

REFERENCES

- BROWN, L.A., 1981, 'Innovation diffusion: A new perspective', Methuen, New York.
- DAVIES, S., 1979, 'The diffusion of process innovations', Cambridge University Press, Cambridge, England.
- GOLD, B., 1981, 'Technological diffusion, in industry: research needs and shortcomings', Journal of Industrial Economics, vol. 29, No. 3, p. 247.
- GRILICHES, Z., 1957, 'Hybrid Corn: An Exloration in the Economics of Technical Change', Econometrica, vol. 25, p. 502.
- MANSFIELD, E., 1961, 'Technical change and the rate of imitation', Econometrica, vol. 29, No. 4, p. 747.
- METCALFE, J.S., 1970, 'Diffusion of innovation in the Lancashire Textile Industry', The Manchester School of Economic and Social Studies, vol. 38, p. 145.
- METCALFE, S., 1982, 'On the diffusion of innovation and the evolution of technology' paper presented at the TCC-Conference, Technical Change Centre, London.
- NABSETH, L. and RAY, G.F., 1974, 'The diffusion of new industrial processes - an international study', Cambridge University Press, Cambridge, England.
- RAY, G.F., 1984, 'The diffusion of mature technologies', Cambridge University Press, Cambridge, England.
- SMITH, R.J., 1974, in 'The diffusion of new industrial processes - an international study', edited by L. Nabseth and G.F. Ray, Cambridge University Press, Cambridge, England.
- SOETE, L. and TURNER, R., 1984, 'Technology diffusion and the rate of technical change', The Economic Journal, vol. 94, p. 612.
- SOETE, L., 1985, 'International diffusion of technology, industrial development and technological leapfrogging', World Development, vol. 13, p. 409.
- SUTHERLAND, A., 1959, 'The diffusion of innovation inc otton spinning', Journal of Industrial Economics, vol. 7, p. 118.
- STONEMAN, P., 1980, 'The rate of imitation, learning and profitability', Economic Letters, vol. 6, p. 179.
- STONEMAN, P., 1981, 'Interfirm diffusion., Bayesian learning and profitability', Economic Journal, vol. 91, p. 375.

ölçülere, daha kapsamlı analitik çerçevelere ve kapsanacak değişken özellikli olayların daha geniş örneklemlerine olan gereksinimin ortaya çıkmış olmasıdır."

demektedir. Her ne kadar son zamanlarda, yayılım literatürünün geniş olanına önemli katkılar yapılmışsa da [Davies 1979; Brown 1981; Metcalfe 1982; Stoneman 1980; 1981 Soete and Turner ve Soete 1985], Gold'un sözlerinin geçerliliği genelde tartışılmaz görünmektedir. Bu özellikle dünya tekstil endüstrileri bağlamında doğru gözükmektedir. Açıkça görülüyor ki eğer bu konudaki kavrayışın zenginleştirilmesi isteniyorsa ileri araştırmalar için sınırsız olanak ve belirgin bir gereksinim vardır.

Tekstil Liflerinde Oriyantasyon Parametrelerinin Tayini Yöntemleri

Hanife ÜNAL

Doç. Dr.

Ege Üni. Müh. Fak. Tekstil Müh. Bölümü - İZMİR

Bir tekstil lifinde, yapı elemanlarının lif eksenine etrafındaki oriyantasyonlarının bilinmesi ve değişimlerinin tayin edilmesi çok önemlidir. Çünkü bu parametreler, her türlü termik işleme karşı çok duyarlıdır ve lifin fiziksel ve mekanik özelliklerini büyük ölçüde etkilerler.

Bu yazıda, f genel oriyantasyon faktörünü belirlemede, en yaygın olarak kullanılan, birkaç fiziksel yöntem üzerinde durulacaktır. Makromolekül zincirlerinin, lif eksenine etrafındaki genel oriyantasyonunu tayin etmede kullanılan yöntemlerin başında IR dikroizm, çift kırıcılık, ses hızı ve Young modülünü ölçme yöntemleri gelmektedir.

Buna karşılık, amorf faza ait oriyantasyon f_a parametresini doğrudan tayin etmek mümkün değildir. Uygun bir X ışını difraksiyonu yöntemi ile elde edilen kristalin faza ait oriyantasyon parametresi f_c ve f yardımı ile hesaplanabilmektedir.

Bu nedenle, oriyantasyon parametrelerinin tayininde büyük ağırlığı olan ve rutin ölçmelerin kontrolünde kullanılan basit X ışını difraksiyonu yöntemleri ile, her türlü kristalin yapıya uygulanabilen M.WILCHINSKY yönteminin açıklanması ve hesaplama yolları bir başka yazıda verilecektir.

MEASUREMENT METHODS OF ORIENTATION PARAMETER IN TEXTILES FIBERS

The knowledge of the degree of orientation of the various morphological units of a textile fiber is of great value. This is because these parameters are very sensitive to every kind of thermomechanical treatments and they strongly influence the physical and mechanical characteristics of fiber material.

In this article, a few of very commonly used physical measurement techniques of general orientation factor f are discussed.

The general orientation function of macromolecular chains, relative to the fiber axis, may be calculated from IR dicroism, from birefringence, from measurement of sound velocity and Young modulus. However, the orientation parameter of the amorphous state cannot be measured directly. If the orientation parameter of the crystalline state f_c is determined with a suitable X-Ray diffraction technique, f_a can be calculated by an equation containing f_c , f_a and f as parameter.

For this reason, X-ray diffraction techniques which has a vital function in the determination of orientation parameters and in the controlling of the routine tests and M.WILCHINSKY method, which is a most general technique and which can be applied to the more general crystalline systems will be treated in a further study.

I. GİRİŞ

Tekstil liflerini diğer maddelerden ayıran en önemli fark, çok fazla anizotrop olmalarıdır. Bununla beraber, moleküler veya daha üst düzeydeki yapı elemanlarının, lif eksenine etrafında, iyi veya kötü oriyantasyonu fiziksel özellikler için iyi bir ölçü oluşturmaktadır. Her ikisi de selülozik ve benzer kristalin yapıya sahip, pamuk ve rami lifleri bu açıdan karşılaştırıldığında, fiziksel ve mekanik özelliklerindeki fark hemen göze çarpmaktadır.

Pamuk liflerinde, fibriller yapının helis şeklinde oluşu ve kristalitlerin lif eksenine boyunca zayıf oriyantasyonu, deforme olma yeteneğinin kopma uzamasının ve burulma mukavemetinin yüksek olmasına neden olmaktadır. Buna karşılık rami liflerinde selülozik zincirlerin ve kristalitlerin lif eksenine boyunca oriyantasyonları oldukça iyidir. Bu nedenle, rami lifleri, daha yüksek bir rijidlik modülü ve daha yüksek bir kopma mukavemetine sahiptirler. Bunun sonucu olarak, iplik oluşumu ve dokuma basamaklarında oldukça farklı davranarak, sorun yaratırlar. Üstelik elde edilen tekstil ürünleri daha az kullanışlı ve sürtünmeye karşı daha az dayanıklı olmaktadır.

Gelişen teknoloji ile, farklı amaçlara yönelik, çok sayıda yapay lif üretilmiş ve üretilmektedir. Bunun tabii sonucu olarak da, bunların fiziksel özelliklerini belirlemede kullanılan fiziksel yöntemler çok fazla gelişmiş ve sayıları da artmıştır.

Yapay liflerin temel yapısı oriyantasyonu, klasik sistemlerde, filamentlerin elde edilmesini müteakip, uygulanan çekme işlemleri ile sağlanıyordu. Yeni entegre sistemlerde, filamentlerin oluşması esnasında oriyantasyon da gerçekleştirilmektedir. Polyester ve poliamid lifleri bu şekilde lif oluşumu basamağında oriyante edilebilen

liflerdir. Bu materyallerin pek çoğu aslında amorf olmakla birlikte, lif çekme ve bobinleme işlemleri sırasında polimerlerin kristallendiği gözlenir. Üstelik bu kristallenme oranı çekim hızına bağlıdır. Örneğin polyester 2GT de 4000 m/dk'lık bir sarma hızının % 5'lik bir kristallenme sağladığı [Sotton, Arniaund ve Rabourdin, 1978] bulunmuştur. Bu kristallenmenin nedeni olarak, önceden kısmen oriyante olmuş, bir mezofazın varlığı gösterilmektedir. Bu liflerde adı geçen olayın 3200 m/dk'lık bobinleme hızından itibaren gözlemlendiği deneysel olarak ortaya konmuştur [Perez ve Lecluse, 1979].

Bunun yanında, daha sonra life uygulanan çeşitli işlemlerde, lifin yapısal oriyantasyonu değişebilir. Kaldı ki bu işlemlerden bazılarının amacı, zaten bu yapısal oriyantasyonu düzelterip, dayanıklılık veya esneklik modülünü yükseltmek olabilir. Bunun tersine olarak, bazı işlemler de, gerilme altındaki moleküler zincirlerde bir gevşeme sağlayarak, amorf bölgeler oluşturma amacına yönelik olabilir. Bütün bunlara ek olarak, lifin veya ürünün kazandığı özellikleri muhafaza etmesini sağlamak amacı ile bunlar çeşitli fiksaj işlemlerinden geçirilmektedir [Tarakçıoğlu, 1986].

Şu halde, bir yapıyı karakterize etmek ve farklı işlemlerin bu yapıya etkisini takip edebilmek için, farklı seviyelerdeki oriyantasyonunu, özellikle de, kolay deforme olabilen, amorf kısımların oriyantasyonunu belirlemek gerekir. Ancak amorf faza ait oriyantasyon fonksiyonunu doğrudan doğruya ölçmek mümkün değildir. Bunun için, önceden bilinen, kristallenme oranı, yoğunluk, vizkozite gibi, bazı bilgilere ek olarak genel oriyantasyon fonksiyonu ile kristalin faza ait oriyantasyon fonksiyonunun tayini gerekmektedir.

İşte bu nedenle, bu yazıda, birbirini tamamlayan bu yöntemlerden bir kaçını araştırmacılara tanıtmaya amacı güdülmüştür.

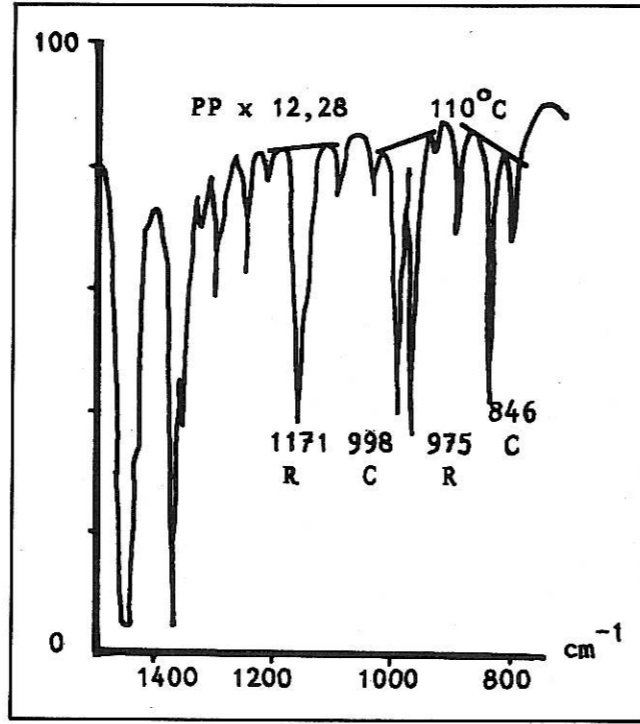
2. GENEL ORİYANTASYONUN ÖLÇÜLMESİ

Makromolekül zincirlerinin, lif eksenine etrafındaki, oriyantasyonunu ölçmede kullanılan yöntemlerin başında IR dikroizm, çift kırıcılık ölçümleri ve ultrasonik yöntemler (ses hızı, çok yüksek frekansta ölçülen Young modülü, absorpsiyon ve vizkozite ölçmeleri) gelmektedir. Sonucusu, tıp dahil pek çok araştırma alanında, incelenen maddenin yapısında değişikliğe meydan vermeden ölçme imkanı sağladığından, emin bir yöntem olarak, gün geçtikçe diğerlerinin yerini almaktadır.

2.1. IR Dikroizm Ölçüleri

2.1.1. Kristallenme Yüzdesinin Tayini

Şekil 1'de, 110°C de çekilmiş bir PP filmi için, optik ağırlık bir PE 421 Spektrografi ile, 1500 cm⁻¹ - 700 cm⁻¹ aralığında elde edilmiş bir IR spektrumu görülmektedir. Spektrum elde edilirken, diffraksiyon ağından ileri gelebilecek parazit polarizasyonu engellemek için, film (örnek), gelen ışın demetine dik bir düzlem içine ve çekme doğrultusu, yatayla 45°lik bir açı yapacak şekilde yerleştirilmiştir.



Şekil 1. IR spektrumu [Bouriot, 1976].

846 cm⁻¹ değerindeki, kristalin banda ait optik şiddetin, referans bandına ait şiddete oranından

$$I_c = \frac{D_{846}}{D_{1171}} \quad (1)$$

ifadesi ile tanımlanan I_c kristallenme indisi elde edilir [Bouriot, Hagege ve Sotton, 1976]. Bundan sonra, kristallenme yüzdesinin hesabı için Heinen tarafından geliştirilen

$$\% Kc = \frac{990 I_c + 80}{13,6} \quad (2)$$

bağıntısı kullanılır.

2.1.2. Genel Oriyantasyon Fonksiyonunun Tayini

Polimerlerin genel oriyantasyon fonksiyonu, ancak örnek üzerine düşürülen IR demetini polarize etmekle mümkün olmaktadır. Bunun için, spektrografa, gelen ışın demetinin yolu üzerine, altından yapılmış kafes şeklinde bir polarizör yerleştirilir.

Yapının tamamı için özel, bir absorpsiyon bandına ait (λ cm⁻¹), paralel ve dik polarize spektrumdaki şiddet ölçüleri yardımı ile, bu band için

$$R_{genel} = R_{\lambda} \text{ cm}^{-1} = \left(\frac{D//}{D\perp} \right)_{\lambda} \text{ cm}^{-1} \quad (3)$$

şeklinde tanımlanan [Kobayashi, 1967] dikroik oran hesaplanır.

İfadedeki D// ve D⊥ değerleri, örnek üzerine düşürülen ışın demetini, lif eksenine paralel ve dik olarak polarize etmek suretiyle kaydedilen, spektrumlarından, ölçülen optik şiddetlerdir. Bundan sonra da

$$f = f_{genel} = \frac{R_{\lambda} - 1}{R_{\lambda} + 2} \quad (4)$$

bağıntısından, genel oriyantasyon fonksiyonu hesaplanır.

Son yıllara kadar, tekstil liflerinin genel oriyantasyonu için IR spektrografisinde kullanılan başlıca karakteristik bandlar şunlardır:

Polipropilen	: 975 cm ⁻¹ ve 1171 cm ⁻¹
Polyester	: 875 cm ⁻¹
Poliamid 6,6	: 3300 cm ⁻¹ (NH bandı)
Poliakrilnitril	: 2240 cm ⁻¹ (CN bandı)

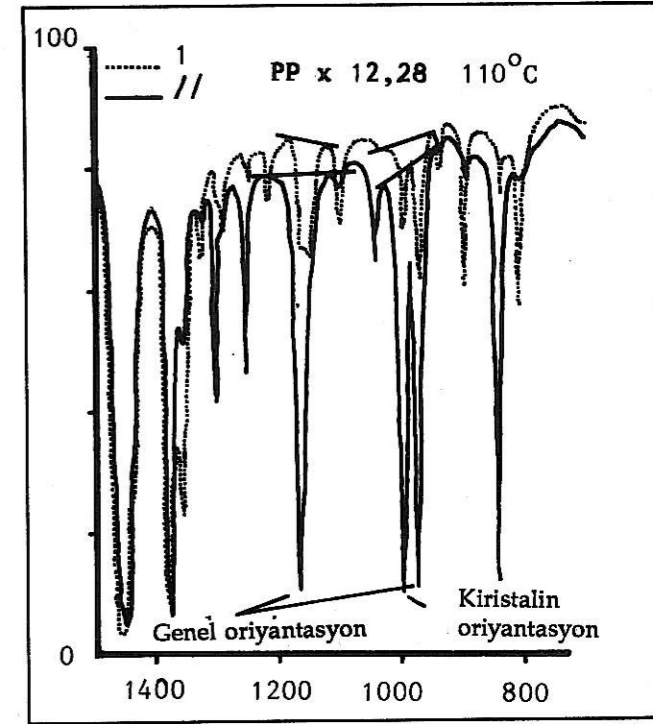
Şekil 2, PP için, çekme doğrultusuna paralel ve dik polarize olmuş ışık demeti ile elde edilmiş spektrumları bir arada göstermektedir. Genel oriyantasyon faktörünün hesabı için PP'nin genel yapısını karakterize eden 975 cm⁻¹ bandına ait şiddet değerleri kullanılmıştır. Buna göre

$$R_{genel} = R_{975} = \left(\frac{D//}{D\perp} \right)_{975} \quad (5)$$

ifadesinden, bu band için, dikroik oran,

$$f_{genel} = f = \frac{R_{975} - 1}{R_{975} + 2} \quad (6)$$

bağıntısından da, genel oriyantasyon faktörü hesaplanmıştır.



Şekil 2. Çekme doğrultusuna paralel ve dik polarize ışık demeti ile elde edilmiş IR spektrumları [Bourier, 1976].

Polimerin genel oriyantasyon değişimlerini, 1171 cm⁻¹ bandına ait dikroik oran yardımı ile de takip etmek mümkündür. (6)'ya benzer şekilde bir ifade ile genel oriyantasyon faktörüne yakın bir W_{genel} oriyantasyon katsayısı elde edilir. Bu durumda

$$R_{1171} = \left(\frac{D//}{D\perp} \right)_{1171} \text{ ve}$$

$$W_{genel} = \frac{R_{1171} - 1}{R_{1171} + 2} \quad (7)$$

dir.

2.1.3. Kristalin Oriyantasyon Fonksiyonunun Tayini

Bu parametre izotaktik kristalin yapının karakteristiği olan 998 cm⁻¹ bandına ait şiddetlerden hesaplanmıştır. Buna göre

$$R_c = R_{998} = \left(\frac{D//}{D\perp} \right)_{998} \text{ ve}$$

$$f_c = \frac{R_{998} - 1}{R_{998} + 2} \quad (8)$$

dir.

2.1.4. Amorf Faza Ait Oriyantasyon Fonksiyonunun Tayini

Önceden bilinen veya yukarıdaki gibi hesaplanan K_c , f ve f_c değerleri yardımı ile, amorf faza ait oriyantasyon fonksiyonu

$$f = \frac{1}{100} (f_c K_c + f_a (100 - K_c)) \quad (9)$$

bağıntısı ile hesaplanır.

Böylece kristalin bamlardan veya özel stearik oluşumlara ait karakteristik bamlardan tayin edilen dikroik oran yardımı ile farklı fazlara ait oriyantasyon fonksiyonlarını tayin etmek mümkün olmaktadır. Örneğin 975 cm^{-1} , polietilen tereftalattaki etilen glikol yapı taşlarının trans haline ait karakteristik bamdır.

Ticari akrilik lifler olan kopolimer ve terpolimer liflerde her kısma ait oriyantasyon fonksiyonunu belirleme olanağı sağladığından IR spektrofrafisi, özellikle rutin analizler için çok kıymetli bir yöntem oluşturmaktadır.

Bu liflerde CN, CH₂ ve CO gurupları lif eksenine dik bir oriyantasyona sahiptirler. Bu nedenle bu polimerler için

$$\text{CN} : 4,46 \mu\text{m} : 2242 \text{ cm}^{-1}$$

$$\text{CH}_2 : 6,99 \mu\text{m} : 1430 \text{ cm}^{-1}$$

$$\text{CO} : 5,78 \mu\text{m} : 1730 \text{ cm}^{-1}$$

bandları kullanılmıştır. Deneysel çalışmalarda, genellikle, araştırmanın gerektirdiği ek cihazlarla (optik şebeke, polarizör, mikroskop gibi) donatılmış PE Spektrometreler kullanılmaktadır.

2.2. Çift Kırıcılık Ölçüleri

Bir polimerin çift kırıcılığı, herhangi iki doğrultu için elde edilen kırılma indislerinin farkı olarak tanımlanabilir. Bu nedenle, polimerlerin oriyantasyonlarının tayininde, çift kırıcılık ölçüleri de çok kullanışlı bir yöntem oluşturmaktadır. Üstelik bazı ön bilgiler yardımı ile hem kristalin, hem de amorf faza ait çift kırıcılığı hesaplamak mümkün olmaktadır.

Oriyante olmamış amorf polimerler izotropik olduğu halde, bu fazda çift kırıcılık gözlenmesi, bir ön gerilmenin varlığına işaret sayılmaktadır. Halbuki optikçe izotrop cisimlerde her doğrultuda ölçülen kırılma indisi değerleri aynıdır. Yani $n_x = n_y = n_z$ olmalıdır.

Buna karşılık, tekstil liflerinde, çekme doğrultusuna paralel ve dik olarak ölçülen kırılma indisi değerleri farklıdır ve

$$\Delta = n_{//} - n_{\perp} \quad (10)$$

büyüklüğü, polimerin çift kırıcılığı olarak tanımlanmaktadır [Alexander, 1969]. Bu büyüklüğün, oriyantasyon derecesi ve polimeri oluşturan monomerik ünitelerin anizotropluğu ile arttığı gösterilmiştir.

Tek eksenli oriyantasyona sahip bir örnekte, toplam çift kırıcılığı, polarizasyon olaylarında kullanılan süperpozisyon prensibine benzer şekilde,

$$\Delta n_T = \Delta n_f + \sum_i \phi_i \Delta n_i \quad (11)$$

ifadesi ile tanımlayabiliriz. Burada ϕ_i her fazın kısmi hacmi, Δn_T toplam çift kırıcılık, Δn_f ise formdan ileri gelen çift kırıcılıktır.

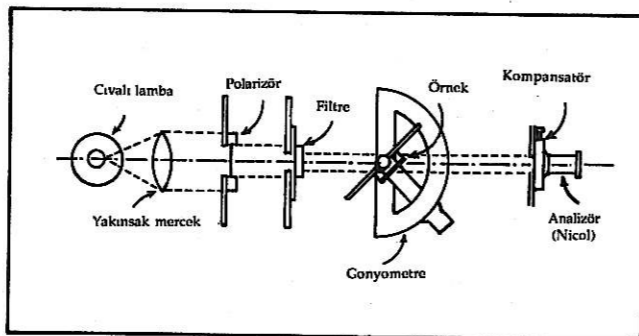
Yarı kristalin yapıya sahip lifli materyal bir ifade

$$\Delta n_T = \Delta n_f + X_c f_c \Delta_c^\circ + (1 - X_c) f_a \Delta_a^\circ \quad (12)$$

şeklini almaktadır. Şüphesiz burada, Δ_c° ve Δ_a° sırasıyla monokristal ve amorf bileşenlere ait çift kırılma değerleridir.

Dikroizm ölçülerinde olduğu gibi, uygun bir X ışını diffraktometresi ile, f_c ve X_c ölçülür, Δ_c° ve Δ_a° değerleri başka kaynaklardan sağlanabilir. Δn_f değeri de, genel olarak yapıldığı gibi ihmal edilirse, amorf bileşene ait oriyantasyon fonksiyonu hesaplanır.

Çift kırıcılık ölçülerinde kullanılan deney düzeneği Şekil 3'te [Stein, 1957] verilmiştir. Literatür araştırmalarında açıkça görüleceği üzere, çift kırıcılık ölçüleri, önceleri, çok geniş olarak kullanılmış ve hâlâ kullanılmakta ise de, araştırmacıların pek çoğu, bipolarizasyonun çok belirgin olduğu ve çok ince delikli yapısal karaktere sahip yarı kristalin anizotrop materyallerde,



Şekil 3. Çift kırıcılık ölçülerinde kullanılan ölçü düzeneği [Stein, 1957].

formdan ileri gelen terimin ihmal edilmesinin doğru olmadığını vurgulamaktadırlar. Bu terimin değerlendirilmesi için lifin şişkin olduğu durumda ölçü almak gerekmektedir. Ancak, bu amaçla kullanılan inert sıvılar bile, özellikle amorf bölgelerde, önemli morfolojik değişmelere neden olmaktadır. Bu nedenle Ultrasonik yöntemlerin önemi gün geçtikçe artmakta ve yavaş yavaş çift kırıcılık ölçmelerinin yerini de almaktadır.

2.3. Ultrasonik Yöntemler

Çift kırıcılık ölçülerinde olduğu gibi, ses hızı ölçme yöntemleri de yarı kristalin materyaller halinde polimerin ortalama oriyantasyonu hakkında bilgi sağladığından, yalnız bu yöntemle farklı bileşenlere ait oriyantasyon parametrelerini doğrudan doğruya tayin etmek mümkün değildir. Ancak, diğer yöntemleri tamamlayan kolay ve emin bir yöntem oluşturmaktadır. Yöntemin üstünlüğü, materyalde hiç bir tahribata neden olmaması ve çalışma koşullarının (sıcaklık, gerilme, frekans değişimi gibi) kolayca değiştirilebiliyor olmasıdır.

2.3.1. Ses Hızı Ölçüleri

Bilindiği gibi, herhangi bir ortamda sesin yayılma hızı Young modülüne

$$E = \rho c^2 \quad (13)$$

ifadesi ile bağlıdır. Bu ifadede E: N/m² veya dyne/cm² olarak materyale ait Young modülü, ρ : Kg/m³ veya gr/cm³ olarak yoğunluğu, c de m/sn veya cm/sn olarak sesin bir materyal içinde yayılma hızıdır.

İki bileşenli bir yapısal modül için, oriyantasyon fonksiyonu ile Young modülü arasındaki ilişki

$$\frac{3}{2} (\Delta E)^{-1} = \frac{1 - X_c}{E_a} f_a + \frac{X_c f_c}{E_c} \quad (14)$$

şeklinde bir ifade ile verilmiştir [Moseley, 1960]. İfadede f_a ve f_c sırasıyla amorf ve kristalin fazlara ait oriyantasyon fonksiyonunu, E_a ve E_c de mükemmel bir şekilde oriyante bileşenlere ait Young modülü değerleridir.

$$(\Delta E)^{-1} = \frac{1}{E_u} - \frac{1}{E} \quad (15)$$

olmak üzere E_u oriyante olmamış, E ise oriyante materyale ait modülleri içermektedir. E_u ise

$$\frac{3}{2} (E_u)^{-1} = \frac{X_c}{E_c} + \frac{1 - X_c}{E_a} \quad (16)$$

şeklinde terimlerin toplamıdır.

Önerilen bu ifadelerin tamamında yarı kristalin bir polimeri oluşturan her iki faz bileşenlerinin yoğunluk ve sıkışabilirliklerinin toplanabildiği varsayılmıştır. Gerçekten her terim M L⁻¹ T⁻² boyutunda olup homojendir. Tekstilciler modül için

$$1 \text{ gdtex}^{-1} = 9,81 \times 10^8 \rho \text{ dyne/cm}^2 = 9,81 \times 10^7 \rho \text{ N/m}^2$$

birimlerini kullanmaktadır. Bundan başka, her iki bileşen için, Poisson katsayısının 0,33 olduğu kabul edilmiştir.

Uygulamasının kolaylığı ve materyalde tahribata neden olmaması avantajlarının yanında, E_a ve E_c değerlerinin doğru bir şekilde bilinmesinin gerekliliği, ayrıca X ışınları deneyleri ile X_c ve f_c değerlerinin ölçülmesi zorunluluğu, oriyantasyon parametrelerinin tayininde bu yöntemin kullanılma alanını yine de sınırlamaktadır.

Yukarıda belirtilen nedenlerle, son yıllara kadar, ancak, PE, PP ve PET liflerinin bu yöntemle incelenemediği ve hesaplamalarda polyester 2GT için (Dumbleton, 1968) den sağlanan

$$E_c = 3,68 \times 10^{10} \text{ dyne/cm}^2 = 253 \text{ CN/Tex ve}$$

$$\rho_c = 1,455 \text{ gr/cm}^3$$

$$E_a = 1,82 \times 10^{10} \text{ dyne/cm}^2 = 136 \text{ CN/Tex ve}$$

$$\rho_a = 1,335 \text{ gr/cm}^3$$

değerlerinin kullanıldığı belirtilmektedir.

Ses hızı ölçüleri Morgan Dynamic - Modulus Tester düzeneği ile ve elemanter filamentler kullanılarak gerçekleştirilmiştir [Sotton, 1981]. Aletin çalışma prensibi, seramik bir transdüser yardımı ile örneğin bir ucunda, ~ 5 000 Hz civarında bir titreşim uyartılıp, ikinci ve benzer bir transdüser yardımı ile örneği geçen titreşimlerin kaydedilmesidir. Böylece, biri sabit, diğeri sabit hızla ve örnek boyunca hareket eden, iki transdüser yardımı ile $d = f(t)$ doğrusu elde edilir. Bu ifadede d, yayıcı ve alıcı transdüser arasındaki uzaklık, t de zamandır. Doğrunun eğimi, uyarılan titreşimin, örnekteki yayılma hızını vermektedir. Bu yöntemle PET 2GT filamentleri incelenirken, gerilme 150 CN olarak sabit tutulmuştur.

2.3.2. Rezonans Yöntemi

Yöntemin esası, örnek içinde, boyuna ve periyodik titreşimler uyarmak ve örneği geçen

titreşimleri kaydetmekten ibarettir. Bu bakımdan, ses hızı ölçülerine oldukça benzerdir. Ancak, her sıcaklıkta, rezonans frekansı f_r yi ve dolayısıyla kompleks dinamik modülünün E' reel bileşenini ölçme imkanı sağlaması, üstün yanını oluşturmaktadır. Bu nedenle, genel oriyantasyon fonksiyonunun tayinine ek olarak, farklı polimerlerin mekanik dinamik özelliklerinin sıcaklık, çekme hızı ve reaktiflerin etkisi ile değişimlerini inceleme olanağı sağlamaktadır.

Rezonans frekansının sıcaklığa bağlı değişimleri ölçülerek cam tranzisyon sıcaklığı doğrudan doğruya tayin etmek mümkün olmaktadır.

Aletin aşırı duyar olması, monofilament gibi, çok ince örneklerle çalışmayı mümkün kılmaktadır. Bunun sonucu olarak, polimerin yapısal karakterini inceleyen farklı filamentlerdeki farklı gerilmelerin etkisi ortadan kalkmaktadır. Buna karşılık ölçü materyalinin düşey olarak, ek bir ağırlık yardımı ile, gerilme altında tutulması, deformasyona meyilli materyallerdeki ölçülerde, dikkatli davranmayı gerektirmektedir. Ancak gerçek viskoelastik özelliklere iyi bir yaklaşım sağladığından, diğer yöntemlere üstünlüğü tartışılmaz şekilde kabul edilmektedir.

Gerçekten, büyük makromoleküllü polimerler, saf viskoz sıvı ile tam esnek katı arasında, reolojik karakteristiklere sahip, viskoelastik materyallerdir. Tam elastik bir madde için Young modülü

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon} \quad (17)$$

ifadesi ile tanımlanır. Burada σ , birim yüzeye isabet eden kuvvet olup, gerilme veya zor, ϵ ise, bağıl, şekil

değişimi olup, deformasyon veya zorlanma olarak adlandırılmaktadır.

Buna karşılık, viskoz bir sıvıda, zorun deformasyonun değişim hızına oranı

$$\eta = \frac{\sigma}{d\epsilon / dt} \quad (18)$$

viskozite katsayısı olarak adlandırılmaktadır.

Bir polimer, periyodik ve sinüzoidal bir zor etkisinde bırakılacak olursa, meydana gelen deformasyon da periyodiktir. Fakat deformasyon ile zor arasında δ kadar bir faz farkı vardır. Bu nedenle sinüzoidal olarak uyarılmış bir viskoelastik materyal için Young modülü

$$E^* = E' + jE'' \quad (19)$$

şeklinde tanımlanan kompleks bir dinamik modül halini alır.

Dinamik modülün reel kısmı olan E' , korunum modülü olarak adlandırılır ve periyod sonunda geri alınabilen enerjiyi karakterize eder. Yani malzemenin elastik davranışının bir ölçüsüdür. Buna karşılık, imajiner kısım olan E'' , kayıp modülü olarak adlandırılır ve aynı periyotta ısı şeklinde kaybolan enerjiyi karakterize etmektedir. Dolayısıyla, bu bileşen, maddenin viskoz özelliğinin bir ölçüsüdür.

Zorlanma ile zor arasındaki faz farkını belirleyen açının tanjantı

$$\text{tg } \delta = \frac{E''}{E'} = \frac{\eta \omega}{E'} \quad (20)$$

ifadesi ile belirlidir ve mekanik kayıp açısının tanjantı olarak adlandırılır [Demiaz, 1974].

Yöntemin esası, deneysel verilerden E' ve $\text{tg } \delta$ eğrilerini, bu eğrilerden de istenilen viskoelastik özelliği karakterize eden parametreyi tayin etmektir.

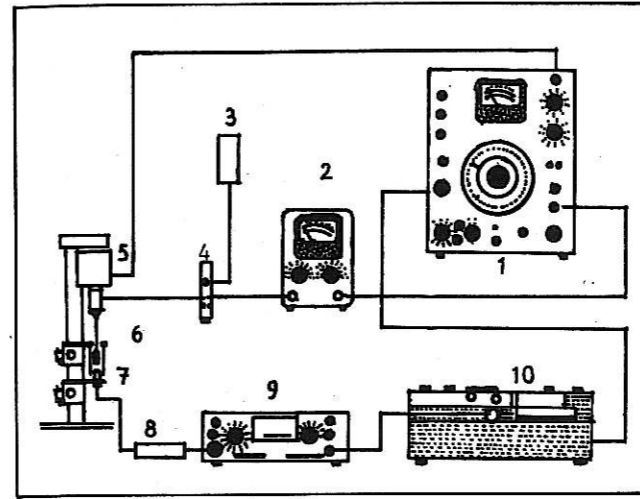
Bundan sonraki bölümlerde, deney düzeneği ve çalışma prensibi açıklandıktan sonra, deneysel verilerden E' ve $\text{tg } \delta$ eğrilerine geçişte izlenen hesaplama yolları üzerinde durulacaktır.

2.3.2.1. Ölçü Düzeneği

Şekil 5'de verilen ölçü düzeneğinin temel elemanları, BRUEL & KJAER firması tarafından geliştirilmiş ve karakteristikleri verilmiştir [Brue, 1970].

İncelenmekte olan materyalin uyarılması aşağıdaki beş temel elemanla sağlanmaktadır:

(1): Frekans aralığı 2 Hz ile 2 Khz olan bir sinyal jeneratörü.



Şekil 5. Ölçü düzeneği [Demiaz, 1974].

(5): Sinyal jeneratörünün sağladığı sinüzoidal gerilimi, aynı frekansta, mekanik titreşimlere dönüştüren minivibrör.

(6): Mekanik titreşimler etkisi altında bırakıldığında, akım oluşturabilen, piezoelektrik, bir akşelerometre.

Akşelerometre tarafından sağlanan akım, amplifikatör(4) tarafından şiddetlendirildikten sonra, elektronik bir voltmetre(2) ile ölçülür. Elektronik voltmetre, her an, örneğin etkisi altında bulunduğu titreşimlerin genliğini belirleyerek, sinyal jeneratörüne eklenmiş ve kompresyon adı verilen bir sistem yardımı ile belirli bir değere ayarlama olanağı sağlar.

Böylece, örneğin yapmasını istediğimiz hareketin genliği ve frekansı her an belirlidir ve ayar mekanizması her frekansta genliğin sabit kalmasını sağlamaktadır.

Örneği geçen titreşimler aşağıdaki dört temel eleman yardımı ile analiz edilmektedir.

(7): Örneği geçen titreşimlerin genliğini ölçen, kapasitif, bir alıcı. Kapasitif alıcının karşıt elektrodu, örneğin gergin durmasını sağlayan, asılı ağırlık tarafından oluşturulmaktadır.

Örneğin yaptığı gerçek hareketin bir ölçüsü olan çıkış gerilimi, (8) ve (9) da şiddetlendirildikten sonra, kaydediciye (10) gelir. Kaydedici doğrudan doğruya frekansın fonksiyonu olarak genlik eğrisini verir. Çünkü, bükülebilir bir mekanik bağlama ile kaydedicinin frekans tarama hızı sinyal jeneratörününki ile senkronize edilmiştir.

Böylece, örneği geçen titreşimlerin, özellikle rezonans halindeki, frekansı ve genliği ölçülmekte ve kaydedilebilmektedir.

2.3.2.2. Ölçü Düzeneğinin Ayarlanması

2.3.2.2.1. Elektronik Ölçü Elemanlarının Ayarlanması

Sinyal jeneratörü 50 Hz'lik şebeke frekansından itibaren derecelenmiştir. Titreşimlerin genliği $\Delta L = 20\mu$ olarak sabit tutulmuştur; çünkü literatürlerde, yapısal değişimlere neden olmaması için, $\Delta L/L$, dinamik deformasyonun 10^{-3} ün altında kalmasının gerekliliği vurgulanmaktadır.

Kaydedicinin kağıdı sarma hızı ile, frekansın değişim hızı arasındaki oran, elde edilen rezonans tiplerinin kolayca yorumlanmasını sağlayacak şekilde ayarlanmalıdır.

2.3.2.2.2. Örneğin Hazırlanması ve Yerleştirilmesi

Farklı filamentlerdeki farklı gerilmeler, ölçü sonuçlarının tekrarlanabilirliğini engelleyebilir. Bu nedenle örnek, monofilament veya film şeklinde seçilmelidir. Ayrıca, ölçü düzeneğinin ve parçalarının geometrisi nedeni ile, örnek uzunluğu $L = 7,1 \pm 0,1$ cm olarak sabit tutulmuştur.

Örneğin alt ucuna asılması gereken ek yükün iki önemli görevi vardır.

- Statik bir gerilme oluşturarak, rezonans piklerinin simetrik oluşunu sağlamak.

- Elastik bölge içinde kalarak, sıcaklığa bağlı değişimlerin ölçülmesinde örneğin deformasyonunu engellemek.

Empirik olarak, $m = 2,2$ gramlık bir kütlenin ölçülere uygun olduğu görülmüş ve ölçülerde bu değer sabit tutulmuştur.

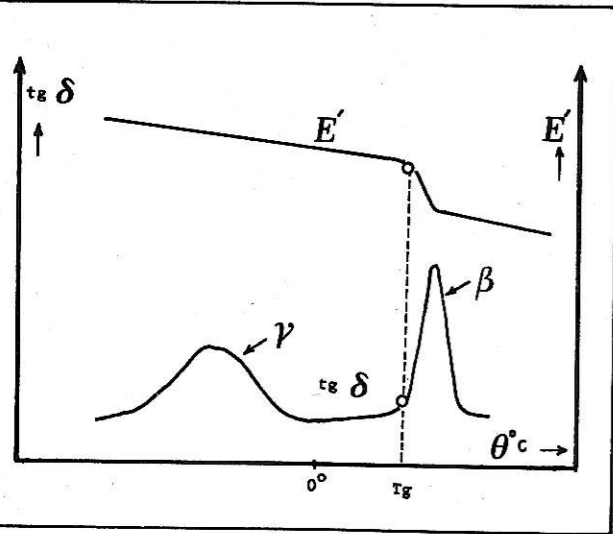
2.3.2.2.3. Ölçü Hücresinin Hazırlanması ve Kullanılışı

Kompleks esneklik modülünün sıcaklığa bağlı değişimlerini incelemek üzere geliştirilen ölçü hücresi, Şekil 6'da verilmiştir.

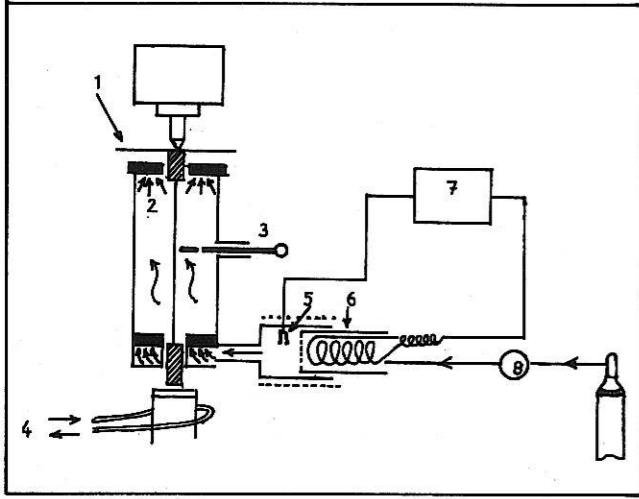
(2): Ölçü hücresinin kendisi, ısıtıcı gazın giriş ve çıkışını sağlamak üzere, iki ucu delinmiş, bir silindirden ($\phi = 40$ mm, $\eta = 85$ mm) ibarettir.

(6): Elektrik fırını, 15 mm çapında pirinç bir silindir içine yerleştirilmiş, 220 voltla çalışan, 75 W gücünde bir rezistanstan oluşmuştur. Bu fırın 30 dakikada 1 devir yapacak şekilde ayarlanmış bir elektrik motoru tarafından programlanan bir gerilim potansiyometresince beslenmektedir [Regülötör Tacussel, Type RTP 1 TH].

(8): Dakikada 1,4 litrelik bir azot dolaşımı, ısı iletimini ve ölçü ortamının inert kalmasını sağlar. Bu şartlardaki sıcaklık artışı dakikada $0,6$ °C olmaktadır.



Şekil 4. $E = f(\theta)$ ve $\text{tg } \delta = f(\theta)$ eğrileri [Demiaz, 1974].



Şekil 6. Ölçü hücresi [Demiaz, 1974].

- (5): Sıcaklık ayarını sağlayan demir/konstantan bir termocift.
 (7): Lineer potansiyometre.
 (3): Örnek civarındaki sıcaklığı ölçmede kullanılan cıvalı termometre.
 (4): Alıcının soğutulmasını sağlayan su dolaşım sistemi.
 (1): Akselerometrenin termik kalkanı (koruyucusu).

2.3.2.3. Deneysel Verilerin Değerlendirilmesi

2.3.2.3.1. Rezonans Frekansının Tayini

Kaydedicide eğri maksimum genliğe ulaştığı anda, rezonans frekansı f_r , doğrudan doğruya alet üzerinden okunur. Frekans değişimi çok yavaş olmakla birlikte, okumalarda 0,5 Hz civarında bir hata olmaktadır. Başlangıçta bunu engellemek için, bir frekans ölçme düzeneği kullanılmış ise de, örneği uzun süre rezonans halinde ve yüksek sıcaklıkta tutmanın sakıncaları gözönüne alınarak bundan vazgeçilmiştir.

2.3.2.3.2. Rezonans Frekansından Elastiklik Modülünün Hesaplanması

Örneğin bir ucuna sinüzoidal ve boyuna, bir gerilim uygulayacak olursak, örnekte meydana gelen deformasyon da sinüzoidaldir fakat bu deformasyon uyarıcı gerilimden, faz farkı adı verilen, belirli bir süre geridedir.

Örneğin serbest ucuna asılı bulunan noktasal m kütesinin hareket denklemi

$$m \frac{d^2 l}{dt^2} + \mu \frac{dl}{dt} + E' \frac{A}{L} l = G \cos \omega t \dots (21)$$

şeklinindedir. Burada, m = asılı germe kütlesi + örneğin kütlesi ~ asılı kütle, L ve A'da örneğin boyu ve kesitinin alanıdır. $G \cos \omega t$ ise $T = \frac{2\pi}{\omega}$

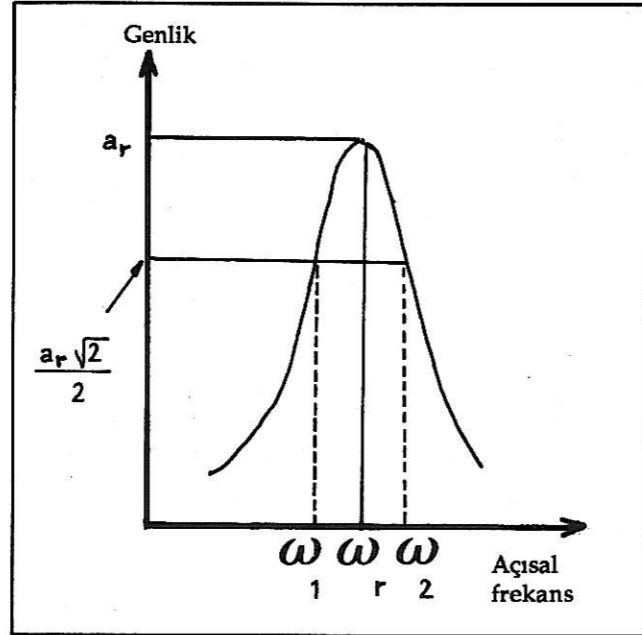
periyodu boyunca uygulanan sinüzoidal kuvvetin değeridir. Bu diferansiyel denklemin

$$l = a \cos(\omega t - \delta) \dots (22)$$

şeklinde bir çözümü vardır. Bundan başka, hareketin a genliği ile ω açısal frekansı arasında

$$a^2 = \frac{G^2 L^2}{(E'A - m \omega^2 L)^2 + \eta^2 A^2 \omega^2} \dots (23)$$

şeklinde bir bağıntı elde etmek mümkündür ki bu ifade, Şekil 7'de verilen $a = f(\omega)$ eğrisinin denklemdir.

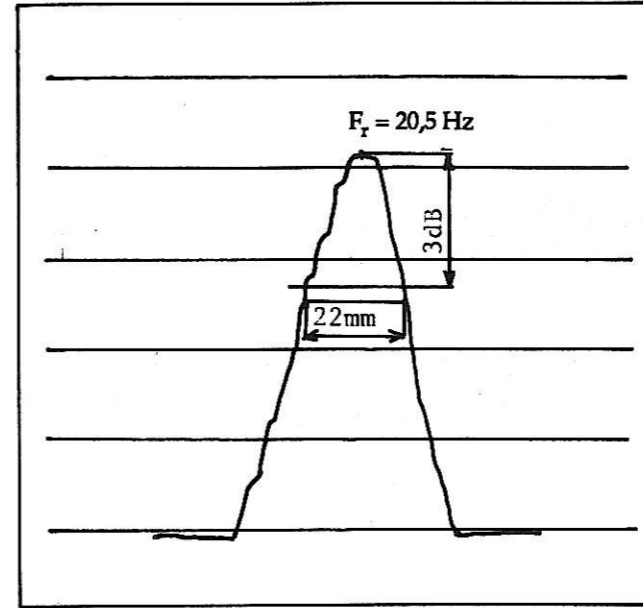


Şekil 7. Rezonans eğrisi [Demiaz, 1974]

(23) denkleminin ω 'ya göre türevini alıp sıfıra eşitleyerek, eğrinin tepe noktasının koordinatlarını ve dolayısı ile, f_r , rezonans frekansını tayin etmek mümkündür. Buna göre

$$f_r^2 = \frac{\omega_r^2}{4\pi^2} = \frac{1}{4\pi^2} \left[\frac{E'A}{mL} - \frac{\eta^2 A^2}{2m^2 l^2} \right] \dots (24)$$

elde edilir. Genellikle η değeri E' nün yanında ihmal edilebilecek kadar küçüktür. Bu yaklaşıklık



Şekil 8. Rezonans eğrisi [Bruel, 1970].

yapıldığında,

$$f_r^2 = \frac{E'A}{4\pi^2 mL} \dots (25)$$

şeklindeki basit ifade elde edilir. Buradan

$$E' = \frac{4\pi^2 mL}{A} f_r^2 \dots (26)$$

bulunur.

2.3.2.3.3. $a = f(\omega)$ Eğrisinden E'' ve $\text{tg } \delta$ nın Tayini

Akustik ölçmelerde, güç yarıya indiğinde, yani 2 ile bölündüğünde desibel olarak ölçülen sesin şiddeti $\sqrt{2}$ ye bölünmektedir. Periyodik olaylar arası benzerlikten yararlanılarak, mekanik ölçülerde de $a = f(\omega)$ eğrisi üzerinde

$a = (a_r/\sqrt{2}) = a_r \frac{\sqrt{2}}{2}$ değerine karşılık gelen iki

karakteristik (ω_1 ve ω_2) açısal frekans belirlenebilir. a için seçilen bu değer (23) denkleminde yerine konursa, simetrik bir pik halinde, η viskozite katsayısı için

$$\eta = \frac{2mL(\partial\omega)}{A} \dots (27)$$

ifadesi elde edilir. Burada $\partial\omega = \frac{\omega_2 - \omega_1}{2}$ dir.

η 'nın bu değeri E'' ifadesinde yerine konursa,

$$E'' = \eta\omega = \frac{2mL\omega}{A} (\partial\omega) \dots (28)$$

değeri elde edilir.

E' ve E'' değerleri yerine konduğunda

$$\text{tg } \delta = \frac{E''}{E'} = \frac{2(\partial\omega)}{\omega} = \frac{\Delta\omega}{\omega} = \frac{\Delta f}{f_r} \dots (29)$$

elde edilir. Burada Δf değeri, $a = \frac{a\sqrt{2}}{2}$ değerine tekabül eden rezonans eğrisi genişliğinin frekans cinsinden değeridir.

Δf değerini, rezonans eğrisi üzerinden kolayca okumak mümkün değildir. Çünkü grafik logaritmiktir ve fazla hassas değildir. Bu nedenle deneysel verilerden Δf 'i hesaplamak için yaklaşık bir formül önerilmiştir [Bruel, 1970].

Bilindiği gibi, frekans iki katına çıkınca, kayıta bir oktav katedilmiş olur. Bunun sonucu olarak,

$$\frac{\omega_2}{\omega_1} = \frac{f_2}{f_1} = 2^{\frac{x_2 - x_1}{\text{ov}}} \dots (30)$$

yazılabilir. Burada $x_2 - x_1$, kaydedicinin kağıdı üzerinde $\Delta f = f_2 - f_1$ frekans aralığına tekabül eden uzunluk, ov ise aynı şartlarda kaydedilmiş oktav uzunluğudur.

Simetrik ve dar bir pik halinde yaklaşık olarak

$$\text{tg } \delta = \frac{\Delta f}{f_r} \sim \frac{f_2 - f_1}{\sqrt{f_1 f_2}} \dots (31)$$

yazılabilir. $\Delta f \ll f_r$ ise $\sqrt{\frac{f_2}{f_1}} \# 1$ alınabilir ve

$$\text{tg } \delta = \frac{f_2}{f_1} - 1 = 2^{\frac{x_2 - x_1}{\text{ov}}} - 1 \dots (32)$$

elde edilir. Bu ifadede $x_2 - x_1$, rezonans eğrisinde

$a_r \frac{\sqrt{2}}{2}$ genliğine tekabül eden ve mm olarak pik genişliği, ov = mm olarak oktav uzunluğu =

$$\frac{\text{kağıt hızı (mm/dk)} \times 3 \text{ devir /oktav}}{\text{frekans değişim hızı (dev/dk)}}$$

değerleridir. Ancak rezonans pikleri geniş ise bu

yaklaşık kullanılamaz.

Bu yaklaşık hesaplama yönteminin daha iyi anlaşılabilmesi için, sayısal bir örnekle tamamlayalım. Çapı $2,1 \times 10^{-2}$ mm \pm 3 % olan bir lifle yapılan ölçümlerde $m = 3,459$ Kg., $L = 0,120$ m., kağıt sarma hızı 1 mm/sn ve frekans değişim hızı 0,36 dev/dk için elde edilmiş bir rezonans eğrisi şekil 7'de verilmiştir. Eğri incelendiğinde kolayca görüleceği gibi,

$$f_r = 20,5 \text{ Hz}, x_2 - x_1 = p = 22 \text{ mm}, ov =$$

$$\frac{(1 \text{ mm/sn}) \times (60 \text{ sn/dk}) \times 3 \text{ dev/oktav}}{0,36 \text{ dev/dk}}$$

ov = 500 mm/oktav elde edilir. Bulunan bu değerler kullanılarak

$$\text{tg } \delta = 2 \frac{22}{500} - 1 = 0,031$$

ve

$$E' = \frac{4\pi^2 mL}{A} f_r^2 = \frac{4\pi mL}{A} f_r^2 = 1,99 \times 10^{10} \text{ N/m}^2$$

bulunur.

KAYNAKÇA

- ALEXANDER, L.B.; Ray Diffraction Methods, WILEY, J. sinterscience, 1969-268.
- BOURIOT, P.; HAGEGE, R. ve SOTTON, M.; Bull. Scient. ITF, Vol. 5, 1976, 139
- BRUEL, KJAER, Technical Review, No 2, Paris 1970.
- DEMIAZ, M.; CHABERT, B.; EDEL, G., ve GAVEL, L. Bull. Scient, ITF Vol. 3 1974, 149.
- DUMBLETON, J.H.; J. Polym. Sci., Az Vol. 6, 1968, 795.
- KOBAYASHI, Y. et col., APPLY, J. Polym Sci., Vol. 2, 1967, 2515.
- MOSELEY, W.W., APPLY, J., Polym. Sci. 3, 1960, 266.
- SOTTON, M., ARNIAUD, A.M., RABOURDIN, C., J. Pipply Polym. Sci., Vol. 22, 1978, 2585
- SOTTON, M., ve ARNIAUD, A.M., Bull. Scient. ITF, Vol. 11, 1982, 25.
- STEIN, R.S., J. Polym. Sci. Vol. 24, 1957, 383.
- TARAKÇIOĞLU, I., Tekstil Terbiyesi ve Makinaları III Araclar Matbaacılık, 1986, 154.

SÜRELİ YAYINLAR

1. HAMMADDE

Deposition of Liquid drops on a long Cylindrical fibre.
Textile Research Journal, 1988, 58.9.495-500

The effect of system parameters on the deposition of drops from a dispersion onto the surface of a collecting fibre is discussed.

Uzun silindirik bir lif üzerinde sıvı damlacıkların birikimi.
Carrol B.J.

Oxidation behaviour of high-strength chainextended polyethylene fibres.

Textile Research Journal, 1988, 58.9.520-526

Yüksek dayanımlı polietilen liflerinin oksitlenme davranışı.

Carlsson D.J., Colin G., Chmela S.

Cool Dry process for textile fibres.

Chemiefasern Textilindustrie, 1988, 38/90 11, E 121

Tekstil lifleri için soğuk kuru işlem.

Aulay Mc, Th; Young, R.

Trends, potentialities and experiences in using secondary raw material in the cotton industry.

Textiltechnik, 1988, 38, 12, 638-644

Pamuku endüstrisinde ikincil hammadde kullanımında trendler potansiyeller ve tecrübeler.

Hartenhaver H.P.

In the article a rationalization scheme to Process reclaimed cotton and spinning waste blended with man-made fibres to manufacture OE-yarns is presented. The yarns (100, 72, 60 and 50) tex) are successfully processed into jeans fabrics, working clothes and sugar bags.

Setting of wool with gaseous sulphur dioxide.

Melliand Textilberichte, 1988, 69, 10, E. 376

Yünün sülfürodoksit gazı ile fiksajı.

Raabe F., Breuers, M; Blankenburg G.

2. İPLİK

High-speed rotor spinning of viscose.

Textile Month, 1988, 9, 21-22

Viskonun yüksek hızda rotorla eğirilmesi.

Ward, D.

At a seminar held by kemira Oy, Sateri, Finland, details were given of high-speed rotor spinning trials of Fibrafinn viscose rayon fibres. The trials were carried out on Schlafhorst Autocoro machines.

Up-dated supplier program of open-end rotor yarns 88.

Chemiefasern/Textilindustrie Spining/Twisting/Winding Yearbook. 1988, 60

West German, Austrian and Swiss manufacturers of rotor open-end-spun yarns are listed together with the raw materials used, yarn counts and end-uses.

Açık uç eğirilmiş rotor ipliklerinin sağlanması için çağdaş bir program.

Anon

Variation in hairiness of worsted yarns.

Textil Praxis International, 1988, 48, 7, 706-710

Kamgam ipliklerinin tüylülük varyasyonu.

Rodiger U.

The hairiness of the yarn on a cop a cop is found to vary continuously throughout the build-up of the cop. The cause of these variations is investigated.

Reducing the setting-up time-A requirement imposed by spinners and weavers on machine manufacturers.

Melliand Textilberichte, 1988 (69), 10 E 352-353.

Ayar süresinin kısaltılması iplikçi ve dokumacılarca makina yapımclarına empoze edilen bir istek.

Stendenbach J.

Machine Linking-up the spinning area.

International Textile Bulletin, 1988, 34, 4, 4-8

Eğirme alanında makina birleşmesi.

Bruno Wolf

ITS Table: Link systems ring spinning frames Winders-ring spinning frames.

International Textile Bulletin, 1988, 34, 4, 8-17

ITS Tablo: Ring eğirme makinaları/bobin makinaları birleştirme sistemleri.

Bruno Wolf

The importance of card sliver quality for the running behaviour and yarn quality in unconventional spinning methods.

International Textile Bulletin, 1988, 34, 4, 35-56

Konvensiyonel olmayan eğirme metodlarında çalışma şartları ve iplik kalitesi için tarak bandı kalitesinin önemi.

Leifeld F.

Building with geotextiles.

International Textile Bulletin, 1988, 34, 4, 68

Geotekstiller ile inşaat.

Zerfass G., Maubeuge K.