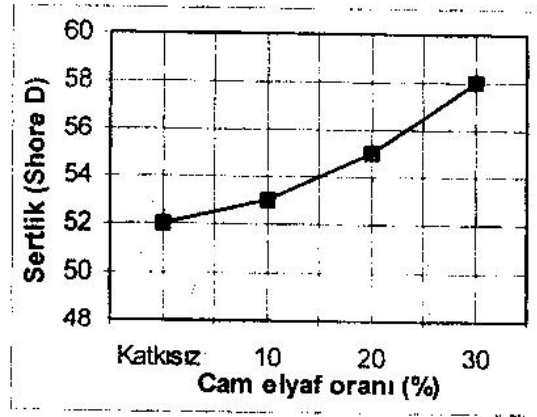
Yine şekil 2'de görüldüğü gibi elastik modülü, ana matris içindeki cam elyaf oranının artması ile artmaktadır. Burada katkısız durumdaki PA 6'nın elastik modülü 2445 MPa iken, matrise %10 cam elyaf ilave edildiği zaman elastik modülü 4450 MPa değerine ulaşmıştır. Yani buradaki artış %82 seviyesindedir. % 20 cam elyaf ilave elastik modülündeki artış %258 artarken, %30 cam elyaf içeren PA 6'nın elastik modülü, katkısız durumdaki PA 6'ya göre %387 oranında artmıştır. Çekme mukavemeti ve elastik modülündeki bu artış, kompozit malzemeye dışarıdan uygulanan kuvvetin matris vasıtasıyla fiberlere aktarılmasından kaynaklanmaktadır. Şekil 3'de görüldüğü gibi, cam elyaf takviyeli kompozit malzemedeki cam elyaf oranının artması ile çekme mukavemeti artarken % uzama miktarı ise azalmaktadır. Bunun sebeplerinden birisi, matris içerisindeki cam elyaf oranının artışı ile, kompozitin rijitliğinin (direngenliğinin) artmasıdır. Malzemenin mukavemeti artışı aksine malzemenin birim şekil değiştirme miktarının azalmasıdır. Diğer bir sebep ise, malzemedeki cam elyaf oranının artması ile matrisin deformasyonu veya matris moleküllerinin hareketine fiberlerin engellenmesidir [Joshi, 1994].



Şekil 3. Geri kazanılmış PA 6'nın uzama-cam elyaf oranı ilişkisi



Şekil 4. Geri kazanılmış PA 6'nın darbe mukavemeti-cam elyaf oranı ilişkisi



Şekil 5. Geri kazanılmış PA 6'nın sertlik-cam elyaf oranı ilişkisi

Kompozit malzemenin darbe özellikleri, artan cam elyaf oranı ile birlikte artış göstermektedir. Şekil 4'de geri kazanılmış PA 6 malzemenin darbe mukavemeti, cam elyaf oranının bir fonksiyonu olarak gösterilmektedir. Katkısız kompozit malzemenin darbe mukavemeti 3,6 kJ/m<sup>2</sup> iken, %10 cam elyafı kompozit malzemenin darbe mukavemeti, katkısız haldeki malzemenin darbe mukavemetinden % 60 daha fazladır. Bu durum, % 20 cam elyafı malzemede %210 artış gösterirken, %30 cam elyafı malzemede %316 oranında artış göstererek 11,4 kJ/m<sup>2</sup> değerine ulaşmıştır.

Geri kazanılmış poliamid 6'nın sertlik değerleri, cam elyaf oranının bir fonksiyonu olarak şekil 5'de verilmiştir. Şekil 5'de görüldüğü gibi, cam elyaf oranının artması ile kompozit malzemenin sertlik değerleri de artmaktadır. Katkısız durumda 52 shore D olan sertlik, %10 cam elyaf ilavesi ile %1,9 artış olurken, % 20 cam elyaf ilavesi ile sertlik %5,7 artışla 55 shore D değerine ulaşmıştır. %30 cam elyaf ilaveli kompozit malzemenin sertliği, katkısız PA 6'nın sertliğine göre, %11,5 artarak 58 shore D değerine ulaşmıştır.

### 3.2. Mikroyapı Özellikleri

#### Fiber-Matris bağı

Fiber ile matris arasındaki bağ yapısını incelemek için, tarama elektron mikroskopundan alınan mikroyapı fotoğrafları incelenmiştir. Şekil 6(a)'da görüldüğü gibi matris ile fiberler arasında kuvvetli bir bağ vardır. Ancak mikroyapı fotoğraflarında parlak ve temiz görünen fiberler, çekme doğrultusunda ana matristen kolaylıkla çıkar. Ancak, fiber yüzeyinde bulunan kaplanmış bölgeler, fiberin ana matristen çıkmasını engeller. Bu durum ise, fiber ile matris arasında kuvvetli bağın olduğunu gösterir. Fiberle matris arasındaki bağın kuvvetli olması, malzemenin mekanik özelliklerin artması yönünde rol oynar.



## Fiberlerin Yönlendirilmesi

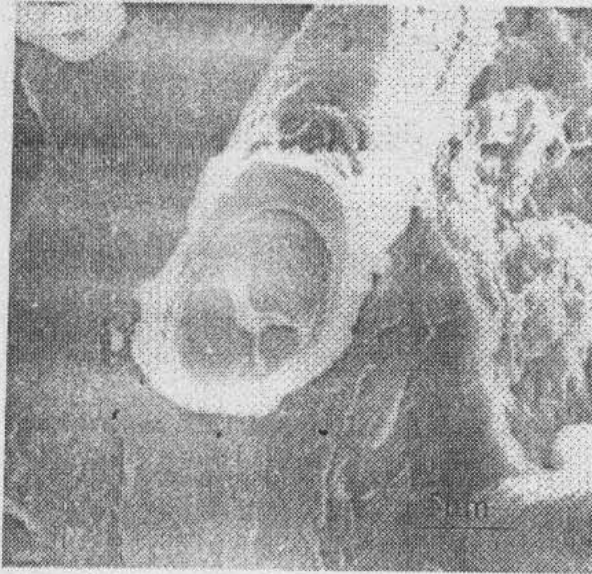
Yine, şekil 6 (b) ve (c)'de görüldüğü gibi geri kazanılmış poliamid 6 malzemeye sırasıyla %10, %20 oranında cam elyaf ilave edildiğinde fiberlerin büyük bir bölümünün çekme yönünde yönlendiği ancak %30 oranında cam elyaf ilave edildiğinde, fiberlerin yönlendirilmesinin farklı olduğu görülmektedir (Şekil 6(d)).

## 4. SONUÇLAR

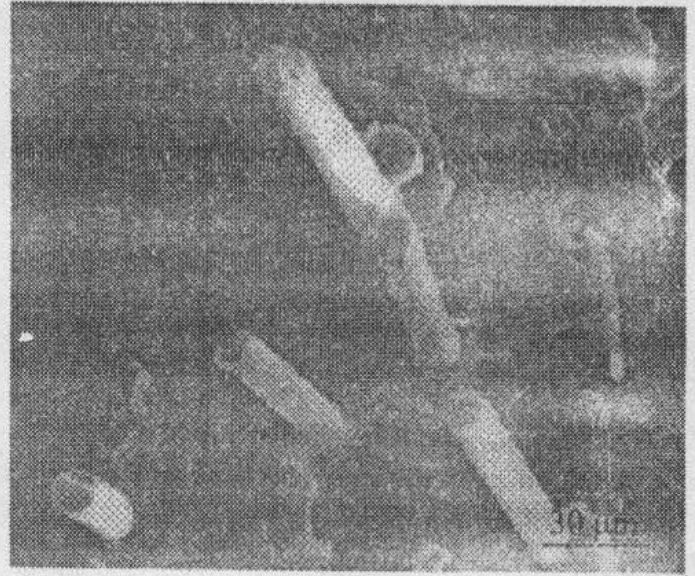
1. Çekme, darbe, elastik modülü ve sertlik gibi mekanik özellikler, malzeme bünyesindeki cam elyaf oranının artması ile artış gösterirken % uzama miktarı azalmaktadır.
2. Fiber ile matris arasındaki ara yüzey bağının kuvvetli olması, kompozit malzemenin mekanik özellikleri artması yönünde rol oynar.
3. Fiberlere poliamid uyumlu bağlayıcı ilave edilmemesi durumunda fiber ile matris arasında zayıf bir ara yüzey bağı oluşturur. Dolayısıyla çekme doğrultusunda fiberler matrisden sıyrılarak (pull-out) çıkarlar. Bu kompozit malzemenin mekanik özelliklerinin azalmasına sebep olur.
4. %10 ve %20 cam elyaf ilaveli kompozit malzeme fiberler, akış yönünde yönlendirirken, artan (%30) cam elyaf oranı ile akış yönünde olan yönlendirme bozulmaktadır.
5. Endüstriyel atık durumunda olan poliamid 6'nın çeşitli mukavemet artırıcı malzemelerle özelliklerini iyileştirilmesi, endüstride kullanılabilir hale getirilmesi, hem ekonomi hem de çevre kirliliği açısından büyük önem arzeder.

## KAYNAKLAR

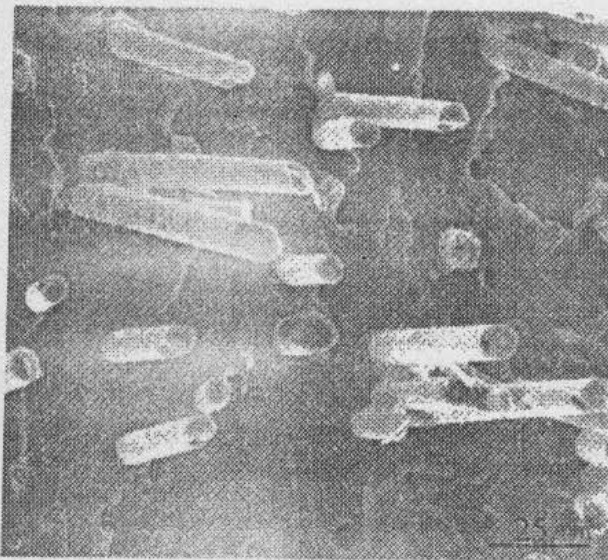
1. Cam Elyaf Sanayii Ürün Kataloğu
2. DEMİRKESEN E., 1991, "Kompozit Malzemeler", 158 s, İTÜ Kimya-Metalurji Fakültesi, Yayın No:3/1991, İSTANBUL.
3. ERIKSSON P.A., ALBERTSSON A.C, BOYDELL P., ERIKSSON K., MANSON J.A.E., 1996 "Reprocessing of Fiberglass Reinforced Polyamide 66: Influence of Short Term Properties", Polyme Composites, Vol 17, No.6, 823-829.
4. ERIKSSON P.A., ALBERTSSON A.C, BOYDELL P., PRAUTZSCH S., MANSON J.A.E., 1996 "Prediction of Mechanical Properties of Recycled Fiberglass Reinforced Polyamide 66", Polyme Composites, Vol 17, No.6, 830-839.
5. GHOSH T., GRMELA M., CARREAU P., 1995, " Rheology of Short Fibre Filled Thermoplastics" Polymer Composites, Vol 16, No.2, 144-153.
6. HARPER C.A., 1996, "Handbook of Plastics, Elastomers and Composites", 3<sup>rd</sup> dition, McGraw-Hill Company, USA.
7. MOBARAKEH H.S., BRISSON J., KADI A.A., 1997, "Interfacial Polycondensation of Nylon 66 at the Glass-Fiber Surface and its effect on fibre-matrix adhesion", J. of Applied polymer Science 32(1997), 1297-1304.
8. ÖKSÜZ M., YILDIRIM H., YÜKLER İ., ALTUN E., 1997, "Kısa Cam Elyaf Takviyeli Polipropileni Enjeksiyonla Kalıplanmasında Proses Şartlarının Mikroyapıya Etkileri", 7. Denizli Malzeme Sempozyumu 2-3-4 Nisan 1997, 66-71.
9. ÜLÇER Y., 1996, "Plastik Granüllerin Kurutulması", Plastik & Ambalaj Teknolojisi, Temmuz 1996, 52-61.
10. ÜNAL H., 1999. "AYPE/PA 6 Blendi ile Geri Kazanılmış PA 6 ve PA 66'nın özelliklerinin iyileştirilmesi" Doktora tezi, 155 s, Sakarya Üniversitesi, ADAPAZARI.
11. YOON B.S., LEE S.H., SUH M.H., 1997, " Continuous Glass-Fibre Reinforced Nylon 6 by Using A New Impregnation Die", Polymer Composites, Vol. 18, No.5, 656-662.
12. ZHU Y.T., BLUMENTHAL W.R., LOWE T.C., 1997, "The Tensile Strength of Short-Fiber reinforced Composites", J. of Materials Science 32(1997), 2037-2043



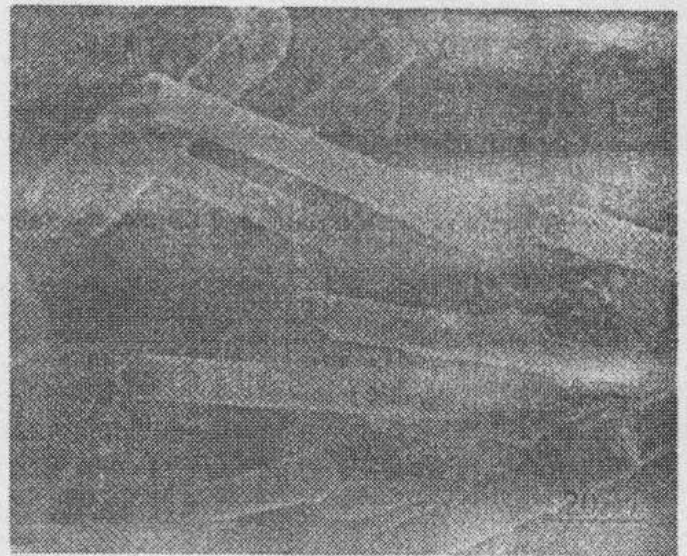
(a)



(b)



(c)



(d)