GRAFENLİ VE GERİ DÖNÜŞTÜRÜLMÜŞ KARBON FİBERLİ POLİMER KOMPOZİT MALZEMENİN ÜRETİLEREK MEKANİK DENEY ÇUBUKLARININ ÜRETİMİ VE İNCELENMESİ

Aybüke Yağmur ARAT
Kocaeli Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Otomotiv Mühendisliği, Plascam Plastik Oto Cam san. Tic. A.Ş
aybuke.arat@hotmail.com

Hasan KAYA
Kocaeli Üniversitesi, Hereke Asım Kocabıyık Meslek Yüksekokulu Makine ve Metal Teknolojileri Metalurji Programı
hasan.kaya@kocaeli.edu.tr

Emine BAŞ ÇEP
Plascam Plastik Oto Cam san. Tic. A.Ş
ebas@plascam.com

Özet
Bu çalışmada kompozit malzemenin geri dönüştürülebilirliğinin araştırılması hedeflenmektedir. Çalışmanın geri dönüşüm malzemeleri ile yapılacak olması zaman, enerji, maliyet gibi parametrelerin minimum düzeyde tutulabilmesi adına oldukça büyük önem göstermektedir. Çalışmalar kapsamında 1:1 oranında karbon fiber katkılı polyamid6 matrisli kompozit malzeme kullanılmıştır. Numuneler üretilirken çift vidalı ekstrüder kullanılarak elde edilen granüllerden enjeksiyon makinası ile test çubuğu baskıları alınmıştır. Test çubukları için üç nokta eğme ve çekme testlerinde kullanılacak kalıplama prosesleri tercih edilmiştir. Geri dönüştürülmüş karbon fiberli polimer kompozit malzemelerin üretiminde kullanılan sıcaklık parametreleri presleme kuvvetleri, grafen katkılı geri dönüştürülmüş karbon fiberli polimer kompozit yapımı aşamasında kullanılanlara göre farklılıklar göstermiştir. Elde edilen deney çubukları incelendiğinde, grafen katkılı olanlarının daha mat renkli ve gevrek karakterli olduğu dikkati çekmiştir. Matris malzemesinin değiştirilerek farklı kompozit malzemeler elde edilmesi, planlanan yeni özelliklerdeki kompozit malzeme için yeni bir yaklaşım kazandırmıştır.

Anahtar Kelimeler: Kompotiz malzeme, Karbonfiber, Polyamid6, Ekstrüder, Enjeksiyon, Grafen

PRODUCTION AND INVESTIGATION OF MECHANICAL EXPERIMENTAL RODS BY PRODUCING GRAPHENE AND RECYCLED CARBON FIBER POLYMER COMPOSITE MATERIAL

Abstract
In this study, it is aimed to investigate the recyclability of the composite material. The fact that the work will be done with recycled materials is very important in order to keep parameters such as time, energy and cost at a minimum. Within the scope of the studies, 1:1 carbon fiber reinforced polyamide6 matrix composite material was used. While the samples were being produced, granules were obtained using a twin screw extruder. After that, the test rod was obtained by using the granules in injection molding machine. Molding processes to be used in three-point bending and tensile tests were preferred for test rods. The temperature parameters and pressing forces used in the production of recycled carbon fiber polymer composite materials, showed differences compared to those used in the production of graphene-doped recycled carbon fiber polymer composites. When the obtained test rods were examined, it was noted that the graphene-doped ones had duller in color and brittle in character. Obtaining different composite materials by changing the matrix material, it has taken a new approach for the planned composite material with new properties.

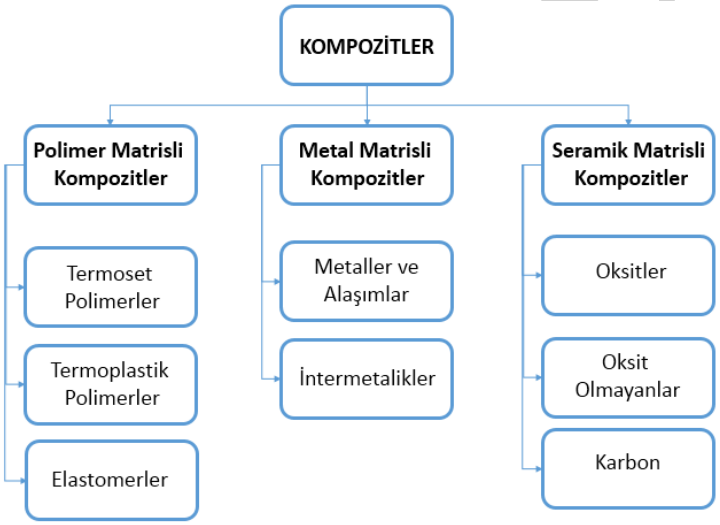
Keywords: Composite Material, Carbonfiber, Poliamid6, Extruder, Injection, Graphene

TASLAK

1.GİRİŞ

Kompozit malzemeler, fiziksel form veya kimyasal bileşim bakımından farklılık gösteren iki veya daha fazla mikro bileşenin bir kombinasyonu olarak tanımlanır [1]. Kompozit malzemeler, yüksek mukavemet ve düşük ağırlık nedeniyle birçok yapısal uygulama için yaygın olarak kullanılan mühendislik malzemeleridir. Kompozit malzemeler matris adı verilen ana bileşen ve matris içerisinde ki takviye elemanından meydana gelir. Uygun özellikte matris ve takviye elemanı seçildiği müddetçe istenilen özellikte kompozit malzeme elde edilmesi mümkündür [2]. Matris fazı ile çevrili takviye fazından oluşan kompozit malzemelerin iki fazlı yapısı, her iki malzemenin de üstün özelliklerinden faydalanılmasını sağlar [3].

Kompozit malzemeler sınıflandırılmak istendiğinde matris fazına veya takviye fazına göre iki ayrı sınıflandırma yapabilmektedir. Matrisler metalik, polimer veya seramik malzemeleri içerirken, takviyeler lifler, parçacıklar veya kristal filamanlar (whikers) şeklindedir [1]. Takviyeli kompozit malzemelerin matrisi farklı reçine türleri (epoksi, fenolik, polyester, vinil ester vb.) arasından seçilirken, takviye cam, karbon veya aramid (kevlar) arasından seçilir.



Polimer malzemeler düşük yoğunlukludur bundan dolayı hafiflerdir, iyi kimyasal dirence sahiptir, ancak termal stabiliteden yoksundur. Zayıf mekanik özelliklere sahiptirler, ancak kolayca üretilir ve birleştirilirler. Çevresel bozulmaya karşı dirençleri orta düzeydedir [4]. Termoplastik polimerler arasında matris malzeme olarak poliamid 6 (PA6), iyi termal kararlılığı, düşük dielektrik sabiti ve yüksek gerilme mukavemeti sayesinde güçlü bir rakip matris haline gelmiştir ve bundan dolayı sıklıkla kullanımına rastlanmaktadır [5]. Genel olarak, matrisler lifler arasında yük transfer elemanları olarak görev yapar ve yapıyı yüksek sıcaklık ve nem gibi zorlu çevre koşullarına karşı korurken takviyeler ana yük taşıyıcı eleman olarak hareket ederler. Cam, karbon ve fiber takviyeli kompozit malzemeler medikal, inşaat, elektronik, tarım, spor, endüstriyel aletler, havacılık, otomotiv gibi birçok alanda sıklıkla kullanılmakta ve her geçen gün kullanım alanları artmaktadır [6].

Otomotiv sektöründe karbon fiberli kompozit kullanımı her geçen gün artmaktadır. Karbon fiber kompozitler yüksek mukavemet, sertlik, daha düşük ağırlık ve olağanüstü yorulma özelliklerinin kritik gereksinimler olduğu yerlerdeki uygulamalar için uygundur. Karbon fiberler ayrıca iyi elektriksel iletkenliğe, termal iletkenliğe ve düşük doğrusal termal genleşme katsayısına sahiptirler [7]. ABD'de ve Avrupa Birliği'nde daha sıkı kurumsal ortalama yakıt ekonomisi (CAFE) standartları, yeni CO2 emisyon kısıtlamaları, günümüzde 130 g CO2/km olan binek otomobil emisyon limitlerini 2020'de 95 g CO2/km'ye düşürmüştür ve bu standartlar otomotiv üreticilerini daha düşük ağırlıkta araç üretmeye itmişlerdir. Bu durum otomotiv sektörünün karbon fiberlere olan ilgisini açıklamaktadır [8].

Geri dönüşüm, sınırlı kaynakların kullanımının sınırlandırılması ve atık bertarafını yönetme ihtiyacı açısından çok önemli bir konu haline gelmiştir [9]. Avrupa Birliği (AB) ömrünü tamamlamış araç

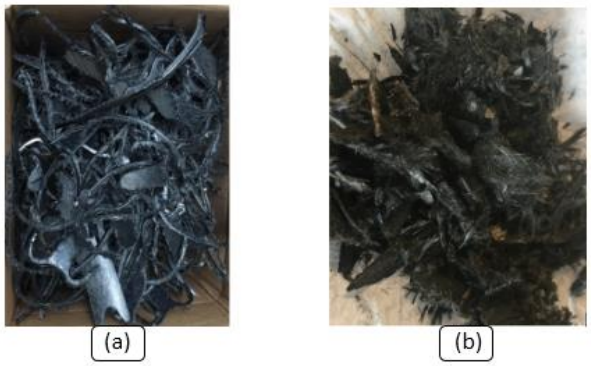
yönergesine göre, 2015 model yılı ve sonrası için üretilen her bir otomobil ve hafif kamyonda kullanılan malzemelerin ağırlıkça %85'inin, yeniden kullanılabilir veya geri dönüştürülebilir olması şartı getirmiştir. Günümüzde ve gelecekte tamamen geri dönüştürülebilir kompozitlere bu nedenle ihtiyaç duyulmaktadır. Termoplastikler ısıtılarak eritilebilir ve soğutularak katılaştırılabilir. Bu özelliğinden dolayı termoplastikler yeniden şekillendirilebildiğinden geri dönüşüm için büyük önem taşımaktadır. Bunun yerine termoset malzemeler, polimerize edildikten sonra yeniden eritilemez veya yeniden şekillendirilemezler [10]. Ömrünü tamamlamış bileşenlerden ve üretim hurdalarından karbon fiberlerin geri kazanımı için mevcut süreçler mekanik geri dönüşüm, termal geri dönüşüm ve kimyasal geri dönüşüm süreçleri olarak kategorize edilebilir. Karbon fiberlerin mekanik özelliklerini geri dönüşüm süreçleri aracılığıyla korumak, ticari bir geri kazanım süreci geliştirmede üstesinden gelinmesi gereken önemli bir zorluktur [8]. İki boyutlu tek atom kalınlığındaki yapısı ve sıra dışı elektrik, ısıl, mekanik özellikleri ve hafifliğinden dolayı grafen son yıllarda yaygın olarak çalışılmaktadır. [9] Aynı zamanda grafen, çok düşük miktarda yüklemede bile polimer katkılı kompozitlerin özelliklerini önemli ölçüde iyileştirebilen potansiyel bir nano dolgu maddesidir.[10] Literatürde şimdiye kadar bildirilen sonuçlar, grafen katkılı polimer kompozitlerin, çekme mukavemeti, elastik modülü, elektriksel ve termal iletkenliği vb. özelliklerinde önemli ölçüde iyileşme sağladığını göstermektedir. [11]

Ekstrüzyonla birleştirme ve enjeksiyonla kalıplama gibi işleme teknikleri, karbon fiber takviyeli polimer kompozitleri hazırlamak için sıklıkla kullanılır. [12] Ekstrüzyon işlemi, plastik endüstrisinde çok önemli bir rol oynamaktadır. Plastik ekstrüzyon işlemi, ham plastiğin eritildiği ve sürekli bir profil haline getirildiği yüksek hacimli bir üretim sürecidir. Ekstrüzyon, döngüsel bir süreç olan kalıplamanın aksine sürekli bir süreçtir [13] Ekstrüder makinalarının tek vidalı ve çift vidalı olmak üzere iki tipi mevcuttur. Tek vidalı bir ekstrüder makinası, temel olarak sabit bir kovanın içine yerleştirilmiş bir döner vidadan oluşur. Daha gelişmiş versiyonu olan çift vidalı sistemlerde ise, malzemelerin ekstrüzyonu, aynı yönde ya da ters yönde dönen çift vida ile gerçekleştirilir. [14]

Enjeksiyon kalıplama işlemi, bir kalıba eriyik ham maddenin enjeksiyonunu içerir, burada eriyik malzeme soğuduğunda ve katılaştığında bir plastik ürün oluşturur. Genellikle doldurma, basma ve soğutma aşamalarından oluşan üç aşamalı bir işlemdir. Bu çalışmada geri dönüştürmesi hedeflenen malzeme ekstrüzyon işlemi ile granül forma getirilerek uygun boyutlar elde edilmiş ardından enjeksiyon işlemi ile test çubuğu baskılarının alınması sağlamıştır.

2.MATERYAL VE METOT

Deneysel çalışma için geri dönüşümü hedeflenen malzeme 1:1 oranında karbonfiberli poliamid6 kompozit atık malzeme seçilmiştir (şekil1 (a)). Kaba kırma işlemi uygulanan ve parça boyutları küçültülen atık kompozit malzeme (şekil1 (b)) bir sonra ki işlem basamağı olan ince kırma işlemine hazırlanmıştır.



Şekil 1: (a) Atık malzeme, (b) Kaba kırma işlemi sonucu atık malzeme

Kaba kırma işlemi uygulanan atık malzemeye daha ince boyutlara getirmek için ince kırma işlemi uygulanmıştır. Bu işlem için Fristh marka kırma makinası kullanılmış (şekil2 (a)) ve parça boyutları %80 azaltılarak 3 mm ile 4mm arasında değerlere getirilmiştir (şekil2 (b)).



(a) (b)

Şekil2: (a) Fristh marka ince kırma makinası, (b) İnce kırma işlemi sonucu atık malzeme

İstenilen boyutlara getirilen malzeme bir sonra ki adım olan granül form kazanabilmesi için ekstrüzyon işlemine tabi tutulmuştur. Bu işlem öncesinde malzeme içerisinde ki nemin tamamen uzaklaştırılabilmesi adına kurutma işlemi uygulanmıştır. Kurutma işlemi Discovery marka makinada, 85 derece sıcaklıkta ve 4 saat boyunca yapılmış ardından malzemelere kurutma makinasından çıkar çıkmaz ekstrüzyon işlemi uygulanmıştır. Ekstrüzyon işlemi için çift vidalı ekstrüder makinası kullanılmış ve vida boyunca sıcaklık parameterleri giriş ağzından çıkış ağzına doğru sıralı olarak; 80 º C - 255 º C -280 º C - 280 º C - 280 º C - 285 º C -290 º C - 280 º C şeklinde ayarlanmıştır.

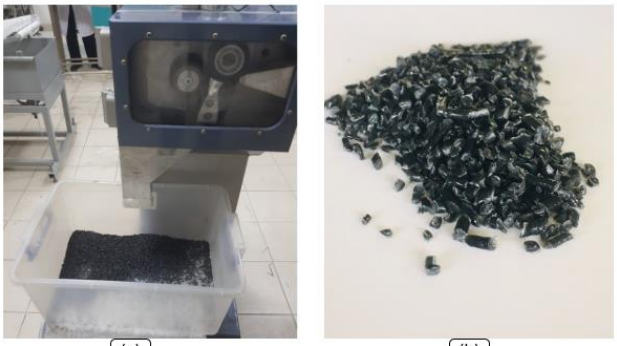
Ekstrüzyon işlemi sonrası eriyik halde ki sürekli forma getirilen malzeme oda sıcaklığında bulunan su banyosunda sertleştirilerek filamentler elde edilmiştir. Bu işlem için vida hızı; 10,5 Rpm ve Tork; 17 Nm olarak belirlenmiştir. Besleme hızı belirlenememiş olup işlem boyunca besleme manuel şekilde gerçekleştirilmiştir.



(a) (b) (c)

Şekil 3: (a) kurutma makinası, (b) çift vidalı ekstrüder makinası , (c) su banyosu içerisinde ki sürekli formda eriyik malzeme

Sürekli forma getirilen uzun filament halde malzemeler kırma işlemine tabi tutularak 2 mm boyutlarında granüller elde edilmiştir. Bu işlem sonucunda atık malzeme istenilen forma getirilmiştir. (şekil (4))



(a) (b)

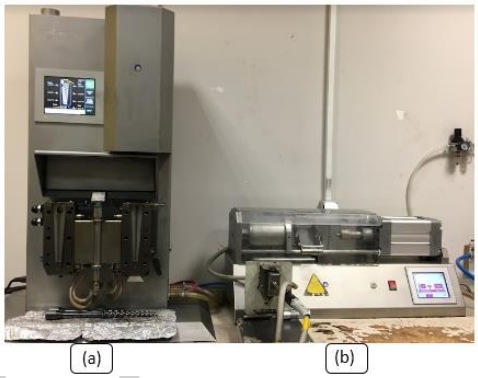
Şekil 4 : (a) Filament kırma makinası , (b) Granül forma getirilen atık malzeme

Granül forma getirilen malzemeden enjeksiyon makinasında çekme, eğme ve darbe çubukları alınmıştır. Enjeksiyon işlemi öncesi malzemeler Discovery marka kurutma makinasında 85 º C derecede 4 saat kurutma işlemine tabi tutulmuş ve içerisinde ki nemin tamamen uzaklaştırılması sağlanmıştır. Enjeksiyon işlemi için Tianjian marka enjekiyon makinası (şekil 5 (a)) kullanılmış ve aşağıda ki tabloda gösterilen standartlarda çekme ve eğme numuneleri baskıları alınmıştır.



Şekil 5: (a) Plastik enjeksiyon makinası , (b) plastik enjeksiyon kalıbı

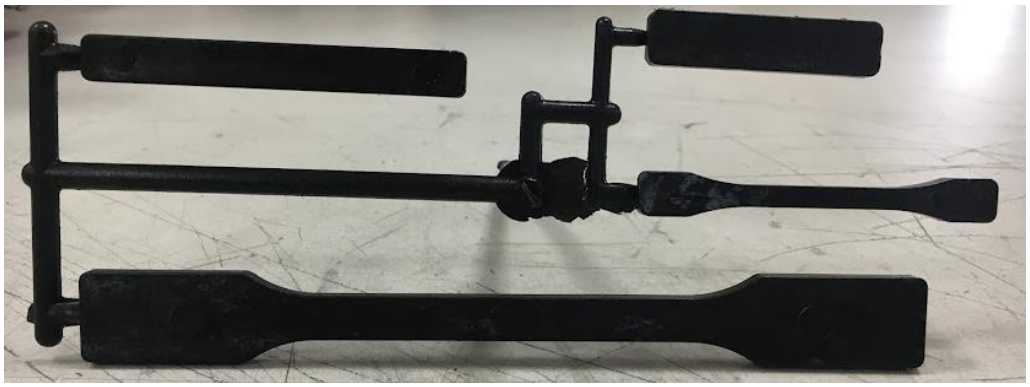
Granül halde elde edilen malzemeye (şekil 4 (b)) %0,5 oranında grafen eklenmiş ve dikey ektrüzyon işlemi uygulanmıştır. Bu işlem için çift vidalı ekstrüder makinası (Şekil 6 (b)) kullanılmış olup işlem sıcaklığı 250 º C, vida hızı 100 Rpm olarak belirlenmiştir ve malzeme besleme işlemi elle manuel olarak yapılmıştır. İşlem boyunca toplam 60 gram granül malzeme (şekil 4 (b)) ve 0,3 gram grafen kullanılmıştır. Enjeksiyon makinası sıcaklığı (şekil 6 (b)) 250 º C ve basıncı 10 Bar olarak belirlenmiştir. İşlem sonucunda çekme ve darbe çubuğu baskıları alınmış ve grafenli baskı ile grafensiz baskının karşılaştırılması yapılmıştır.



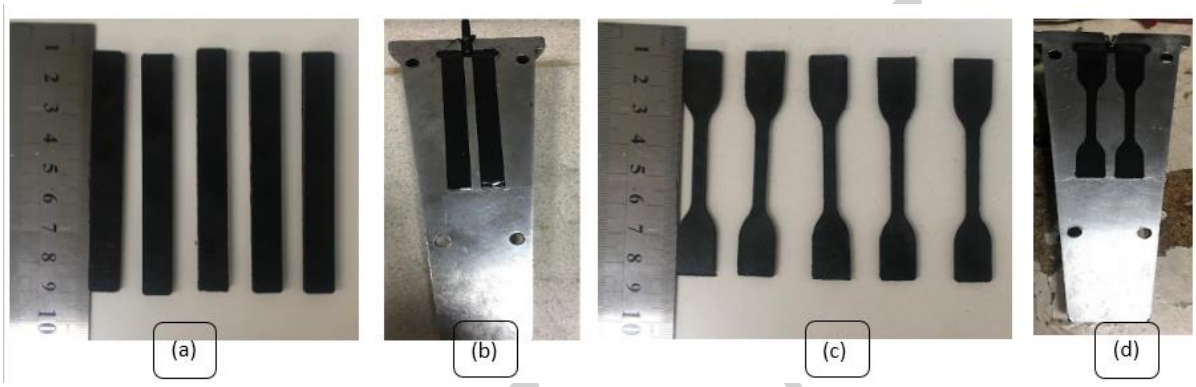
Şekil 6: (a) Çift vidalı ekstrüder makinası , (b) Mikro enjeksiyon makinası

3.SONUÇ VE TARTIŞMA

Çalışmada karbon fiber katkılı kompozit malzemenin geri dönüştürülmesi sırasında lifli karbon yapı enjeksiyon ve ekstrüder makinalarının besleme ağzında tıkanmalara yol açmıştır. Ayrıca karbon iplikler ekstrüder besleme ağzında yalnızca manuel beslemeye olanak vermiştir, bu durum proses hızının düşmesine neden olmuştur. Bu tıkanmaların giderilebilmesi ve işlem hızının arttırılabilmesi adına karbon iplik yapısının olabildiğince küçük boyutlara getirilmesi çalışma sırasında kolaylık sağlamıştır. Yapılan çalışmanın sonucunda grafen eklenmemiş ve grafen eklenmiş kompozit malzemelerden ISO 6892-1 standartlında 5'er adet çekme, darbe ve eğme deney çubukları elde edilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde grafen eklenen çubukların daha mat renkli olduğu tespit edilmiştir. Çubukların rijitliklerinin her ikisinde de yaklaşık aynı olduğu ancak grafen ile yapılan çalışmalar [15,16,17] incelendiğinde mukavemet değerinin arttığı gözlemlenmiştir.



Şekil 7 : Grafen eklenmemiş karbonfiberli kompozit malzeme deney çubukları



Şekil 8: Grafen eklenmiş karbon fiberli kompozit malzeme (a - b) darbe, (c-d) çekme deney çubukları

TEŞEKKÜR
PLASCAM A.Ş. ' ye, bu çalışmayı yürütmek için verdikleri destek ve imkânlardan dolayı teşekkür ederiz.

KAYNAKÇA

[1] S. Mazumdar , Composites Manufacturing Materials, Product, and Process Engineering Book, CRC Press ,New York, 2001.
[2] M. Balasubramanian, Composite Materials and Processing Book, CRC Press,New York, 7, 2013.
[3] Machinability study of carbon fiber reinforced composite Author links open overlay panel M. Rahman, S. Ramakrishna, J.R.SPrakash, D.C.G. Tan, 292-297, 1999.
[4] H. Altenbach et al.. Mechanics of Composite Structural Elements, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 2004.
[5] E.C. Botelho , L.Figiel , M.C.Rezende , B. Lauke . Mechanical behavior of carbon fiber reinforced polyamide composites. Compos Sci Technol 55-63, 2003.
[6] F. Ahmadijokani, A. Shojaei, S.Dordanihaghighi, E.Jafarpour, S. Mohmmadi, M.Arjmand, Effects of hybrid carbon-aramid fiber on performance of non-asbestos organic brake friction composites, Wear 2020.
[7] J. B. Donnet, R. C. Bansal, Carbon Fibers review, Marcel Dekker, Inc. New York, 1990.
[8] S. J. Pickering, Recycling technologies for thermoset composite materials current status composites, Part A, 1206− 1215, 2006.
[9] L. Gong, B. Yin, L. P. Li and M. B. Yang, Compos: Part B., 2015, 73, 49-56.
[10] S. Stankovich , D. A. Dikin , G. H. B. Dommett , K. M. Kohlhaas , E. J. Zimney , E. A. Stach , R. D. Piner , S. T. Nguyen , R. S. Ruoff , Nature 2006 , 442 , 282
[11] S. Y.Fu , B. Lauke , E. Mäder , X. Hu , C.Y.Yue . Fracture resistance of short-glass–fiberreinforced and short-carbon-fiber-reinforced polypropylene under Charpy impact load and its dependence on processing, J Mater Process Technol, 89-90, 1999.
[12] Rosato, Domic, Donald, Plastics Engineering Manufacturing and Data Book, Boston, Kluwer Academic Pub., 2001.

TASLAK

[13] A.D. La Rosa, D.R. Banatao, S.J. Pastine, A. Latteri, G. Cicala, Recycling treatment of carbon fibre/epoxy composite Materials recovery and characterization and environmental impacts through life cycle assessment, 17, 2016.
[14] J. Breitenbach, Melt extrusion from process to drug delivery technology, European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics, vol. 54, no. 2, pp. 107–117, 2002.
[15] Xubing Fu, Chenguang Yao and Guisheng Yang, Recent advances in graphene/polyamide 6 composites: a review, School of Chemistry and Chemical Engineering, Hefei University of Technology, Hefei, Anhui , 2015
[16] L. Gong, B. Yin, L. P. Li and M. B. Yang, Nylon-6/Graphene composites modified through polymeric modification of graphene , 2016
[17] Xiaoqing Zhang, Xinyu Fan, Hongzhou Li and Chun Yan, Facile preparation route for graphene oxide reinforced polyamide 6 composites via in situ anionic ring-opening polymerization , 2012

TASLAK