





GRAFİT KATKILI SİKLO-OLEFİN KOPOLİMER (COC) KOMPOZİTLERİN TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

¹İbrahim KILINÇ , ²Salih Hakan YETGİN 

¹Kütahya Dumlupınar Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü İleri Teknolojiler Anabilim Dalı, Kütahya, TÜRKİYE

²Tarsus Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Mersin, TÜRKİYE
¹gulKent571@gmail.com, ²shakanyetgin@tarsus.edu.tr

(Geliş/Received: 06.04.2021; Kabul/Accepted in Revised Form: 24.07.2021)

ÖZ: Bu çalışmada, ağırlıkça %5, %15, %30, %45, %60 ve %75 oranlarında grafit katkıli siklo-olefin kopolimer (COC) kompozitleri ekstrüzyon ve basınçlı kalıplama yöntemleri ile üretilmiştir. Sürtünme ve aşınma deneyleri, disk üzerinde pim sistemi (pim-disk) ile kuru ortam şartlarında, 20 N, 30 N ve 40 N yük ve 0.5 m/s, 1.0 m/s ve 1.5 m/s kayma hızında gerçekleştirilmiştir. COC polimeri ve grafit katkıli COC kompozitlerin artan kayma hızı ve yüke bağlı olarak sürtünme katsayısı azalmış aşınma oranı ise artmıştır. En düşük sürtünme katsayısı ve aşınma oranı %75 grafit katkıli COC kompozitinde elde edilmiştir. COC polimerine eklenen %75 oranındaki grafit katkısı ile sürtünme katsayısı %87.7 oranında, aşınma oranı ise %498.79 oranında azalmıştır.

Anahtar Kelimeler: Aşınma, Grafit, Siklo-Olefin Kopolimer (COC), Sürtünme

Investigation of Tribological Properties of Graphite Filled Cyclo-Olefin Copolymer (COC) Composites

ABSTRACT: In this study, 5%, 15%, 30%, 45%, 60%, and 75% graphite filled cyclo-olefin copolymer (COC) polymers have been produced by extrusion and pressure molding technics. Wear and friction tests have been carried out at the sliding speeds of 0.5 m/s, 1.0 m/s and 1.5 m/s, applied loads of 20 N, 30 N, 40 N and under dry conditions using pin-on-disc system. As a result of the experiments, coefficient of friction increases while wear rate decreases with increase both applied load and sliding speed. The lowest coefficient of friction and the wear ratio have been obtained in weight of 75% graphite filled COC composites. The coefficient of friction and wear rate of the 75% graphite filled COC polymer decreased by 87.7% and 498.79%, respectively.

Key Words: Wear, Graphite, Cyclo-Olefin Copolymer (COC), Friction

GİRİŞ (INTRODUCTION)

Üstün mekanik özellikler, yüksek camsı geçiş sıcaklığı (T_g), mükemmel şeffaflık, düşük nem emilimi ve çözücülere karşı iyi direnç sergileyen siklo-olefin kopolimerler (COC), olefinler ile halkalı yapıdaki norbornen gibi monomerlerin kopolimerizasyonundan elde edilen tamamen ya da yüksek orandaki amorf polimerlerdir. COC'lerin fiziksel özellikleri içerdiği halkalı yapıdaki monomerin (norbornen) yapıdaki oranına göre değişmektedir. Yapıdaki norbornen birimlerinin mol veya ağırlık oranına bağlı olarak, COC'ler diğer poliolefin kopolimerlerine kıyasla nispeten yüksek camsı geçiş sıcaklıkları sergiler ve böylece fiziksel özelliklerde önemli bir kayıp olmaksızın uzun süreli kullanım ömrü sağlar. Örneğin;

yapıdaki norbornen oranına bağlı olarak COC'lerin camısı geçiş sıcaklığı (T_g) 78 ile 180 °C arasında değişebilmektedir [Akın ve diğ., 2014; Sunanda, 2014].

COC polimerinin farklı tipte inorganik katkıları ile kullanımı, fiziksel ve mekanik özelliklerin incelendiği çalışmalar literatürde mevcuttur [Yoshinori ve Hiroshi, 2018; Liu ve diğ., 2003; Saravanan ve diğ., 2015; Pal ve diğ., 2016]. O'Neil ve arkadaşları [2016] etilen/norbornen miktarının COC polimerinin yüzey özellikleri üzerine etkisini incelemişlerdir. Çalışma sonucunda, artan norbornen içeriğinde, UV/O₃ veya O₂ plazma ile aktive edildiğinde, alkoller, ketonlar, aldehitler ve karboksil gruplar gibi daha fazla oksijen içeren fonksiyonların oluşmasına sebep olduğu belirtilmiştir. ~%60 norbornen içerikli COC polimerinin, UV/O₃ veya O₂ plazma aktivasyonunu takiben %50 norbornen içerikli COC ve %35 norbornen içerikli COC ile karşılaştırıldığında önemli ölçüde daha yüksek -COOH fonksiyonel grup yoğunluğu gösterdiği belirlenmiştir. Lai ve arkadaşları [2015] termal olarak indirgenmiş grafen oksit (TRGO) katkılı COC nanokompozit filmlerin yüksek su buharı bariyer özelliği gösterdiklerini belirtmişlerdir. Ağırlıkça %0.06 TRGO içeriğinde COC nanokompozit filmlerin su buharı geçirgenliğinin %21 oranında azaldığı belirtilmiştir. Çalışmada kullanılan TRGO miktarı ile su buharı geçirgenliğinin, aynı orandaki polimer/kil ve polimer/grafen nanokompozitlerinkinden 10-100 kat daha düşük olduğu belirlenmiştir. Merve ve Ercan [2016] grafit (G), grafen oksit (GO) ve indirgenmiş grafen oksit (rGO) katkılı COC nanokompozit filmlerin fiziksel ve termal özelliklerini incelemişlerdir. Çalışma sonucunda, rGO içeren nanokompozit filmlerin dağılmış (exfoliated) yapı gösterdiği, G ve GO esaslı nanokompozitlerin ise tabakalı (intercalated) yapı gösterdiği belirtilmiştir. Tüm nanokompozit filmlerin COC polimeri ile karşılaştırıldığında daha yüksek gaz bariyer performansı gösterdiği belirlenmiştir. Akın ve arkadaşları [2014] farklı oranlarda tekli ve ikili karbon fiber (CF) ve genişletilmiş grafit (EG) dolgulu COC kompozitlerin mikro-yapısal ve fiziksel özelliklerini incelemişlerdir. Kullanılan dolguların karbon esaslı olmalarına rağmen, farklı geometrik yapıları ve fiziksel özellikleri nedeniyle polimer içinde farklı dağılım gösterdikleri ve kompozitlerin mekanik ve elektriksel iletkenlik özelliklerine etkilerinin farklı olduğu belirtilmiştir. Malzemenin elektriksel iletken haline geldiği kritik dolgu miktarı olarak tanımlanan "elektriksel perkolasyon" miktarları CF ve EG için sırasıyla 30phr ve 20phr olarak belirlenmiştir. Sunanda ve arkadaşları [2014] nanosilika katkılı COC kompozitlerin fiziksel, mekanik, dinamik-mekanik, termal, tribolojik ve optik özellikleri üzerine farklı oranlardaki (ağırlıkça %1, 2, 3 ve 5) nanosilikanın etkilerini incelemişlerdir. Çalışma sonucunda, %3 nanosilika katkılı COC kompozitin %5 nanosilika katkılıya göre daha iyi dağılım gösterdiği için en yüksek çekme dayanımı (55.6MPa) gösterdiği belirtilmiştir. Katkısız COC polimerinin 184°C olan camısı geçiş sıcaklığı (T_g), %3 nanosilika katkılı COC kompoziti için 194.3 °C elde edilmiştir. COC polimerine farklı oranlarda ilave edilen nanosilika katkısının rijitliği ve sertliği artırarak yüksek çizilme direnci ve düşük sürtünme katsayısı sağladığı belirtilmiştir. Nanokompozitlerin, katkısız COC filmlere benzer optik özellikler gösterdiği belirtilmiştir. Ou ve Hsu [2007] ağırlıkça %1, 5, 10 ve 15 oranlarında SiO₂ katkılı COC kompozitlerin özelliklerini incelemişlerdir. COC kompozitlerin camısı geçiş sıcaklığının katkısız COC polimerine göre 20°C arttığı, %15 SiO₂ içeriğinde bozunma sıcaklığının ise 13°C arttığı belirtilmiştir. %10 SiO₂ içeriğinde ışık geçirgenliğinin hala %85 üzerinde olduğu aynı zamanda COC kompozitlerin oksijen bariyer özelliğinin önemli oranda geliştiği belirtilmiştir. Benzer sonuçlar, Ou ve Hsu [2008] tarafından yapılan TiO₂ katkılı COC kompozit numunelerinde de elde edilmiştir. Kasgoz ve arkadaşları [2014a] farklı oranlarda karbon siyahı, karbon fiber, grafit ve genişletilmiş grafit gibi karbon esaslı katkıların COC polimerinin morfolojik, mekanik ve reolojik özelliklerine etkisini incelemişlerdir. Taramalı elektron mikroskopu çalışmaları sonucunda katkıların geometrik özelliklerine bağlı olarak polimer matris içerisinde katkı dağılımının farklılaştığı ve kompozit oluşumunda arayüzey ajanı veya uyumlaştırıcı olmaması sebebiyle katkıları ve COC arasında zayıf arayüzey elde edildiği belirtilmiştir. Karbon siyahı ve genişletilmiş grafitin yüksek yüzey alanı ve aglomera olmuş yapısı nedeniyle grafit ve karbon fiberden daha yüksek ergiyik viskozitesine sahip olduklarını belirtmişlerdir. Kasgoz ve arkadaşlarının [2012a] maleik anhidrit aşılı polietilen (PE-g-MA) ve polietilen co-1-okten (PEO) uyumlaştırıcılarını kullanarak ürettikleri organo-kil katkılı COC nanokompozitlerin reolojik ve mekanik özelliklerini inceledikleri çalışma sonucunda perkolasyon miktarı ve en/boy oranının 0.018 ve 12-15 elde edilmiştir. COC kompozitlere ilave edilen PEO uyumlaştırıcının ergiyik ve katı hal durumlarında

depolama modülünü artırdığı, organo-kil dağılımını geliştirdiği ancak şeffaflığın kötüleştiği belirtilmiştir. Kasgoz ve arkadaşları [2014b] yaptıkları diğer bir çalışmada ise karbon siyahı ve karbon fiber katkıli COC kompozitlerin elektrik ve reolojik özelliklerini incelemişlerdir. Reolojik ölçümler sonucunda, yüksek yüzey alanı ve nano-partikül boyutu nedeniyle, dinamik viskozite ve ergiyik elastikiyeti gibi viskoelastik parametreleri geliştirmek için karbon siyahının karbon fiberden daha etkili bir katkı elemanı olduğunu belirtmişlerdir. Reolojik perkolasyon miktarları karbon siyahı ve karbon elyaf için 9.4phr ve 15phr olarak elde edilmiştir. Elektrik perkolasyon miktarları ise her iki katkı içinde 15phr olarak elde edilmiştir. Maksimum elektrik iletkenliği 40phr karbon siyahı ve karbon elyaf için sırasıyla 10-2 ve 10-1 S/cm olarak elde edilmiştir. Benzer şekilde Motlagh ve arkadaşları da [2007] karbon siyahı ve karbon fiber katkıli COC kompozitlerin elektrik ve reolojik özelliklerini incelemişlerdir. Kasgoz ve arkadaşları [2012b] grafit ve genişletilmiş grafit katkıli COC kompozitlerin reolojik özelliklerini inceledikleri çalışmada, lineer viskoelastik bölgede, katkı miktarına bağlı olarak depolama modülünün (G') arttığı ve perkolasyon miktarının grafit ve genişletilmiş grafit için sırasıyla 21.5phr ve 3.8phr olduğu belirtilmiştir. Grafit katkıli COC kompozitlerin yüksek performanslı iletken kompozit uygulamalarında kullanılabileceği belirtilmiştir.

COC'ler özellikle kamera ve fotoğraf makinelerinin lensleri, kontak lensler, CD ve DVD lensleri gibi optik geçirgenlik gerektiren alanlarda, yırtılma dayanımının belirli bir düzeyde, gaz ve su buharı geçirgenliği değerlerinin çok düşük olması istenen ilaç ambalajlama gibi sektörlerde, yüksek mekanik ve termal dayanım isteyen parçalarda otomotiv sektöründe kullanılmaktadır. COC'ler termal, optik ve mekanik özellikleri açısından birçok alanda yaygın olarak kullanılan polikarbonat (PC) ile benzer özellik göstermektedir. Ancak polikarbonatların sağlık açısından önemli tehditler içeren bisfenol-A içermesi özellikle gıda ve tıp alanında bu malzemelerin tercih edilmemesine neden olmaktadır. Bu şekilde herhangi bir sağlık açısından risk oluşturacak bir kimyasal barındırmayan COC'ler günümüzde yaygın kullanılan polikarbonatlar için de en uygun malzeme alternatifini oluşturmaktadır. COC'nin optik özellikleri poli(metilmetakrilat)'a (PMMA) benzerdir, fakat ısı özellikleri PMMA'den çok daha iyidir. Ayrıca COC'nin nem absorpsiyonu PMMA'inkinden 10 kat daha azdır. Sertlik özellikleri değerlendirildiğinde COC'nin, polikarbonattan (PC) yaklaşık %75 daha sert olduğu bilinmektedir [Ou ve Hsu, 2007; Saravanan ve diğ., 2015; Sunanda ve diğ., 2014].

COC polimeri sadece mükemmel ısı ve mekanik özellikleri için değil, aynı zamanda sürtünme ve aşınmanın azaltılması için de farklı endüstrilerde potansiyel uygulamalar bulabileceği tahmin edilmektedir. Literatür taramasına göre grafit katkıli COC polimerlerin tribolojik özelliklerini araştıran herhangi bir çalışmaya rastlanılmamıştır. Bu çalışmada, grafit katkıli COC kompozitler ekstrüzyon ve basınçlı kalıplama yöntemleri kullanılarak hazırlanmıştır. Grafit ilavesinin COC polimerin sürtünme ve aşınma davranışına etkisinin yanında yük ve kayma hızının etkisi de araştırılmıştır. 0.5, 1.0 ve 1.5 m/s kayma hızlarında ve 20, 30 ve 40 N yüklerde kuru koşullarda oda sıcaklığında AISI 1040 çelik diske karşı pim-disk sistemi kullanılarak tribolojik testler yapılmıştır.

DENEYSEL YÖNTEM (EXPERIMENTAL METHOD)

Polimer matris olarak Ticona tarafından Topas® 6013 ticari adı ile üretilen siklo-olefin kopolimer (COC) kullanılmıştır. Kullanılan polimerin bazı fiziki özellikleri Çizelge 1'de verilmiştir. Katkı malzemesi olarak ise Nanokar Kimyevi Maddeler San.ve Tic. Ltd. Şti. firmasından temin edilen %99 saflıktaki ve 44 mikron altı toz boyutuna sahip grafit tozu kullanılmıştır.

Grafit katkıli COC kompozitler eriyik harmanlama yöntemine göre Gülnar marka, 16 mm vida çaplı, 640 mm vida uzunluğunda ($L/D=40$), vida konfigürasyonu ayarlanabilir (segmented screw) eş yönlü (co-rotating) ve iç-içe dönen (intermeshing) çift vidalı ekstruderde hazırlanmıştır. Örnekler hazırlanmadan önce grafit ve COC polimeri 60 °C de 24 saat bekletilerek kurutulmuştur. Daha sonra "polimer-dolgu" kuru karışımı olarak belirlenen bileşim oranına göre tartılan örnekler ekstruderden geçirilerek kesicide granül haline getirilmiştir. Ekstruder kovan sıcaklıkları girişten kafa çıkış bölgesine (die) doğru 185-200-220-220 °C olarak ayarlanmıştır. Hazırlanan kompozitlerin örnek tanımlama kodları ve bileşimleri Çizelge 2'de verilmiştir.

Çizelge 1. Kullanılan siklo-olefin kopolimerin (Topas® 6013) fiziksel özellikleri*Table 1. Physical properties of the cyclo-olefin copolymer (Topas® 6013)*

Camsı geçiş sıcaklığı (T _g) (°C)	140
MVR ^a (ml/10dak.)	14
HDT ^b (°C)	130
Yoğunluk (g/cm ³)	1.02
Kopma uzaması (%)	2.7
Işık geçirgenlik (%)	91
^a Hacimsel eriyik akış sayısı (ISO 1133, 260 °C, 2.16 kg)	
^b Isıl deformasyon sıcaklığı (0.45 MPa)	

Çizelge 2. Hazırlanan grafit katkılı COC kompozitlerin bileşimleri*Table 2. The compositions of the graphite-filled COC composites*

Numuneler	COC	Grafit (% ağırlıkça)
COC	100	0
G5		5
G15		15
G30		30
G45		45
G60		60
G75		75

Belirtilen bileşimlerde hazırlanan kompozitlerden daha sonra sıcak ve soğuk presler kullanılarak sürtünme ve aşınma deneyleri için plaka halinde oluşturulan deney numuneleri hazırlanmıştır. Şekil 1’de kullanılan sıcak ve soğuk presler ile üretim sonrası elde edilen numune resimleri verilmiştir. Karşı disk olarak Ç1040 çeliği kullanılmıştır. Tüm deneyler kuru kayma şartlarında gerçekleştirilmiştir. Deney malzemelerin sürtünme katsayısı testlerinin uygulama prensibi şu şekilde özetlenebilir; kullanılan disk malzemeleri, tahriki elektrik motorundan sağlanan diskin üzerine vida kullanılarak yerleştirilmiştir. Plaka şeklindeki pim deney kompozit malzemeleri kolda yerleşik bir mekanizma ile kola sabitlenmiştir. Numune test edilmeye başlandığında, pimlerin diske sürtünmesiyle, kol aparatı da diskin dönme yönüne doğru hareket edecektir. Eşitlik 1’de verilen yanal sürtünme kuvveti (F_s), ileriye doğru olan hareketi ifade etmektedir. Bu yanal kuvvet ise bir yük hücresi ile ölçülmektedir. Alınan veriler direk olarak cihaza bağlanan entegre bilgisayarda Excel programında depolanmıştır. Dakikada 1000 tane yanal yük verisi alınmıştır. Yanal yükler deneylerde kullanılan yüke bölünerek hesaplanmıştır. Bu işlem Microsoft Excel üzerinde hesaplanarak grafik haline getirilmektedir. Sürtünme katsayısı, yanal kuvvetin uygulanan normal kuvvete oranıdır ve sürtünme katsayısının hesaplanmasında ise Eşitlik 1’den yararlanılmıştır. Burada; F_s:Yanal sürtünme kuvveti (N), μ: Sürtünme katsayısını, F_n: ise Normal kuvveti (N) temsil etmektedir.

$$\mu = \frac{F_s}{F_n} \quad (1)$$

Testlerde, 20 N, 30 N ve 40 N olmak üzere 3 farklı yük ile 0.5, 1.0 ve 1.5 m/s olmak üzere 3 farklı kayma hızı kullanılmıştır. Kayma mesafesi 1000 m olarak seçilmiştir. Her testten önce (m₁) ve sonra (m₂) numune ağırlıkları, Şekil 2’de resmi verilen, kapasitesi 220 g ve hassasiyeti 0,0001 g olan SHIMADZU AUX-320 terazi kullanılarak belirlenmiştir. Böylelikle ağırlık kaybı (Δ_m) tespit edilmiştir. Eşitlik 2 ile aşınma oranları (K₀) hesaplanmıştır. Burada; S: Kayma mesafesi (m), Δ_m: Ağırlık kaybı (g), p: Malzemelerin yoğunluğu (g/cm³), F: Uygulanan yükü (N) ifade eder.

$$K_0 = \frac{\Delta m}{s\rho F} \quad (2)$$

Aşınma-sürtünme deneyleri, Şekil 3'te resmi verilen ve Kütahya Dumlupınar Üniversitesi Simav Teknoloji Fakültesi laboratuvarlarında bulunan pim-disk aşınma cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Aşınma deneyleri sonucunda karşı disk yüzeyleri ise Kütahya Dumlupınar Üniversitesi İleri Teknolojiler Merkezi (İLTEM) laboratuvarında bulunan ECLIPSE Ci-E kodlu Nikon marka optik mikroskop kullanılarak incelenmiştir.



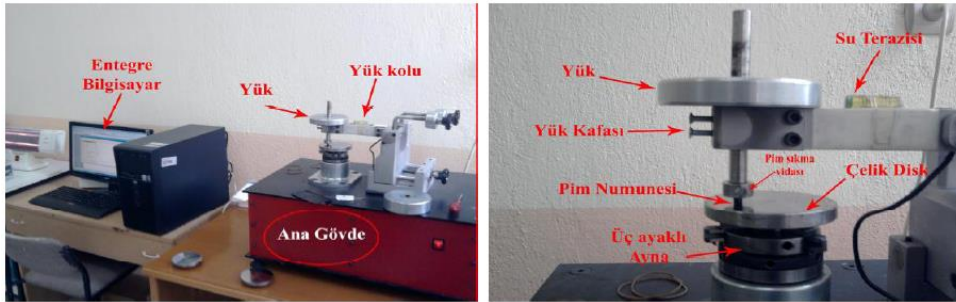
Şekil 1. Sıcak ve soğuk presler ile üretim sonrası elde edilen numuneler

Figure 1. Hot and cold press, and post-production samples



Şekil 2. Yoğunluk test cihazı

Figure 2. Density device



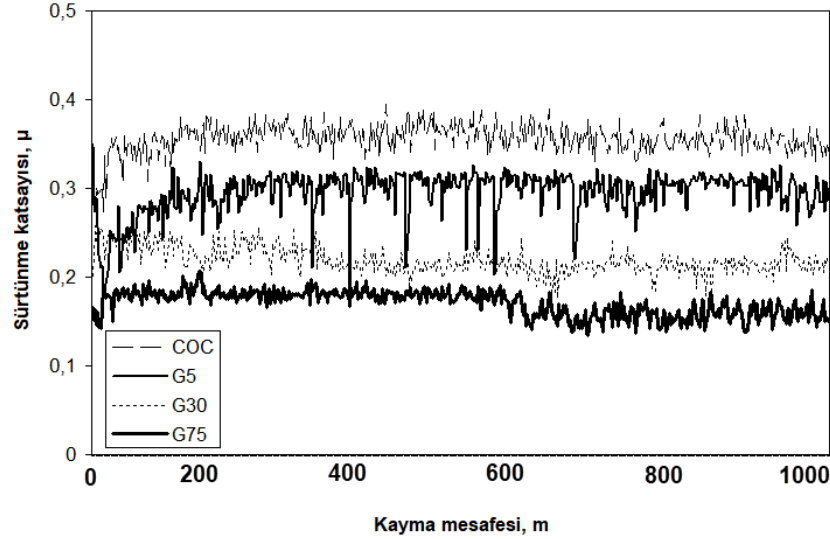
Şekil 3. Aşınma cihazı

Figure 3. Wear device

DENEY SONUÇLARI (EXPERIMENTAL RESULTS)

Şekil 4'te 1.5 m/s kayma hızı ve 20 N yük altında COC polimeri ile COC kompozitlerin sürtünme katsayısı-kayma mesafesi ilişkisi verilmiştir. Grafik incelendiğinde sürtünme katsayısındaki değişimin başlangıç aşaması ve kararlı hal aşaması olmak üzere iki aşamada gerçekleştiği belirlenmiştir. Sürtünme katsayısı başlangıçta artarken daha sonra 100 m civarlarında kararlı hal geçmiştir. COC polimerine ilave edilen grafit sürtünme katsayısını önemli bir oranda azaltmıştır. Karbonun üç formundan birisi olan grafit, her bir tabakasındaki hegzagonal birim hücrede düzenlenmiş atomların bulunduğu katmanlı bir yapıya sahiptir. Zayıf van der Waals bağları ile birbirine bağlı olan bu katmanlar, kayma koşulları altında

kesme kuvveti ile kolayca kırılıp karşı yüzeyde bir transfer filmi oluştururlar. Grafit ilavesi ile temas yüzeyi üzerindeki grafit miktarı artmıştır. Artan grafit miktarı ile bu tabakalar karşı disk yüzeyinde homojen bir şekilde şekillenmiş ve numune ile karşı disk arasındaki teması kesen transfer film tabakasını oluşturmuş ve bunun sonucu olarak sürtünme katsayısı azalmıştır [Recep ve Erol, 2019; Shang ve diğ., 2018].



Şekil 4. Katkısız COC ve grafit katkı COC kompozitlerin sürtünme katsayısı-kayma mesafesi ilişkisi (kayma hızı: 1.5 m/s, uygulanan yük: 20 N).

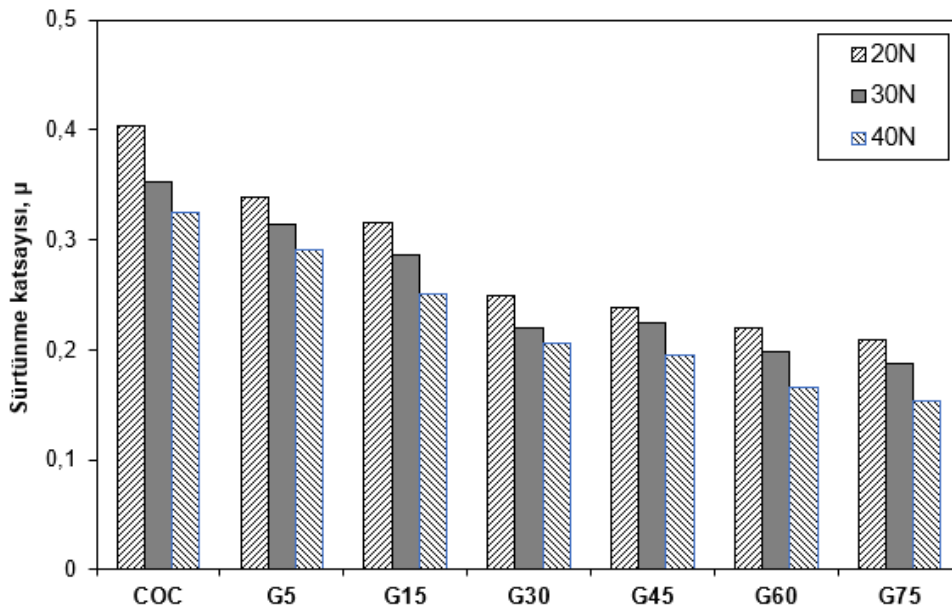
Figure 4. Coefficient of friction-sliding distance relationship of neat COC and graphite-filled COC composites (sliding speed: 1.5 m/s, applied load: 20 N).

Çizelge 3'te katkısız COC polimeri ile farklı oranlarda grafit katkı COC kompozitlerin kayma hızı ve yüke bağlı olarak sürtünme katsayılarındaki değişim verilmiştir. Şekil 5'te ise 1.0m/s kayma hızında, katkısız COC ve grafit katkı COC kompozitlerin uygulanan yüke bağlı olarak sürtünme katsayısı grafikleri verilmiştir. Grafikler incelendiğinde, uygulanan yükün artması ile birlikte sürtünme katsayısı azalmıştır. 20 N yük altında COC polimerinin 0.4042 olan sürtünme katsayısı değeri 40 N yük altında %24 oranında azalarak 0.3251 elde edilmiştir. Benzer sonuçlar grafit katkı COC kompozitlerinde de elde edilmiştir. Yükün artması ile birlikte, G5, G15, G30, G45, G60 ve G75 kompozitlerin sürtünme katsayıları sırasıyla %16.84, %25.56, %20.22, %22.49, %32.46 ve %35.86 oranlarında azalmıştır. Yükün artması ile sürtünme ısısı nedeniyle temas sıcaklığı genellikle artacaktır. Artan bu ara yüzey sıcaklığı polimer matrisi yumuşatarak kayma gerilimini azaltacaktır ve böylelikle sürtünme katsayısı azalacaktır [Sudheera ve diğ., 2014]. Artan grafit miktarıyla birlikte sürtünme katsayısı önemli oranda azalmıştır. 30 N sabit yük altında, sürtünme katsayısındaki azalma, %12.4, %23.2, %60.2, %57.5, %77.6 ve %87.7 oranlarında elde edilmiştir. Yük ve kayma hızı aralıklarında, en yüksek sürtünme katsayısı 0.5 m/s hızda ve yük 20 N altında saf COC polimerinde elde edilirken, en düşük sürtünme katsayısı 1.5 m/s hızda, 40 N yük altında %75 grafit katkı COC kompozitinde elde edilmiştir. Şekil 6'da ise 30 N yük altında, katkısız COC polimeri ile grafit katkı COC kompozit numunelerin kayma hızı ile sürtünme katsayısı arasındaki değişim verilmiştir. Şekil incelediğinde, artan kayma hızı ile birlikte sürtünme katsayısı azalmıştır. Katkısız COC polimer malzemesi için sürtünme katsayısı 30 N'da 0.5 m/s hız altında 0.4012 iken hız değeri 1.5 m/s'ye artırılınca sürtünme katsayısı %22.35 oranında azalarak 0.3279 olarak elde edilmiştir. Farklı oranlarda grafit katkı COC kompozitlerinde, sırasıyla, %30.62, %46.49, %69.15, %55.43, %68.42 ve %30.10 oranlarında sürtünme katsayısı azalmıştır. Benzer sonuçlar Roy ve arkadaşları [Sunanda ve diğ., 2014] tarafından yapılan nanosilika katkı COC kompozitinde elde edilmiştir. Artan nanosilika miktarına bağlı olarak sürtünme katsayısının azaldığı bunun sebebinin ise artan dayanım, rijitlik ve çizilme direnci olduğunu belirtmişlerdir.

Çizelge 3. Grafit katkılı COC kompozitlerin sürtünme katsayısı sonuçları

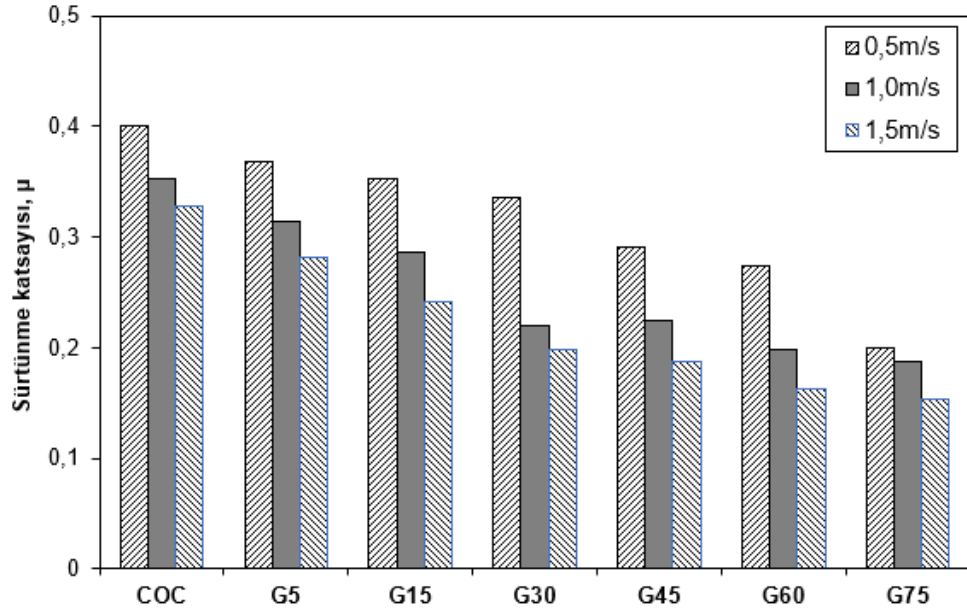
Table 3. Results of the coefficient of friction of graphite filled COC composites

Malzeme	Yük, N	Sürtünme katsayısı, μ		
		Kayma hızı, m/s		
		0.5	1.0	1.5
COC	20	0.4372	0.4042	0.3632
	30	0.4012	0.3533	0.3279
	40	0.3681	0.3251	0.2946
G5	20	0.4054	0.3392	0.3045
	30	0.3681	0.3143	0.2818
	40	0.3344	0.2903	0.2658
G15	20	0.3762	0.3153	0.2656
	30	0.3529	0.2866	0.2409
	40	0.3112	0.2505	0.2179
G30	20	0.3538	0.2485	0.2161
	30	0.3351	0.2205	0.1981
	40	0.2734	0.2067	0.1864
G45	20	0.3081	0.2385	0.2074
	30	0.2905	0.2243	0.1869
	40	0.2427	0.1947	0.1662
G60	20	0.2905	0.2191	0.1754
	30	0.2742	0.1989	0.1628
	40	0.2284	0.1654	0.1501
G75	20	0.2419	0.2091	0.1673
	30	0.2001	0.1882	0.1538
	40	0.1702	0.1539	0.1352



Şekil 5. Katkısız COC ve grafit katkılı COC kompozitlerin uygulanan yüke bağlı olarak sürtünme katsayısı grafiği (Kayma hızı: 1.0 m/s)

Figure 5. Friction coefficient of neat COC and graphite-filled COC composites depending on the applied load (Sliding speed: 1.0 m/s)



Şekil 6. Katkısız COC ve grafit katkılı COC kompozitlerin uygulanan kayma hızına bağlı olarak sürtünme katsayısı grafiği (Yük: 30 N)

Figure 6. Friction coefficient of neat COC and graphite-filled COC composites depending on the sliding speed (applied load: 20N)

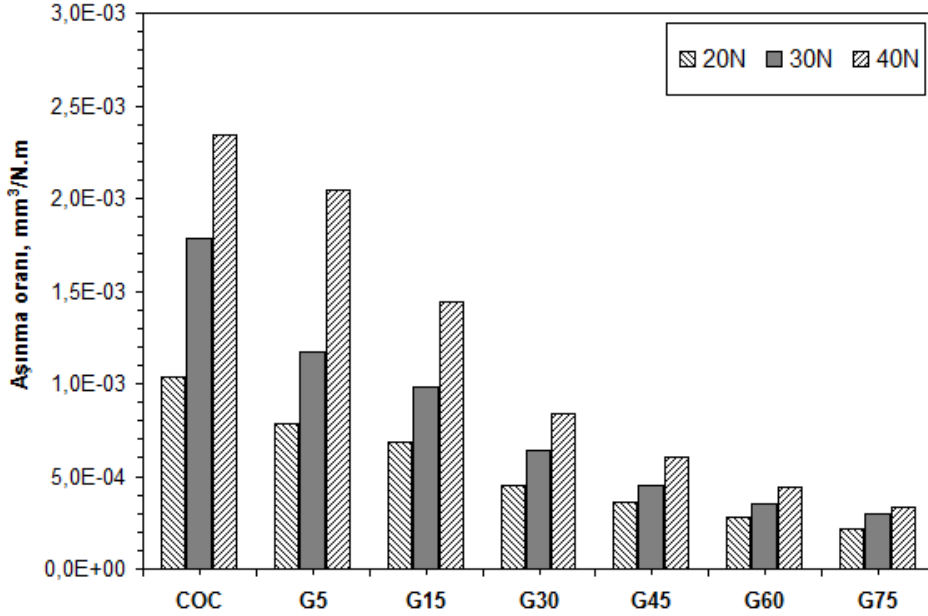
Çizelge 4’te katkısız COC polimeri ile farklı oranlarda grafit katkılı COC kompozitlerin kayma hızı ve yüke bağlı olarak aşınma oranlarındaki değişim verilmiştir. Şekil 7’de katkısız COC polimeri ile grafit katkılı COC kompozitlerinin 1.0 m/s kayma hızında, 20 N, 30 N, 40 N yüke karşı aşınma oranındaki değişim gösterilmiştir. Şekil incelendiğinde genel olarak yük artışı ile aşınma oranının da arttığı belirlenmiştir. Katkısız COC polimerinin aşınma oranı, yükün 20 N’den 40 N’a çıkması ile %125.0 oranında artmıştır. Yükün 20 N’den 40 N’a çıkması ile grafit katkılı COC kompozitlerinde aşınma oranları ise %161.53, %110.75, %86.11, %68.51 ve %61.97 %51.76 oranlarında artmıştır. COC polimerine ilave edilen grafit katkısı aşınma oranının önemli oranda azalmasına sebep olmuştur. Bu azalma grafit miktarına göre %52.54, %80.82, %178.56, %294.97, %412.58 ve %498.79 oranlarında gerçekleşmiştir. Benzer bir sonuç Xintao ve arkadaşları [2008] tarafından yapılan çalışmada da elde edilmiştir. Artan grafit miktarına bağlı olarak sürtünme katsayısının ve aşınma oranının azaldığı belirtilmiştir. Çalışma sonucunda, grafitin karşı disk yüzeyinde transfer film tabakası oluşturan katı yağlayıcılardan birisi olduğu belirtilmiştir. Artan grafit miktarı ile kayma yüzeyi üzerinde şekillenen grafit miktarının arttığı ve disk yüzeyi ile polimer arasında teması keserek sürtünme katsayısının ve aşınma miktarının azaldığı belirtilmiştir. COC polimeri ile grafit katkılı COC kompozitlerin 1.0 m/s kayma hızı ve 20 N yük altındaki aşınma testleri sonucu elde edilen karşı disk yüzey görüntüleri Şekil 8’de verilmiştir. Şekilde görüldüğü gibi tüm numuneler için disk yüzeyinde transfer film tabakasının (TFT) oluştuğu belirlenmiştir. Katkısız COC polimerinde oluşan film tabakasının bölgesel olarak ve düzensiz bir şekilde oluştuğu gözlenirken artan grafit miktarı ile transfer film tabakasının disk yüzeyinin neredeyse tamamını kapsadığı ve daha düzenli oluştuğu gözlenmiştir. Oluşan bu transfer film tabakası polimer numune ile disk yüzeyi arasındaki teması keserek sürtünme katsayısının azalmasına ve aşınma direncinin artmasında etkili olmuştur.

Genel olarak, COC polimerine ilave edilen grafitin sürtünme katsayısı ve aşınma oranına etkisi incelendiğinde, artan grafit miktarı ile sürtünme katsayısının azaldığı ve aşınma direncinin arttığı belirlenmiştir. Grafit miktarının oranı aşınma ve sürtünmede çok önemli bir katkı maddesi olduğu görülmüştür. Bunun yanında uygulanan kuvvet ve kayma hızının da aşınma ve sürtünmeyi etkilemiş ancak aşınma ve sürtünme özellikleri üzerine en etkili parametrenin kullanılan katkı ve miktarı olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4. Grafit katkılı COC kompozitlerin aşınma oranları sonuçları

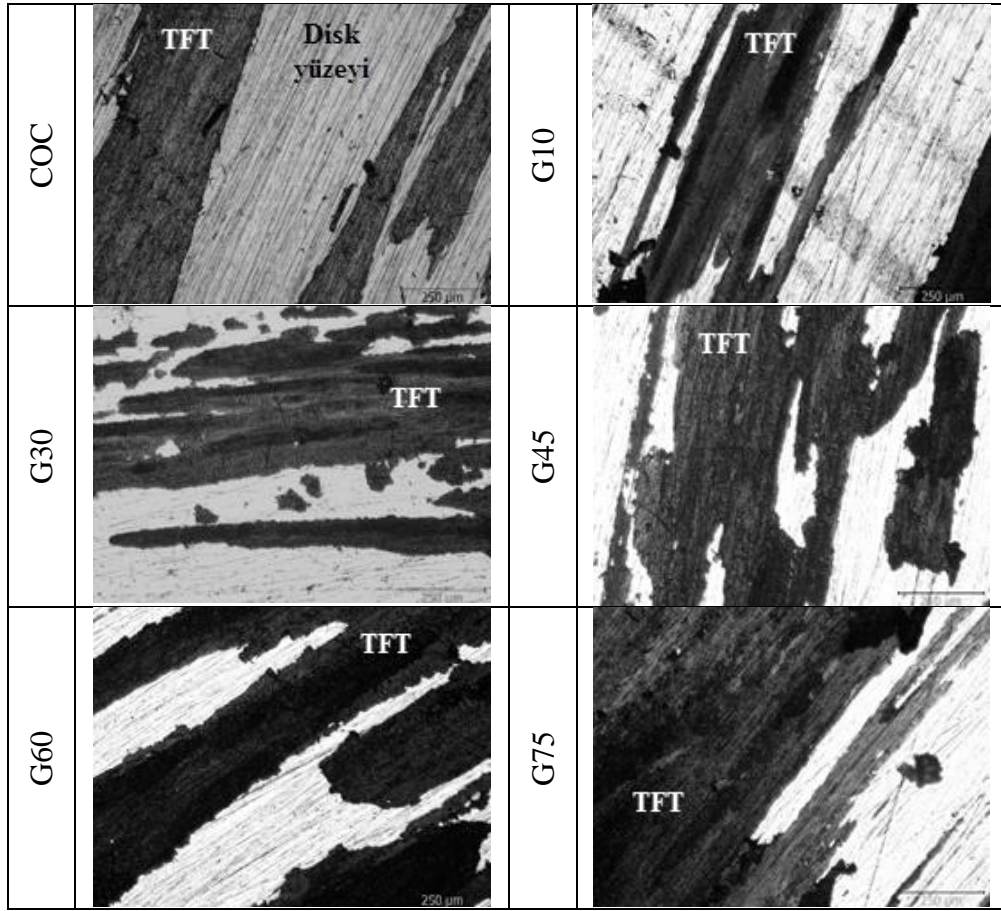
Table 4. Results of the wear rate of graphite filled COC composites

Malzeme	Yük, N	Aşınma oranı, mm ³ /N.m		
		Kayma hızı, m/s		
		0.5	1.0	1.5
COC	20	8.87E-04	1.04E-03	1.40E-03
	30	1.18E-03	1.78E-03	1.91E-03
	40	1.90E-03	2.34E-03	2.49E-03
G5	20	6.84E-04	7.81E-04	1.04E-03
	30	9.43E-04	1.17E-03	1.30E-03
	40	1.52E-03	2.04E-03	2.14E-03
G15	20	5.76E-04	6.85E-04	8.97E-04
	30	7.54E-04	9.85E-04	1.14E-03
	40	8.93E-04	1.44E-03	1.97E-03
G30	20	3.84E-04	4.53E-04	6.54E-04
	30	5.89E-04	6.39E-04	7.50E-04
	40	6.56E-04	8.42E-04	1.16E-03
G45	20	2.85E-04	3.58E-04	4.08E-04
	30	4.07E-04	4.51E-04	6.08E-04
	40	4.89E-04	6.03E-04	8.06E-04
G60	20	2.06E-04	2.75E-04	3.21E-04
	30	3.07E-04	3.47E-04	4.30E-04
	40	3.97E-04	4.45E-04	5.08E-04
G75	20	1.05E-04	2.18E-04	2.44E-04
	30	1.49E-04	2.97E-04	3.28E-04
	40	2.03E-04	3.31E-04	3.76E-04



Şekil 7. Katkısız COC ve grafit katkılı COC kompozitlerin uygulanan yüke bağlı olarak aşınma oranı grafikleri (Kayma hızı:1.0 m/s)

Figure 7. Wear rate of neat COC and graphite-filled COC composites depending on the applied load (Sliding speed: 1.0 m/s)



Şekil 8. Katkısız COC ve grafit katkı COC kompozitlerin disk resimleri
(kayma hızı: 1.0 m/s, uygulanan yük: 20 N, x100).

Figure 8. Optical disc figures of neat COC and graphite-filled COC composites (sliding speed: 1.0 m/s, applied load: 20 N, x100).

SONUÇLAR (RESULTS)

Farklı oranlarda grafit katkı COC kompozitlerinin tribolojik özelliklerinin incelendiği çalışmada aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

Uygulanan yükün ve kayma hızının artması ile sürtünme katsayısı azalmıştır. Artan grafit miktarıyla birlikte sürtünme katsayısında azalma aşınma oranlarında ise artış görülmüştür. Grafit miktarının aşınma ve sürtünmede çok önemli bir etken olduğu görülmüştür. COC polimerine eklenen %75 oranındaki grafit katkısı ile sürtünme katsayısı %87.7 aşınma oranı ise %498.79 oranında azalmıştır. Düşük sürtünme katsayısı ve grafitin yüksek yük taşıma kapasitesi, grafit katkı COC kompozitlerin kuru kayma şartları altında tribolojik özelliklerinin gelişmesinde etkili olmuştur.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- Akın, D., Alper, K., Ali, D., 2014, "Quantifying microstructure, electrical and mechanical properties of carbon fiber and expanded graphite filled cyclic olefin copolymer composites", Composites: Part A, Cilt 60, ss. 44-51.
- Kasgoz, A., Dincer, A., Ali, D., 2012a, "Rheological and mechanical properties of cycloolefin copolymer/organoclay nanocomposites", Journal of Reinforced Plastics and Composites, Cilt 31, Sayı 20, ss. 1329-1341.
- Kasgoz, A., Akın, D., Ali, D., 2012b, "Rheological Behavior of Cycloolefin Copolymer/Graphite Composites", Polymer Engineering & Science, Cilt 52, Sayı 12, ss. 2645-2653.

- Kasgoz, A., Dincer, A., Ali, I. A., Ali, D., 2014a, "Effect of different types of carbon fillers on mechanical and rheological properties of cyclic olefin copolymer (COC) composites", *Composites: Part B*, Cilt 66, ss. 126–135.
- Kasgoz, A., Akin, D., Ali, D., 2014b, "Rheological and electrical properties of carbon black and carbon fiber filled cyclic olefin copolymer composites", *Composites: Part B*, Cilt 62, ss. 113–120.
- Lai, C. L., Ywu-Jang, F., Jung-Tsai, C., Da-Ming, W., Yi-Ming, S., Shu-Hsien, H., Wei-Song, H., Chien-Chieh, H., Kueir-Rarn, L., 2015, "Composite of cyclic olefin copolymer with low graphene content for transparent water-vapor barrier films", *Carbon*, Cilt 90, ss. 85–93.
- Liu, C., Jian, Y., Xinghua, S., Jun, Z., Jiasong, H., 2003, "Thermal degradation studies of cyclic olefin copolymers", *Polymer Degradation and Stability*, Cilt 81, ss. 197–205.
- Merve, D., Ercan, N., 2016, "Effect of Graphitic Nano-Sheets on the Physical Properties of Cyclic Olefin Copolymer Composite Films", *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, Cilt 55, Sayı 10, ss. 1021-1029.
- Motlagh, G. H., Hrymak, A. N., Thompson, M. R., 2007, "Properties of a Carbon Filled Cyclic Olefin Copolymer", *Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics*, Cilt 45, ss. 1808–1820.
- O'Neil, C. E., Scott, T., Kumuditha, R., Swathi, P., Varshni, S., Steven, A. S., 2016, "Characterization of Activated Cyclic Olefin Copolymer: Influence of the Ethylene/Norbornene Content on the Physiochemical Properties", *Analyst*, Cilt 28, sayı 141(24), ss. 6521-6532.
- Ou, C. F., Hsu, M. C., 2007, "Preparation and characterization of cyclo olefin copolymer (COC)/silica nanoparticle composites by solution blending", *Journal of Polymer Research*, Cilt 14; ss. 373–378.
- Ou, C. F., Hsu, M. C., 2008, "Preparation and Properties of Cyclo-Olefin Copolymer/Titania Hybrids", *Journal of Applied Polymer Science*, Cilt 110, ss. 732–737.
- Pal, P., Mrinal, K., K., Anirban, M., Asish, M., Chapal, K. D., 2016, "Synergistic Effect of Halloysite Nanotubes and MA-g-PE on Thermo-Mechanical Properties of Polycarbonate-Cyclic Olefin Copolymer Based Nanocomposite", *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, Cilt 55, Sayı 14, ss. 1481–1488.
- Recep, İ., Erol, F., 2019, "Cam Elyaf Takviyeli Polyester (CTP) Kompozit Malzemelerde Kullanılan Doğal Elyaf lar ve Dolgu Maddeleri", *El-Çezeri Fen ve Mühendislik Dergisi*, Cilt 6, Sayı 2, ss. 355-381.
- Saravanan, S., Praveen, C. R., Giridhar, M., 2015, "Effects of temperature and clay content on water absorption characteristics of modified MMT clay/cyclic olefin copolymer nanocomposite films: Permeability, dynamic mechanical properties and the encapsulated organic device performance", *Composites: Part B*, Cilt 73, ss. 1–9.
- Shang, Y., Yunping, Z., Yifan, L., Ye, Z., Zhenhua, J., Haibo, Z., 2018, "The effect of micron-graphite particle size on the mechanical and tribological properties of PEEK Composites", *High Performance Polymers*, Cilt 30, Sayı 2, ss. 153–160.
- Sudheera, M., Hemantha, K., Rajua, K., Thirumaleshwara, B., 2014, "Enhanced Mechanical and Wear Performance of Epoxy/glass Composites with PTW/Graphite Hybrid Fillers", *Procedia Materials Science*, Cilt 6, ss. 975-987.
- Sunanda, R., Tanya, D., Chee, Y. Y., Xiao, H., 2014, "Transparent cyclic olefin copolymer/silica Nanocomposites", *Polymer International*, Cilt 63, ss. 327–332.
- Yoshinori, H., Hiroshi, I., 2018, "Structural Formation of Cyclic Olefin Copolymer (COC) Films as Revealed by Real Time Retardation Measurements during Fast Stretching Process", *Technologies*, Cilt 6, Sayı 60, ss. 1-11.
- Xintao, Z., Gongxiong, L., Qifeng, J., Xuebin, F., Xigao, J., 2008, "On dry sliding friction and wear behavior of PPEsk filled with PTFE and graphite", *Tribology International*, Cilt 41, ss. 195-201.