

GENİŞLETİLMİŞ GRAFİT İLE TAKVİYE EDİLMİŞ POLİMER NANOKOMPOZİTLERİN MEKANİK ÖZELLİKLERİ

Kutlay Sever¹, İsmail Hakkı Tavman¹, Alpaslan Turgut¹, İsmail Özdemir²

¹ Dokuz Eylül Üniversitesi, Makina Mühendisliği Bölümü, İzmir, Türkiye

² Dokuz Eylül Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, İzmir, Türkiye

ÖZET

Bu çalışmada, genişletilmiş grafit levha takviyeli yüksek yoğunluklu polietilen nanokompozitlerinin çekme mukavemeti, Young modülü ve % uzama değerleri incelenmiştir. Grafitin iki farklı boyutu, EG5 (5 mikrometre) ve EG50 (50 mikrometre) kullanılmıştır. Kütleli grafit katkı oranı %40'a kadar genişletilmiş grafit içeren polimer nanokompozitler, matris ve grafit nano dolgunun "Brabender Plasticorder" cihazında karıştırılmasıyla hazırlanmıştır. EG5/HDPE nanokompozitleri için çekme mukavemetindeki artışın EG50/HDPE nanokompozitlere göre daha fazla olduğu belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: *Nanokompozit, genişletilmiş grafit, yüksek yoğunluklu polietilen, çekme mukavemeti*

ABSTRACT

Tensile stress, Young modulus and % strain of expanded graphite/high density polyethylene nanocomposites were investigated in this study. Two different size of graphite, EG5 (5 micrometer) and EG50 (50 micrometer) were used. Nanocomposites containing up to 40 % weight fraction of expanded graphite filler material were prepared by mixing them in a Brabender Plasticorder. The increase in tensile stress was more pronounced for EG5/HDPE nanocomposites than EG50/HDPE nanocomposites.

Keywords: *Nanocomposite, expanded graphite, high density polyethylene, tensile stress*

1. Giriş

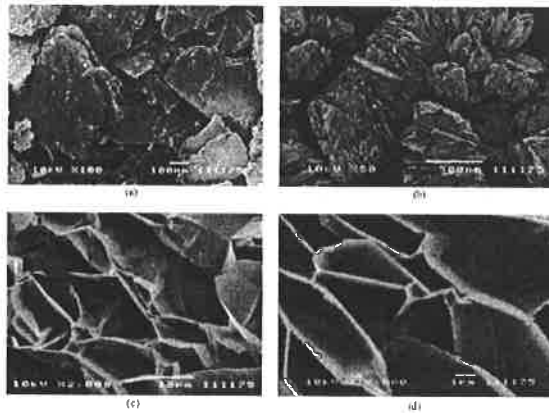
Yüksek ısı ve elektriksel iletkenliğe sahip polimer kompozitler, batarya, elektromanyetik kalkan, anti-statik ve korozyon dirençli kaplama gibi uygulama alanlarında yaygın olarak kullanılmaya başlanan malzemelerdir[1]. Bu polimer kompozit malzemelerin hazırlanmasında iletken dolgu olarak karbon ve grafit yaygın olarak kullanılmaktadır. Grafitin, yüksek

elektriksel ve ısı iletkenliğe sahip olduđu iyi bilinmektedir. Son yıllarda gelişen nano-teknoloji ile nano boyutta grafit nano-levhalar ve grafit nano-tozlar üretilmektedir[2].

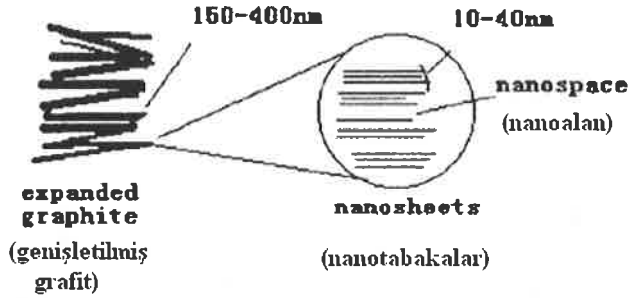
Genişletilmiş, tabakalı grafit dolgu malzemesi, doğal grafit ile aynı kristal yapıya ve benzer elektriksel iletkenliğe sahiptir. Yaklaşık 1000 °C gibi yüksek bir sıcaklıkta doğal grafit bileşiminin ısı olarak işlem den geçirilmesi ile elde edilmektedir[3]. Akordiyon şeklindeki genişletilmiş grafit zayıf, gözenekli ve solucanımsı bir yapıdadır (Şekil 1.). Tabakalar halindeki bu yaprak s ı yapılar eksenleri boyunca en az 100 kata kadar genişleyebilmektedirler. Bu tabakalar SEM ile ancak 100–400 nm boyutlarına kadar görüntülenebilirken, TEM ile 10–40 nm büyüklüğe kadar gözlemlenebilmektedirler. SEM ile bakıldığında tek bir tabaka gibi görünen tabakaların, TEM kullanıldığında çok daha düşük kalınlıklardaki nanotabakalardan oluştuđu görülmüştür (Şekil 2.)[3-4].

Konvansiyonel takviyeli kompozitler ile mukayese edildiklerinde, tabakalı grafit nano dolgu malzemesi ile hazırlanan nanokompozitler, düşük dolgu oranlarında bile, üstün mekanik, ısı ve elektriksel özelliklere sahiptirler [5]. Genişletilmiş grafit dolgu malzemesi doğal grafit e göre daha küçük tanecik boyutuna ve daha düşük katkı oranlarında grafit levhalarının birbirine temas ı ile elektriksel ve ısı iletken olma özelliğine sahiptir[6]. Grafit nano-levhalar yüksek şekil oranına (boy/en) ve yüksek elektriksel ve ısı iletkenliğe sahip olması nedeniyle gelecekte iletken polimer kompozitlerin hazırlanmasında kullanılacak muhtemel dolgu malzemeleri arasında yer almaktadır[7].

Nano tabakaların polimer matris içerisindeki dağılım ı, nanokompozit malzemelerin fiziksel ve mekanik özelliklerinin iyileştirilmesinde önemli bir rol oynamaktadır[8]. Ayrıca, dolgu maddesi ve polimer matris arasındaki ara yüzey sel yapışma derecesi de tüm özellikleri etkileyen önemli bir faktördür.



Şekil 1. SEM (taramalı elektron mikroskobu) resimleri; a) doğal grafit, b) genişletilmiş grafit (EG), c) daha yüksek bir büyütm e de EG, d) EG deki 100 nm den daha düşük bir kalınlığa sahip levhalar ve gözenekler[2].



řekil 2. Akordiyon řeklindeki geniřletilmiř grafitin ierdięi nanotabakaların grnm.[3]

Polimer malzemelerin geniřletilmiř grafit dolgu malzemesi ile takviye iřleminden sonra elektriksel ve ısı iletkenlik zellikleri artarken, mekanik zelliklerinin azalmaması gerekir. Yaptıęımız bu alıřmada, farklı boyuta sahip geniřletilmiř grafit ile takviyelendirilmiř yksek yoęunluklu polietilen nanokompozitin mekanik zellikleri, kompozit ierisine katılan dolgu miktarına baęlı olarak incelenmiřtir. alıřmadaki tm malzeme retimleri ve ekme testleri, Tbitak ile Slovak Bilimler Akademisi arasındaki ikili iřbirlięi projesi kapsamında Slovakya’da Slovak Bilimler Akademisi bnyesindeki Polimer Enstits’nde gerekleřtirilmiřtir.

2. Deneysel Detaylar

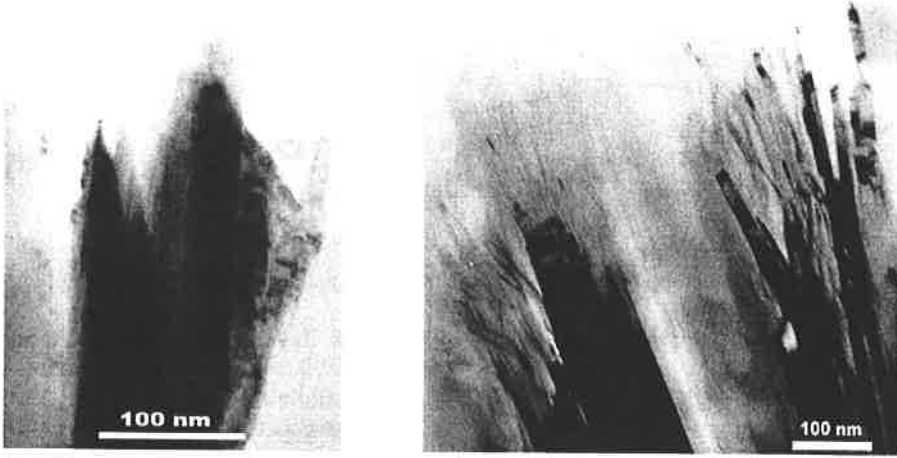
2.1. Malzemeler

Nanokompozit malzeme retiminde, matris malzeme olarak yksek yoęunluklu polietilen (HDPE BP 5740 3 VA, British Petrol, İngiltere) kullanılmıřtır. Matris malzemenin erime sıcaklıęı 129.3°C, yoęunluęu ise 0.95 g/cm³, erime akıř indeksi 8 g/10 dakika’dır. Katkı olarak, yaklařık 5 ve 50 mikrometre aplara sahip GFG-5 ve GFG-50 (ECOPHIT, SGL Technologies GMBH, Germany) kullanılmıřtır. Geniřlemiř grafitlerin yoęunlukları 2,25 g/cm³tr.

2.2. Nanokompozit retimi

EG5/HDPE ve EG50/HDPE olarak ifade edilen geniřletilmiř grafit–yksek yoęunluklu polietilen kompozit malzemeler eriyik harmanlama yntemi kullanılarak retilmiřtir. Matris ve dolgu malzemesi, Brabender Plasticorder PLE 331 (Almanya) cihazının 30 ml’lik karıřım odasına 180°C sıcaklık ve 10 dev/dak’da beslenmiřtir. Besleme iřleminden sonra, Brabender cihazında karıřtırma iřlemine 35 dev/dak’da, 15 dakika sre ile (180°C sıcaklıkta) devam edilmiřtir. Karıřtırma iřlemi bittikten sonra, Brabender cihazının karıřtırıcı arkları zerindeki ve karıřım odasındaki jel kıvamındaki kompozit malzeme spatula ile sıyrılarak alınmıř ve merdaneden geirilmiřtir. retilen kompozitler ktlesel olarak % 2, 5, 7, 10, 13, 15, 20, 25, 30, 40 dolgu malzemesi iermektedir. 1 mm kalınlıęa sahip mekanik test numunelerinin retimi iin, kompozit malzemeler 80*100 mm llerine ve 1 mm kalınlıęa sahip bir kalıp ierisine konulmuř ve Fontifne SRA (Hollanda) marka laboratuvar tipi sıcak preste 180° sıcaklık ve 45 kPa bařın altında 1 dakika sreyle preslenmiřtir[9]. Nanokompozit retimi

sırasında, genişletilmiş grafit, yüksek yoğunluklu polietilen ile karıştırken, genişletilmiş grafit yapraklar halinde ayrılarak polimer matris içerisine nano boyutlu levhalar olarak karışmaktadır, Şekil 3.



Şekil 3. TEM fotoğrafı, genişlemiş grafitin yapraklara ayrılması (Slovak Bilimler Akademisi).

2.3. Çekme Testi

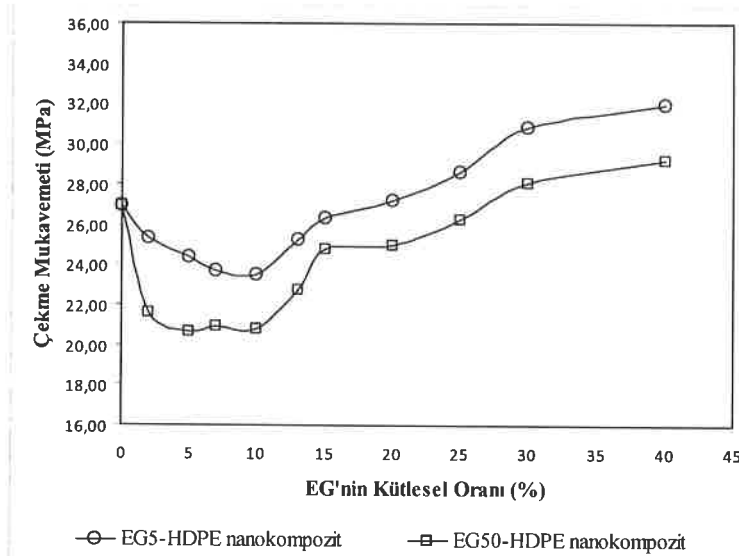
Sıcak presleme işlemi sonrasında elde edilen 1 mm kalınlığındaki plakalardan, çekme deneyinde kullanılacak test numuneleri bir kalıp kullanılarak çıkarılmıştır. Çekme deneylerinde kullanılan çekme test cihazı, Instron (İngiltere) marka 4301 model bir universal çekme test cihazıdır. Çekme test deneyleri oda sıcaklığında ve 1 mm/dakika çekme hızında gerçekleştirilmiştir. Her bir kompozit serisi için deneyler 7 kez tekrarlanmıştır. Çekme testleri sonucu çekme mukavemeti, % uzama ve Young modülü değerleri elde edilmiştir.

3. Deneysel Sonuçlar ve Tartışma

Kompozit içerisindeki grafitin kütle oranına bağlı olarak, EG5/HDPE ve EG50/HDPE nanokompozitlerinin çekme mukavemeti, Young modülü ve % uzama değişimleri Şekil 4, 5 ve 6'da gösterilmiştir.

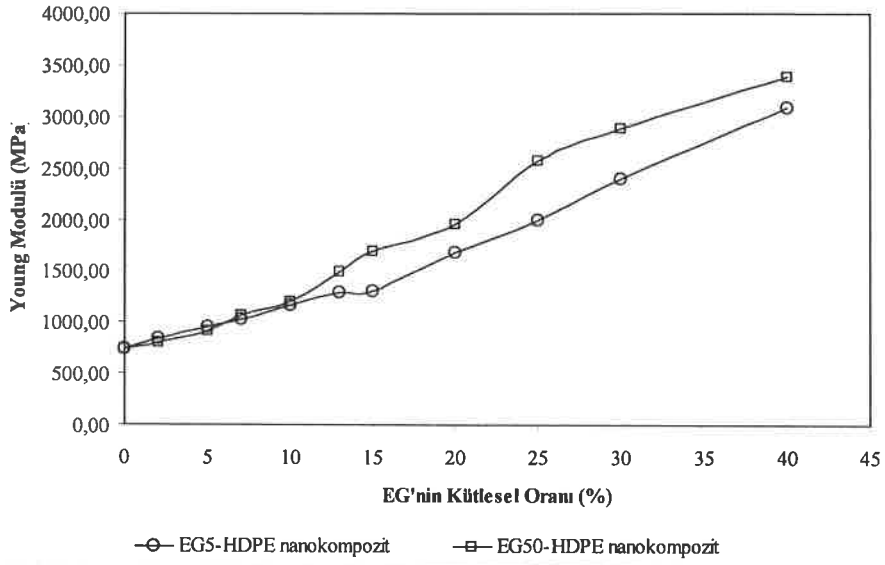
Düşük kütle oranına sahip EG5/HDPE ve EG50/HDPE nanokompozitlerin çekme mukavemetlerinde bir azalma olduğu gözlemlenmiştir (Şekil 4). Çekme mukavemetindeki azalma, EG5 ve EG50 ile takviye edilen kompozitler için %10 dolgu kütle oranına kadar devam etmektedir. EG5/HDPE (%10 EG) nanokompozitin çekme mukavemetindeki azalma yaklaşık olarak % 13 iken, EG50/HDPE (%10 EG) nanokompozitin çekme mukavemetindeki azalma ise yaklaşık olarak %23 tür. Nanokompozitlerdeki çekme mukavemetinde bu azalmanın sebepleri; grafit nanolevhacıklar ile polimer matrisin arayüzey yapışmasının zayıf olması [8,10] veya grafit nanolevhacıkların matris içinde toplanmasıdır[8].

%10 EG kütleli orandan itibaren EG5/HDPE ve EG50/HDPE nanokompozitleri için çekme mukavemetinde sürekli bir artış tespit edilmiştir. EG5 ile takviyelendirilen nanokompozitte EG50 ile takviyelendirilen nanokompozite göre daha iyi çekme mukavemet değerleri elde edilmiştir. Kompozit içerisindeki dolgunun boyutu küçüldükçe kompozitin çekme mukavemetinin daha fazla artması nanokompozitlerde beklenen bir özelliktir. EG5/HDPE-40/60 ve EG50/HDPE-40/60 nanokompozitlerinin çekme mukavemetleri, saf yüksek yoğunluklu polietileninkine göre sırasıyla % 18.7 ve %8.5 daha yüksektir. Çekme mukavemetindeki artışlar nanopartiküllerin matris içerisine daha iyi dağılmasına ve/veya partiküller ile matris arasında daha iyi bir arayüzsel yapışmanın olmasına yorumlanabilir.

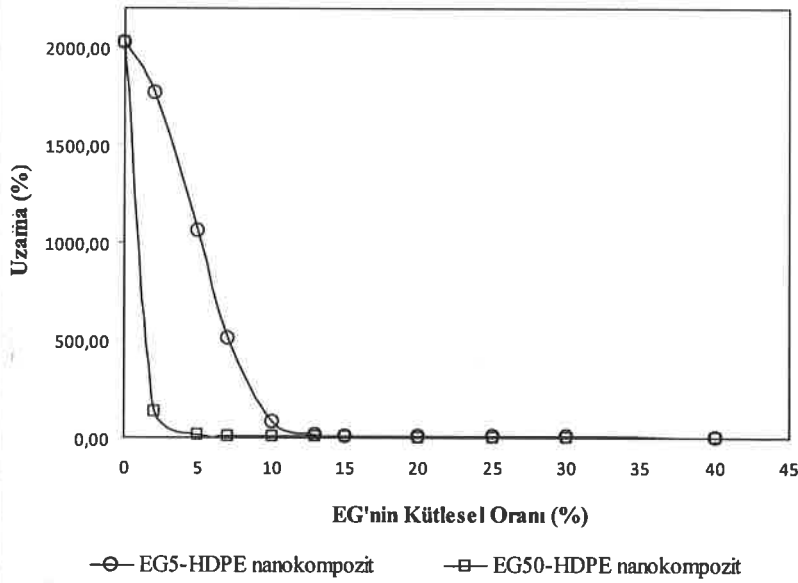


Şekil 4. EG5/HDPE ve EG50/HDPE kompozitlerin çekme mukavemeti değişimleri

Şekil 5'te nanokompozitler içerisine katılan grafit dolgunun kütleli oranının artması ile Young modülünün de sürekli arttığı görülmektedir. Şekil 6'te de dolgu kütleli oranının artması ile nanokompozitlerin % uzama değerlerinin azaldığı görülmektedir. EG5/HDPE-40/60'ın, EG50/HDPE-40/60'ın ve takviyelendirilmiş HDPE'in Young modülleri sırasıyla $3082,00 \pm 195,66$, $3390,00 \pm 241,83$ ve $745,38 \pm 37,51$ MPa'dır. EG5/HDPE-40/60'ın ve EG50/HDPE-40/60'ın Young modülleri takviyelendirilmemiş HDPE'ye göre %413 ve %455 artmıştır. Genellikle kompozitin modülündeki artışın kompozit içerisinde nanopartiküllerin iyi dağılım göstermesine ve partiküller ile matris arasındaki arayüzsel yapışmanın iyi olmasına bağlanır[8]. Li ve arkadaşları [11] ise kompozitin modülünün arayüzsel yapışmadan daha ziyade, kompoziti oluşturan bileşenlerin (dolgu ve matris malzeme) modüllerine ve kompozit içerisindeki dolgunun hacimsel oranına bağlı olduğunu belirtmiştir. Yüksek yoğunluklu polietilene göre daha yüksek bir module sahip olan grafitin kompozit içerisindeki oranının artması, kompozitin Young modülünün artmasına sebep olmuştur.



Şekil 5. EG5/HDPE ve EG50/HDPE kompozitlerin elastite modülündeki değişimler



Şekil 6. EG5/HDPE ve EG50/HDPE kompozitlerin %uzama değerindeki değişimler

4. Sonuç

Geniştirilmiş grafit levhalar ile takviyeli yüksek yoğunluklu polietilen nanokompozitlerinin mekanik özellikleri incelenmiştir. EG5/HDPE kompozitinde EG50/HDPE kompozitine göre daha iyi çekme mukavemet değerleri elde edilmiştir. Buna karşın, EG50 /HDPE kompozitinde EG5/HDPE kompozitine göre ise daha yüksek Young modülü değerleri incelenmiştir.

5. Teşekkür

Bu çalışma, 107 M 227 nolu TÜBİTAK ve SAS (Slovakya Bilimler Akademisi) arasındaki ikili işbirliği projesi tarafından desteklenmektedir.

6. Kaynaklar

- [1] W. Zheng, S.-C. Wong and H.-J. Sue, "Transport Behavior of PMMA/Expanded Graphite Nanocomposites", *Polymer* 73 6767–6773, 2002.
- [2] W. Zheng, S.-C. Wong, "Electrical Conductivity and Dielectric Properties of PMMA/Expanded Graphite Composites", *Composites Science and Technology* 63 225–235, 2003.
- [3] G.-H. Chen, D.-J. Wu, W.-G. Weng and W.-L. Yan "Preparation of Polymer/Graphite Conducting Nanocomposite by Intercalation Polymerization", *Journal of Applied Polymer Science* 82 2506–2513, 2001.
- [4] C. Lina and D.D.L. Chung, "Graphite Nanoplatelet Pastes vs. Carbon Black Pastes as Thermal Interface Materials", *Carbon* 47 295–305, 2009.
- [5] M. Yeng, "Polymer Nanocomposites", Y.-W. Mai, Z.-Z. Yu, Eds., CRC Press, 2006.
- [6] Y. Li, D. Wu and G. Chen, "Preparation and Characterization of High-Density Polyethylene/Expanded Graphite Conducting Masterbatch", *Journal of Applied Polymer Science* 106 3119–3124, 2007.
- [7] H. Wang, H. Zhang, W. Zhao, W. Zhang and G. Chen, "Preparation of Polymer/Oriented Graphite Nanosheet Composite by Electric Field-inducement", *Composites Science and Technology* 68 238–243, 2008.
- [8] A. Yasmin, J.-J. Luo and I. M. Daniel, "Processing of Expanded Graphite Reinforced Polymer Nanocomposites", *Composites Science and Technology* 66 1182–1189, 2006.
- [9] I. Tavman, V. Çeçen, I. Özdemir, A. Turgut, I. Krupa, M. Omastova and I. Novak, "Preparation and Characterization of Highly Electrically and Thermally Conductive Polymeric Nanocomposites", *Archives of Materials Science* 29(1-2) 77–83, 2008.
- [10] C. L. Wu, M. Q. Zhang, M. Z. Rong and K. Friedrich, "Tensile Performance Improvement of Low Nanoparticles Filled-Polypropylene Composites", *Composites Science and Technology* 62 1327–1340, 2002.
- [11] J. Li, J.-K. Kim and M.L. Sham, "Conductive Graphite Nanoplatelet/Epoxy Nanocomposites: Effects of Exfoliation and UV/Ozone Treatment of Graphite", *Scripta Materialia* 53 235–240, 2005.

