

EPDM Sentetik Kauçuğunun Gerilme Gevşemesi Davranışına Sertliğin Etkisinin Deneysel İncelenmesi

Uğur MAZLUM, Vahap VAHAPOĞLU ve Sami KARADENİZ

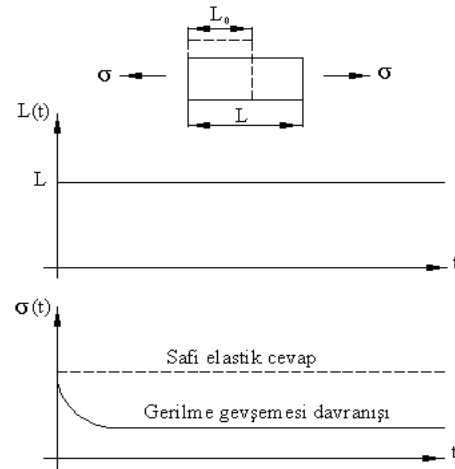
Abstract: In this works, the effects of the hardness on the stress relaxation behaviour of EPDM rubber at the room temperature were experimentally investigated. EPDM rubber show outstanding heat, ozone and weather resistance and has excellent electrical properties. Therefore this rubber as an elastomer is an engineering material that has wide range of applications in industry such as door and window seals, radiator, garden and heating hoses, tubing, washers, belts, electrical insulation, roofing membrane and rubber mechanical goods. In the study, stress relaxation experiments were carried out for different loading programs by using EPDM specimens having different hardnesses. In addition, for the loading programs that were implemented, it is shown that for the EPDM rubbers tested the stress relaxation curves obtained at different stretch ratios may be represented by a single representative curve for the specimens having the same hardnesses.

Key Words: Rubber, EPDM Rubber, Hardness, Elastomers, Stress Relaxation, Stretch Ratio

1 GİRİŞ (INTRODUCTION)

Gerilme gevşemesi deneyi kauçuk türü malzemelerin mekanik ve termal özelliklerinin belirlenmesinde her geçen gün önemi artan bir deneydir. İlk yıllarda sadece üniversitelerin bilimsel araştırma projelerinde çalışma yapılmasına rağmen günümüzde artık, özellikle o-ring, keçe ve conta imalatının yapıldığı kurumlarda ve otomobil endüstrisinde, standart bir test metodu olma yolundadır (Spetz, 2000). Kauçuk türü malzemelerde sabit deformasyon altında gerilmenin zamanla azaldığı gözlenmiş ve kauçuk türü malzemelerin bu davranışı, literatürde, "Gerilme Gevşemesi" olarak adlandırılmıştır. Literatürde, kauçuğun bu inelastik davranışını modellemek için ilk bilimsel çalışma 1944 yılında (Tobolsky vd., 1944) tarafından yapılmış olup halen de bu konu üzerinde çalışmalar yapılmaktadır (Armah vd., 1986; Davies vd., 1996). Gerilme gevşemesini meydana getiren proses fiziksel veya kimyasal olabilir. Normal koşullar altında her iki proses çeşidi eş zamanlı olarak gerçekleşir. Ancak normal ve düşük sıcaklıklar veya kısa zamanlarda gerilme gevşemesi fiziksel proses olarak gerçekleşirken yüksek sıcaklıklar veya uzun zamanlarda ise kimyasal proses olarak gerçekleşir (Ronan ve Alshuth, 2007). Gerilme gevşemesi testinde numune belirli bir boya kadar belirli bir hızda deforme edilir. Bu deformasyon değerinde maksimum gerilme değerine ulaşmış olan numunede zamanla gerilmedeki düşüşün izlenmesi şeklinde bir prosedür izlenmektedir (Şekil 1). Gerilme gevşemesi davranışına sıcaklık, camsı duruma geçiş, molekül ağırlık, çapraz bağlanma, kristalleşme, uzama ve sertliğin etkileri söz konusudur.

Gerilme gevşemesine sertliğin etkisinin ölçülebilmesi için kullanılan standart test metodları Shore sclerescope'si veya IRHD (International Rubber Hardness Degrees) olarak ifade edilir. Bu test metodları sırasıyla BS EN ISO 868 ve BS 903-A26 (ISO 48) standartlarında tanımlanmaktadır. Shore sertliğini yumuşak malzemeler için Tip A ve sert malzemeler için Tip D olmak üzere iki çeşit durometre aracılığıyla malzemelerin sertliğini belirleyen metod olarak tanımlayabiliriz. Tablo 1'de uygulama alanlarına yönelik bilgi verilmiştir. ASTM standartları on çeşit durometre ölçeği içermektedir. Çalışmada yumuşak malzemeler için kullanılan shore A sertliğindeki numuneler kullanılmıştır.



Şekil 1. Gerilme gevşemesi deneyleri

Tablo 1: Shore Sertlik Skalası ve Uygulama Alanları

Sertlik skalası	Uygulama alanları
Shore A	Yumuşak kauçuk, çok yumuşak plastikler
Shore D	Sert kauçuk, yumuşak termoplastikler

IRHD sertlik ölçümü vulkanize olmuş veya termoplastik kauçuk yüzeylerin sertliğini belirlemek için dört çeşit sertlik skalası; N (normal test), H (yüksek sertlik), L (düşük sertlik), M (mikro sertlik) olmak üzere tablo 2'de gösterilmiştir.

- Uğur Mazlum (Author) Gümüşhane Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü (Gümüşhane) E-mail: uqurmazlum@gumushane.edu.tr
- Vahap Vahapoğlu (Co-author) Alanya Belediyesi, Fen İşleri Müdürlüğü, Alanya/Antalya Email: vahap@ktu.edu.tr
- Sami Karadeniz (Co-author) 3Avrasya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Trabzon E mail: samikdeniz@hotmail.com

Tablo 2: IRHD Sertlik Skalası ve Uygulama Alanları

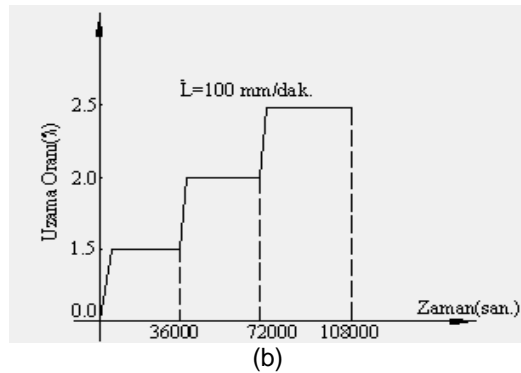
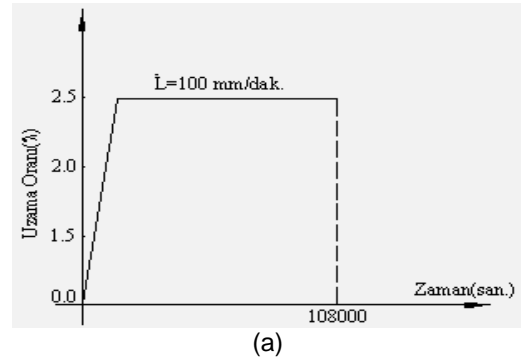
Sertlik skalası	Uygulama alanları
IRHD N	Normal sertlikte kauçuk, çok yumuşak termoplastik
IRHD L	Düşük sertlikte kauçuk, çok yumuşak termoplastik
IRHD M	Düşük sertlikte kauçuk, çok yumuşak plastikler,
IRHD H	Yüksek sertlikte kauçuk

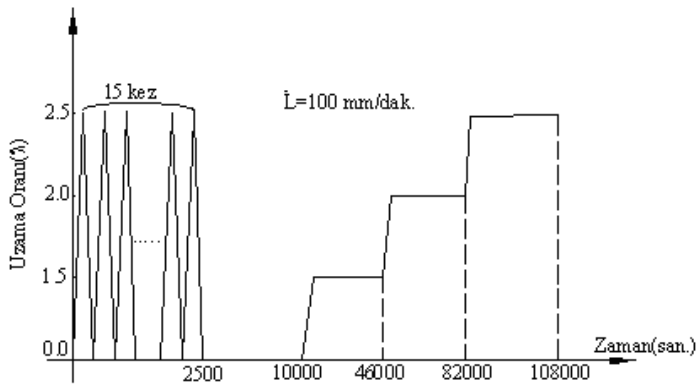
Kauçuk türü malzemeler için sertlik ölçümü ile ilgili bilimsel araştırmalar çok eskiye dayanmamaktadır. Örneğin kauçuk sertlik ölçüm yöntemlerinden en çok kullanılanlardan biri olan dinamik sertlik testi Shore scleroskopu 1907 de Albert F. Shore tarafından icat edilmiştir. Ticari olarak ilk defa Amerikada metalurjik sertlik testi üreticileri vardı. Shore sertlik testlerinin belirsizlik değerlendirmesiyle ilgili bir çalışma yapılmıştır. Bu çalışmada Shore sertlik testlerinin kalibrasyonundaki belirsizlikleri anlamak için Shore sertlik ölçümlerinde belirsizliğe neden olan temel faktörleri değerlendirmek gerektiği vurgulanmıştır (Mohamed ve Aggag, 2002). Super yumuşak elastomerler için yeni sertlik test metodu (çok küçük kauçuk sertliği) hakkında (Strobel ve Herrmann, 2006) yılının ağustos ayında çalışması yayınlanmıştır. Bu çalışmada son zamanlarda çoğu endstri kolunda ve araştırmalarda silikonun uygulama alanının arttığına dikkat çekiliyor ve super yumuşak silikonlar için şimdiye kadar kullanılan Shore A ve Shore D'nin yetersiz olduğu düşünülüyor. Bu testlerin doğruluğu tatmin edici olmadığı için çok düşük kauçuk sertlik test metodu geliştirildi. Fanlardaki V kayışlarının ömrüne içerdiği tabakanın ve temelde kauçuğun sertliğinin etkisi (Weltschewa, 1980) araştırılmıştır. Düşük sıcaklıklarda kauçuğun sertliğini test etmek için bir kılıf (Borisov vd, 1990) tarafından yayınlanmıştır. Yapılan çalışmada, çeşitli sertlikteki EPDM numuneler Şekil 2'de verilen farklı yüklem prosedürlerine tabi tutularak gerilme gevşemesi davranışı deneysel olarak incelenmiştir. Farklı uzama oranlarında ön yüklem prosedürü uygulanmadan elde edilen gerilme gevşemesi deneyleriyle ön yüklem prosedürü uygulandıktan sonraki gerilme gevşemesi deneylerinin sonuçları karşılaştırılarak EPDM kauçuklarda sertliğin gerilme gevşemesi üzerine etkileri incelenmiştir. Ayrıca, çalışmada gerçekleştirilen yüklem prosedürleri için aynı sertlikteki EPDM kauçukların uygulamada karşılaşılabilecek uzama oranları sınırları içindeki gerilme gevşemesi davranışlarının aynı bir eğriyle temsil edilip edilemeyeceği araştırılmıştır.

2 GERİLME GEVŞEMESİ DENEY PROSEDÜRÜ (STRESS RELAXATION TEST PROCEDURES)

Gerilme gevşemesi deney çalışmasında sürekli tip ölçüm sistemi ile deneyler yapılmıştır. Deneyler hava ortamında ve oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Çalışmada bilgisayar kontrollü tek eksenli çekme deney düzeneği kullanılmıştır (Vahapoğlu, 2006). Deney düzeneği ile bilgisayarın haberleşmesi NI-LABVIEW yazılımı ile hazırlanmış bilgisayar programı vasıtasıyla gerçekleştirilmiştir (Yazıcı vd., 2005). Deney çalışmasında Şekil 2'deki deney prosedürleri önce Shore A60, 70, 80 sertlik değerlerindeki numunelere uygulanmış ve mühendislik gerilmesi-zaman grafikleri elde edilmiştir. Bu grafiklerin normalize edilmesiyle de normalize edilmiş gerilme-zaman grafikleri elde edilmiştir. Şekil 2a'daki prosedürde, numune $\lambda = 2.5$ uzama oranına kadar deforme edildikten sonra yük altında 108000 saniye (30 saat)

beklenilmektedir. Böylece elde edilen mühendislik gerilmesi-zaman grafiğinden 30 saat sonunda mühendislik gerilmesinin hangi değere düştüğü görülebilmektedir. Şekil 2b'de ise aynı sertlik değerlerindeki numuneler sırasıyla $\lambda = 1.5, 2.0, 2.5$ uzama oranlarında deforme edilmektedir. Numuneler çeneler arasına bağlandıktan sonra $\lambda = 1.5$ 'a kadar 100 mm/dak. numune boyu değişim hızıyla (\dot{L}) deforme edilmiş ve 36000 saniye boyunca (10 saat) gerilme-zaman verileri kaydedilmiştir. Numune, uzama oranı $\lambda = 2.0$ 'ye çıkarılarak aynı şekilde 36000 saniye beklenmiştir. Son olarak bu işlem, $\lambda = 2.5$ 'a kadar gerçekleştirilmiştir. Bu deney prosedürü ile uzama oranının gerilme gevşemesine etkisi araştırılmıştır. Ayrıca bu deney ile malzemenin ömrü de tahmin edilebilmektedir. Şekil 2c'de görülen uzama oranı-zaman grafiğinde malzemeye bir ön yüklem prosedürü uygulanmıştır. Gerilme gevşemesi deneyinden önce uygulanan ön prosedür $\lambda = 2.5$ değerine kadar 100 mm/dak. numune boyu değişim hızında gerçekleştirilmiş ve numuneler öncelikle 15 kez yüklem-boşaltma prosedürüne tabi tutulmuştur. Bu deney prosedüründe numuneler çenelerden sökülmeden 2 saat (7200 saniye) yüksüz konumda bekletilmiş ve daha sonra Şekil 2c'deki yüklem prosedürünün ikinci kısmı uygulanmıştır. Tüm deney 118000 saniye (≈ 33 saat) sürmüştür. Böylelikle ön prosedür uygulamanın EPDM kauçuk numunelerinin gerilme gevşemesi davranışı üzerinde bir fark yaratıp yaratmadığı araştırılmıştır.



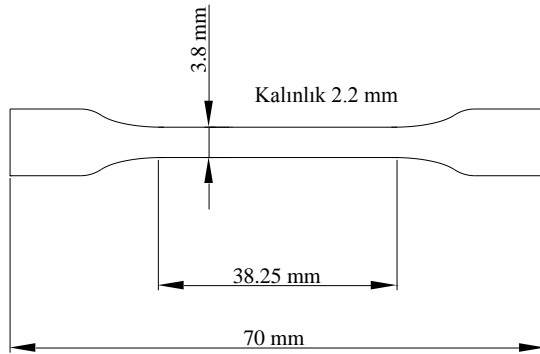


(c)

Şekil 2. a) Direkt prosedür, b) Normal prosedür, c) Ön prosedür uygulanmış gerilme gevşemesi deney prosedürleri

3 DENEYDE KULLANILAN NUMUNELER (TEST SPECIMENS)

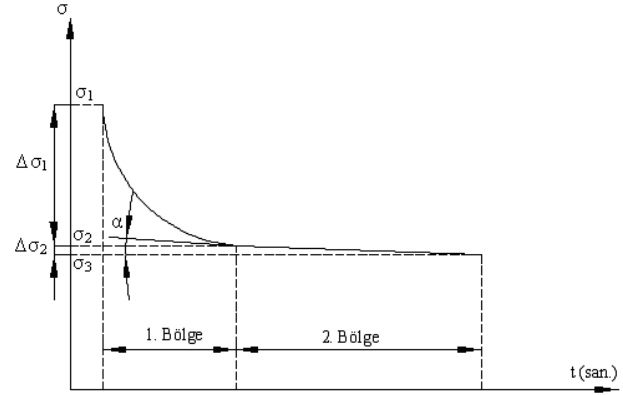
Yapılan çalışmada kristalize olmayan EPDM kauçuğundan hazırlanan Shore A60, 70, 80 sertlik değerlerindeki numuneler kullanılmıştır. Numuneler dumbell formunda ve Şekil 3'de gösterildiği boyutlarda özel bir kesme makinasında hassas bir şekilde kesilerek hazırlanmıştır. Ölçüm uzunluğu (yüksez konumda çeneler arasındaki mesafe) 38.25 mm alınmıştır.



Şekil 3. EPDM numune boyutları

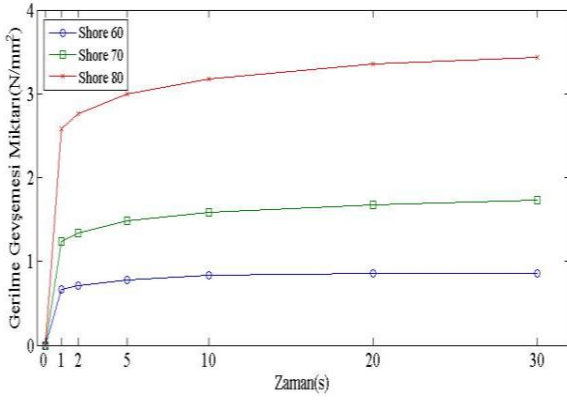
4 DENEY BULGULARI (TEST RESULTS)

Şekil 4'te sabit uzama oranına göre gerilme-zaman verileri tanımlanmıştır. Burada gerilmenin maksimum olduğu σ_1 değeri t_1 zamanına karşılık gelmektedir. t_2 zamanı 2 saat sonraki zaman dilimini σ_2 ise eksponansiyelliğin bitip yaklaşık lineerliğin başladığı noktadaki gerilme değerini vermektedir. Burada σ_1 maksimum gerilme değerinden σ_2 gerilmesine kadar t_1-t_2 zaman dilimi boyunca azalan bu grafiğin altındaki bölge 1. Bölge olarak ifade edilir. Ayrıca σ_3 gerilmesi t_3 zaman dilimi sonunda elde edilen minimum gerilme değeridir. Şekil 4'ten görüldüğü gibi σ_2 gerilmesinden σ_3 gerilmesine kadar t_2-t_3 zaman dilimleri arasında gerilmede lineere yakın bir azalma söz konusudur. Azalan bu lineere yakın eğri bölgesi ise 2. Bölge olarak ifade edilmiştir. Bu bölgeyi temsil eden eğrinin yatayla yaptığı açı değeri α , gerilmedeki gevşeme; birinci bölgede ($\Delta\sigma_1$), 2. Bölgede ise ($\Delta\sigma_2$) şeklinde ifade edilmişlerdir (Vahapoğlu ve Karadeniz, 2006).

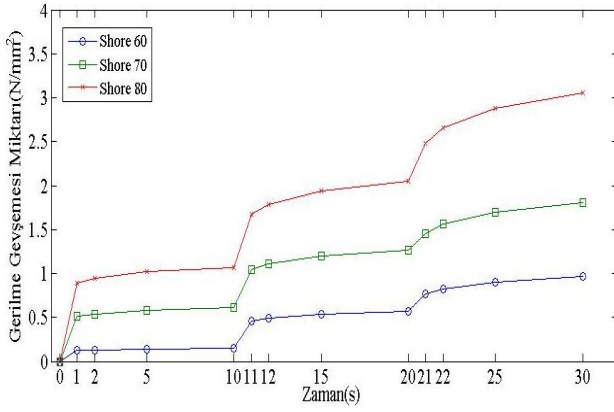


Şekil 4. Sabit uzama oranında gerilme-zaman verileri için tanımlamalar

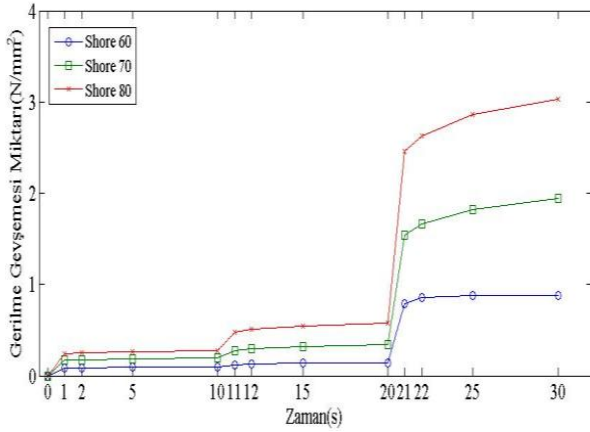
Shore A60, 70 ve 80 sertlik değerlerindeki numunelere Şekil 2'deki yükleme prosedürleri uygulandığında elde edilen gerilme gevşemesi miktarı-zaman grafikleri Şekil 5, 6 ve 7'de görülmektedir. Şekil 2a'daki yükleme prosedürü uygulanarak elde edilmiş gerilme gevşemesi miktarı-zaman grafikleri için 1, 2, 5, 10, 20, 30. saat dilimlerinde gerilme gevşemesi miktarları Şekil 5'te görülmektedir. Shore A60, 70 ve 80 sertlik değerlerinde gerilme gevşemesi miktarlarının her bir zaman dilimi için arttığı görülmektedir. Shore A60 değerlerinde 10. saatten sonra ilgili eğri neredeyse yatay olarak devam etmektedir. Shore A 70 ve 80 değerlerinde ise eğriler yaklaşık lineer olarak artmaktadır. Şekil 2b'deki yükleme prosedürü uygulanarak her bir uzama oranı için 1, 2, 5, 10, 20, 30. saat dilimlerinde elde edilmiş gerilme gevşemesi miktarı-zaman grafikleri Şekil 6'da görülmektedir. Shore A60, 70 ve 80 sertlik değerlerinde gerilme gevşemesi miktarlarının her bir zaman dilimi için arttığı görülmektedir. Ayrıca uzama oranı arttıkça gerilme gevşemesi miktarlarında da artış olduğu görülmektedir. Deney süresi arttıkça tüm uzama oranlarında elde edilen grafikler lineer olarak artmaktadır. Şekil 2c'deki prosedür uygulanarak her bir uzama oranı için 1, 2, 5, 10, 20, 30. saat dilimlerinde elde edilmiş gerilme gevşemesi miktarı-zaman grafikleri Şekil 7'de görülmektedir. Shore A60, 70 ve 80 sertlik değerlerinde gerilme gevşemesi miktarlarının her bir zaman dilimi için arttığı görülmektedir. Ayrıca uzama oranı arttıkça da sertlik değerleri arasındaki gerilme gevşemesi miktarlarında da artış olduğu görülmektedir. Bu artış Şekil 6'daki gözlemlenenlerden daha fazla olmaktadır. $\lambda=1.5$ uzama oranında Shore A 60, 70 sertliklerindeki numunelere ait eğrilerde sabite yakın olduğu görülmektedir. Bunların dışında tüm sertlik değerlerinde ve tüm uzama oranlarında elde edilen grafikler lineer olarak artmaktadır. Gerilme gevşemesi deneyinde elde edilen gerilme-zaman verilerinin farklı uzama oranlarındaki deney sonuçlarını karşılaştırabilmek için deneysel verilerin normalize edilerek grafiklerinin çizilmesi gerekmektedir (Berry, 1957). Gerilmenin normalize edilmiş değeri, deneyden okunan gerilme değerinin (σ_i) 0.01, 0.1, 1.0 saatteki gerilme değerlerine ($\sigma_{0.01}$, $\sigma_{0.1}$, $\sigma_{1.0}$) bölünmesiyle elde edilebilmektedir. Bu çalışmada 1.0 saatteki normalize değerlerine ait grafikler üç farklı prosedür ve sertlik değeri için çizilmiştir.



Şekil 5. Şekil 2a'daki yükleme prosedürü uygulanması durumunda gerilme gevşemesi davranışları



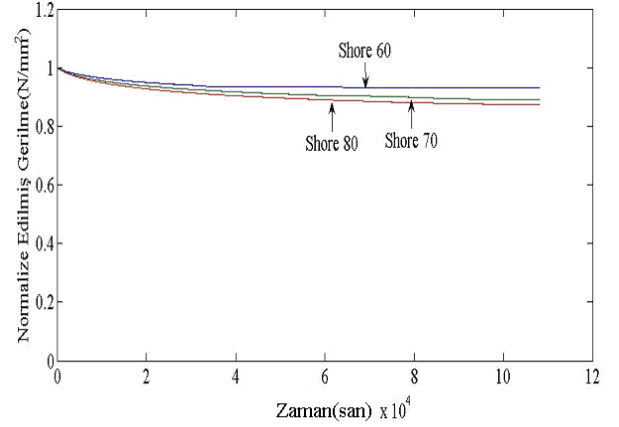
Şekil 6. Şekil 2b'deki yükleme prosedürü uygulanması durumunda gerilme gevşemesi grafikleri



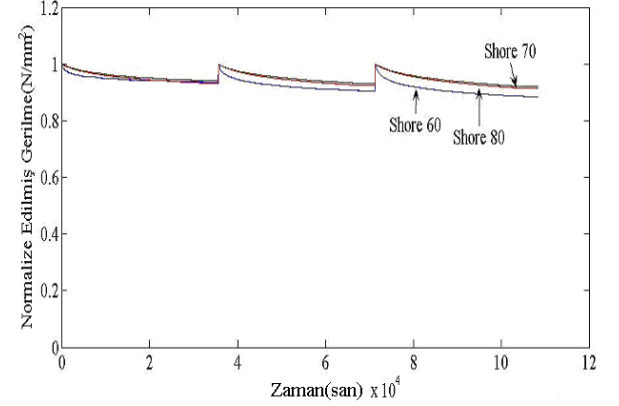
Şekil 7. Şekil 2c'deki yükleme prosedürü uygulanması durumunda gerilme gevşemesi davranışları

Shore A 60, 70 ve 80 sertlik değerlerindeki numunelere Şekil 2a, b, c'deki prosedürler uygulandığında elde edilen grafiklerin 1.0 saat sonundaki gerilme değerleriyle normalize edilmesiyle Şekil 8'deki normalize gerilme-zaman grafikleri elde edilmiştir. Şekilden de görüleceği üzere her üç sertlik değerlerine ait eğriler 1. bölgede hemen hemen çakışık olarak görülmektedir. İlerleyen zaman dilimlerinde ise sertlik değerleri arasında açıklık artmaktadır. Shore 60 grafiği 2. bölgede yatay bir eğri olarak görünürken Shore 70 ve 80 grafikleri gerilmede lineer

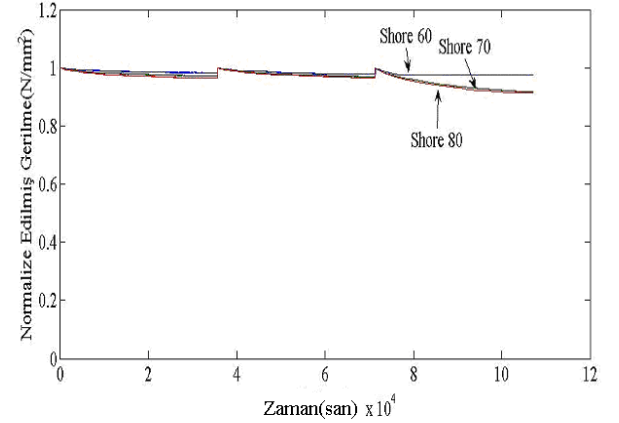
olarak azalmayı temsil etmektedirler. Şekil 8b'de $\lambda=1.5, 2.0$ ve 2.5 uzama oranlarında shore 70 ve 80 sertlik değerlerindeki grafikler hemen hemen üst üste çakışmaktadır. Shore 60'ta ise uzama oranı arttıkça normalize edilmiş gerilme-zaman grafiğinde gerilme düşüşü artmaktadır. Şekil 8c'de ise $\lambda=1.5$ ve 2.0 uzama oranlarında her üç sertlik değerindeki eğriler birbirine çok yakın olarak görülmektedir. $\lambda=2.5$ uzama oranında ise shore 70 ve 80 sertlik değerlerindeki eğriler hemen hemen üst üste çakışırken Shore 60'taki eğri 2. bölgede sabit kalmaktadır.



(a)



(b)



(c)

Şekil 8. a) Şekil 2a, b) Şekil 2b, c) Şekil 2c'deki yükleme prosedürlerinin uygulanmasıyla elde edilen gerilme gevşemesi değerlerinin 1.0. saatteki gerilme değeri ile normalize edilmesi

5 SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

- Kauçuk türü malzemelerde farklı sertlik derecelerindeki numunelerle yapılan deneyler sonucunda gerilme gevşemesi grafiklerinde zamanla gerilmenin arttığı gözlenmiştir.
- Shore A70 sertlik değerinde 1.0. saatteki gerilme değeri ile normalize gerilme–zaman eğrisinde 1. bölgede (0–2 saat arası) oluşan ekspanansiyelliğin azaldığı hemen hemen lineere yakın bir eğri elde edildiği görülmektedir.
- Sertlik ve uzama oranındaki artış neticesinde uygulanan prosedürlerden zamanla gerilme gevşemesi miktarının arttığı görülmektedir.
- Çalışmada incelenen yükleme programları için aynı sertlikteki EPDM kauçukların uygulamada karşılaşılabilecek uzama oranları sınırları içindeki gerilme gevşemesi davranışlarının aynı bir eğriyle temsil edilebileceği sonucuna varılmıştır.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Armah, J.C., Birley, A.W., Fernando, K.P., Hepburn, C., ve Tahir, M., 1986, "Stress Relaxation Measurements on Rubbers in Compression", Rubber Chemistry and Technology, Vol. 59, No. 5, pp. 765-778.
- [2] Berry, J., 1957, "Helical Spring Stress Relaxometer", Rubber Chemistry and Technology, Vol. 30, pp. 889-894.
- [3] Borisov S.V., Asekritov A.P, Nikitina Mr, Sleptsova M.I., 1990, "Rig For Testing The Hardness Of Rubber At Low-Temperatures", Plenum Publication Corp., New York
- [4] Davies, C.K.L., De, D.K., ve Thomas, A.G., 1996, "Characterization of the Behavior of Rubber for Engineering Design Purposes: Stress Relaxation Under Repeated Stressing", Progress in Rubber and Plastics Technology, Vol. 12, No. 3, pp. 208-220.
- [5] Mohamed, M.I. ve Aggag, G.A., 2003, "Uncertainty evaluation of shore hardness testers", Elsevier Science
- [6] Ronan, S., Alshuth, T., Jerrams, S., 2007, "An Approach to the Estimation of Long-Term Stress Relaxation in Elastomers", Prüfen Und Messen Testing and Measuring, Germany.
- [7] Spetz, G., 2000, "Stress Relaxation. Test Methods, Instruments and Lifetime Estimation" , Technical Report.
- [8] Strobel, P. , Herrmann, K. , 2006, "Very low rubber - A new hardness testing method for supersoft elastomers", Dr Alfred Huthig Verlag Gmbh, Heidelberg, Germany
- [9] Tobolsky, A.V., Prettyman, I.B., ve Dillon, J.H., 1944, "Stress Relaxation of Natural and Synthetic Rubber Stocks", Journal of Applied Physics, Vol. 15, pp. 380-395.
- [10] Vahapoğlu, V., 2006, "Kauçuk Türü Malzemelerin İnelastik Özelliklerinin Deneysel Olarak İncelenmesi", Doktora Tezi, KTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü.
- [11] Vahapoğlu, V., Karadeniz, S., 2006, "Stiren Bütadien Kauçuğunda (SBR) Gerilme Gevşemesinin Deneysel Olarak İncelenmesi", 11th International Materials Symposium, Denizli.
- [12] Weltschewa J., 1980, "Influence Of The Hardness Of The Rubber In The Base And Cover Plate On The Life Of V-Belts In Fans", Germany
- [13] Yazıcı, İ., Vahapoğlu, V. ve Özdemir, A., 2005, "Bilgisayar Tabanlı Endüstriyel Amaçlı Çekme Deney Cihazı Otomasyonu", III. Otomasyon Sempozyumu ve Sergisi, Denizli, 111-113.