



TEKSTİL VE MÜHENDİS
(Journal of Textiles and Engineer)



<http://www.tekstilvemuhendis.org.tr>

Genişleyen Grafit ve Organokilin Kabaran Amonyum Polifosfat Esaslı Polipropilen/Karbon Elyaf Kompozitlerin Alev Geciktirici, Isıl ve Mekanik Özelliklerine Etkisi

The Role of Expandable Graphite and Organoclay on the Flame Retardant and Mechanical Properties of Carbon Fiber Filled Intumescent Polypropylene Composites

Lemiye ATABEK SAVAŞ¹, Mehmet DOĞAN²

¹Erciyes Üniversitesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, Kayseri, Türkiye

²Erciyes Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Kayseri, Türkiye

Online Erişime Açıldığı Tarih (Available online): 30 Mart 2018 (30 March 2018)

Bu makaleye atıf yapmak için (To cite this article):

Lemiye ATABEK SAVAŞ, Mehmet DOĞAN (2018): Genişleyen Grafit ve Organokilin Kabaran Amonyum Polifosfat Esaslı Polipropilen/Karbon Elyaf Kompozitlerin Alev Geciktirici, Isıl ve Mekanik Özelliklerine Etkisi, Tekstil ve Mühendis, 25: 109, 22-29.

For online version of the article: <https://doi.org/10.7216/1300759920182510903>

Sorumlu Yazara ait Orcid Numarası (Corresponding Author's Orcid Number) :

<https://orcid.org/0000-0001-9157-6504>



Araştırma Makalesi / Research Article

**GENİŞLEYEN GRAFİT VE ORGANOKİLİN KABARAN AMONYUM POLİFOSFAT
ESASLI POLİPROPİLEN/KARBON ELYAF KOMPOZİTLERİN ALEV
GECİKTİRİCİ, ISIL VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ**

**Lemiye ATABEK SAVAŞ¹
Mehmet DOĞAN^{2*}**

¹Erciyes Üniversitesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, Kayseri, Türkiye
²Erciyes Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Kayseri, Türkiye

*Gönderilme Tarihi / Received: 17.07.2017
Kabul Tarihi / Accepted: 08.02.2018*

ÖZET: Bu çalışmada; sinerjik etki yaratmak amacıyla kullanılan genişleyen grafit (GG) ve organokilin (OK) kabaran amonyum polifosfat (APP) içeren polipropilen (PP)/karbon elyaf (KF) kompozitlerin güç tutuşurluk, ısı ve mekanik özellikleri üzerine etkileri incelenmiştir. Üretilen kompozitlerin ısı ve güç tutuşurluk özellikleri termogravimetrik analiz (TGA), sınırlayıcı oksijen indeksi (LOI) ve UL-94 testleriyle, mekanik özellikleri ise dinamik mekanik analiz (DMA) ve çekme testleriyle incelenmiştir. Test sonuçları, ağırlıkça %1 GG kullanımının kül oluşumunu artırarak güç tutuşurluk özelliklerini iyileştirdiğini göstermiştir. %1 ve 3 oranında OK ilavesinin ise kompozitlerin mekanik özelliklerini iyileştirdiği fakat güç tutuşurluk özelliklerini iyileştirmeye katkı sağlamadığı gözlemlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Polipropilen, karbon fiber, güç tutuşurluk, amonyum polifosfat.

**THE ROLE OF EXPANDABLE GRAPHITE AND ORGANOCCLAY ON THE FLAME
RETARDANT AND MECHANICAL PROPERTIES OF CARBON FIBER FILLED
INTUMESCENT POLYPROPYLENE COMPOSITES**

ABSTRACT: In this study, the effects of expandable graphite (GG) and organoclay (OK), which are used for creating synergistic effect, on the flame retardant, thermal and mechanical properties of the ammonium polyphosphate (APP) containing polypropylene (PP) / carbon fiber (KF) composites have been investigated. The thermal and flammability properties of the composites are investigated by thermogravimetric analysis (TGA), limiting oxygen index (LOI) and UL-94 tests. The mechanical properties are examined by making dynamic mechanic analysis (DMA) and tensile tests. The test results show that the use of 1 wt% GG improves the flammability properties via the increased char formation. The mechanical properties are improved with the addition of 1 and 3 wt % OK whereas no improvement in flammability properties is observed.

Keyword: Polypropylene, carbon fiber, flame retardant, ammonium polyphosphate.

* Sorumlu Yazar/ Corresponding Author: mehmetd@erciyes.edu.tr <https://orcid.org/0000-0001-9157-6504>
DOI: 10.7216/1300759920182510903, www.tekstilvemuhendis.org.tr

1. GİRİŞ

Artan çevre bilinci ile beraber sundukları hafiflik, kolay işlenebilirlik, geri dönüşüm gibi pek çok avantajları nedeniyle kısa karbon elyaf (KF) takviyeli polimer kompozitler otomotiv, spor ve inşaat gibi birçok uygulama alanında kullanılmaktadır. Literatür incelendiğinde yapılan çalışmaların önemli bir kısmının kompozitlerin mekanik özelliklerini iyileştirme yönünde olduğu görülmektedir. Hâlbuki mekanik özelliklerinin yanı sıra güç tutuşur özelliğe sahip olmaları da bu kompozitlerin hem mevcut kullanım alanlarında hem de farklı uygulama alanlarında kullanılabilmelerine olanak sağlayacaktır. Mevcut literatürde KF takviyeli polipropilen (PP) kompozitlerinin mekanik özelliklerini iyileştirmek için farklı çözümler üzerine araştırmalar yapılmaktadır [1-5]. Fakat daha önce kendi yapmış olduğumuz çalışma dışında alev geciktirici özelliklerinin incelendiği bir çalışmaya rastlanılmamıştır [6].

Amonyum polifosfat (APP) esaslı kabaran alev geciktirici sistemler dolgu maddesi içeren veya içermeyen PP malzemelerde yaygın bir şekilde kullanılmakta ve alev geciktirmedeki etkisi çok sayıda bilimsel çalışmaya konu olmaktadır [7-18]. Etki mekanizmasına bakıldığında, kabaran alev geciktirici sistemler erken bozunmaya uğrayıp malzeme üzerinde koruyucu bir kül tabakası oluşturmaktadır. Bu tabaka katı faz ile gaz arasındaki ısı ve kütle (oksijen, yanıcı gazlar) transferini azaltarak alevlenmeyi engelleyici yönde etkinlik göstermektedir. Guo ve arkadaşları odun-polipropilen kompozitlerinde 3-(metakriloksi) propil trimetoksisilanla modifiye edilmiş APP (M-APP) ile birlikte farklı oranlarda genişleyen grafit (GG) kullanarak sinerjik etki çalışmaları gerçekleştirmişlerdir. Sonuçlar neticesinde hem GG'nin hem de M-APP'nin ilave edilmesiyle kompozitin alev geciktirici özelliğinin arttığını tespit etmişlerdir. Ayrıca artan GG miktarıyla birlikte LOI değerlerinin arttığını ve en yüksek sinerjik etkinin de M-APP:GG oranının 1:1 değerinde kullanılmasıyla meydana geldiğini belirlemişlerdir [19]. Du ve arkadaşları, organo-bentoniti sinerjik etki yaratmak amacıyla kullanarak (ağırlıkça % 1.8 ve 2.6) APP esaslı kabaran PP kompozitlerin alev geciktirici, mekanik ve reolojik özelliklerine etkisini araştırmışlardır. Yanma testi sonuçlarından APP ile birlikte organo-bentonit kullanımının kompozitin alev geciktirici özelliğini daha da arttırdığını ve kompozitlerin V0 yanmazlık derecesine ulaştığını tespit etmişlerdir [20]. Yapılan bir diğer çalışmada ise PP'de biri APP bazlı olmak üzere iki farklı ticari güç tutuşurluk maddesi ile birlikte organik kil (OK) kullanarak (2,5 ve 5 phr) sinerjik etki çalışmaları gerçekleştirmişlerdir. Çalışma sonucunda OK'nin alev geciktirici özelliklerde artışa neden olduğu fakat APP'nin düşük miktarlarda (2,5 phr) kulla-

nılmasından dolayı meydana gelen artışın çok fazla olmadığı gözlemlenmiştir [21].

Önceki çalışmamızda APP kullanarak ürettiğimiz PP matrisli kompozitlerin alev geciktirici özelliklerine KF miktarının etkisi incelenmiş, KF ile APP arasında antagonistik (ters sinerjik) etkinin meydana geldiği tespit edilmiştir [6]. Ayrıca matrise ilave edilen KF miktarının artmasıyla külün kompaktlığı ve kabarma kabiliyeti azalmış, bu azalmada kompozitlerin alev geciktirici özelliklerini olumsuz yönde etkilemiştir. Bununla birlikte %20 KF içeren kompozitlerde kül kompaktlığının ve kabarma kabiliyetinin neredeyse tamamen ortadan kalktığı gözlemlenmiştir. Literatürde yapılan çalışmalardan PP matrise GG ve OK ilave edilmesiyle birlikte kabaran külün koruyucu etkisinin arttığı tespit edilmiştir [17-31]. Böylece KF varlığının sebep olduğu güç tutuşurluk özelliklerindeki azalmayı GG ve OK ilavesinin telafi edebileceği düşünülmüş, bu nedenle de mevcut çalışmamızda GG ve OK'nin kullanımı tercih edilmiştir.

Bu çalışmanın temel amacı, sinerjik etki yaratmak amacıyla kullanılan GG ve OK'nin APP esaslı PP/KF kompozitlerinin güç tutuşurluk, ısıl bozunma ve mekanik özelliklerine etkisini incelemektir. Güç tutuşurluk ve ısıl bozunma özellikleri sınırlayıcı oksijen indeksi (LOI), UL-94 standardı ve termal gravimetrik analiz (TGA) yöntemleri kullanılarak incelenmiştir. Mekanik özellikler ise dinamik mekanik analiz (DMA) ve çekme testleri yapılarak belirlenmiştir. Azot ortamında soğutulmuş kırılmış kompozitlerin kırık yüzeylerinin incelenmesi için de taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır.

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

2.1. Kullanılan Malzemeler

Deneysel çalışmalarda kullanılan ürünlerin kodları ve üretici firmaları Tablo 1'de verilmiştir. Çalışmada kullanılan PP 4-6 g/10 dk. (2,16 kg, 230 °C) eriyik akış endeksine sahiptir. %0,25-0,5 arasında maleik anhidrid aşılansız PP (PP-g-MA) 0,9 g/cm³ yoğunluğa ve 150 g/10 dk. (2,16 kg, 230 °C) eriyik akış endeksine sahiptir. Kullanılan KF'nin yüzeyi polimer matrisi ile arasındaki uyumu arttırmak için ağırlıkça %1,5-3 oranında poliüretan esaslı reçine ile kaplanmıştır. KF 4200 MPa çekme mukavemetine, 240 GPa çekme modülüne ve 1,76 g/cm³ yoğunluğa sahiptir. Exolit AP766 ana güç tutuşurluk maddesi, APP ile birlikte sinerjik etki yaratmak amacıyla kullanılan maddeleri ihtiva eden özel bir karışımdır. Kullanılan GG 1000 °C'de >220 genişleme katsayısına, 0,45-0,5 g/cm³ yoğunluğa ve 5-7 pH değerlerine sahiptir. Kullanılan kil (SE3000) yüzeyi organik katyonlar ile modifiye edilmiş doğal bir bentonittir.

Tablo 1. Çalışmada kullanılan malzemelerin ürün kodları ve üretici firmaları.

Ürün Adı	Ürün Kodu	Üretici Firma
Polipropilen	PETOPLEN MH 418	PETKİM A.Ş
Polipropilen aşılansız maleik anhidrit	Exxelol PO 1015	Exxonmobil
Karbon fiber	AC0101	DOWAKSA
Amonyum polifosfat	Exolit AP 766	Clairant
Genişleyen grafit	Firecarb TEG-315	Minelco Ltd.

2.2. Kompozitlerin Üretimi

Kompozitler çift vidalı ekstrüderde (L/D: 40) (GÜLNAR MAKİNA, İstanbul, Türkiye) 50-180-190-200-205-210 °C sıcaklık profilinde 100 dev/dak vida hızında eriyik harmanlama yöntemi ile üretilmiştir. Pelet şeklinde üretilmiş kompozitler kalıplama işlemi gerçekleşene kadar plastik ambalajlar içerisinde saklanmıştır. Güç tutuşurluk ve mekanik özellikleri incelemek için gerekli olan test numuneleri laboratuvar tipi enjeksiyon kalıplama makinesi (DSM Xplore 12 ml Micro-injection Molder, Netherlands) ile 200 °C kovan ve 30 °C kalıp sıcaklığında şekillendirilmiştir. Ara yüzey yapışmasını güçlendirmek ve KF'nin PP içerisindeki dağılımını arttırmak için PP-g-MA kullanımının gerekli olduğu literatür dâhilinde belirlenmiş ve tüm kompozisyonlarda KF'nin PP-g-MA'ya oranı ağırlıkça 4:1 değerinde sabit tutulmuştur [2-5]. Her bir kompozisyon için kullanılan toplam alev geciktirici katkı maddesi miktarı ağı. %30 olup, eklenen GG ve OK miktarı APP içeriği azaltılarak ağı. %30'a tamamlanmıştır. GG ve OK'nin kompozitlerin özelliklerini nasıl değiştirdiğini belirlemek için ağı. %1, 3 ve 5 oranlarında GG ve OK içeren numuneler üretilmiştir. Kompozitlerin yüzde bileşimleri Tablo 2'de verilmiştir.

Tablo 2. Kompozitlerin % bileşimleri.

Numuneler	PP	PP-g-MA	KF	AP766	GG	OK
PP1	45	5	20	30	-	-
PP2	45	5	20	29	1	-
PP3	45	5	20	27	3	-
PP4	45	5	20	25	5	-
PP5	45	5	20	29	-	1
PP6	45	5	20	27	-	3
PP7	45	5	20	25	-	5

2.3. Karakterizasyon Yöntemleri

LOI değerleri, ASTM D2863 standardına uygun olarak Fire Testing Technology Limiting Oxygen Index Analyzer cihazında, 130×6,5×3,2 mm³ boyutlarına sahip test çubukları kullanarak belirlenmiştir. Düşey yanma testleri (UL-94) ASTM D3801 standardına göre 130×13×3,2 mm³ boyutlarına sahip test çubukları kullanılarak gerçekleştirilmiştir. TGA ölçümleri, 20-800 °C sıcaklıkları arasında 50 ml/dk. azot akışında ve 10 °C/dk. ısıtma hızı ile Hitachi-High Tech STA-7300 cihazı kullanılarak yapılmıştır. Çekme testleri, ASTM D 638 standardına göre Shimadzu AG-X test cihazı kullanılarak 50 kN yük altında ve 5 mm/dak çekme hızında ölçülmüştür. Test sonucunda çekme mukavemeti ve yüzde uzama değerleri elde edilmiştir. Çekme testine ait değerler her bir numune için beş adet ölçüm sonucunun ortalama değeri alınarak hesaplanmıştır. Çekme testi sonrası kırık yüzeylerin morfolojisi SEM (LEO 440, 20 kV) cihazı kullanılarak görüntülenmiştir. İletkenliği sağlamak amacıyla ölçüm öncesi numune yüzeyleri Au/Pd alaşımı ile kaplanmıştır. Kompozitlerin depo ve kayıp modülü değerlerini belirlemek için DMA testleri yapılmıştır. Testler, 1 Hz frekansta, 10 °C/dk. ısıtma hızında ve -50 ile 140 °C dereceleri arasında gerçekleştirilmiştir.

3. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

3.1. LOI ve UL-94

Tablo 3'te kompozitlerin LOI ve UL-94 test sonuçları verilmektedir. Güç tutuşurluk maddesi olarak yalnızca APP içeren referans (PP1) numunesinin LOI değeri %28,6 ve UL-94 derecelendirmesi V0 olarak belirlenmiştir. Referans numunesine kıyasla ağı. %1 GG içeren kompozitin (PP2) LOI değeri artmakta (%31,0), ağı. %3 ve 5 GG içeren kompozitlerin (PP3 ve PP4) LOI değerleri ise azalmaktadır (sırasıyla %26,7 ve 24,4). Bu üç numunenin UL-94 derecelendirmesinde ise herhangi bir değişim gözlenmemiştir. Aynı şekilde referans numunesine kıyasla ağı. %1, 3 ve 5 OK içeren kompozitlerin (PP5, PP6 ve PP7) UL-94 derecelendirmesinde bir değişim gözlemlenmemiştir ve LOI değerleri OK miktarı artıkça azalmıştır. LOI testi UL-94 testine göre daha hassas sonuçlar veren bir test yöntemidir. Bu sebeple kompozisyondaki değişimin güç tutuşurluk üzerine etkisi daha net görülmektedir. Ana güç tutuşurluk maddesi (APP) miktarı fazla olduğundan, UL-94 derecesinde herhangi bir değişim gözlemlenmemiştir. Benzer sonuçlara literatürde de rastlanılmaktadır [22, 30].

Tablo 3. Kompozitlerin LOI ve UL-94 test sonuçları

Numuneler	LOI	UL-94
PP1	28,6	V0
PP2	31,0	V0
PP3	26,7	V0
PP4	24,4	V0
PP5	26,8	V0
PP6	27,3	V0
PP7	25,8	V0

Çalışmada kullanılan ana güç tutuşurluk maddesi (APP), katı faz ile yanan yüzey arasında kütle ve ısı transferinin azalmasına sebep olan kül oluşumuyla kompozit malzemeye alev geciktirici özellik kazandırmaktadır. Literatürde APP ile birlikte kullanılan OK'nin plakalı yapıya sahip olmasından dolayı külün bariyer etkisini arttırdığına dair çalışmalar mevcuttur [22, 28, 29]. Fakat OK ilavesiyle LOI değerlerinde azalma gözlemlenmiştir. GG'nin külün şişmesini destekleyici yönde etki göstermesinden dolayı LOI değeri artmış (yalnızca ağı.%1 GG ilavesinde) fakat yüksek miktarlarda kullanıldığında LOI değerlerinde azalma meydana gelmiştir [19]. Aynı zamanda bir önceki çalışımızda da gözlemlendiği gibi, KF ile APP arasında meydana gelen antagonistik etki de bu azalmayı arttırmıştır [6]. Çalışmada toplam güç tutuşurluk maddesi miktarının sabit tutulduğu göz önünde bulundurulduğunda, ana güç tutuşurluk maddesi miktarındaki azalmanın neden olduğu alev geciktirici özelliklerindeki kötüleşmeyi GG veya OK'nin kullanımı telafi edememiştir.

3.2. TGA

Farklı oranlarda GG ve OK içeren APP esaslı PP/KF kompozitlerin TGA ve DTG grafikleri Şekil 1'de gösterilmektedir.

Tablo 4'te de her bir kompozitin %5 ($T_{\%5}$) ve maksimum kütle kaybının (T_{\max}) gerçekleştiği sıcaklıklar ile test sonrası 800 °C'de kalan kül miktarları listelenmektedir.

TGA grafikleri incelendiğinde ısıl bozunma prosesinin kompozisyonlardan bağımsız olarak iki adımda gerçekleştiği görülmektedir. İlk adımda APP'nin ikinci adımda ise PP'nin ısıl bozunması gerçekleşmiştir. Tablo 4'deki veriler incelendiğinde, APP ile birlikte ağırlık %1 ve %3 oranlarında GG'nin kullanıldığı kompozitlerin (PP2 ve PP3) $T_{\%5}$ sıcaklık değerleri referans numunesine göre sırasıyla 11 ve 16 °C azalmakta, ağırlık %5 GG içeren kompozitinki ise (PP4) 3 °C artmaktadır. Kül oluşum miktarları ise kullanılan GG oranı (ağırlık %1, 2 ve 3) arttıkça sırasıyla %7,1, 2,9 ve 1 oranlarında artmaktadır. GG kullanımı ile kül oluşum oranları referans numunesine göre daha da artmıştır. Ancak ilave edilen GG miktarı arttıkça oluşan kül miktarında azalma gözlemlenmiştir. Bu durumun ana güç tutuşluluk maddesi miktarının azalmasından kaynakladığı düşünülmektedir.

APP ile birlikte ağırlık %1 oranında OK kullanıldığında kompozitin (PP5) $T_{\%5}$ sıcaklık değeri referans numunesine göre 1 °C artmakta, ağırlık %3 ve 5 OK içeren kompozitlerin ki ise (PP6 ve PP7) sırasıyla 1 ve 10 °C azalmaktadır. PP5 kompozitinin kül oluşum miktarı referans numunesine göre %2,1 oranında artmakta, PP6 ve PP7 kompozitlerinin ki ise sırasıyla %1,2 ve 1,7 oranlarında azalmaktadır.

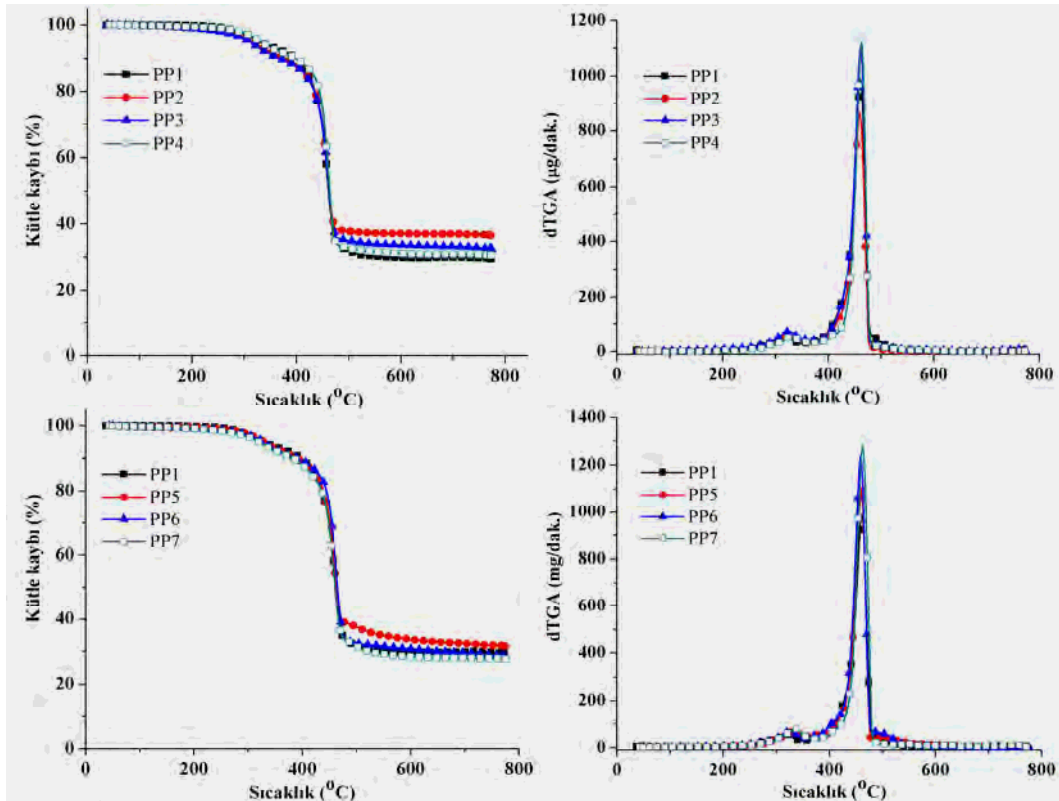
Tablo 4. Kompozitlere ait TGA test sonuçları.

Numuneler	$T_{\%5}$ (°C)	T_{\max} (°C)	Kalan kütle (%)
PP1	328	461	29,4
PP2	317	460	36,5
PP3	312	461	32,3
PP4	331	463	30,4
PP5	329	459	31,5
PP6	327	459	28,2
PP7	318	461	27,7

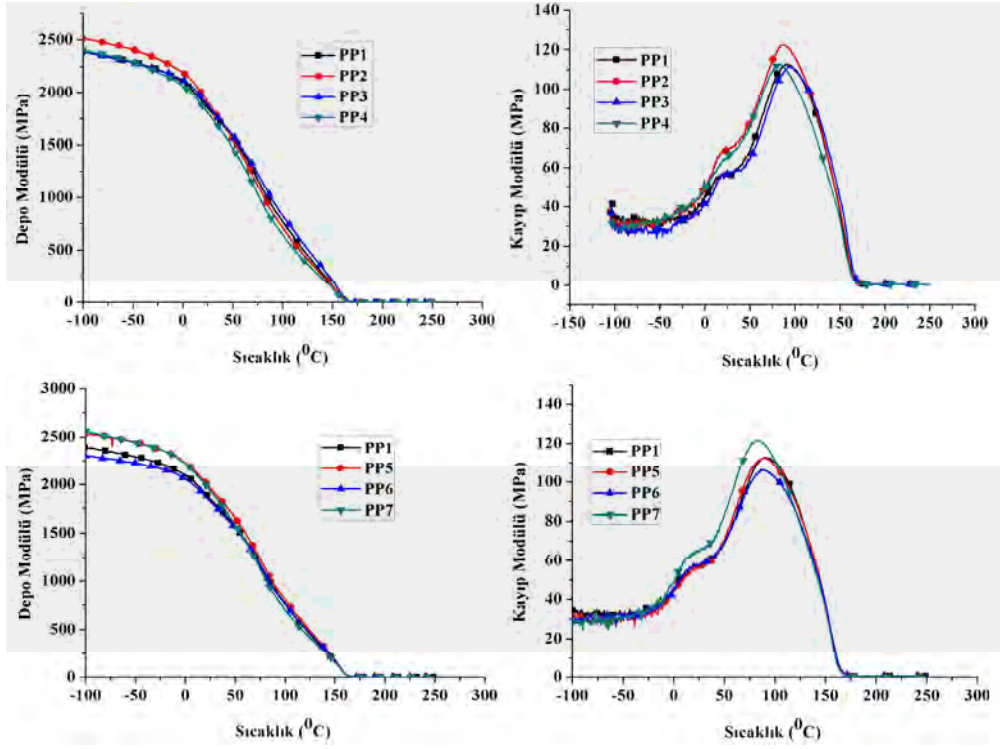
APP ile birlikte kullanılan OK'nin asidik gruplara sahip olması nedeniyle katalitik etki oluşmakta ve referans numuneye göre PP5 kompozitinin kül oluşum oranında artış gözlemlenmektedir [24]. Ancak yüksek miktarlarda OK ilavesiyle ana güç tutuşluluk maddesi miktarındaki azalmaya bağlı olarak kül oluşum oranlarının referans numuneye göre azaldığı görülmektedir. GG ve OK ilavesi kompozitlerin maksimum bozunma (T_{\max}) sıcaklığı değerlerinde önemli bir değişim meydana getirmediğinden termal kararlılıklarında da bir farklılık oluşmamaktadır.

3.3. DMA ve Çekme testi

Şekil 2'de kompozitlerin sıcaklığa bağlı elastik ve kayıp modülü değerlerinin değişimini gösteren grafik verilmektedir. PP matrisinde meydana gelen ısıl geçişler nedeniyle kompozitlere ait depolama modülü değerleri sıcaklık arttıkça azalmaktadır [1]. Kompozitlerin elastik modülü değerleri birbirine çok yakın olup, anlamlı bir farklılık gözlemlenmemektedir. Bu duruma tüm kompozitlerin ihtiva ettiği ağırlık %20 KF'nin takviye edici özelliğinin baskın gelmesi neden olmaktadır.



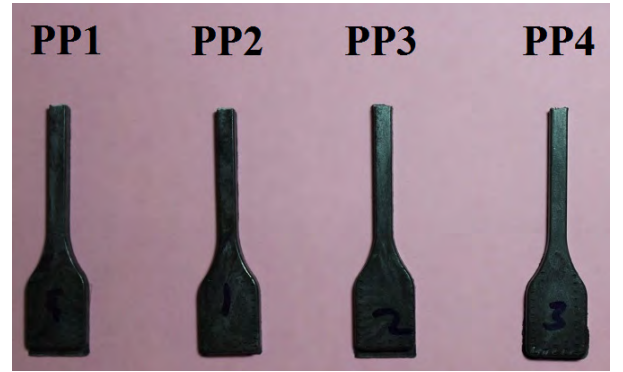
Şekil 1. Kompozitlerin TGA ve DTG grafikleri.



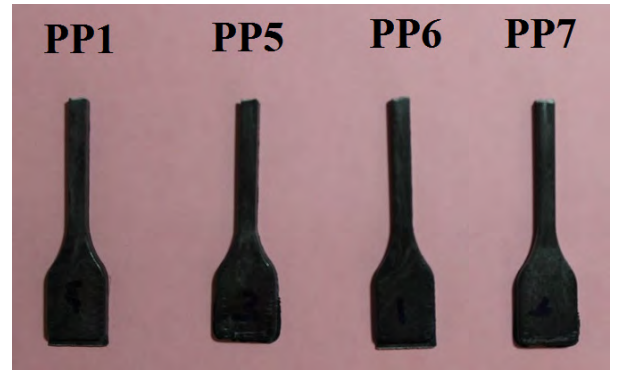
Şekil 2. Kompozitlerin sıcaklığa karşı depo ve kayıp modülü değerlerini gösteren grafikler.

Kayıp modülü malzemenin ısı biçiminde kaybettiği deformasyon enerjisinin bir ölçüsüdür ve moleküller yapının yeniden düzenlenmesine bağlıdır. Tüm kompozitler yaklaşık olarak 20 ve 89 °C'lerde iki tane ısıl geçiş piki göstermektedir. α -dönüşümü olarak adlandırılan ilk ısıl dönüşüm piki PP'nin camsı geçiş sıcaklığına (T_g) aittir. İkinci ısıl dönüşüm piki ise kristal bölgelerdeki moleküllerin hareketliliğinden ileri gelmektedir. Sonuç olarak GG ve OK'nin DMA eğrilerindeki değişimi çok fazla etkilemediği anlaşılmaktadır.

Kompozitlerin çekme testi sonuçları Tablo 5'de verilmiştir. Çekme testi sonrası kompozitlere ait dijital fotoğraf görüntüleri ise Şekil 3 ve Şekil 4'te verilmiştir. PP'nin plastik deformasyonundan dolayı APP, KF, GG ve OK'nin matris içerisindeki dağılımını incelemek zorlaşmaktadır bu sebeple kompozitlerin dondurularak kırılmış yüzeylerinin SEM görüntüleri Şekil 5'te verilmiştir. Referans numunenin çekme dayanımı 40,2 MPa ve kopma uzaması %1,3'tür. APP ile birlikte GG içeren kompozitlerin (PP2, PP3 ve PP4) çekme dayanımları ilave edilen GG miktarının artmasıyla (sırayla 36,9, 34,3 ve 31,3 MPa) azalmaktadır. Kopma uzamalarında ise dikkate değer bir değişim gözlenmemektedir. Kompozitlerin mekanik performansları takviye maddesinin miktarına, parçacık boyutuna ve takviye fazı-matris arasındaki ara yüzey yapışmasına bağlıdır [2,4]. GG'nin tane boyutunun (ortalama 45 μm) KC'ye (<10 μm) göre daha büyük ve yüzeyinin inert olması sebebiyle çekme mukavemetini olumsuz yönde etkilemekte ve kompozitlerin çekme mukavemeti değerlerini düşürmektedir [19].



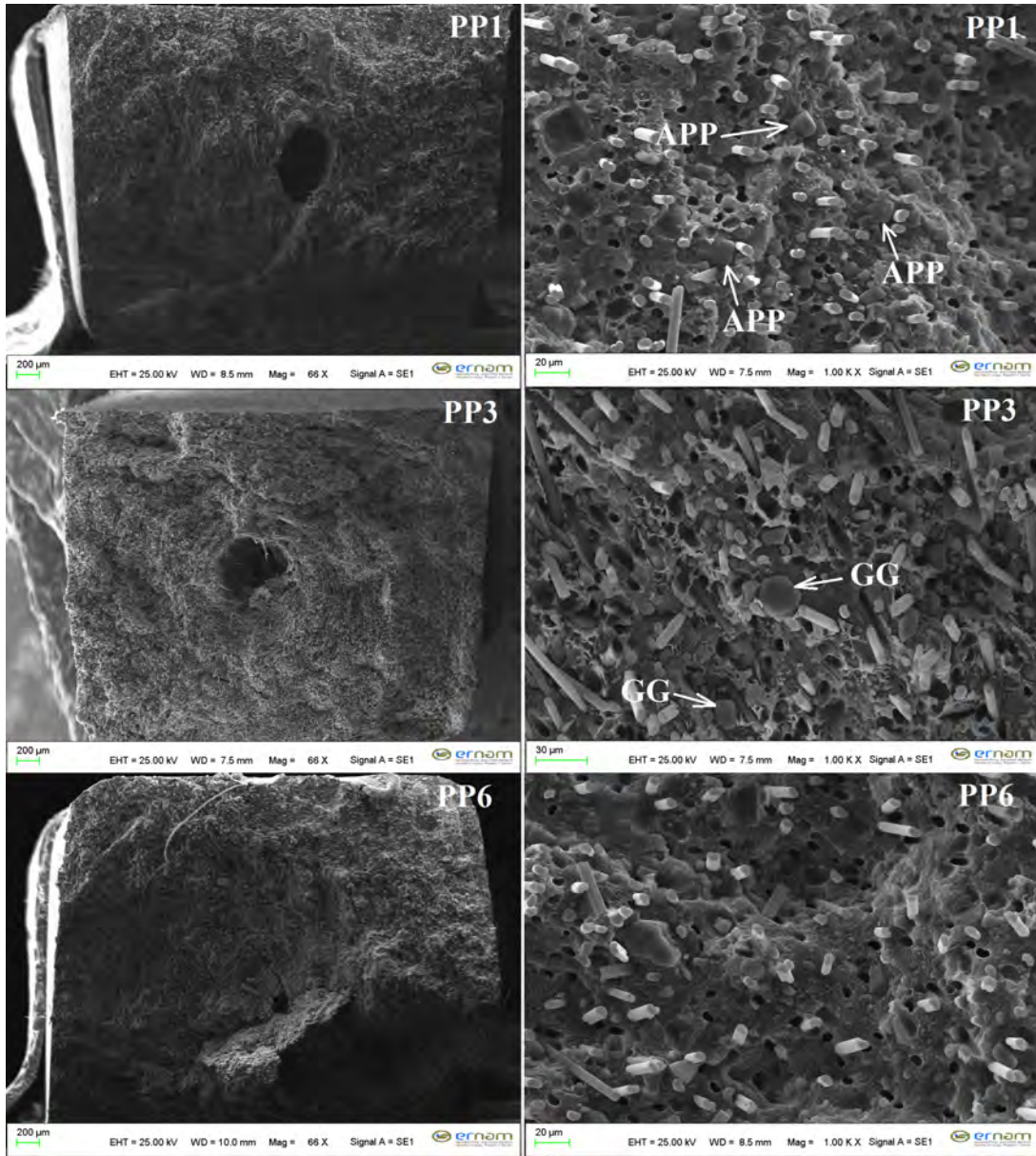
Şekil 3. Çekme testi sonrası GG içeren kompozitlerin dijital fotoğrafları.



Şekil 4. Çekme testi sonrası OK içeren kompozitlerin dijital fotoğrafları.

Referans numunesine kıyasla ağ. %1 ve %3 OK içeren kompozitlerin (PP5 ve PP6) çekme dayanımları artmakta (sırasıyla 41,7 ve 43,8 MPa), ağ. %5 OK içeren kompozitin (PP7) çekme dayanımı ise azalmaktadır (35,9 MPa). GG içeren kompozitlere benzer şekilde kopma uzamalarında da dikkate değer bir değişim gözlemlenmemektedir. Bununla birlikte, düşük oranlarda (ağ. %1 ve 3) OK içeren kompozitlerde silika partikülleri kümeleşme (aglomerasyon) eğilimi göstermezken yüksek oranlarda aglomerasyon potansiyeli artmakta ve mekanik özelliklerde azalma meydana gelmektedir. Söz konusu durumdan dolayı ağ. %5 OK içeren kompozitin (PP7) mekanik dayanımında azalma meydana gelmektedir. Dondurularak kırılmış yüzeylerden alınan SEM görüntülerinin incelenmesi ile katkı maddesi-

matris arasındaki ara yüzey yapışması ve kompozitlerin kırılma mekanizması hakkında bilgi edinilebilmektedir. Görüntüler incelendiğinde bütün kompozitlerde APP, KF ve GG'nin homojen bir şekilde dağıldığı ancak OK'nin küçük tane boyutuna sahip olmasından dolayı görüntülenemediği sonucuna ulaşılmaktadır. Daha önce yapılan, KF oranının kompozitlerin kırılma davranışı üzerine etkilerinin incelendiği çalışmamızda [6] ağ. %20 KF oranının tüm kompozitlerde gevrek kırılma davranışına sebep olduğu görülmüştür. Benzer şekilde bu çalışmada da, KF oranının gevrek kırılma davranışına sebep olduğu, GG ve OK ilavesinin bu davranışta herhangi bir değişikliğe sebep olmadığı görülmektedir.



Şekil 5. Kompozitlerin kırık yüzeylerine ait SEM görüntüleri-1000×.

Tablo 5. Kompozitlere ait çekme testi sonuçları.

Numuneler	Çekme Dayanımı (MPa)	Kopma Uzaması (%)
PP1	40,2 ± 1,6	1,3 ± 0,2
PP2	36,9 ± 1,2	1,3 ± 0,3
PP3	34,3 ± 0,9	1,2 ± 0,3
PP4	31,3 ± 1,1	1,2 ± 0,2
PP5	41,7 ± 1,3	1,4 ± 0,3
PP6	43,8 ± 1,4	1,3 ± 0,3
PP7	35,9 ± 2,1	1,4 ± 0,3

4. SONUÇLAR

Bu çalışmada, destekleyici alev geciktirici ajan olan GG ve OK'nin kabaran APP esaslı PP/KF kompozitlerinin güç tutuşurluk, ısıl ve mekanik özellikleri üzerine etkisi incelenmiştir. Sonuçlardan, ağı. %1 oranında GG ilavesinin alev geciktirici özelliği artırdığı fakat mekanik özelliklerde olumsuz etki yarattığı tespit edilmiştir. OK ilavesinin ise alev geciktirici özelliklerde iyi sonuçlar vermediği fakat ağı. %3 oranına kadar kullanıldığında mekanik özellikleri artırdığı belirlenmiştir. Genel olarak GG ve OK ilavesiyle kompozitlerin kırılma mekanizması değişmemiş, kopma uzaması değerlerinde ise önemli bir fark gözlemlenmemiştir. Aynı şekilde GG ve OK ilavesinin kompozitlerin ısıl bozunma mekanizmasını ve ısıl kararlılığını değiştirmedikleri tespit edilmiştir. DMA test sonuçları da GG ve OK'nin kompozitlerin viskoelastik davranışlarını çok fazla etkilemediğini göstermiştir.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından desteklenmiştir. Proje Numarası: FDA-2015-5959.

KAYNAKLAR

- Rezaei, F., Yunus, R., Ibrahim, NA., (2009), *Effect of fiber length on thermomechanical properties of short carbon fiber reinforced polypropylene composites*, Materials & Design, 30(2), 260-263.
- Unterweger, C., Brüggemann, O., Fürst, C., (2014), *Effects of different fibers on the properties of short-fiber-reinforced polypropylene composites*, Composites Science and Technology, 103, 49-55.
- Fu, S-Y., Lauke, B., Mäder, E., Yue, C-Y., Hu, X., (2000) *Tensile properties of short-glass-fiber-and short-carbon-fiber-reinforced polypropylene composites*, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 31(10), 1117-1125.
- Karsli, NG., Aytac, A., (2011), *Effects of maleated polypropylene on the morphology, thermal and mechanical properties of short carbon fiber reinforced polypropylene composites*, Materials & Design, 32(7), 4069-4073.
- Unterweger, C., Duchoslav, J., Stifter, D., Fürst, C., *Characterization of carbon fiber surfaces and their impact on the mechanical properties of short carbon fiber reinforced polypropylene composites*, (2015), Composites Science and Technology, 108, 41-47.
- Atabek Savaş, L., Mutlu, A., Dike, AS., Tayfun, U., Doğan, M., (2017), *Effect of carbon fiber amount and length on flame retardant and mechanical properties of intumescent polypropylene composites*, Journal of Composites Materials.
- Nie, S., Liu, X., Wu, K., Dai, G., Hu, Y., (2013) *Intumescent flame retardation of polypropylene/bamboo fiber semi-biocomposites*, Journal of thermal analysis and calorimetry, 111(1), 425-30.
- Kim, N., Bhattacharyya, D., (2016), *Development of fire resistant wool polymer composites: Mechanical performance and fire simulation with design perspectives*, Materials & Design, 106, 391-403.
- Zhang, ZX., Zhang, J., Lu, B-X., Xin, ZX., Kang, CK., Kim, JK., (2012), *Effect of flame retardants on mechanical properties, flammability and foamability of PP/wood-fiber composites*. Composites Part B: Engineering, 43(2), 150-158.
- Matko, S., Toldy, A., Keszei, S., Anna, P., Bertalan, G., Marosi, G., (2005), *Flame retardancy of biodegradable polymers and biocomposites*, Polymer Degradation and Stability, 88(1):138-145.
- Schartel, B., Braun, U., Schwarz, U., Reinemann, S., (2003), *Fire retardancy of polypropylene/flax blends*, Polymer, 44(20), 6241-6250.
- Wang, W., Zhang, S., Wang, F., Yan, Y., Li, J., Zhang, W., (2014), *Effect of microencapsulated ammonium polyphosphate on flame retardancy and mechanical properties of wood flour/polypropylene composites*, Polymer Composites.
- Han, L., Wu, W., Qi, Y., Qu, H., Xu, J., (2015), *Synergistic flame retardant effect of BiFeO₃ in intumescent flame-retardant polypropylene composites*, Polymer Composites, 2015.
- Wang, W., Peng, Y., Chen, H., Gao, Q., Li, J., Zhang, W., (2015), *Surface microencapsulated ammonium polyphosphate with beta - cyclodextrin and its application in wood-flour/polypropylene composites*, Polymer Composites.
- Wang, W., Peng, Y., Dong, Y., Wang, K., Li, J., Zhang, W., (2016), *Effect of coupling agent modified intumescent flame retardant on the mechanical properties, thermal degradation behavior, and flame retardancy of wood-flour/polypropylene composites*, Polymer Composites.
- Doğan, M., Yılmaz, A., Bayramlı, E., (2010), *Synergistic effect of boron containing substances on flame retardancy and thermal stability of intumescent polypropylene composites*. Polymer Degradation and Stability, 95(12), 2584-2588.
- Liu, Y., Deng, C-L., Zhao, J., Wang, J-S., Chen, L., Wang, Y-Z., (2011), *An efficiently halogen-free flame-retardant long-glass-fiber-reinforced polypropylene system*, Polymer degradation and stability, 96(3), 363-370.
- Yu, F., Xu, F., Song, Y., Fang, Y., Zhang, Z., Wang, Q., Wang, F., (2015), *Expandable graphite's versatility and synergy with carbon black and ammonium polyphosphate in improving antistatic and fire-retardant properties of wood flour/polypropylene composites*, Polymer Composites.
- Guo, C., Zhou, L., Lv, J., (2013), *Effects of expandable graphite and modified ammonium polyphosphate on the flame-retardant and mechanical properties of wood flour-polypropylene composites*, Polymers & Polymer Composites, 21(7), 449-456.
- Du, B., Ma, H., Fang, Z., (2011), *How nano-fillers affect thermal stability and flame retardancy of intumescent flame retarded polypropylene*, Polymers for Advanced Technologies, 22(7), 1139-1146.

21. Zhang, S., Horrocks, AR., Hull, R., Kandola, BK., (2006), *Flammability, degradation and structural characterization of fibre-forming polypropylene containing nanoclay-flame retardant combinations*, Polymer Degradation and Stability, 91(4), 719-725.
22. Du, B., Guo, Z., Song, Pa., Liu, H., Fang, Z., Wu, Y., (2009), *Flame retardant mechanism of organo-bentonite in polypropylene*, Applied Clay Science, 45(3), 178-184.
23. Liu, Y., Zhao, J., Deng, C-L., Chen, L., Wang, D-Y., Wang, Y-Z., (2011), *Flame-retardant effect of sepiolite on an intumescent flame-retardant polypropylene system*, Industrial & Engineering Chemistry Research, 50(4), 2047-2054.
24. Tang, Y., Hu, Y., Li, B., Liu, L., Wang, Z., Chen, Z., Fan, W., (2004), *Polypropylene/montmorillonite nanocomposites and intumescent, flame-retardant montmorillonite synergism in polypropylene nanocomposites*, Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry, 42(23), 6163-6173.
25. Doğan, M., Bayramlı, E., (2011), *Synergistic effect of boron containing substances on flame retardancy and thermal stability of clay containing intumescent polypropylene nanoclay composites*. Polymers for Advanced Technologies, 22(12), 1628-1632.
26. Tang, Y., Hu, Y., Wang, S., Gui, Z., Chen, Z., Fan, W., (2003), *Intumescent flame retardant-montmorillonite synergism in polypropylene-layered silicate nanocomposites*, Polymer international, 52(8), 1396-1400.
27. Du, B., Guo, Z., Fang, Z., (2009), *Effects of organo-clay and sodium dodecyl sulfonate intercalated layered double hydroxide on thermal and flame behaviour of intumescent flame retarded polypropylene*, Polymer Degradation and Stability, 94(11), 1979-85.
28. Yi, D., Yang, R., (2010), *Ammonium polyphosphate/montmorillonite nanocompounds in polypropylene*, Journal of applied polymer science, 118(2), 834-840.
29. Le Bras, M., Bourbigot, S., (1996), *Mineral fillers in intumescent fire retardant formulations—criteria for the choice of a natural clay filler for the ammonium polyphosphate/pentaerythritol/polypropylene system*, Fire and Materials, 20(1), 39-49.
30. Bai, G., Guo, C., Li, L., (2014), *Synergistic effect of intumescent flame retardant and expandable graphite on mechanical and flame-retardant properties of wood flour-polypropylene composites*. Construction and Building Materials, 50, 148-53.
31. Seefeldt, H., Braun, U., Wagner, MH., (2012), *Residue stabilization in the fire retardancy of wood-plastic composites: Combination of ammonium polyphosphate, expandable graphite, and red phosphorus*, Macromolecular chemistry and physics, 213(22), 2370-2377.