

T.C.
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

UÇUCU KÜL DOLGULU POLİMER ESASLI KOMPOZİT MALZEMELERİN
ISIL VE YANMA ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

DOKTORA TEZİ

FATİH DEMİRYUĞURAN

DENİZLİ, OCAK - 2024

T.C.
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI



UÇUCU KÜL DOLGULU POLİMER ESASLI KOMPOZİT MALZEMELERİN
ISIL VE YANMA ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

DOKTORA TEZİ

FATİH DEMİRYUĞURAN

DENİZLİ, OCAK - 2024

**Bu tez çalışması Pamukkale Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri
tarafından 2021FEBE001 nolu proje ile desteklenmiştir.**

Bu tezin tasarımı, hazırlanması, yürütülmesi, araştırmalarının yapılması ve bulgularının analizlerinde bilimsel etiğe ve akademik kurallara özenle riayet edildiğini; bu çalışmanın doğrudan birincil ürünü olmayan bulguların, verilerin ve materyallerin bilimsel etiğe uygun olarak kaynak gösterildiğini ve alıntı yapılan çalışmalara atfedildiğine beyan ederim.

Fatih DEMİRYUĞURAN



ÖZET

**UÇUCU KÜL DOLGULU POLİMER ESASLI KOMPOZİT MALZEMELERİN
ISIL VE YANMA ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ
DOKTORA TEZİ
FATİH DEMİRYUĞURAN
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
(TEZ DANIŞMANI: PROF. DR. NAZIM USTA)**

DENİZLİ, OCAK - 2024

Polimerler, üstün özellikleri nedeniyle çeşitli endüstrilerde yaygın olarak kullanılmaktadır. Bununla birlikte, polimerler yanıcı malzemeler olup bir ısı kaynağına maruz kaldıklarında kolayca ısıl bozunmaya uğrayarak yanabilirler. Bu nedenle farklı endüstrilerde, özellikle yangın güvenliğinin çok önemli olduğu uygulamalarda, kullanımlarının devam edebilmesi için ısıl ve yanma özelliklerinin iyileştirilmesi gerekmektedir.

Bu tezde, içeriğinde başlıca SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , MgO ve CaO bulunan uçucu kül ve farklı alev geciktiricilerin yüksek yoğunluklu polietilen, polipropilen ve akrilonitril bütadien stiren bazlı kompozit malzemelere ilavesinin malzemelerin ısıl, yanma ve mekanik özelliklerine etkileri araştırılmıştır. Uçucu külün, % 40'a varan oranlarda tek başına polimerlere ilavesi yanında daha düşük oranlarda (% 1 - 5), kabaran alev geciktiriciler (% 20 – 25) ile birlikte polimer malzemelere ilavelerinin kompozit malzemelerin özelliklerine etkileri tespit edilmiştir. Uçucu külün tek başına kullanımının polimerlerin ısıl bozunma ve yanma direnci üzerinde sınırlı etkisi olmasına rağmen, çevre kirliliğini ve üretim maliyetlerini azaltmak için polimerlerde dolgu malzemesi olarak kullanılabileceği tespit edilmiştir. Bununla birlikte, ağırlıkça % 20 - 25 oranlarında alev geciktirici içeren polimerlere ağırlıkça % 1 - 5 aralığında uçucu kül ilavesinin sinerjistik etkiler oluşturabildiği, mekanik özelliklerde dikkate değer olumsuz etkilere neden olmadan, yüksek seviyede ısıl ve yanma direnci sağladığı tespit edilmiştir.

ANAHTAR KELİMELER: Uçucu kül, polimer, yanma, ısıl özellik, dolgu maddesi, alev geciktirici.

ABSTRACT

INVESTIGATION OF THERMAL AND COMBUSTION PROPERTIES OF FLY ASH FILLED POLYMER BASED COMPOSITE MATERIALS

PH.D THESIS

FATİH DEMİRYUĞURAN

PAMUKKALE UNIVERSITY INSTITUTE OF SCIENCE

MECHANICAL ENGINEERING

(SUPERVISOR:PROFESSOR NAZIM USTA)

DENİZLİ, JANUARY 2024

Polymers have been widely used in various industries, owing to their superior features. However, they are flammable materials and can easily decompose and burn when they are exposed to a heat source. Therefore, it is required to enhance their thermal and combustion properties to continue their usage in different industries, particularly in applications where fire safety is paramount.

In this thesis, effects of a fly ash mainly including SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , MgO , and CaO , and different flame retardants on thermal, combustion and mechanical properties of high-density polyethylene, polypropylene and acrylonitrile butadiene styrene based composite materials were investigated. The changes in the properties of composite materials were determined by the addition of the fly ash alone, up to 40 wt %, and at rates of 1 - 5 wt % in combination with different flame retardants (20 - 25 wt %) into the polymers. While the use of fly ash alone has a limited impact on the thermal decomposition and the combustion resistance of the polymers, it was found out that it can be utilized as a filler material to reduce the environmental pollution and the production costs of the composite materials. However, it was determined that the addition of fly ash in the range of 1 - 5 wt % into the polymers including 20 - 25 wt % flame retardants generate synergistic effects, providing a high level of thermal and combustion resistances without causing significant adverse effects on the mechanical properties.

KEYWORDS: Fly ash, polymer, combustion, thermal behavior, filler, flame retardant.

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET.....	i
ABSTRACT	ii
İÇİNDEKİLER	iii
ŞEKİL LİSTESİ.....	v
TABLO LİSTESİ	xiii
SEMBOL LİSTESİ	xv
KISALTMA LİSTESİ	xvi
ÖNSÖZ.....	xvii
1. GİRİŞ.....	1
2. POLİMER MALZEMELERDE ISIL BOZUNMA VE YANMA	4
2.1 Polimer Malzemeler	4
2.1.1 Yüksek Yoğunluklu Polietilen.....	4
2.1.2 Polipropilen.....	6
2.1.3 Akrilonitril Bütadien Stiren	7
2.2 Polimer Esaslı Kompozit Malzemelerde Isıl Bozunma ve Yanma	9
2.3 Uçucu Kül.....	16
3. MATERYAL VE YÖNTEM	22
3.1 Kompozit Malzeme Üretiminde Kullanılan Malzemeler	22
3.1.1 Ana Polimer Malzemeler	22
3.1.2 Uçucu Kül	24
3.1.3 Maleik Anhidrit Aşılınmış Malzemeler	29
3.1.4 Alev Geciktirici Malzemeler	29
3.2 Ham ve Kompozit Malzemelerin Üretimleri.....	30
3.3 Test Yöntemleri	38
4. YÜKSEK YOĞUNLUKLU POLİETİLEN (HDPE) ESASLI KOMPOZİT MALZEMELER.....	48
4.1 HDPE ve HDPE Esaslı Kompozitlerin Isıl Test Sonuçları	48
4.1.1 Termogravimetrik (TG/DTG) Analiz Sonuçları.....	48
4.1.2 Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analiz Sonuçları	55
4.1.3 Isı İletim Katsayısı Ölçüm Sonuçları.....	57
4.2 HDPE ve HDPE esaslı kompozitlerin Yanma Test Sonuçları	58
4.2.1 UL 94 Dikey Yanma ve Limit Oksijen Endeksi (LOI) Testleri ..	58
4.2.2 Konik Kalorimetre Test Sonuçları	64
4.3 HDPE ve HDPE Esaslı Kompozitlerin Mekanik Test Sonuçları	76
4.3.1 Çekme Test Sonuçları	76
4.3.2 Izod Darbe Deneyleri.....	80
4.3.3 Shore D Sertlik Ölçüm Testleri	88
5. POLİPROPİLEN (PP) ESASLI KOMPOZİT MALZEMELER.....	90
5.1 PP ve PP Esaslı Kompozitlerin Isıl Test Sonuçları	90
5.1.1 Termogravimetrik (TG/DTG) Analiz Sonuçları.....	90
5.1.2 Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analiz Sonuçları	97
5.1.3 Isı İletim Katsayısı Ölçüm Sonuçları.....	99
5.2 PP ve PP Esaslı Kompozit Malzemelerin Yanma Test Sonuçları....	101
5.2.1 UL 94 Dikey Yanma ve Limit Oksijen Endeksi (LOI) Testleri	101
5.2.2 Konik Kalorimetre Test Sonuçları	106

5.3	PP ve PP Esaslı Kompozitlerin Mekanik Test Sonuçları	124
5.3.1	Çekme Test Sonuçları	124
5.3.2	Izod Darbe Deneyleri	129
5.3.3	Shore D Sertlik Ölçüm Testleri	136
6.	AKRİLONİTRİL BÜTADİEN STİREN (ABS) ESASLI	
	KOMPOZİT MALZEMELER.....	139
6.1	ABS ve ABS Esaslı Kompozitlerin Isıl Test Sonuçları.....	139
6.1.1	Termogravimetrik (TG/DTG) Analiz Sonuçları	139
6.1.2	Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analiz Sonuçları	146
6.1.3	Isı iletim Katsayısı Ölçüm Sonuçları	147
6.2	ABS ve ABS Esaslı Kompozitlerin Yanma Test Sonuçları	149
6.2.1	UL 94 Dikey Yanma ve Limit Oksijen Endeksi (LOI) Testleri	149
6.2.2	Konik Kalorimetre Test Sonuçları	153
6.3	ABS ve ABS Esaslı Kompozitlerin Mekanik Test Sonuçları	172
6.3.1	Çekme Test Sonuçları	172
6.3.2	Izod Darbe Deneyleri	176
6.3.3	Shore D Sertlik Ölçüm Testleri	182
7.	YANMA MODELLEME ÇALIŞMALARI.....	185
7.1	FDS (Fire Dynamics Simulator) Programı	185
7.2	HDPE Polimerin FDS Yanma Modelleme Çalışmaları	189
7.3	PP Polimerin FDS Yanma Modelleme Çalışmaları	193
7.4	ABS Polimerin FDS Yanma Modelleme Çalışmaları	196
8.	GENEL DEĞERLENDİRME VE SONUÇLAR.....	201
9.	KAYNAKLAR.....	209
10.	ÖZGEÇMİŞ.....	234

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1: HDPE malzemenin kimyasal yapısı (Bule Možar ve diğ. 2023).	5
Şekil 2.2: PE malzemelerin kullanıldığı bazı uygulama alanları (Url-1).	5
Şekil 2.3: PP malzemenin kimyasal yapısı (Bule Možar ve diğ. 2023).	6
Şekil 2.4: PP malzemelerin kullanıldığı bazı uygulama alanları (Url-2).....	7
Şekil 2.5: ABS malzemelerin yapısını oluşturan monomerler (Turku ve diğ. 2018).	8
Şekil 2.6: ABS malzemelerin kullanıldığı bazı uygulama alanları (Url-3).	8
Şekil 3.1: Tunçbilek santralinden temin edilen uçucu kül örneği.	24
Şekil 3.2: Uçucu külün elenmesinde kullanılan 100 µm elek.	25
Şekil 3.3: a) Planet dişli sistemli bilyalı öğütücü ve b) öğütme kabı ve seramik bilyaları.	26
Şekil 3.4: a) Öğütülmüş uçucu kül ve b) desikatöre alınan uçucu kül.	26
Şekil 3.5: Ham ve eleme/öğütme işlemleri uygulanmış uçucu küllerin partikül boyutu ölçüm sonuçları.	27
Şekil 3.6: Boyut küçültme işlemi sonrası a) 1000X büyütme ve b) 7500X büyütmede elde edilen SEM görüntüleri.	27
Şekil 3.7: Uçucu külün silanlanma aşamaları, a) uçucu külün tartılması, b) etil alkol/su çözeltisine eklenen silanın karıştırılması, c) çözeltiye kül eklenerek karıştırılması ve d) vakum altında çözücünün buharlaştırılması.	28
Şekil 3.8: SFL marka kurutma fırını.	28
Şekil 3.9: Çift vidalı ekstruder.	35
Şekil 3.10: a) HDPE, b) HDPE2, c) HDPE6 ve d) HDPE8 malzemelerin granüllerinin görünüşleri.	35
Şekil 3.11: a) PP, b) PP2, c) PP6 ve d) PP8 malzemelerin granüllerinin görünüşleri.	36
Şekil 3.12: a) ABS, b) ABS2, c) ABS6 ve d) ABS8 malzemelerin granüllerinin görünüşleri.	36
Şekil 3.13: Plastik enjeksiyon makinesi.	37
Şekil 3.14: a) HDPE, b) HDPE2, c) HDPE6 ve d) HDPE8 malzemelerin test numuneleri.	37
Şekil 3.15: a) PP, b) PP2, c) PP6 ve d) PP8 malzemelerin test numuneleri.	38
Şekil 3.16: a) ABS, b) ABS2, c) ABS6 ve d) ABS8 malzemelerin test numuneleri.	38
Şekil 3.17: Nüve TK 252 şartlandırma ünitesi.	39
Şekil 3.18: Isı iletim katsayısı ölçüm cihazı.	39
Şekil 3.19: Perkin Elmer Diamond termogravimetrik analiz (TGA) cihazı.	40
Şekil 3.20: Diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) cihazı.	40
Şekil 3.21: a) UL-94-V Dikey yanma test düzeneği ve b) bir numunenin test aşamasındaki görüntüsü.	41
Şekil 3.22: Qualitest marka LOI yanma test cihazı.	42
Şekil 3.23: Konik kalorimetre yanma test cihazı.	43
Şekil 3.24: Numunenin konik ısıtıcı altına yerleştirilmiş olarak şematik görüntüsü.	43
Şekil 3.25: Instron Tester 8801 üniversal çekme test cihazı.	46

Şekil 3.26: CEAST Izod darbe test cihazı.	46
Şekil 3.27: Shore D sertlik ölçüm cihazı.	47
Şekil 3.28: SEM cihazı.	47
Şekil 4.1: HDPE ve dolgu maddelerinin kütle değişimleri.....	49
Şekil 4.2: HDPE ve dolgu maddelerinin kütle değişim hızları.....	49
Şekil 4.3: HDPE ve kompozitlerin (% 5-40 FA) kütle değişimleri.....	50
Şekil 4.4: HDPE ve kompozitlerin (% 5-40 FA) kütle değişim hızları.....	50
Şekil 4.5: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) kütle değişimleri.....	52
Şekil 4.6: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) kütle değişim hızları.....	52
Şekil 4.7: HDPE ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) kütle değişimleri.....	54
Şekil 4.8: HDPE ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) kütle değişim hızları.....	54
Şekil 4.9: HDPE ve kompozitlerin (% 5-40 FA) ısı iletim katsayıları.....	57
Şekil 4.10: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) ısı iletim katsayıları.....	58
Şekil 4.11: HDPE ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) ısı iletim katsayıları.....	59
Şekil 4.12: HDPE ve kompozitlerin (% 5-40 FA içerikli) LOI yanma testi sonrası görüntüleri.....	60
Şekil 4.13: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) UL 94V yanma testi sonrası görüntüleri.....	61
Şekil 4.14: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) LOI yanma testi sonrası görüntüleri.....	62
Şekil 4.15: HDPE ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) UL 94 V yanma testi sonrası görüntüleri.....	63
Şekil 4.16: HDPE ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) LOI yanma testi sonrası görüntüleri.....	64
Şekil 4.17: HDPE ve kompozitlerin (% 10-40 FA) HRR değişimleri.....	66
Şekil 4.18: HDPE ve kompozitlerin (% 10-40 FA) THR değişimleri.....	66
Şekil 4.19: HDPE ve kompozitlerin (% 10-40 FA) MLR değişimleri.....	67
Şekil 4.20: HDPE ve kompozitlerin (% 10-40 FA) kütle değişimleri.....	67
Şekil 4.21: HDPE ve kompozitlerin (% 10-40 FA) CO ₂ değişimleri.....	68
Şekil 4.22: HDPE ve kompozitlerin (% 10-40 FA) CO değişimleri.....	68
Şekil 4.23: HDPE ve kompozitlerin (% 10-40 FA) NO değişimleri.....	69
Şekil 4.24: HDPE ve kompozitlerin (% 10-40 FA) is değişimleri.....	69
Şekil 4.25: HDPE ve kompozitlerin (% 10-40 FA) konik kalorimetre yanma test sonrası görüntüleri.....	70
Şekil 4.26: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) HRR değişimleri.....	71
Şekil 4.27: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) THR değişimleri.....	72
Şekil 4.28: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) MLR değişimleri.....	72
Şekil 4.29: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) kütle değişimleri.....	73

Şekil 4.30: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) CO ₂ değişimleri.....	74
Şekil 4.31: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) CO değişimleri.....	74
Şekil 4.32: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) NO değişimleri.....	75
Şekil 4.33: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) is değişimleri..	75
Şekil 4.34: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) konik kalorimetre yanma test sonrası görüntüleri.	76
Şekil 4.35: HDPE6 ve HDPE8 numunelerinin konik kalorimetre yanma test sonrası SEM görüntüsü (1000x) ve EDX analiz sonucu.	77
Şekil 4.36: HDPE ve kompozitlerin (% 5-40 FA) çekme dayanım değerleri. .	78
Şekil 4.37: HDPE ve kompozitlerin (% 5-40 FA) elastisite modülü değerleri.	78
Şekil 4.38: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) çekme dayanım değerleri.	79
Şekil 4.39: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) elastisite modülü değerleri.	80
Şekil 4.40: HDPE ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) çekme dayanım değerleri.	81
Şekil 4.41: HDPE ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) elastisite modülü değerleri.	81
Şekil 4.42: HDPE ve kompozitlerin (% 5-40 FA) Izod darbe dayanım değerleri (Çentikli numune).	82
Şekil 4.43: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) Izod darbe dayanım değerleri (Çentikli numune).	83
Şekil 4.44: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) Izod darbe dayanım değerleri (Çentiksiz numune).	83
Şekil 4.45: HDPE ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) Izod darbe dayanım değerleri (Çentikli numune).	84
Şekil 4.46: HDPE ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) Izod darbe dayanım değerleri (Çentiksiz numune).	85
Şekil 4.47: HDPE ve kompozitlerin (%30 FA) çentikli numunelerinin Izod darbe testi hasar kesiti SEM görüntüleri.	85
Şekil 4.48: HDPE ve kompozitlerin (%30 FA) Izod darbe testi hasar kesiti EDX analiz sonuçları.	85
Şekil 4.49: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) Izod darbe testi hasar kesiti SEM görüntüleri.....	86
Şekil 4.50: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1 - 5 FA) çentikli numunelerinin Izod darbe testi hasar kesiti EDX analiz sonuçları.	87
Şekil 4.51: HDPE ve kompozitlerin (% 5-40 FA) Shore D sertlik değerleri. ..	88
Şekil 4.52: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1 - 5 FA) Shore D sertlik değerleri.....	89
Şekil 4.53: HDPE ve kompozitlerin (% 20 - 24 IFR ve % 1 - 5 FA) Shore D sertlik değerleri.....	89
Şekil 5.1: PP ve dolgu maddelerinin kütle değişimleri.....	91
Şekil 5.2: PP ve dolgu maddelerinin kütle değişim hızları.....	91
Şekil 5.3: PP ve kompozitlerin (% 5-40 FA) kütle değişimleri.	92
Şekil 5.4: PP ve kompozitlerin (% 5-40 FA) kütle değişim hızları.	92
Şekil 5.5: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) kütle değişimleri.....	94

Şekil 5.6: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) kütle değişim hızları.....	94
Şekil 5.7: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) kütle değişimleri.	96
Şekil 5.8: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) kütle değişim hızları.....	96
Şekil 5.9: PP ve kompozitlerin (% 5-40 FA) ısı iletim katsayıları.	99
Şekil 5.10: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) ısı iletim katsayıları.	100
Şekil 5.11: PP ve kompozitlerin (% 20 -24 IFR ve % 1 - 5 FA) ısı iletim katsayıları.	100
Şekil 5.12: PP ve kompozitlerin (% 5 - 40 FA) LOI yanma testi sonrası görüntüleri.	102
Şekil 5.13: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) UL 94V yanma testi sonrası görüntüleri.	103
Şekil 5.14: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1 - 5 FA) LOI yanma testi sonrası görüntüleri.	103
Şekil 5.15: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) UL 94 V yanma testi sonrası görüntüleri.	105
Şekil 5.16: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) LOI yanma testi sonrası görüntüleri.	105
Şekil 5.17: PP ve kompozitlerin (% 10 - 40 FA) HRR değişimleri.....	107
Şekil 5.18: PP ve kompozitlerin (% 10 - 40 FA) THR değişimleri.....	108
Şekil 5.19: PP ve kompozitlerin (% 10 - 40 FA) MLR değişimleri.	108
Şekil 5.20: PP ve kompozitlerin (% 10 - 40 FA) kütle değişimleri.....	109
Şekil 5.21: PP ve kompozitlerin (% 10 - 40 FA) CO ₂ değişimleri.....	109
Şekil 5.22: PP ve kompozitlerin (% 10 - 40 FA) CO değişimleri.	110
Şekil 5.23: PP ve kompozitlerin (% 10 - 40 FA) NO değişimleri.	110
Şekil 5.24: PP ve kompozitlerin (% 10 - 40 FA) is değişimleri.	111
Şekil 5.25: PP ve kompozitlerin (% 10 - 40 FA) konik kalorimetre yanma testi sonrası görüntüleri.	111
Şekil 5.26: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) HRR değişimleri.....	113
Şekil 5.27: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) THR değişimleri.....	113
Şekil 5.28: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) MLR değişimleri.....	114
Şekil 5.29: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) kütle değişimleri.....	114
Şekil 5.30: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) CO ₂ değişimleri.....	115
Şekil 5.31: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) CO değişimleri.....	116
Şekil 5.32: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) NO değişimleri.....	116
Şekil 5.33: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) is değişimleri.....	117
Şekil 5.34: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) konik kalorimetre yanma test sonrası görüntüleri.	117
Şekil 5.35: PP6 ve PP8 numunelerinin konik kalorimetre yanma test sonrası SEM/EDX analiz sonucu.	118
Şekil 5.36: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) HRR değişimleri.....	119
Şekil 5.37: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) THR değişimleri.....	120
Şekil 5.38: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) MLR değişimleri.....	120

Şekil 5.39: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) kütle değişimleri.....	121
Şekil 5.40: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) CO ₂ değişimleri.....	122
Şekil 5.41: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) CO değişimleri.....	122
Şekil 5.42: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) NO değişimleri.....	123
Şekil 5.43: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) is değişimleri.	123
Şekil 5.44: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) konik kalorimetre yanma testi sonrası görüntüleri.....	124
Şekil 5.45: PP ve kompozitlerin (% 5 - 40 FA) çekme dayanım değerleri. ...	125
Şekil 5.46: PP ve kompozitlerin (% 5 - 40 FA) elastisite modülü değerleri. .	125
Şekil 5.47: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1 - 5 FA) çekme dayanımı değerleri.....	127
Şekil 5.48: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1 - 5 FA) elastisite modülü değerleri.	127
Şekil 5.49: PP ve kompozitlerin (% 20 - 24 IFR ve % 1 - 5 FA) çekme dayanımı değerleri.....	128
Şekil 5.50: PP ve kompozitlerin (% 20 - 24 IFR ve % 1 - 5 FA) elastisite modülü değerleri.	128
Şekil 5.51: PP ve kompozitlerin (% 5-40 FA) çentikli numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri.....	129
Şekil 5.52: PP ve kompozitlerin (% 5 - 40 FA) çentiksiz numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri.....	130
Şekil 5.53: PP ve PP4 kompozitin çentikli numunelerinin Izod darbe testi hasar kesiti SEM görüntüleri.....	130
Şekil 5.54: PP ve PP4 kompozitin çentikli numunelerinin Izod darbe testi hasar kesiti EDX görüntüleri.....	131
Şekil 5.55: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1 - 5 FA) çentikli numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri.....	131
Şekil 5.56: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1 - 5 FA) çentiksiz numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri.).	132
Şekil 5.57: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1 - 5 FA) çentikli numunelerinin Izod darbe testi hasar kesiti SEM görüntüleri.....	133
Şekil 5.58: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1 - 5 FA) çentikli numunelerinin Izod darbe testi hasar kesiti EDX görüntüleri.....	134
Şekil 5.59: PP ve kompozitlerin (% 20 - 24 IFR ve % 1 - 5 FA) çentikli numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri.....	135
Şekil 5.60: PP ve kompozitlerin (% 20 - 24 IFR ve % 1 - 5 FA) çentiksiz numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri.....	136
Şekil 5.61: PP ve kompozitlerin (% 5 - 40 FA) Shore D sertlik değerleri.	137
Şekil 5.62: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1- 5 FA) Shore D sertlik değerleri.....	137
Şekil 5.63: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) Shore D sertlik değerleri.....	138
Şekil 6.1: ABS ve dolgu maddelerinin kütle değişimleri.	140
Şekil 6.2: ABS ve dolgu maddelerinin kütle değişim hızları.	140
Şekil 6.3: ABS ve kompozitlerin (% 5 - 30 FA) kütle değişimleri.....	141

Şekil 6.4: ABS ve kompozitlerin (% 5 - 30 FA) kütle değişim hızları.....	141
Şekil 6.5: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) kütle değişimleri.	143
Şekil 6.6: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) kütle değişim hızları.....	143
Şekil 6.7: ABS ve kompozitlerin malzemelerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) kütle değişimleri.	145
Şekil 6.8: ABS ve kompozitlerin malzemelerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) kütle değişim hızları.	145
Şekil 6.9: ABS ve kompozitlerin (% 5-30 FA) ısı iletim katsayıları.....	148
Şekil 6.10: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) ısı iletim katsayıları.	148
Şekil 6.11: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) ısı iletim katsayıları.	149
Şekil 6.12: ABS ve kompozitlerin (% 5-40 FA) LOI test sonrası görüntüleri.	150
Şekil 6.13: ABS kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5FA) UL-94V test sonrası görüntüleri.....	151
Şekil 6.14: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) LOI test sonrası görüntüleri.....	152
Şekil 6.15: ABS kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5FA) UL-94V test sonrası görüntüleri.....	153
Şekil 6.16: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) LOI test sonrası görüntüleri.....	153
Şekil 6.17: ABS ve kompozitlerin (% 10-30 FA) HRR değişimleri.	155
Şekil 6.18: ABS ve kompozitlerin (% 10-30 FA) THR değişimleri.....	155
Şekil 6.19: ABS ve kompozitlerin (% 10-30 FA) MLR değişimleri.....	156
Şekil 6.20: ABS ve kompozitlerin (% 10-30 FA) kütle değişimleri.....	156
Şekil 6.21: ABS ve kompozitlerin (% 10-30 FA) CO ₂ değişimleri.....	157
Şekil 6.22: ABS ve kompozitlerin (% 10-30 FA) CO değişimleri.	158
Şekil 6.23: ABS ve kompozitlerin (% 10-30 FA) NO değişimleri.....	158
Şekil 6.24: ABS ve kompozitlerin (% 10-30 FA) is değişimleri.....	159
Şekil 6.25: ABS ve kompozitlerin (% 10-30 FA) konik kalorimetre testi sonrası görüntüleri.....	159
Şekil 6.26: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) HRR değişimleri.....	160
Şekil 6.27: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) THR değişimleri.....	160
Şekil 6.28: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) MLR değişimleri.....	162
Şekil 6.29: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) kütle değişimleri.....	162
Şekil 6.30: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) CO ₂ değişimleri.....	163
Şekil 6.31: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) CO değişimleri.	164
Şekil 6.32: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) NO değişimleri.	164
Şekil 6.33: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) is değişimleri....	165
Şekil 6.34: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) konik kalorimetre testi sonrası görüntüleri.....	165

Şekil 6.35: ABS6 ve ABS8 numunelerinin konik kalorimetre yanma testi sonrası SEM/EDX analiz sonucu.	166
Şekil 6.36: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) HRR değişimleri.	167
Şekil 6.37: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) THR değişimleri.	167
Şekil 6.38: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) MLR değişimleri.	169
Şekil 6.39: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) kütle değişimleri.	169
Şekil 6.40: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) CO ₂ değişimleri.	170
Şekil 6.41: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) CO değişimleri.	170
Şekil 6.42: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) NO değişimleri.	171
Şekil 6.43: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) is değişimleri.	171
Şekil 6.44: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) konik kalorimetre yanma sonrası görüntüleri.	172
Şekil 6.45: ABS ve kompozitlerin (% 5 – 30 FA) çekme dayanımları.	173
Şekil 6.46: ABS ve kompozitlerin (% 5 – 30 FA) elastisite modülleri.	173
Şekil 6.47: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) çekme dayanımları.	174
Şekil 6.48: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) elastisite modülleri.	174
Şekil 6.49: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) çekme dayanımları.	175
Şekil 6.50: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) elastisite modülleri.	175
Şekil 6.51: ABS ve kompozitlerin (% 5-30 FA) çentikli numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri.	176
Şekil 6.52: ABS ve kompozitlerin (% 5-30 FA) çentiksiz numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri.	177
Şekil 6.53: ABS ve ABS4 kompozitin çentikli numunelerinin Izod darbe testi hasar kesiti SEM görüntüleri.	177
Şekil 6.54: ABS ve ABS4 kompozitin çentikli numunelerinin Izod darbe testi hasar kesiti EDX analiz sonuçları.	178
Şekil 6.55: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) çentikli numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri.	179
Şekil 6.56: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) çentiksiz numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri.	179
Şekil 6.57: ABS ve ABS6, ABS8 ve ABS11 kompozitlerin çentikli numunelerinin Izod darbe testi hasar kesiti SEM görüntüleri.	180
Şekil 6.58: ABS ve ABS6, ABS8 ve ABS11 kompozitlerin çentikli numunelerinin Izod darbe testi hasar kesiti EDX sonuçları.	181
Şekil 6.59: ABS ve kompozitlerin (% 20 - 24 FR ve % 1 - 5 FA) çentikli numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri.	181
Şekil 6.60: ABS ve kompozitlerin (% 20 - 24 FR ve % 1 - 5 FA) çentiksiz numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri.	182

Şekil 6.61: ABS ve kompozitlerin (% 5-30 FA) Shore D sertlik değerleri. ...	183
Şekil 6.62: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) Shore D sertlik değerleri.....	183
Şekil 6.63: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) Shore D sertlik değerleri.....	184
Şekil 7.1: Ham HDPE malzemenin deney ve simülasyon ile elde edilen HRR sonuçları.	191
Şekil 7.2: HDPE4 malzemenin deney ve simülasyon ile elde edilen HRR sonuçları.	191
Şekil 7.3: Ham HDPE malzemenin deney ve simülasyon ile elde edilen MLR sonuçları.	192
Şekil 7.4: HDPE4 malzemenin deney ve simülasyon ile elde edilen MLR sonuçları.	192
Şekil 7.5: Ham PP malzemenin deney ve simülasyon ile elde edilen HRR sonuçları.	194
Şekil 7.6: PP4 malzemenin deney ve simülasyon ile elde edilen HRR sonuçları.	195
Şekil 7.7: Ham PP malzemenin deney ve simülasyon ile elde edilen MLR sonuçları.	195
Şekil 7.8: PP4 malzemenin deney ve simülasyon ile elde edilen MLR sonuçları.	196
Şekil 7.9: Ham ABS malzemenin deney ve simülasyon ile elde edilen HRR sonuçları.	198
Şekil 7.10: ABS4 malzemenin deney ve simülasyon ile elde edilen HRR sonuçları.	199
Şekil 7.11: Ham ABS malzemenin deney ve simülasyon ile elde edilen MLR sonuçları.	199
Şekil 7.12: ABS4 malzemenin deney ve simülasyon ile elde edilen MLR sonuçları.	200

TABLO LİSTESİ

Sayfa

Tablo 3.1: HDPE (PETİLEN I668) malzemenin teknik özellikleri (Url-4).....	23
Tablo 3.2: PP (PETOPLN MH-418) malzemenin teknik özellikleri (Url-5).	23
Tablo 3.3: ABS (TERLURAN GP-22) malzemenin teknik özellikleri (Url-6).	23
Tablo 3.4: APTES (ULTRASİL S230) malzemenin teknik özellikleri (Url-7).	25
Tablo 3.5: Uçucu kül içerik tayini için yapılan XRF analiz sonuçları.	27
Tablo 3.6: Maleik anhidritlerin özellikleri (Url-8).....	29
Tablo 3.7: FA dolgulu HDPE esaslı kompozit malzemelerin kompozisyonları.	31
Tablo 3.8: IFR (% 25) / FA (% 1-5) içeren HDPE esaslı kompozit malzemelerin kompozisyonları.	31
Tablo 3.9: IFR (% 20-24) / FA (% 1-5) içeren HDPE esaslı kompozit malzemelerin kompozisyonları.	32
Tablo 3.10: FA dolgulu PP esaslı kompozit malzemelerin kompozisyonları.	32
Tablo 3.11: IFR (% 25) / FA (% 1-5) içeren PP esaslı kompozit malzemelerin kompozisyonları.	33
Tablo 3.12: IFR (% 20-24) / FA (% 1-5) içeren PP esaslı kompozit malzemelerin kompozisyonları.	33
Tablo 3.13: FA dolgulu ABS esaslı kompozit malzemelerin kompozisyonları.	33
Tablo 3.14: FR (% 25) / FA (% 1-5) içeren ABS esaslı kompozit malzemelerin kompozisyonları.	34
Tablo 3.15: FR (% 20-24) / FA (% 1-5) içeren ABS esaslı kompozit malzemelerin kompozisyonları.	34
Tablo 3.16: UL-94V Dikey yanma testi değerlendirme kriterleri.....	41
Tablo 3.17: LOI değerlerinin sınıflandırması (Schmidt 1999).....	42
Tablo 4.1: HDPE ve kompozitlerin (% 5-40 FA) TGA sonuçları.	51
Tablo 4.2: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) TGA sonuçları.	53
Tablo 4.3: HDPE ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) TGA sonuçları.	55
Tablo 4.4: HDPE ve kompozitlerin (% 5-40 FA) DSC analiz sonuçları.	55
Tablo 4.5: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) DSC analiz sonuçları.	56
Tablo 4.6: HDPE ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) DSC analiz sonuçları.	56
Tablo 4.7: HDPE ve kompozitlerin (% 5 - 40 FA) UL 94 V ve LOI test sonuçları.	59
Tablo 4.8: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) UL 94 V ve LOI test sonuçları.	61
Tablo 4.9: HDPE ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) UL 94 V ve LOI test sonuçları.	63

Tablo 4.10: HDPE ve kompozitlerin (% 10-40 FA) konik kalorimetre yanma test sonuçları.	64
Tablo 4.11: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) konik kalorimetre yanma test sonuçları.	71
Tablo 5.1: PP ve kompozitlerin (% 5 - 40 FA) TGA sonuçları.	93
Tablo 5.2: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) TGA sonuçları.	95
Tablo 5.3: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) TGA sonuçları.	97
Tablo 5.4: PP ve kompozitlerin (% 5-40 FA) DSC analiz sonuçları.	97
Tablo 5.5: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) DSC analiz sonuçları.	98
Tablo 5.6: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) DSC analiz sonuçları.	98
Tablo 5.7: PP ve kompozitlerin (% 5 - 40 FA) UL 94V ve LOI test sonuçları.	101
Tablo 5.8: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) UL 94V ve LOI test sonuçları.	102
Tablo 5.9: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) UL 94V ve LOI test sonuçları.	104
Tablo 5.10: PP ve kompozitlerin (% 10-40 FA) konik kalorimetre yanma test sonuçları.	106
Tablo 5.11: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) konik kalorimetre yanma test sonuçları.	112
Tablo 5.12: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) konik kalorimetre yanma test sonuçları.	119
Tablo 6.1: ABS ve kompozitlerin (% 5 - 30 FA) TGA sonuçları.	142
Tablo 6.2: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) TGA sonuçları.	144
Tablo 6.3: ABS ve kompozitlerin (% 20 - 24 FR ve % 1-5 FA) TGA sonuçları.	144
Tablo 6.4: ABS ve kompozitlerin (% 5 - 40 FA) DSC sonuçları.	146
Tablo 6.5: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1 - 5 FA) DSC sonuçları.	146
Tablo 6.6: ABS ve kompozitlerin (% 20 - 24 FR ve % 1 - 5 FA) DSC sonuçları.	147
Tablo 6.7: ABS ve kompozitlerin (% 5-30 FA) UL-94V ve LOI yanma test sonuçları.	150
Tablo 6.8: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) UL-94V ve LOI yanma test sonuçları.	151
Tablo 6.9: ABS ve kompozitlerin (% 20- 24 FR ve % 1-5 FA) UL-94 V ve LOI yanma test sonuçları.	152
Tablo 6.10: ABS ve kompozitlerin (% 10-30 FA) konik kalorimetre yanma test sonuçları.	154
Tablo 6.11: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) konik kalorimetre yanma test sonuçları.	161
Tablo 6.12: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) konik kalorimetre yanma test sonuçları.	168
Tablo 7.1: FDS giriş dosyasındaki komutların açıklamaları.	186
Tablo 7.2: HDPE malzeme için giriş parametreleri.	189
Tablo 7.3: FA dolgu maddesi için giriş parametreleri.	190
Tablo 7.4: PP malzeme için giriş parametreleri.	193
Tablo 7.5: ABS malzeme için giriş parametreleri.	197
Tablo 7.6: ABS karbonlaşmış yapının giriş parametreleri.	197

SEMBOL LİSTESİ

A	: Üstel faktör (s^{-1})
A_s	: Numunenin ısıya maruz kalan alanı (m^2)
C	: Orifis sabiti ($kg^{1/2}.m^{1/2}.K^{1/2}$)
c_p	: Özgül ısı ($kJ/kg.K$)
E	: Aktivasyon enerjisi ($kJ/kmol$)
f_b	: Direnç kuvveti (N)
g	: Yerçekimi ivmesi (m/s^2)
H_c	: Kristalizasyon entalpisi (J/g)
H_m	: Ergime entalpisi (J/g)
k	: Isı iletim katsayısı ($W/m.K$)
m	: Kütle (kg)
m_f	: Numunenin yanma sonunda kalan kütlesi (kg)
m_s	: Numunenin başlangıç kütlesi (kg)
$\dot{m}$	: Kütle kayıp hızı (g/s)
M	: Molar kütle ($kg/kmol$)
m₁₀₀₀	: 1000°C sıcaklıkta ısı bozunmadan kalan kütle oranı (%)
n	: Reaksiyon sırası
p	: Basınç (Pa)
r	: Reaksiyon hızı ($1/s$)
R	: Üniwersal gaz sabiti ($kJ/mol.K$)
R_{maks}	: Maksimum bozunma hızı (%/min)
T	: Sıcaklık (°C)
T_c	: Kristalizasyon Sıcaklığı (°C)
T_m	: Ergime Sıcaklığı (°C)
T_{%5}	: % 5 kütle kaybındaki sıcaklık (°C)
T_{%50}	: % 50 kütle kaybındaki sıcaklık(°C)
t	: Zaman (s)
T_e	: Orifis metre girişi gaz sıcaklığı (K)
u	: Vektörel hız (m/s)
V	: Hacim (m^3)
ρ	: Yoğunluk (kg/m^3)
τ	: Viskoz gerilme (MPa)
X_{O₂}	: Çıkıştaki O ₂ konsantrasyonu
X_{O₂}⁰	: Başlangıçtaki O ₂ konsantrasyonu
$\dot{q}(t)$	: Isı yayılım hızı (kW)
Δh_{c,eff}	: Etkin yanma ısısı (MJ/kg)
Δh_c	: Net yanma ısısı (kJ/kg)
ΔP	: Orifisteki basınç farkı (Pa)

KISALTMA LİSTESİ

ABS	:	Akrilonitril bütadien stiren
AlPi	:	Alüminyum dietil fosfinat
APP	:	Amonyum polifosfat
ASTM	:	Amerikan test ve malzeme topluluğu
CFD	:	Hesaplamalı akışkanlar dinamiği
DSC	:	Diferansiyel taramalı kalorimetre
DTG	:	Diferansiyel termogravimetri
FDS	:	Fire dynamics simulator
FA	:	Uçucu kül
FR	:	Alev geciktirici
HDPE	:	Yüksek yoğunluklu polietilen
HRR	:	Isı yayılım hızı
IFR	:	Kabaran alev geciktirici
LOI	:	Limit oksijen indeksi
MLR	:	Kütle kayıp hızı
ML	:	Kütle kayıp miktarı
PER	:	Pentaeritritol
PHRR	:	Maksimum ısı yayılım hızı
PP	:	Polipropilen
PPM	:	Milyonda bir birim
RPM	:	Dakikadaki dönüş sayısı
TGA	:	Termogravimetrik analiz
THR	:	Toplam ısı yayılım miktarı
TTI	:	Tutuşma zamanı
UL	:	Underwriter laboratuvarı

ÖNSÖZ

Tez çalışmalarımda bilgi ve tecrübeleriyle farklı bakış açıları kazanmamı sağlayan, yol gösteren, desteğini esirgemeyen, birikiminden sınırsız faydalandığım, laboratuvar çalışmalarına katılarak çalışmaların seyrini doğrudan takip eden, çalışma azmine büyük saygı duyduğum ve öğrencisi olmaktan hep gurur duyacağım tez danışmanım sayın Prof. Dr. Nazım USTA'ya sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Tez izleme sürecinde görüş, öneri ve eleştirileriyle tezime katkıda bulunan tez izleme komitesi üyeleri, sayın Prof. Dr. Kadir KAVAKLIOĞLU ve Prof. Dr. Vedat UYAK hocalarıma, mekanik testlerin gerçekleştirilmesinde yardımlarını esirgemeyen hocam ve arkadaşım sayın Dr. Öğr. Üyesi Recep YURTSEVEN ve Araş. Gör. İnan AĞIR'a, LOI testlerindeki desteklerinden dolayı Pamukkale Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölümü öğretim üyesi sayın Prof. Dr. Nurhan ONAR ÇAMLIBEL, Araş. Gör. Cansu VAR ve Araş. Gör. Ece KALAYCI'ya teşekkürlerimi sunarım. Uzun soluklu ve yorucu yanma testlerini gerçekleştirdiğim esnada Pamukkale Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümünde yüksek lisans öğrencisi olan değerli dostum Makine Mühendisi Bilal DEMİRYUĞURAN'a da teşekkür ederim.

Bu tez çalışması 2021FEBE001 nolu bilimsel araştırma projesi kapsamında desteklenmiştir. Desteklerinden Pamukkale Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü'ne teşekkürlerimi sunarım.

Ayrıca çalışmalarım süresince, maddi ve manevi olarak destekleriyle ve üst düzey anlayışla her zaman yanımda olan aileme de çok teşekkür ederim.

1. GİRİŞ

Polimer esaslı malzemeler; hafiflik, mukavemet, kolay işlenebilirlik, kolay kalıplanabilirlik, hızlı ve seri üretime uygunluk, ısı ve elektrik yalıtkanlığı ve kimyasal direnç gibi üstün özelliklerinden dolayı özellikle otomotiv ve havacılık olmak üzere makine sektöründe, elektrik-elektronik, inşaat, sağlık başta olmak üzere birçok sektörde yaygın olarak kullanılmakta, kullanım alanı ve oranı da yapılan araştırma ve geliştirme çalışmaları ile günden güne artmaktadır. Ancak bu malzemeler çoğunlukla tutuşma ve yanmaya karşı düşük seviyede dirence sahiptirler. Artan kullanımla birlikte bu malzemelerin üretimi ve kullanımı çeşitli çevre ve sağlık kaygılarına sebep olmaktadır. Bu yüzden bu malzemelerin ısıl bozunma ve yanma dayanımlarının artırılması için farklı dolgu maddeleri ve/veya alev geciktiricilerin kullanımı üzerine araştırmalar devam etmektedir.

Polimer esaslı kompozit malzeme üretimlerinde kil, talk, dolomit, bor içerikli maddeler, barit ve kalsit gibi inorganik maddeler dolgu maddesi olarak kullanılabilir. Birlikte pulverize kömür yakan termik santrallerin atığı olan uçucu küllerin de kullanımı üzerine çalışmalar yürütülmektedir. Termik santrallerin kazanlarında genel olarak 75 – 200 µm boyutlarında pulverize kömür yakılması sırasında baca gazları ile sürüklenerek elektro filtrelerde toplanılan uçucu küllerin bir kısmı başlıca çimento sektöründe ve yol yapım uygulamalarında kullanılmaktadır. Bununla birlikte, ülkemizde ortaya çıkan uçucu küllerin büyük çoğunluğu santral atık alanlarında depo edilmekte olup çevre kirliliğine sebep olabilmektedir. Bu yüzden uçucu küllerin kullanım alanlarının artırılması çevre kirliliğinin azaltılmasına katkı sağlayacaktır. Ayrıca uçucu küllerin atık madde olarak düşük maliyetli olmaları sebebiyle polimer esaslı kompozit malzemelerde dolgu maddesi olarak kullanılması, bu malzemelerin ihtiyaç duyulduğu alanlarda üretim maliyetlerini de düşürülebilecektir.

Polimer esaslı kompozit malzemelerin ısıl bozunma ve yanma dirençlerini artırmak için en etkin yöntemlerden birisi alev geciktirici ilave edilmesidir. Bu çerçevede farklı alev geciktiricilerin farklı polimer malzemelere etkileri üzerine

alıřmalar devam etmektedir. Halojen ierikli alev geciktiricilerin ısıl bozunma ve yanma sırasında zehirli gazlar ıkarmalarından dolayı kullanımlarına sınırlamalar getirilmiřtir. Bu kapsamda halojen iermeyen etkili alev geciktiriciler zerine alıřmalar devam etmektedir. Son zamanlarda zellikle kabaran alev geciktirici sistemler zerine alıřmalar yoęunlařmıřtır. Bir asit kaynaęı, bir karbon ajanı ve bir kabarma ajanı kullanılarak sentezlenen kabaran alev geciktirici sistem ieren bir malzeme ısıya maruz kaldıęında yzeyde bir karbon tabakası oluřmakta oksijenin malzeme yzeyine ve malzemeden ıkan yanıcı ve uucu gazların aleve ulařması engellenerek yanma direnci saęlanabilmektedir. Ayrıca, bazı dolgu maddelerinin kabaran alev geciktiriciler ile birlikte kullanımının karbon tabakasının daha dayanıklı olmasına ve yanma direncinin daha da artmasına katkı saęladığı grlmektedir.

Bu tez kapsamında, endstride yaygın kullanıma sahip polipropilen, yksek yoęunluklu polietilen ve akrilonitril btadien stiren esaslı malzemelerin ısıl bozunma ve yanma direncinin artırılması zerine alıřmalar gerekleřtirilmiřtir. Deneysel alıřmalar erevesinde ncelikle Tunbilek Termik Santralinden temin edilerek yzey uyumlařtırma iřlemiyle polimerlere uyumlu hale getirilen uucu kl % 5 – 40 oranlarında polimer malzemelere dolgu maddesi olarak ilave edilmiřtir. Uucu kln polimer malzemelere uyumunun daha iyi seviyede gerekleřtirilmesi iin % 3 oranında polimerlerin maleik anhidritleri de kompozit malzemelere ilave edilmiřtir. Daha sonra polipropilen ve yksek yoęunluklu polietilen polimerler iin amonyum polifosfat ve pentaeritritolden oluřan kabaran alev geciktirici sistem ve akrilonitril btadien stiren iin amonyum polifosfat ve alminyum dietil fosfinatdan oluřan alev geciktirici sistem ilave edilmiřtir. Son olarak incelemeye alınan polimerlere alev geciktirici sistem ile birlikte uucu kln % 1 - 5 oranlarında ilavesinin sinerjik etkileri incelemeye alınmıřtır. Tez kapsamında numune retimleri yapılan ham ve kompozit malzemelerin ısıl bozunma ve yanma zellikleri yanında ısıl iletim katsayıları, yzey yapı incelemeleri, ekme dayanımları, darbe dayanımları ve yzey sertlik deęerleri de tespit edilmiřtir.

Deneysel alıřmaların yanında, FDS (Fire Dynamics Simulator) programı kullanılarak yapılan yanma modellemeleri de incelenmiř ve polimer malzemelerin yanma davranıřları zerine deneysel sonularla karřılařtırmalar yapılmıřtır.

Tezin ikinci bölümünde incelemeye alınan polimer malzemelerin özellikle ısıl bozunma ve yanma davranışları üzerine genel bilgiler ve literatür çalışmaları sunulmuştur. Üçüncü bölümde deneysel çalışmalarda kullanılan hammaddeler, kompozit malzeme kompozisyonları ve üretimleri ve test sistemleri hakkında bilgiler verilmiştir. Dördüncü bölümde yüksek yoğunluklu polietilen esaslı kompozit malzemelerin, beşinci bölümde polipropilen esaslı kompozit malzemelerin ve altıncı bölümde akrilonitril bütadien stiren esaslı kompozit malzemelerin test sonuçları ve değerlendirmeleri sunulmuştur. Yedinci bölümde ise FDS programı ile modelleme çalışmaları hakkında bilgiler ve modelleme sonuçları verilmiştir. Son bölüm olan sekizinci bölümde ise tez çalışmasında elde edilen sonuçların özetleri ve genel değerlendirmeler sunulmuştur.

2. POLİMER MALZEMELERDE ISIL BOZUNMA VE YANMA

2.1 Polimer Malzemeler

Polimer malzemeler küçük monomer molekül yapıların bir araya gelerek büyük makromolekülleri oluşturmasıyla meydana gelirler (Saldívar-Guerra ve Vivaldo-Lima 2013). Kelime olarak polimer “çoklu yapı/birim” anlamını karşılamaktadır. Polimer esaslı malzemeler hafiflik, düşük işlem maliyetleri, üretimdeki esneklik ve kolaylık, korozyona uğramama, serbest şekil alabilirlik ve yüksek esneklik gibi özelliklere sahiptir. Polimer esaslı malzemeler, üstün özelliklerinden dolayı makine sektöründe (özellikle otomotiv, havacılık), elektrik-elektronik, inşaat, sağlık başta olmak üzere birçok sektörde yaygın olarak kullanılmakta, kullanım alanı ve oranı da yapılan araştırma ve geliştirmelerle günden güne artmaktadır (Özdemir ve diğ. 2021).

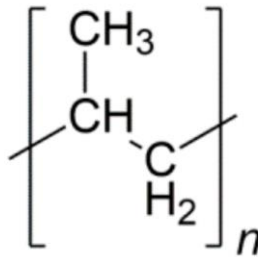
Bu tez kapsamında yapılan çalışmalarda polipropilen, yüksek yoğunluklu polietilen ve akrilonitril bütadien stiren polimer malzemeler kullanılmıştır.

2.1.1 Yüksek Yoğunluklu Polietilen

Polietilen (PE) $(C_2H_4)_n$ kimyasal yapısındaki polimer malzeme olup istenilen özelliklere bağlı olarak uygun katalizörler eşliğinde yüksek basınç ve sıcaklıkta üretilir (Vasile ve Pascu 2005). 1933 yılında Reginald Gibson ve Eric Frawcet tarafından keşfedilmiştir. PE, günümüzde en yaygın kullanılan termoplastik malzemeler içindedir. Polietilen malzemeler iyi derecede kimyasal dirence, yorulma özelliklerine ve aşınma direncine sahip yarı kristal bir malzemelerdir. Polimer zincirinin uzunluğuna göre özellikleri geniş bir aralıkta değişir (Antypas 2020). $(C_2H_4)_n$ yapısı lineer ve hiç dallanma içermiyor ya da çok az içeriyorsa bu polimer yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE) olarak adlandırılmaktadır (Şekil 2.1). HDPE malzemeler yaklaşık 130 °C civarında ergime sıcaklığına sahiptir.

2.1.2 Polipropilen

Polipropilen (PP) malzemeler $(C_3H_6)_n$ kimyasal yapıdaki polimer malzemelerdir (Şekil 2.3). 1954'te keşfedilen düşük yoğunluğa sahip polipropilen ticari plastikler arasında en yaygın kullanılan malzemelerdendir. PP malzemeler yaklaşık 160 °C ergime sıcaklığına sahiptir. Propilen, katalizör varlığında monomer propilenden polimerizasyonla üretilen kolay şekillendirilebilen, yarı sert, şeffaf yapıdaki uygun maliyetli bir petrokimya ürünü polimerdir.



Şekil 2.3: PP malzemenin kimyasal yapısı (Bule Možar ve diğ. 2023).

Polimerleşme işlemi ekleme polimerizasyonu olarak adlandırılan ve monomerlerin birleşmesini sağlayan bir işlemle gerçekleşmektedir. Proseste, monomerleri bir araya getirmek için ısı, yüksek enerjili radyasyon ve bir başlatıcı veya katalizör kullanılmasıyla propilen molekülleri uzun polimer molekülleri veya zincirleri haline gelerek polimerizasyon gerçekleşmektedir. Elde edilen malzemenin özellikleri proses şartlarına, kopolimer bileşenlerine, moleküler ağırlığa ve moleküler ağırlık dağılımına göre değişmektedir. Farklı özelliklerde ataktik, izotaktik ve sindiyotaktik polipropilen malzemeler elde edilebilmektedir.

Polipropilen malzemeler; yüksek mekanik dayanım, ısı ve kimyasal direnç gibi çok iyi özelliklerinin bulunması sebebiyle gıda paketlenme ve otomotiv vb. sektörlerde en yaygın kullanılan polimerlerden biridir. PP malzemeler, enjeksiyon kalıplama ve ekstrüzyon gibi yöntemlerle işlenebilmektedir (Maddah 2016, Liu ve diğ. 2020). Şekil 2.4'te PP malzemelerin kullanıldığı bazı uygulama alanları görülmektedir.

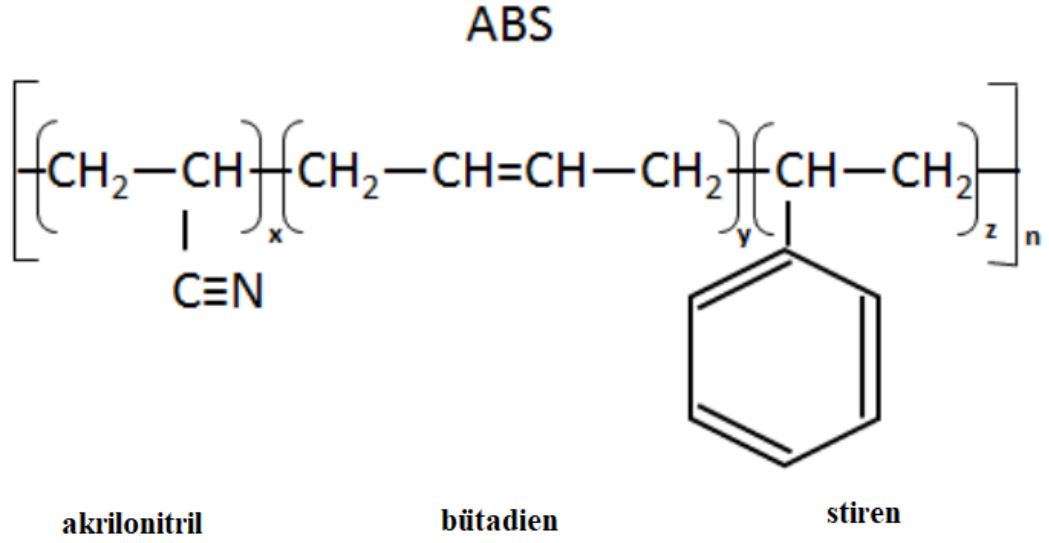


Şekil 2.4: PP malzemelerin kullanıldığı bazı uygulama alanları (Url-2).

2.1.3 Akrlonitril Bütadien Stiren

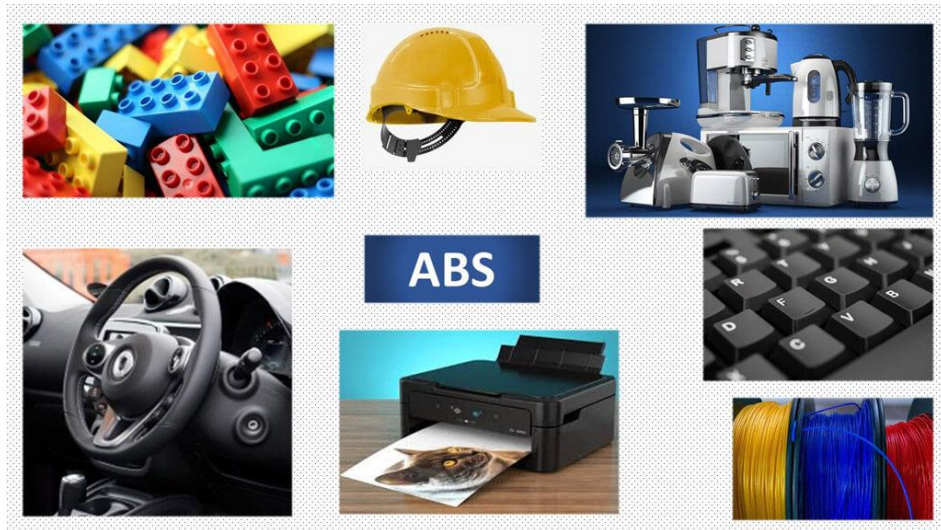
Akrlonitril bütadien stiren (ABS) malzemenin geçmişi 1940'ların ortalarına kadar uzanmaktadır. Akrlonitril-stiren kopolimerleri 1940'lardan itibaren kullanılmaya başlanılmış olup zaman içerisinde malzeme özelliklerini iyileştirmek için üçüncü monomer bütadien dahil edilmiştir. Bütadien dahil edilmesiyle malzeme daha yüksek mukavemet ve darbe direnci özelliği kazanmıştır. Akrlonitril ürüne sertlik, ısı ve kimyasal direnç sağlamaktadır. Bütadien düşük sıcaklıklarda bile ürünü daha sert ve dirençli yaparken, stiren monomer ABS'ye iyi işlenebilirlik özelliği kazandırmaktadır (Olivera ve diğ. 2016).

ABS malzemeler yüksek işlenebilirlik, üstün mekanik özellikler ve iyi derecede kimyasal dirence sahip amorf yapıda malzemelerdir. Amorf bir malzeme olduğu için belirgin ergime sıcaklığı yoktur. Malzeme $(C_8H_8 \cdot C_4H_6 \cdot C_3H_3N)_n$ kimyasal formülüne sahiptir. (Lim ve diğ. 2016, Ge ve diğ. 2012, Olivera ve diğ. 2016). ABS malzemelerin yapısını oluşturan monomer yapılar Şekil 2.5'te verilmiştir.



Şekil 2.5: ABS malzemelerin yapısını oluşturan monomerler (Turku ve diğ. 2018).

ABS malzemeler, gövde parçaları, tampon, ön paneller ve jant kapakları gibi otomotiv bileşenlerin üretiminde yaygın olarak kullanılan teknik plastik malzemelerdir (Chauhan ve diğ. 2019). Ayrıca endüstride yoğun bir şekilde havacılık, oyuncak, elektrikli ev aletleri ve beyaz eşya, elektronik ve beyaz eşyada, elektrikli ev aletlerinde, oyuncak sektöründe, kask, valiz ve üç boyutlu yazıcılarla prototiplerin üretilmesinde kullanılmaktadır (Olivera ve diğ. 2016). Şekil 2.6’da ABS malzemelerin kullanıldığı bazı ürünler yer almaktadır.



Şekil 2.6: ABS malzemelerin kullanıldığı bazı uygulama alanları (Url-3).

2.2 Polimer Esaslı Kompozit Malzemelerde Isıl Bozunma ve Yanma

Polimer malzemeler genel olarak tutuşma ve yanmaya karşı düşük seviyede direnç sahiptir. Bu durum insan ve çevre sağlığı ve güvenliği açısından da ciddi riskler barındırmaktadır. Bundan dolayı polimerlerin ısı bozunma, tutuşma ve yanmasını geciktirmek ve mümkünse engelleyebilmek, tutuşma öncesi ve sonrasında ortaya çıkan is ve zehirli gazları azaltmak için farklı dolgu maddeleri (talk, kalsit, kil gibi) ve alev geciktiriciler kullanılmaktadır (Feng ve diğ. 2012, Li ve diğ. 2014, Hirschler 2015^a, Hirschler 2015^b, Liu ve diğ. 2017, Liu ve diğ. 2018, Samani ve van der Meer 2020, Nabipour ve diğ. 2020, Zhou ve diğ. 2020, Ilyas ve diğ. 2021, Vahidi ve diğ. 2021, Li ve diğ. 2021, Shi ve diğ. 2022, Zhi ve diğ. 2022, Xiang ve diğ. 2023, Yang ve diğ. 2023, Guo ve diğ. 2023). Dolgu maddelerinin ve alev geciktiricilerin polimer malzemelerde oluşturdukları yanma dirençlerinin belirlenmesi ve mekanizmaların ortaya konulması için UL 94, LOI ve konik kalorimetre testleri gibi farklı yöntemler uygulanmaktadır (Schartel ve diğ. 2006, Usta 2012, Dupretz ve diğ. 2015).

Polimer malzemeler ısı akısına maruz kaldıklarında, öncelikle özelliklerini olumsuz yönde etkileyecek şekilde fiziksel değişikliklere uğrayabilmektedirler. Bununla birlikte ısı akısı şiddetinin artması sonucunda en zayıf zincirlerin kopmaya başlaması ile malzeme ısı bozunmaya uğramakta ve yanabilen uçucu gazlar ortaya çıkmaktadır (Beyler ve Hirschler 2002, Peacock ve Calhoun 2006, Ray ve Cooney 2018). Malzemelerin ısı bozunmasını etkileyen farklı parametreler bulunmaktadır. Isıl bozunma ile ortaya çıkan yanabilen uçucu gazların konsantrasyonunun belirli bir seviyeye ulaşması ve tutuşma sıcaklığına erişilmesi ile tutuşma gerçekleşerek malzeme yanmaya başlamaktadır (Laoutid ve diğ. 2009).

Dolgu maddelerin ısı bozunma ve yanma direncini artırmada etkileri sınırlı olmaktadır. Dolgu maddelerinin kullanımının başlıca iki sebebi bulunmaktadır. Birincisi, dolgu maddelerin birim fiyatlarının alev geciktiricilerin birim fiyatlarından daha ucuz olmasına bağlı olarak polimer esaslı kompozit malzemelerin üretim maliyetlerinin azalmasıdır. İkincisi ise alev geciktiriciler ile birlikte kullanımlarında sinerjik etki oluşturarak daha yüksek seviyede ısı bozunma ve yanma dirençleri oluşturabilmektedirler.

Alev geciktirici sistemlerin sınıflandırılmasında farklı yaklaşımlar görülmektedir. Genel olarak, öncelikle halojen içeren ve halojen içermeyen sistemler olarak sınıflandırılabilir (Green 1996, Laoutid ve diğ. 2009, Chen ve Wang 2010). Halojen içerikli alev geciktiriciler, klor, brom ve halojenli fosfatlar içeren alev geciktiricilerdir. Yanma esnasında gaz fazında ortaya çıkan serbest radikallerin halojenli alev geciktiricilerle reaksiyona girmesiyle ortaya çıkan duman miktarı artmaktadır. Artan duman alevi baskılayarak yanmayı yavaşlatmaktadır. Ancak bu esnada çıkan hidrojen klorür ve karbonmonoksit gibi gazlar canlılara zarar vermektedir. (Lu ve Hamerton 2002, Chen ve Wang 2010). Bu yüzden halojen içeren alev geciktiricilerin kullanımına sınırlamalar getirilmiştir.

Halojen içermeyen alev geciktiriciler arasında, inorganik alev geciktiriciler, fosforlu alev geciktiriciler, azotlu alev geciktiriciler ve fosfor azot sinerjizmi ile etki eden alev geciktiriciler, kabaran alev geciktiriciler gibi farklı alev geciktiriciler bulunmaktadır (Hu ve Zhang 2019). Alev geciktiricilerin ve mineral maddelerin kompozit malzemelerde kullanılmasının ısıl bozunma ve yanma direncine etkilerini incelenmekle birlikte alev geciktiricilerin mineral maddelerle beraber kullanımının oluşturduğu sinerji etkileri üzerine de çalışmalar yapılmaktadır (Zhan ve diğ. 2019, Seidi ve diğ. 2020, Depeng ve diğ. 2018). Son yıllarda bazı alev geciktiricilerin çevresel zararlara sebep olmaları dikkate alınarak biyobazlı ve çevreye dost yeni alev geciktiriciler üzerine çalışmalar da yürütülmektedir (Villamil Watson ve Schiraldi 2020, Mensah ve diğ. 2022, Liang ve diğ. 2023, Wang ve diğ. 2023^a).

İnorganik alev geciktiricilerin genel olarak metal içerikli (alüminyum hidroksit ve magnezyum hidroksit gibi) ve çevre dostu olduğu, yanma direncini artırırken zararlı gaz ve is oluşumunu da azalttıkları rapor edilmiştir (Yüçetürk ve diğ. 2023, Yücesoy ve diğ. 2023, Li ve diğ. 2023). Bu tip alev geciktiricilerin yapısına bağlı olarak farklı şekillerde etki ettikleri bilinmektedir (İlyas ve diğ. 2021). Metallerin kompozitlerde karbon oluşum sürecini katalize edebileceği, yoğun bir karbon tabakası oluşumuna yardımcı olarak ısı iletiminin ve yanıcı gaz çıkışının azalmasına katkı sağlayabileceği, dolayısıyla daha fazla matrisin yanmasını önleyen bir fiziksel bariyer oluşumuna yardımcı olacağı rapor edilmiştir. Ayrıca, bazı metal bazlı alev geciktiricilerden yanma sırasında ortaya çıkan yanıcı olmayan gazlar, oksijeni ve diğer yanıcı gazları seyrelterek yanma direncinin artmasına katkı sağlamaktadır. Bununla birlikte, % 40 -

% 50 gibi yüksek dolgu oranlarında kullanılma durumunda etkin alev geciktirme özelliği gösterebildikleri için mekanik özelliklerde bazı olumsuzluklara da sebep olabilmektedirler. Ayrıca inorganik alev geciktiriciler, diğer alev geciktiriciler ile birlikte kullanıldığında sinerji etki oluşturarak yanma direncini daha da artırılabilir.

Son zamanlarda fosfor ve azot içerikli maddeler ile sentezlenen kabaran alev geciktiriciler ön plana çıkmaktadır (Dai ve diğ. 2010, Rimez ve diğ. 2015, Alongi ve diğ. 2015, Wu ve Li 2014, Huang ve diğ. 2017, Xu ve diğ. 2017, Saheb ve diğ. 2018, Wang ve diğ. 2019, Aydoğan ve diğ. 2023, Alosime ve diğ. 2023). Genel olarak bir asit kaynağı, bir karbon ajanı ve bir kabarma ajanı içeren kabaran alev geciktirici sistem içeren bir polimer malzeme ısı akısına maruz kalması durumunda polimer malzeme yüzeyi alev geciktiricinin etkisiyle kabarak malzeme ve oksijen arasında karbonlaşmış bir fiziksel bariyer oluşmaktadır. Oluşan bariyer oksijenin yanabilir malzeme yüzeyine, yüzeydeki bozunma ürünü yanabilir gazların da oksijenli ortama çift yönlü geçişini engelleyerek yanmayı sınırlandırmaktadır. Kabaran alev geciktirici sistemin etkinliğinin karbon tabakasının sağlamlığına bağlı olduğu belirtilmiştir. (Chen ve Wang 2010, Lim ve diğ. 2016, Maqsood ve Seide 2020). Kabaran alev geciktirici sistemlerin farklı alev geciktirici/dolgu maddeleri ile birlikte kullanımının da sinerji etki oluşturarak malzemenin ısıl bozunma ve yanma direncinin daha da artırılabilmesine dair bilgiler de rapor edilmiştir (Du ve diğ. 2011, Isitman ve diğ. 2011, Pappalardo ve diğ. 2016, de Juan ve diğ. 2019, Martins ve diğ. 2020, Kahraman ve diğ. 2021, Chen ve diğ. 2021, Chen ve diğ. 2022, Jiang ve diğ. 2023^a, Demirhan ve diğ. 2023, Jiang ve diğ. 2023^b).

Ghomi ve diğ. (2020), PE esaslı kompozit malzemelerin alev geciktiriciliği üzerine kapsamlı bir çalışma yapmışlardır. Farklı alev geciktiricilerin (azot, fosfor, melamin, bor, inorganik hidroksitler ve silikon içeren) etkileri ve yangın geciktirme mekanizmaları hakkında bilgi vermişlerdir. Halojen içeren alev geciktiricilerin etkili olmalarına rağmen malzemelerin ısıl bozunması ve yanması sırasında zehirli gazlar ortaya çıkarmaları sebebi ile kullanımlarına sınırlamalar getirildiği ve halojen içermeyen alev geciktiricilerin üzerine çalışmaların yoğunlaştırılması gerektiği belirtilmiştir. PE esaslı kompozit malzemelerin ısıl bozunma ve yanma dirençlerinin artırılması için kullanılabilecek farklı kabaran alev geciktirici sistemlerin yapıları ve

etkileri üzerine alıřmalar yapılmıřtır (Ba ve diğ. 2017, Kruger ve diğ. 2017, Xia ve diğ. 2018, Khanal ve diğ. 2018, Zhou ve diğ. 2020, Xu ve diğ. 2020, Yan ve Xu 2021, Li ve diğ. 2021, Mu ve diğ. 2021, Khanal ve diğ. 2022^a, Zhang ve diğ. 2022^c).

Bunlara ek olarak kil, inko borat, zeolit ve kaolin gibi farklı dolgu maddelerinin tek başlarına ve kabaran alev geciktiriciler ile birlikte PE esaslı kompozit malzemelerin üretiminde kullanımını ve etkileri de incelenmiřtir (Nie ve diğ. 2013, Kasiri ve diğ. 2015, Pan ve diğ. 2019, Khanal ve diğ. 2022^a, Ou ve diğ. 2021, Khanal ve diğ. 2022^b, Xu ve diğ. 2022). Ayrıca, uçucu küllerin de PE esaslı kompozit malzemelerin üretiminde kullanılması üzerine alıřmalar da bulunmaktadır (Nasr ve diğ. 2020, Satapathy 2019, Divya ve diğ. 2017, Satapathy ve Bihari Nando 2016, Kabir ve diğ. 2016, Porabka ve diğ. 2015, Satapathy ve diğ. 2012, Baglari ve diğ. 2011, Deepthi ve diğ. 2010, Atikler ve diğ. 2006).

Deepthi ve diğ. (2010), HDPE malzemeye kütlece % 10, 20 ve 30 oranlarında uçucu kül senosferi ilavesinin malzemenin ısıl bozunma ve mekanik özellikleri üzerindeki etkilerini incelemiřlerdir. Uçucu kül malzemenin HDPE malzemeye dahil edilmesinde 20/80 oranlı su etanol özeltisinin hacimce % 2 oranında 3-aminopropiltrietoksisilan (APTES) silan ve kütlece % 5, 10, 15 oranlarında uyumlařtırıcı kullanılarak mekanik ve termal kararlılık saėlanmaya alıřılmıřtır. Silanlama iřleminde öncelikle 50 g senosfer su/etil alkol özeltisine katılmıřtır. Daha sonra sıcaklık 80 °C'ye getirilerek hacimce % 2 oranda APTES ilave edilerek 5 h boyunca karıřtırılmıř ve iřlem sonunda filtrelenerek su/etil alkol özeltisiyle birkaç kez yıkanmıřtır ve son olarak fırında kurutulmuřtur. Yapılan ısıl bozunma testlerinde uçucu kül senosferi ilavesinin artan oranlarda etkisi artmakla beraber malzemenin ısıl kararlılıėında artış saėladığı ve mekanik özelliklerde ise ekme dayanımında mekanik uyumlařtırıcı varlıėında biraz geliřme saėlanmakla birlikte kopma uzamasında bir miktar düşüş olduėu rapor edilmiřtir.

Divya ve diğ. (2015), HDPE malzemeye karbon nanotüp (50 nm– 70 nm boyut aralıėında, % 0,2 oranında) ve uçucu kül senosferi (% 20 oranında) ilave etmiřler ve bu maddelerin HDPE malzemenin ısıl, yanma ve mekanik özelliklerine etkilerini incelemiřlerdir. Senosferlerin HDPE ile yüzey uyumunu saėlamak amacıyla Deepthi ve diğ. (2010)'nin benzeri bir uygulama ile silanlama iřlemi yapılmıřtır. % 20 oranında eklenen uçucu kül senosferinin ısıl bozunma, yanma ve mekanik özelliklerde iyileřme

sağladığı bildirilmiştir. Ayrıca % 0,2 oranında karbon nanotüp ilavesiyle iyileşmenin daha da fazla olduğu belirtilmiştir. Benzer sonuçlar Divya ve diğ. (2017) tarafından da tespit edilmiştir.

Polipropilen (PP) diğer polimerler gibi kolay tutuşup yanabilen bir malzeme olduğu için hem mevcut kullanım alanlarında hem de yeni alanlarda kullanımının sağlanabilmesi için ısıl bozunma ve yanma direncinin artırılması gerekmektedir (Tang ve diğ. 2019, Ding ve diğ. 2019, Seidi ve diğ. 2020, Dong ve diğ. 2023, Jiang ve diğ. 2023^b). Bu kapsamda azot, fosfor, melamin, bor, inorganik hidroksitler ve silikon içeren farklı alev geciktiricilerin PP esaslı kompozit malzemelerin ısıl bozunma ve yanma direncine etkileri incelenmiştir (Zhao ve diğ. 2021, Huang ve diğ. 2022, Zhang ve diğ. 2022^c, Idumah 2022, Parida ve diğ. 2023). Alev geciktiriciler içerisinde kabaran alev geciktirici sistemlerin PP esaslı kompozit malzemelerin üretiminde kullanılması üzerine çalışmalar ön plana çıkmıştır. Bu kapsamda PP esaslı kompozit malzemelerde kabaran alev geciktirici sistemlerin daha etkili olabilmesi için çalışmalar yapılmıştır (Li ve diğ. 2018, Bourbigot ve diğ. 2019, Hu ve diğ. 2020, Qi ve diğ. 2020, Xu ve diğ. 2021, Peng ve Yang 2021, Pan ve diğ. 2021, Bensabath ve diğ. 2021, Bourbigot ve diğ. 2021, Zhang ve diğ. 2021, Huang ve diğ. 2021, Yuan ve diğ. 2022^a, Yuan ve diğ. 2022^b, Yang ve diğ. 2022, Tian ve diğ. 2022, Thi ve diğ. 2023, Wang ve diğ. 2023^b, Liu ve diğ. 2022, Meng ve diğ. 2023, Zhang ve diğ. 2023, Jiang ve diğ. 2023^b).

Zhang ve diğ. (2017), APP/PER (3/1) içeren kabaran alev geciktirici sistem (IFR) ile birlikte kobalt asetat (CoAc), mangan azetat (MnAc), nikel asetat (NiAc) ve çinko asetatın (ZnAc) birlikte kullanımının PP esaslı kompozit malzeme özelliklerine etkilerini incelemişlerdir. Düşük oranlarda (% 0,7, % 1) metal asetatların kullanımının ile PP/IFR (75/25) kompozit malzemenin yanma direncinde dikkate değer artışlara sebep olduğu rapor edilmiştir. Yanma direncindeki artışlar IFR ile oluşturulan karbon tabakasının metal asetatlarla kuvvetlendirilmesi ile açıklanmıştır.

Song ve diğ. (2021), lignin ve kabaran alev geciktirici içeren PP esaslı kompozit malzemeye uçucu kül ilavesinin etkilerini incelemişlerdir. % 70 PP, % 18 APP, % 7,2 PER ve % 4,8 lignin içeren kompozit malzeme UL 94-V testinde V-2 ve % 28 LOI değeri sağlayabilirken % 0,5 uçucu kül ilavesi ile yanma direncinde artış olmuş olup % 33 LOI değeri ile V-0 derecesi sağlanmıştır. Konik kalorimetre testlerinde de uçucu kül ilavesi ile maksimum ısı yayılım hızında, CO ve CO₂

emisyollarında azalmalar tespit edilmiştir. Uçucu kül ilavesi ile yanma direncindeki artış, uçucu külün kabaran alev geciktiricinin oluşturduğu karbon tabakasında yer alarak karbon tabakasının daha sağlam olması ile açıklanmıştır.

Zhang ve diğ. (2020^a), kütlece % 25 oranında kabaran alev geciktirici (IFR) içeren PP esaslı kompozit malzemeye kütlece % 1 - 3 aralığında uçucu kül kaynaklı gözenekli alümina silikat oksit (MAOs) ve MAOs/çinko bileşimi (MAOs-Zn) ilave ederek malzeme özelliklerine etkilerini incelemişlerdir. PP-IFR (75/25) kompozit malzeme UL 94-V testinde V-1 derecesi sağlayabilirken, MAOs ve MAOs-Zn ilaveleri ile V-0 derecesi sağlanmıştır. Ayrıca, konik kalorimetre testlerinde maksimum ısı yayılım hızında, toplam ısı yayılım miktarında, is, CO ve CO₂ emisyonlarında dikkate değer düşmeler tespit edilmiştir.

ABS malzemeye de farklı alev geciktiriciler ilave edilerek ısıl bozunma ve yanma direncini artırmak için farklı çalışmalar yapılmıştır (Ma ve diğ. 2007, Ma ve diğ. 2008, Xia ve diğ. 2007, Xia ve diğ. 2008, Ge ve diğ. 2012, Yi ve diğ. 2012, Yi ve diğ. 2013, Wu ve Li 2014, Jian ve diğ. 2014, Cao ve diğ. 2017, Bee ve diğ. 2018, Realinho ve diğ. 2018, Saheb ve diğ. 2018, Hu ve diğ. 2019, Yang ve diğ. 2019, Chen ve diğ. 2022, Bachinger ve diğ. 2022, Çelen ve diğ. 2023, Rodriguez ve diğ. 2023).

Ge ve diğ. (2012), ABS malzemeye ayrı ayrı % 15 amonyum polifosfat (APP) ve % 15 genleşebilir grafit (EG) ilaveleri ile V-1 derecesi (UL 94-V testi) elde edilebilirken, EG ve APP'nin (3/1 oranında) birlikte sentezlendiği alev geciktirici sistemin % 15 oranında ilavesi ile UL 94-V testinde V-0 derecesine ulaşılabilirdiğini rapor etmişlerdir. Ayrıca bu sistemin kullanımı ile de LOI değerinin arttığı bildirilmiştir. Diğer bir çalışmada, Yi ve diğ. (2012), ABS polimere % 30 kütleli oranda APP/PER (3/1) sistemi ilavesi ile kompozit malzemenin LOI değerini % 27'ye ve UL 94-V testinde V-0 derecesine ulaşılabilirdiğini rapor etmişlerdir.

Wu ve Li (2014), ABS malzemelerde alüminyum hipofosfit (AHP) ile birlikte sinerji etki sağlamak için melamin siyanürat (MCA) ve silikon alev geciktirici (SiFR) kullanımı üzerine çalışmalar yapmışlardır. Kütlece % 22 oranında AHP ilavesinin ABS malzemeye dikkate değer oranda yanma direnci sağladığı belirlenmiştir. Bununla birlikte, kompozit malzeme üretiminde % 2 AHP azaltılarak yerine % 2 oranında MCA

veya SiFR ilave edilmesinin yanma direncinde önceki duruma göre daha da iyileşme sağladığı rapor edilmiştir.

Cao ve diğ. (2017), ABS malzemeye kütlece % 30 oranında amonyum polifosfat (APP) ilavesi ile malzemeye V-2 derecesi (UL 94-V test) kazandırılabilirken, % 15 heksakis (4-nitrofenoksi) siklotrifosfazen ile % 15 APP ilavesi durumunda V-0 derecesi elde edilebildiğini rapor etmişlerdir.

Bachinger ve diğ. (2022), ABS esaslı kompozit malzemelerde ısıl bozunma ve yanma direncini artırmak amacı ile farklı alev geciktiriciler ve dolgu maddeleri kullanarak çalışmalar gerçekleştirmişlerdir. Genel olarak alüminyum dietil fosfinat (AlPi)/amonyum polifosfat (APP) (% 10/% 10) sisteminin % 20 oranında ABS malzemeye ilave edilmesi durumunda dikkate değer yanma direnci olduğu rapor edilmiştir. Ayrıca genleşebilir grafit (EG) ve magnezyum silikatın (Kemgard) ilavesi ile elde edilen sistemlerin (% 7,5 AlPi / % 7,5 APP/ % 5 EG) ve (% 8,5 AlPi / % 8,5 APP/ % 3 Kemgard) is oluşumunu bir miktar daha azalttığı belirtilmiştir. Yanma direncinde etkili olan bu sistemlerin çekme dayanımında bir miktar azalma çekme modülünde bir miktar artmaya sebep olduğu tespit edilmiştir. Bununla birlikte, bu sistemlerin mekanik özelliklerdeki en olumsuz etkisinin malzemelerin darbe dayanımını dikkate değer oranda azaltması olduğu rapor edilmiştir. Bu azalmaya sebep olarak başlıca AlPi'nin zayıf kohezyonu, APP'nin zayıf adezyonu ve kullanılan sistemin SAN matris içerisinde yer alan polibütadien partiküllerinin boyutu üzerindeki etkisi gösterilmiştir.

Yildiz ve diğ. (2023), ABS esaslı kompozit malzemelere UL 94 testinde V-0 ve % 28 LOI değeri sağlayabilmek için halojen içermeyen alev geciktiriciler üzerine çalışmalar yapmışlardır. Alüminyum dietil fosfinat (AlPi)/amonyum polifosfat (APP) sisteminin % 20, % 25 ve % 30 oranlarda ABS malzemeye ilavesinin ısıl bozunma ve yanma direncindeki etkilerini incelemişlerdir. Ayrıca kompozit malzemelere % 5 PER ve % 3 oranında çinko borat ilavesinin etkilerini de incelemişlerdir. Ham ABS malzemenin UL94 (1,5 mm), UL94 (3mm) ve LOI testlerinde sırasıyla HB, HB ve % 18,1 değerlerini elde etmişlerdir. % 20 AlPi/APP ilavesiyle yanma davranışlarında iyileşme elde edilmiş ve HB, V-1 ve % 26 değerlerine ulaşıldığı belirtilmiştir. % 25 AlPi/APP ilavesiyle ise bu değerlerin HB, V-0 ve % 26,1'e ve %30 AlPi/APP ilavesiyle de V-0, V-0 ve % 26,4'e yükseldiğini bildirmişlerdir. Katkı maddelerin ısıl

bozunma ve yanma dirençlerine etkileri yanında mekanik özelliklerdeki değişimleri de etkileri rapor edilmiştir.

2.3 Uçucu Kül

Pulverize kömür yakan termik santrallerin yanma odasında egzoz gazlarıyla sürüklenen ve baca öncesi genellikle elektrofiltrelerde tutulan toz partikülleri uçucu kül olarak adlandırılmaktadır. Uçucu küller santrallerin atık ürünleridir. Uçucu küllerin bir kısmı başlıca çimento sektöründe ve yol yapım uygulamalarında kullanılmaktadır. Ayrıca uçucu külün yapı malzemelerinde kullanımı ile ilgili de çalışmalar yapılmaktadır (Jain ve diğ. 2023, Heikal ve diğ. 2023, Abbas ve diğ. 2017). Bununla birlikte, uçucu küllerin büyük çoğunluğu santral alanlarında depo edilmekte olup çevre kirliliğine sebep olabilmektedir (Mathapati ve diğ. 2022, Khankhaje ve diğ. 2023, Kelechi ve diğ. 2022). Bu yüzden uçucu küllerin kullanım alanlarının artırılması çevre kirliliğinin azaltılmasına yardım olacaktır (Lu ve diğ. 2023, Grabias-Blicharz ve Franus 2023, Das ve Rout 2023).

Uçucu küllerin kimyasal yapıları ve fiziksel özellikleri santralde kullanılan kömür ve yanma sistemine bağlı olarak değişmektedir. Genel olarak uçucu küllerin yapısında başlıca SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 ve CaO bileşenleri bulunmakla birlikte daha düşük oranlarda MgO , SO_3 ve alkali oksitler (Na_2O , K_2O) bulunabilmektedir. Uçucu küllerin sınıflandırılması genel olarak ASTM C 618 ve TS EN 197-1 standartları baz alınarak yapılmaktadır. Uçucu küller ASTM C 618 standardına göre “F” ve “C”, TS EN 197-1 standardına göre “V” ve “W” olarak sınıflandırılmaktadır. Uçucu kül içerisinde SiO_2 , Al_2O_3 ve Fe_2O_3 ’in toplam yüzdesi % 70’ten fazla ve CaO oranı % 10’dan düşük ise bu kül “F” sınıfında kabul edilmektedir. “C” sınıfı külde SiO_2 , Al_2O_3 ve Fe_2O_3 ’in toplam yüzdesi % 50’den ve CaO oranı % 10’dan fazla olmaktadır. Uçucu küllerin içeriğinde büyük oranda reaktif SiO_2 ve Al_2O_3 varsa, CaO oranı % 10’dan daha az ve reaktif silis oranı % 25’ten fazla ise bu uçucu küller “V” sınıfına girmektedir. “W” sınıf uçucu küller ise başlıca SiO_2 (% 25’ten fazla), Al_2O_3 ve CaO (% 10 dan fazla) içeren küllerdir (Türker ve diğ. 2009).

Son zamanlarda uçucu küllerin hem dünyada hem de ülkemizde polimer esaslı kompozit malzemelerin üretiminde kullanılması üzerine çalışmalar devam etmektedir

(Atikler ve diğ. 2006, Besco ve diğ. 2013, Satapathy ve Kothapalli 2015, Xue ve diğ. 2016, Trino ve diğ. 2016, Li ve diğ. 2020, Ajorloo ve diğ. 2021, Kanzaoui ve diğ. 2021, Kuznia ve diğ. 2022, Bora ve diğ. 2022, Mokrzycki ve diğ. 2023, Yadav ve diğ. 2023). Uçucu küllerin birim fiyatlarının düşük olmasından dolayı polimer esaslı kompozit malzemelerin üretiminde kullanılması maliyetleri de düşürülebilecektir. Uçucu küllerin polimer esaslı kompozit malzeme üretimlerinde kullanılması ile çevre kirliliğinin de azalmasına katkı sağlanacağı bilinmektedir (Abbas ve diğ. 2017, Baglari ve diğ. 2011).

Hem uçucu küllerin hem de polimerlerin özelliklerinin farklı olmasına bağlı olarak polimer esaslı kompozit malzemelerde uçucu kül kullanımının mekanik, ısı ve yanma özelliklerine etkileri farklı şekillerde rapor edilebilmektedir. Uçucu küllerin herhangi bir değişiklik yapılmadan doğrudan kullanılması üzerine çalışmalar (Kuznia ve diğ. 2019, Ramesan 2015, Hejna ve diğ. 2016, Jiao ve diğ. 2018) yapılmakla birlikte polimer malzemeye daha iyi uyum sağlayabilmesi için boyut küçültme ve yüzey kaplama işlemleri sonrası kullanılması üzerine de çalışmalar devam etmektedir (Deepthi ve diğ. 2010, Wei ve diğ. 2013, Kulkarni ve diğ. 2014, Kulkarni ve Mahanwar 2016, Wasekar ve diğ. 2016, Bonda ve diğ. 2016, Divya ve diğ. 2017, Patil ve diğ. 2019, Maurya ve Manik 2023). Uçucu kül ile ilgili çalışmaların bir kısmında sadece polimer malzemelerin mekanik özellikleri üzerindeki etkileri incelenmiştir (Thakur ve Chauhan 2014, Singla ve Chawla 2010, Sampathkumaran ve diğ. 2015, Parvaiz ve diğ. 2011, Ramlan ve diğ. 2018). Bununla birlikte, uçucu külün farklı polimer esaslı kompozitlerde kullanımının ısı, yanma ve mekanik özelliklere etkileri üzerine de çalışmalar devam etmektedir (Sreekanth ve diğ. 2011, Satapathy ve diğ. 2013, Ramesan 2014, Kulkarni ve Mahanwar 2014, Porabka ve diğ. 2015, Patil ve diğ. 2016, Khoshnoud ve Abu Zahra 2018, Nguyen ve Pham 2020).

Uçucu küllerin tek başına farklı polimer esaslı kompozit malzemelerde kullanımı üzerine örnek bir çalışma olarak Ramesan (2014), klorine edilmiş stiren bütadien kauçuk (CSBR) malzemeye farklı oranlarda (CSBR miktarının % 10, 20, 30, 40, 50) 0,5 - 5 µm arası tanecik boyutlu uçucu kül ilavesinin malzemenin ısı ve yanma özelliklerine etkilerini incelemiştir. Genel olarak uçucu kül oranının artışı ile ısı ve yanma özelliklerinde iyileşme görülmekle birlikte darbe dayanımının düştüğü rapor

edilmiştir. En iyi çekme dayanımı ve boyca uzamanın % 30 uçucu kül içeren kompozit malzemede tespit edilmiştir.

Porabka ve diğ. (2015), düşük yoğunluklu polietilen (LDPE) malzemeye mekanik özelliklerini geliştirmek ve yanma direncini artırmak amacıyla üç farklı boyut aralığında (0-15 μm , 15-30 μm , 30-60 μm) uçucu külleri % 1, % 5, % 20 ve % 50 oranlarında dolgu maddesi olarak malzemeye ilave durumunu incelemişlerdir. Öncelikle % 50 oranında uçucu kül ilaveli kompozit malzeme üretiminin gerçekleştirilemediği rapor edilmiştir. Bununla birlikte % 1, % 5 ve % 20'ye kadar oranlarda uçucu kül ilavesi ile ısı ve yanma dirençleri artarken mekanik özelliklerin zayıfladığı belirtilmiştir.

Satapathy ve diğ. (2013) yüksek yoğunluklu polietilen malzemelerde (HDPE) F tipi ve 60-100 μm aralığında uçucu külün % 5, % 10 ve % 20 oranlarında ilavesinin malzemenin ısı ve mekanik özellikleri üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. Ayrıca uçucu kül boyutunun etkilerini ortaya koyabilmek için bilyalı öğütücüde öğütme işlemi ile uçucu külün ortalama boyutu 148 nm'ye düşürülmüştür. Nano boyutlu uçucu küller ise kütlece % 1, 3, 5 ve 7 oranlarında malzemeye ilave edilmiştir. Uçucu kül ilavelerinde ayrıca HDPE maleik anhidriti de kullanıldığı bildirilmiştir. Ayrıca hem mikron hem nano boyutlu uçucu küllerin % 5 oranında ilavesi öncesinde hem uçucu küller hem de numuneler elektron ışınımına maruz bırakılmıştır. Genel olarak partikül küçültme çekme ve bükülme dayanımlarında artışa sebep olurken darbe dayanımının düştüğü belirlenmiştir. Maleik anhidrit kullanımı ve ışınlama işleminin de mekanik özelliklerde olumlu etkileri olduğu tespit edilmiştir. Uçucu kül ilaveleri ile kompozit malzemelerin maksimum bozunma sıcaklıklarında artış olduğu rapor edilmiştir.

Verma ve diğ. (2018), yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE) malzemelere % 5, 10, 15, 20, 25 oranlarında aseton ile kaplanan uçucu kül ilavesinin ısı, mekanik ve reolojik özellikleri üzerinde etkilerini incelemişlerdir. Uçucu kül ilavesinin malzemelerin kristalizasyon sıcaklığı, ergime sıcaklığı ve kristallik derecesini dikkate değer oranda etkilememesine rağmen ısı kararlılığını artırdığı rapor edilmiştir. Uçucu kül ilavesi, malzemelerin çekme modülünü, bükülme modülünü ve dayanımını artırırken boyca uzama oranını dikkate değer oranda azaltmıştır. Boyca uzamadaki dikkate değer düşme küresel yapıya sahip uçucu külün kompozit malzemenin rijitliğini artırarak uzamaya eğilimini azaltması ile açıklanmıştır.

Patil ve diğ. (2016), F sınıfı uçucu kül maddesini etilen oktan kopolimere ilave etmişler ve ilave edilen maddelerin malzemenin ısıl bozunma, yanma ve mekanik özellikleri üzerinde etkilerini incelemişlerdir. Ortalama (d_{50}) 36,5 μm boyutta olan uçucu kül mekanik/kimyasal olarak aktivasyon işlemlerine tabi tutularak etilen oktan kopolimere kütlece % 1, 3 ve 5 oranlarında dahil edilmiştir. Ayrıca uçucu kül bilyalı öğütücü kullanılarak 30 saat öğütme ile 538 nm ve 60 saat öğütme ile 392 nm ortalama çapa getirilerek polimer malzemeye ilave edilmiştir. Genel olarak uçucu kül ilavesinin çekme dayanımını artırırken boyca uzamada az bir miktar düşmeye sebep olduğu belirlenmiştir. Ayrıca uçucu kül ilavesi ile kompozit malzemelerin LOI değerlerinin de arttığı tespit edilmiştir.

Dagar ve Narula (2017), polikarbonat ve naylon 6 malzemelere uçucu kül senosferi ve boşluklu cam boncuklar ilave ederek malzemelerin mekanik, ısıl, reolojik, morfolojik ve yanma özelliklerine etkilerini incelemişlerdir. Kütlece % 3, 8 ve 12 oranlarında hem uçucu kül senosferi hem de cam boncuk madde ilavesinin her iki polimer malzemenin de mekanik, ısıl ve yanma özelliklerinde olumlu etki oluşturduğu ve mekanik olarak en fazla etkinin polikarbonat malzemede % 12 ve naylon-6 malzemede % 8 uçucu kül ve boşluklu cam boncuk ilave oranlarında elde edildiği belirtilmiştir. Termogravimetrik analiz sonuçlarına göre her iki malzemenin de bozunmaya başlama sıcaklıklarının ve bozunmadan kalan kütle oranlarının dolayısıyla da ısıl kararlılıklarının arttığı bildirilmiştir. LOI yanma testlerinde de polikarbonat malzemede LOI değeri % 37 iken, % 12 senosfer ilavesiyle % 38,7 ve % 12 cam boncuk ilavesiyle % 38,9 değerine yükseldiği ve naylon 6 malzemede LOI değeri % 25 iken, % 12 senosfer ilavesiyle % 32,4 ve % 12 cam boncuk ilavesiyle bu değer % 32,6 değerine yükseldiği ve dolayısıyla yanma dirençlerinin arttığı bildirilmiştir.

Soyama ve diğ. (2007), 5-20 μm aralığında tane boyutlarına sahip küresel silika alümina ve kalsiyum karbonat içerikli uçucu külü kütlece % 10, 20, 30, 40, 50 oranlarında polikarbonat malzemeye dahil etmişler ve ısıl, yanma ve mekanik özellikler üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. Uçucu kül ilavesinin malzemenin ısıl bozunma ve yanma direncinde olumlu etkisi olmakla birlikte, % 30'un üzerinde uçucu kül ilavesinin mekanik özelliklerde dikkate değer olumsuzluklara sebep olduğu rapor edilmiştir.

Nguyen ve Pham (2020) epoksi kompozit malzeme üretimlerinde % 20 – 50 oranlarında uçucu kül ile birlikte % 1, 3 ve 5 oranlarında nanokil ilave etmenin kompozit malzemelerin mekanik, yanma direnci ve dielektrik özelliklerine etkilerini incelemişlerdir. Nanokil ilavesinin uçucu kül ile sinerjik etki yaparak özellikleri iyileştirdiği belirlenmiştir. Genel olarak % 40 uçucu kül ile % 3 nanokilin birlikte kullanımının özelliklerde en iyi sonucu verdiğini rapor etmişlerdir.

Mohd Nasir ve diğ. (2023) kullanılmış polietilen tereftalat (PET) polimere %68'e varan oranda uçucu kül ilave ederek kompozit malzeme üretimleri gerçekleştirerek ısı özelliklerinde ve yapıdaki değişiklikleri incelemişlerdir. Uçucu kül ilavesinin belirli bir orana kadar malzemenin ısı özelliklerinde iyileşme yaptığı bununla birlikte uçucu kül oranı arttıkça homojen dağılımda olumsuzluklar olduğu, topaklanmalar meydana geldiği ve malzeme içinde boşluklar oluşmasına bağlı ısı özelliklerinde olumsuzluklar olduğu rapor edilmiştir.

Khan ve diğ. (2017), polikarbonat (PC) / akrilonitrilbütadienstiren (ABS) malzemelere asitle fonksiyonize edilmiş çok cidarlı karbon nanotüp ve silanlanmış uçucu kül senosferi ilave ederek malzemelerin yanma ve mekanik özellikleri üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. Karbon nanotüpün uçucu kül senosferi ile birlikte ilavesinin sinerji etki oluşturarak basma dayanımını dikkate değer oranda artırmakla birlikte malzemenin ısı kararlılığı ve yanma direncini de artırdığı rapor edilmiştir.

Bonda ve diğ. (2015), uçucu kül (FA) takviyeli ABS kompozitlerin ısı mekanik ve viskoelastik özelliklerini belirlemek amacıyla gerçekleştirdikleri çalışmada uçucu kül partiküllerinin yüzeyine çeşitli kimyasallar uygulayarak polimerlerle temas ara yüzeyindeki uyumu geliştirmeye çalışmışlardır. Silanlanmış uçucu kül ilaveli kompozitlerin özelliklerinin ham uçucu kül ilaveli kompozitlerin özelliklerine göre daha iyi olduğu tespit edilmiştir.

Uçucu küllerin farklı alev geciktiriciler ile birlikte kullanımı ile ısı bozunma ve yanmaya daha dirençli kompozit malzemelerin geliştirilmesi üzerine de çalışmalar devam etmektedir (Zhou ve diğ. 2020, Song ve diğ. 2021).

Usta (2012), yalıtım amaçlı kullanılan rijit poliüretan köpük malzemelere % 5 oranında uçucu kül ve/veya % 5 oranında amonyum polifosfat ve pentaeritritol içeren

(APP/PER oranı 2/1) kabaran alev geciktirici sistemin ilavesinin etkilerini incelemiştir. Köpük malzemelerin 35 kW/m² ısı akısında konik kalorimetre testleri sonucunda sadece % 5 uçucu kül ilavesi ile toplam ısı yayılım miktarında yaklaşık % 19, sadece kabaran alev geciktirici ilavesiyle yaklaşık % 26 ve her ikisinin birlikte ilavesiyle yaklaşık % 33 oranında bir düşüş meydana geldiği bildirilmiştir. Ayrıca yanma sırasında is, CO, CO₂ ve NO emisyonlarının da azaldığı da belirlenmiştir.

Batistella ve diğ. (2023^a) alev geciktirici olarak kütlece % 25 oranında amonyum polifosfat ve amonyum polifosfat/melamin fosfat (2/1) ilaveli biyopolyesterler malzemelerde kısmi (% 6,25 ve % 12,5) olarak alev geciktirici sistem yerine yüzeyi silan ve izopropil tri-titanat ile kaplanmış uçucu kül kullanımının etkilerini incelemiştir. Genel olarak uçucu kül kullanımının sınırlı seviyede ısı bozunma direncine katkı sağlamasına rağmen konik kalorimetre test sonuçlarından elde edilen verilere dayanılarak yanma sırasında daha dayanıklı karbon tabakasının oluşumuna yardımcı olduğu rapor edilmiştir. Benzer bir çalışma polilaktik asit (PLA) malzeme için de yapılmış olup benzer sonuçlar elde edilmiştir (Batistella ve diğ. 2023^b).

Zhou ve diğ. (2023) kabaran alev geciktirici (piperazin pirofosfat) ve magnezyum hidroksit içeren rijit poliüretan köpük malzemelere % 2 – % 10 oranlarında uçucu kül ilave etmişlerdir. Uçucu kül ilavesinin malzemelerin ısı bozunma direnci, yanma direnci, ısı iletim katsayısı ve basma dayanımı özelliklerine etkilerini incelemiştir. Kütlece % 6 oranında uçucu kül ilavesinin malzemenin yanma direncini dikkate değer oranda artırdığı tespit edilmiştir. Ayrıca % 6 oranında uçucu kül ilavesinin diğer özellikler için de en uygun oran olduğu rapor edilmiştir.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

Tez çalışması kapsamında farklı polimer malzemeler, alev geciktiriciler ve uçucu kül kullanılarak farklı polimer esaslı kompozit malzemeler üretilmiştir. Polimer malzemeler olarak endüstride yaygın olarak kullanılan polipropilen (PP), yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE) ve akrilonitrilbütadienstiren (ABS) kullanılmıştır.

Uçucu kül olarak Tunçbilek Termik Santralinin uçucu külü kullanılmıştır. Alev geciktirici olarak HDPE ve PP esaslı kompozit malzemelerin üretiminde amonyum polifosfat (APP) ve pentaeritritol (PER) içeren kabaran alev geciktirici sistemler kullanılmış olmakla birlikte, ABS esaslı kompozit malzemelerin üretiminde ise APP ve alüminyum dietil fosfinatdan (AlPi) oluşan alev geciktirici sistem kullanılmıştır.

Test standartlarına uygun boyutlarda uçucu kül, alev geciktirici sistem ve uçucu kül/alev geciktirici sistem ilaveli polimer esaslı kompozit malzemelerin üretimleri yapılarak testler gerçekleştirilmiştir. Kompozit malzemelerin ısı ve yanma özellikleri ile ilgili testler dışında belirli mekanik testler de gerçekleştirilmiştir.

3.1 Kompozit Malzeme Üretiminde Kullanılan Malzemeler

3.1.1 Ana Polimer Malzemeler

Çalışma kapsamında üretilen kompozit malzemelerin matrislerini oluşturan ana polimerler HDPE, PP ve ABS malzemelerdir. Çalışmalarda kullanmak üzere HDPE (PETİLEN I668) Petkim Petrokimya Holding A.Ş. firmasından temin edilmiş olup teknik özellikleri Tablo 3.1’de verilmiştir. PP esaslı kompozit malzemelerin üretiminde yine Petkim Petrokimya Holding A.Ş. firmasından temin edilen PETOPLN MH-418 malzemenin teknik özellikleri ise Tablo 3.2’de yer almaktadır. ABS esaslı kompozit malzemelerin üretiminde kullanılan INEOS Styrolution firmasının ürünü olan TERLURAN GP-22 ürünü CSM Makine firmasından temin edilmiştir. Malzemenin teknik özellikleri Tablo 3.3’te yer almaktadır.

Tablo 3.1: HDPE (PETİLEN I668) malzemenin teknik özellikleri (Url-4).

Özellikler	Değer	Birim	Test Metodu
Ergime Akış Hızı (230 °C/2,16 kg)	5,5	g/10 min	ASTM D1238
Yoğunluk	0,965	g/cm ³	ASTM D1505
Ergime Noktası (DSC, 2. ısıtma)	134	°C	ASTM D3418
Akmada Gerilme Dayanımı	30	MPa	ASTM D638
Bükülme Modülü, (23°C)	1200	MPa	TS EN ISO 178
Izod Darbe Dayanımı (23°C, çentikli)	50	J/m	ASTM D256
Sertlik (Shore D)	66		ASTM D2240
Vicat Yumuşama sıcaklığı (10 N)	124	°C	ASTM D1525

Tablo 3.2: PP (PETOPLN MH-418) malzemenin teknik özellikleri (Url-5).

Özellikler	Değer	Birim	Test Metodu
Ergime Akış Hızı (230 °C/2,16 kg)	4,7	g/10 min	ASTM D1238
Yoğunluk	0,905	g/cm ³	ASTM D1505
Ergime Noktası (DSC, 2. ısıtma)	163	°C	ASTM D3418
Akmada Gerilme Dayanımı	34	MPa	ASTM D638
Bükülme Modülü (23°C)	1450	MPa	TS EN ISO 178
Izod Darbe Dayanımı (23°C, çentikli)	30	J/m	ASTM D256
Rockwell Sertliği	94	R-Scale	ASTM D785
Deformasyon Sıcaklığı (0,45 MPa)	94	°C	ISO 75

Tablo 3.3: ABS (TERLURAN GP-22) malzemenin teknik özellikleri (Url-6).

Özellikler	Değer	Birim	Test Metodu
Ergime Akış Hızı (220 °C/10 kg)	19	cm ³ /10 min	ISO 1133
Yoğunluk	1,04	g/cm ³	ISO 1183
Akmada Gerilme Dayanımı	45	MPa	ISO 527
Elastisite Modülü (23°C)	2300	MPa	ISO 527
Izod Darbe Dayanımı (23°C, çentikli)	26	kJ/m ²	ISO180/A
Sertlik (Çelik bilya yöntemi)	97		ISO 2039-1
Deformasyon Sıcaklığı, (0,45 MPa)	99	°C	ISO 75
Vicat Yumuşama Sıcaklığı (10 N, 50°C/h)	105	°C	ISO 306

3.1.2 Uçucu Kül

Ülkemizde bulunan toz kömürle çalışan termik santrallerden çıkan uçucu küllerin incelenmesi sonucu yüksek oranda silis içeren Tunçbilek Termik Santrali uçucu külünün diğer santrallerin uçucu küllerine kıyasla daha yüksek oranda küresel taneciklere sahip olduğu tespit edilmiştir. Bu külün tanecik şekil dağılımı açısından da daha yüksek oranda homojenlik gösterdiği, ayrıca Si+Al+Fe oksitleri toplam oranının da yüksek seviyede olduğu belirlenmiştir. (Türker ve diğ., 2009). Bu sebeple Tunçbilek Termik Santrali'nden elde edilen uçucu kül tez kapsamında incelemeye alınmıştır. Şekil 3.1'de Tunçbilek Termik Santrali'nden temin edilen uçucu kül örneği görülmektedir.



Şekil 3.1: Tunçbilek santralinden temin edilen uçucu kül örneği.

Kompozit malzeme üretiminde amaçlanan yüksek ısı ve yanma direnci geliştirilirken özellikle mekanik özelliklerinin olumsuz yönde etkilenmemesi amacıyla polimer ile dolgu maddesi temas yüzeylerinde fiziksel ve kimyasal olarak uyumluluğun üretim işlemleri öncesinde sağlanması gerekmektedir. Bu kapsamında, uçucu külün yüzey uyumlaştırma işlemi için aminopropiltrietoksisilan (APTES) kullanılarak silanlama işlemi planlanmış olup silanlama işleminde Ultrakim Kimya San. ve Tic. A.Ş. firmasından temin edilen ULTRASİL S230 kullanılmıştır. Bu maddenin teknik özellikleri Tablo 3.4'te yer almaktadır.

Tablo 3.4: APTES (ULTRASİL S230) malzemenin teknik özellikleri (Url-7).

Özellikler	Değer	Birim
Kimyasal Formülü	$C_9H_{23}O_3Si$	-
Saflık	> 95	%
Yoğunluk	~ 0,94	g/ml
Kaynama Noktası	~ 215	°C
Parlama Noktası	> 310	°C
Refraktif İndeks (25°C)	~ 1,420	-

Tunçbilek Termik Santralinden temin edilen uçucu külün eleme ve mekanik boyut küçültme gibi fiziksel işlemler ve sonrasında kimyasal olarak aktive etme işlemleri ile ilgili bilgiler aşağıda sunulmuştur. Öncelikle uçucu külün içerisinde az miktarda yer alan karbon kalıntıları ve büyük boyutlu parçacıklar 100 µm elek ile elenerek uzaklaştırılmıştır (Şekil 3.2).



Şekil 3.2: Uçucu külün elenmesinde kullanılan 100 µm elek.

Eleme sonrası elde edilen kül, planet dişli sistemiyle çalışan bilyalı öğütücü kullanılarak 400 min^{-1} dönme sayısında her 30 dakika da bir dönme yönü değiştirecek şekilde programlanarak öğütülmüştür (Baheti ve diğ. 2016). Tüm uçucu kül partiküllerin çaplarının 10 µm'nin altına düşürülebilmesi için öğütücünün 5 h süreyle çalıştırılması gerekmiştir. Şekil 3.3a'da öğütme işleminde kullanılan bilyalı öğütücü ve Şekil 3.3b'de ZrO_2 seramik kap ve bilyeler görülmektedir.



(a)



(b)

Şekil 3.3: a) Planet dişli sistemli bilyalı öğütücü ve b) öğütme kabı ve seramik bilyaları.

Şekil 3.4a’da öğütülmüş uçucu kül görülmektedir. Uçucu kül, silisyum oksitleri içeriği sebebiyle nem almaya yatkın olduğu ve öğütme işlemiyle de artan yüzey alanı sebebiyle nem almaması için desikatörde muhafaza edilmiştir (Şekil 3.4b).



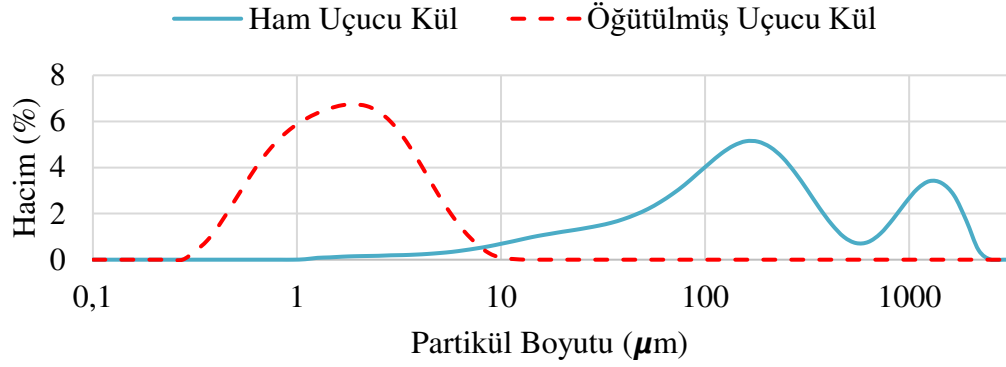
a)



b)

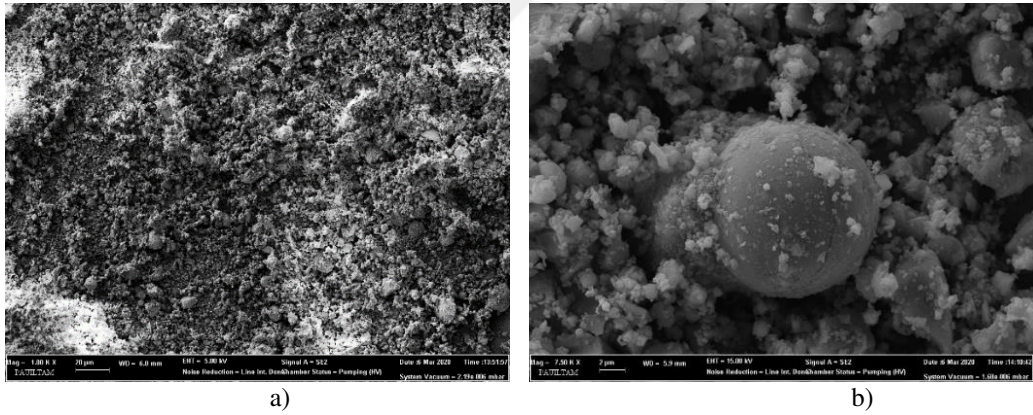
Şekil 3.4: a) Öğütülmüş uçucu kül ve b) desikatöre alınan uçucu kül.

Hem öğütülmemiş hem de öğütme işlemi uygulanmış uçucu küllerin partikül boyutları Orta Doğu Teknik Üniversitesi Merkez Laboratuvarlarında bulunan Malvern Mastersizer 2000 cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Temin edildiği haliyle ham uçucu kül ve eleme/öğütme işlemleri uygulanmış uçucu kül için elde edilen partikül boyut ölçüm sonuçları Şekil 3.5’te görülmektedir.



Şekil 3.5: Ham ve eleme/öğütme işlemleri uygulanmış uçucu küllerin partikül boyutu ölçüm sonuçları.

Tunçbilek uçucu kül malzemenin eleme ve boyut küçültme işlemlerinden sonraki formunun detaylı görüntüsünü elde etmek amacıyla Pamukkale Üniversitesi İleri Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde Zeiss Gemini Supra 40VP taramalı elektron mikroskobu ile görüntüleme yapılmıştır. Bilyalı öğütme işlemi sonrasındaki elde edilen külün 1000X ve 7500X büyütme seviyelerindeki görüntüleri Şekil 3.6a ve 3.6b’de yer almaktadır.



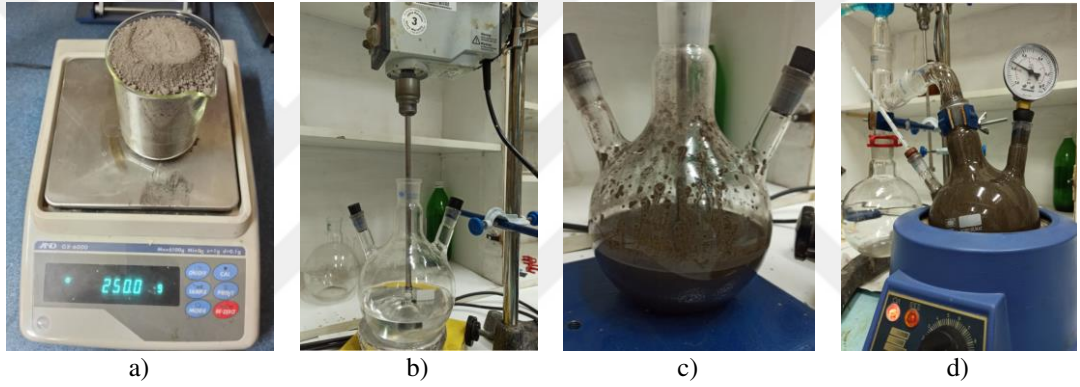
Şekil 3.6: Boyut küçültme işlemi sonrası a) 1000X büyütme ve b) 7500X büyütmede elde edilen SEM görüntüleri.

Uçucu külün içerik analizleri Pamukkale Üniversitesi İleri Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi laboratuvarındaki SPECTRO XEPOS XRF spektrometre cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Yapılan analiz sonucunda elde edilen ana oksitler Tablo 3.5’te verilmiştir.

Tablo 3.5: Uçucu kül içerik tayini için yapılan XRF analiz sonuçları.

Bileşen	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	K ₂ O	TiO ₂	Diğer	Toplam
Kütlece oran (%)	57,4	18,1	12,2	4,2	4,0	1,5	1,0	1,6	100

Silanlama işlemi için öncelikle hassas terazi kullanılarak öğütülmüş uçucu kül kütlesi belirlenmiştir (Şekil 3.7a). Daha sonra silanlama işleminde kullanılacak etil alkol/su (95/5) çözeltisi hazırlanmıştır. Uçucu külün kütlece % 2 oranındaki APTES alkol/su çözeltisine yavaş yavaş eklenerek silanol yapısının oluşması için mekanik karıştırıcı ile 15 dakika süreyle karıştırma işlemi gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.7b). Uçucu kül yine yavaş yavaş çözelti içerisine eklenerek eş zamanlı olarak mekanik karıştırma işlemine tabi tutulmuştur (Şekil 3.7c). Toplam 45 dakikalık bir karıştırma sonrasında evaporatörde vakum altında yaklaşık olarak 60 °C sıcaklıkta 1 saat süreyle karışımdaki çözücü uzaklaştırılmıştır (Şekil 3.7d). Filtrelenen uçucu kül malzeme kurutma fırınında (Şekil 3.8) 70° C sıcaklıkta 24 h süreyle kurutma işlemine tabi tutulmuştur (Atikler ve diğ. 2006, Deepthi ve diğ. 2010, Divya ve diğ. 2015).



Şekil 3.7: Uçucu külün silanlanma aşamaları, a) uçucu külün tartılması, b) etil alkol/su çözeltisine eklenen silanın karıştırılması, c) çözeltiye kül eklenerek karıştırılması ve d) vakum altında çözücünün buharlaştırılması.



Şekil 3.8: SFL marka kurutma fırını.

3.1.3 Maleik Anhidrit Aşılanmış Malzemeler

Silanlama işlemi yanında maleik anhidrit aşılanmış polimer malzemeler kullanmak suretiyle de dolgu maddeleri ve polimer ara yüzeylerinde uyumluluğun artırılmasına yönelik çalışmalar gerçekleştirilmiştir (Mengeloğlu ve Karakuş 2008). Bu aşamada her polimerin kendi ana polimeriyle aşılanmış olan maleik anhidrit malzemeler Tisan Mühendislik Plastikleri San. Tic. Ltd. Şti. firmasından temin edilmiştir. Maleik anhidrit olarak, HDPE esaslı kompozit malzemelerin üretiminde Olebond 7402 AE granül, PP esaslı kompozit malzemelerin üretiminde Olebond 7401 HH granül ve ABS esaslı kompozit malzeme üretimlerinde Olebond 7404 granül kullanılmıştır. Bu malzemelerin teknik özellikleri Tablo 3.6’da verilmiştir.

Tablo 3.6: Maleik anhidritlerin özellikleri (Url-8).

Özellik	Olebond 7402 AE	Olebond 7401 HH	Olebond 7404	Test Metodu
Matris malzeme	PE	PP	ABS	
Yoğunluk (g/cm ³)	0,93	0,93	1,05	ISO 1183
Ergime Akış Hızı (MFI) (g/10 min)	3 - 5	>100	10 - 15	ISO 1133
Ergime Sıcaklığı (°C)	122	162	-	ISO 11357

3.1.4 Alev Geciktirici Malzemeler

HDPE ve PP esaslı kompozit polimerlerin üretimlerinde, asit kaynağı/kabarma ajanı amonyum polifosfat (APP) ve karbon kaynağı pentaeritritol (PER) olan kabaran alev geciktirici (IFR) sistem kullanılmıştır. IFR sistem sentezinde (APP/PER) oranı kütleli olarak (3/1) olacak şekilde işlemler yapılmıştır (Demir ve diğ. 2005). ABS esaslı kompozit malzeme üretimlerinde ise APP ve alüminyum dietil fosfinatın (AlPi) kütleli olarak (1/1) oranda kullanıldığı alev geciktirici (FR) sistem sentezlenerek kullanılmıştır (Realinho ve diğ. 2018, Bachinger ve diğ. 2022, Yıldız ve diğ. 2023). Alev geciktirici malzemelerden APP (Exolit AP 423, faz II, n>1000) ve AlPi (Exolit OP 1230) Clariant Türkiye Boya Kimyevi Maddeler Madencilik Sanayi ve Ticaret A.Ş. firmasından, PER ise MKS Marmara Entegre Kimya Sanayi A.Ş. firmasından temin edilmiştir.

3.2 Ham ve Kompozit Malzemelerin Üretimleri

Kompozit malzeme üretimleri üç aşamada gerçekleştirilmiştir. Birinci aşamada, ilave edilecek katkı maddelerinin oranları belirlenmiş ve gerekli maddeler hazırlanmıştır. İkinci aşamada polimerler ile ilave edilecek katkı maddeleri çift vidalı bir ekstruder ile karıştırılarak homojen kompozit granüller elde edilmiştir. Üretimin üçüncü ve son aşamasında kompozit granül polimer malzemelerden plastik enjeksiyon makinesi ve özel bir kalıp kullanılarak test standartlarına uygun boyutlarda numuneler üretilmiştir.

Uçucu kül (FA) ilavesiyle mekanik özelliklerde olumsuzlukları en aza indirmek amacıyla FA'nın silanlanarak ve/veya HDPE maleik anhidrit (MAgPE) ilavesi (% 3 MAgPE HDPE malzemeden eksiltiyle eklenmiştir) ile kullanımı planlanmıştır. Bu amaçla % 30 oranda işlem görmemiş FA içeren, % 30 oranda işlem görmemiş FA ve % 3 MAgPE içeren, % 30 oranda silanlanmış FA içeren ve son olarak % 30 oranda silanlanmış FA ve %3 MAgPE içeren kompozit malzemeler üretilerek çekme ve darbe deneyleri gerçekleştirilmiştir. Sadece işlem görmemiş FA ilave edilen numunede 31,0 MPa ve 4,06 kJ/m² olan çekme ve darbe dayanım değerleri % 3 maleik anhidrit ilavesiyle 32,7 MPa ve 5,35 kJ/m² değerlerine yükselmiştir. Sadece % 30 oranda silanlanmış FA ilavesiyle ise 34,1 MPa ve 4,11 kJ/m² çekme ve darbe dayanımları elde edilmiştir. Silanlanmış % 30 oranda FA ve % 3 maleik anhidrit ilavesiyle dayanım değerleri 35 MPa ve 6,31 kJ/m² değerlerine yükselmiştir. Bu sonuçlar baz alınarak hem silanlanmış FA hem de maleik anhidrit içeren kompozit malzemenin en iyi mekanik dayanımları sağladığı değerlendirilmiştir. Bu değerlendirmeye % 5 - % 40 aralığında FA ilavesinin yapıldığı bütün uygulamalarda hem silanlanmış FA hem de % 3 MAgPE kullanılmıştır. Alev geciktirici ilave edilen numunelerde ilave edilen uçucu kül oranının düşük olması sebebiyle maleik anhidrit ilave edilmemiştir.

HDPE esaslı kompozit malzeme üretimlerinde öncelikle % 5, % 10, % 20, % 30 ve % 40 kütle oranlarında uçucu külün dolgu maddesi olarak kullanılacağı kompozisyonlar planlanmıştır. Yüksek oranlarda FA ilavesinde silanlanmış kül ve maleik anhidritin birlikte kullanımının mekanik özellikler için daha etkili olacağı tespit edildiği için üretimlerde % 3 oranında maleik anhidrit (MAgPE - Olebond 7402 AE)

kullanılmıştır. Tablo 3.7’de FA dolgulu HDPE esaslı kompozit malzemelerin kompozisyonları verilmiştir.

Tablo 3.7: FA dolgulu HDPE esaslı kompozit malzemelerin kompozisyonları.

Numune No	Numune	HDPE (%)	MAgPE (%)	FA (%)
HDPE	HDPE	100	0	0
HDPE1	HDPE_MA5FA	92	3	5
HDPE2	HDPE_MA10FA	87	3	10
HDPE3	HDPE_MA20FA	77	3	20
HDPE4	HDPE_MA30FA	67	3	30
HDPE5	HDPE_MA40FA	57	3	40

Bununla birlikte, HDPE esaslı kompozit malzemelerde ısıl bozunma ve yanma direncinin dikkate değer oranda artırılması için APP ve PER’in kütsel olarak (3/1) oranda sentezlendiği kabaran alev geciktirici (IFR) sistemin tek başına ve farklı oranlarda (% 1 - 5) FA ile birlikte kullanımının etkilerinin incelenebilmesi için Tablo 3.8 ve Tablo 3.9’da kompozisyonları verilen kompozit malzemelerin üretimleri planlanmıştır. Tablo 3.8’de bulunan kompozit malzemelerin içeriğinde IFR oranı % 25’te sabit tutulurken FA ilavesi oranında HDPE polimerde azaltma yapılmıştır. Tablo 3.9’da bulunan kompozit malzemelerin içeriğinde ise HDPE oranı % 75’te sabit tutulurken FA ilavesi oranında IFR’de azaltma yapılmıştır.

Tablo 3.8: IFR (% 25) / FA (% 1-5) içeren HDPE esaslı kompozit malzemelerin kompozisyonları.

Numune No	Numune	HDPE (%)	IFR (%)		FA (%)
			APP	PER	
HDPE6	HDPE25IFR	75	18,75	6,25	-
HDPE7	HDPE25IFR1FA	74	18,75	6,25	1
HDPE8	HDPE25IFR2FA	73	18,75	6,25	2
HDPE9	HDPE25IFR3FA	72	18,75	6,25	3
HDPE10	HDPE25IFR4FA	71	18,75	6,25	4
HDPE11	HDPE25IFR5FA	70	18,75	6,25	5

Tablo 3.9: IFR (% 20-24) / FA (% 1-5) içeren HDPE esaslı kompozit malzemelerin kompozisyonları.

Numune No	Numune	HDPE (%)	IFR (%)		FA (%)
			APP	PER	
HDPE12	HDPE24IFR1FA	75	18,00	6,00	1
HDPE13	HDPE23IFR2FA	75	17,25	5,75	2
HDPE14	HDPE22IFR3FA	75	16,50	5,50	3
HDPE15	HDPE21IFR4FA	75	15,75	5,25	4
HDPE16	HDPE20IFR5FA	75	15,00	5,00	5

HDPE esaslı kompozit malzeme kompozisyonlarına benzer olarak PP esaslı kompozit malzemelere % 40'a kadar oranlarda silanlanmış uçucu kül ilavesi planlanmıştır. Yüksek oranlarda silanlanmış uçucu kül ile birlikte % 3 oranında maleik anhidrit (MAGPP- Olebond 7401 HH) kullanılmak suretiyle üretilen malzeme kompozisyonları Tablo 3.10'da verilmiştir.

Tablo 3.10: FA dolgulu PP esaslı kompozit malzemelerin kompozisyonları.

Numune No	Numune	PP (%)	FA (%)	MAGPP (%)
PP	PP	100	0	0
PP1	PPMA5FA	92	5	3
PP2	PPMA10FA	87	10	3
PP3	PPMA20FA	77	20	3
PP4	PPMA30FA	67	30	3
PP5	PPMA40FA	57	40	3

Ayrıca PP esaslı kompozit malzemelerde de ısıl bozunma ve yanma direncinin dikkate değer oranda artırılması için kabaran alev geciktirici (IFR) sistemin tek başına ve farklı oranlarda (% 1 - 5) FA ile birlikte kullanımının etkilerinin belirlenebilmesi için farklı kompozisyonlar belirlenmiştir. PP esaslı kompozit malzemelerin üretimlerinde IFR oranı % 25'te sabit tutulurken FA ilavesi oranında PP malzemede azaltma yapıldığı kompozisyonlar Tablo 3.11'de verilmiştir.

Tablo 3.12'de ise PP oranı % 75'te sabit tutulurken % 1 – 5 aralığında değişen FA ilavesi oranlarında IFR miktarında azaltma yapılan kompozit malzemelerin kompozisyonları verilmiştir.

Tablo 3.11: IFR (% 25) / FA (% 1-5) içeren PP esaslı kompozit malzemelerin kompozisyonları.

Numune No	Numune	PP (%)	IFR (%)		FA (%)
			APP	PER	
PP6	PP25IFR	75	18,75	6,25	-
PP7	PP25IFR1FA	74	18,75	6,25	1
PP8	PP25IFR2FA	73	18,75	6,25	2
PP9	PP25IFR3FA	72	18,75	6,25	3
PP10	PP25IFR4FA	71	18,75	6,25	4
PP11	PP25IFR5FA	70	18,75	6,25	5

Tablo 3.12: IFR (% 20-24) / FA (% 1-5) içeren PP esaslı kompozit malzemelerin kompozisyonları.

Numune No	Numune	PP (%)	IFR (%)		FA (%)
			APP	PER	
PP12	PP24IFR1FA	75	18,00	6,00	1
PP13	PP23IFR2FA	75	17,25	5,75	2
PP14	PP22IFR3FA	75	16,50	5,50	3
PP15	PP21IFR4FA	75	15,75	5,25	4
PP16	PP20IFR5FA	75	15	5	5

ABS esaslı kompozit malzeme üretimleri için yine öncelikle kütlece % 5 – 40 aralığında uçucu külün dolgu maddesi olarak kullanılacağı ve kütleli olarak % 3 oranında maleik anhidrit (MAgABS - Olebond 7404) içeren kompozisyonlar Tablo 3.13'te verilmiştir.

Tablo 3.13: FA dolgulu ABS esaslı kompozit malzemelerin kompozisyonları.

Numune No	Numune	ABS (%)	FA (%)	MAgABS (%)
ABS	ABS	100	0	0
ABS1	ABSMA5FA	92	5	3
ABS2	ABSMA10FA	87	10	3
ABS3	ABSMA20FA	77	20	3
ABS4	ABSMA30FA	67	30	3
ABS5	ABSMA40FA	57	40	3

ABS esaslı kompozit malzeme üretimlerinde ekstruder kullanımı ve enjeksiyonla kalıplama işlemlerinde HDPE ve PP esaslı kompozit malzeme üretimlerine göre daha yüksek (220 °C) sıcaklıklara çıkılması gereklidir. Ancak HDPE

ve PP malzemelerde kullanılan IFR içinde bulunan PER maddesi bu sıcaklıkta ısı bozunmaya uğrayacağı için bu sıcaklıklara dayanıklı yeni alev geciktirici sistemlerin sentezlenmesine ihtiyaç duyulmuştur. Bu kapsamda yapılan araştırmalar sonucu alüminyum dietil fosfinat (AlPi) ve APP'den oluşan yeni alev geciktirici (FR) sistemin sentezi incelemeye alınmıştır. Yeni alev geciktirici sistemde UL 94 dikey testi referans alınarak yanma direnci için optimum AlPi/APP oranı 1/1 olarak tespit edilmiştir (Realinho ve diğ. 2018, Bachinger ve diğ. 2022, Yıldız ve diğ. 2023).

HDPE ve PP esaslı kompozit malzeme kompozisyonlarına benzer olarak FR oranı % 25'te sabit tutulurken FA ilavesi oranında (% 1 - 5) ABS malzemede azaltma yapılan kompozisyonlar (Tablo 3.14) ve ABS oranı % 75'te sabit tutulurken FA ilavesi oranında FR'de azaltma yapılan kompozisyonlar planlanmıştır (Tablo 3.15).

Tablo 3.14: FR (% 25) / FA (% 1-5) içeren ABS esaslı kompozit malzemelerin kompozisyonları.

Numune No	Numune	ABS (%)	FR (%)		FA (%)
			APP	AlPi	
ABS6	ABS25FR	75	12,50	12,50	-
ABS7	ABS25FR1FA	74	12,50	12,50	1
ABS8	ABS25FR2FA	73	12,50	12,50	2
ABS9	ABS25FR3FA	72	12,50	12,50	3
ABS10	ABS25FR4FA	71	12,50	12,50	4
ABS11	ABS25FR5FA	70	12,50	12,50	5

Tablo 3.15: FR (% 20-24) / FA (% 1-5) içeren ABS esaslı kompozit malzemelerin kompozisyonları.

Numune No	Numune	ABS (%)	FR (%)		FA (%)
			APP	AlPi	
ABS12	ABS24FR1FA	75	12,00	12,00	1
ABS13	ABS23FR2FA	75	11,50	11,50	2
ABS14	ABS22FR3FA	75	11,00	11,00	3
ABS15	ABS21FR4FA	75	10,50	10,50	4
ABS16	ABS20FR5FA	75	10,00	10,00	5

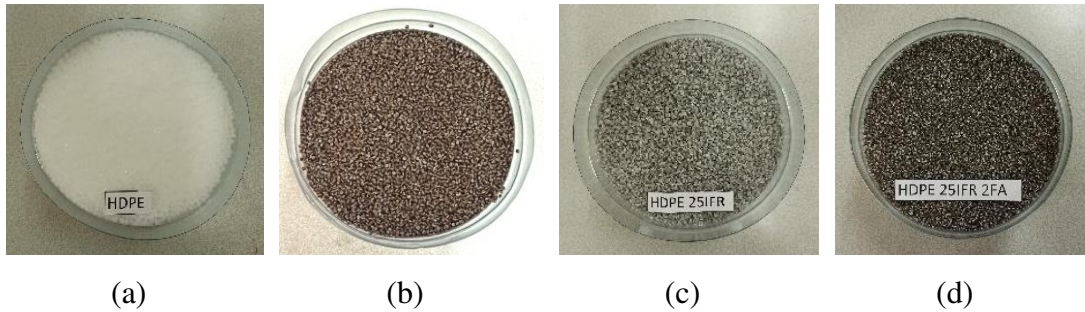
Kompozit bileşenlerinin içerik ve oranlarının belirlenmesi sonrasında bütün bileşenlerin homojen karışımını içeren granülleri üretmek için Erciyes Üniversitesi Nanoteknoloji Araştırma Merkezinde bulunan Gülnar Makina GM-TWIN 16/40 model çift vidalı ekstruder kullanılmıştır (Şekil 3.9). Tüm malzemeler ekstrüzyon öncesinde 60 °C kurutma sıcaklığında en az 4 saat fanlı kurutma fırınında

bekletilmiştir. Ekstrüzyon makinesinin besleme kısmından başlayarak 6 ısıtma bölgesi bulunmaktadır. Bu ısıtıcılar polimerlere uygun sıcaklıklara ayarlanarak üretim öncesinde sıcaklıkların kararlı hale gelmesi için belirli bir süre beklenmiştir.



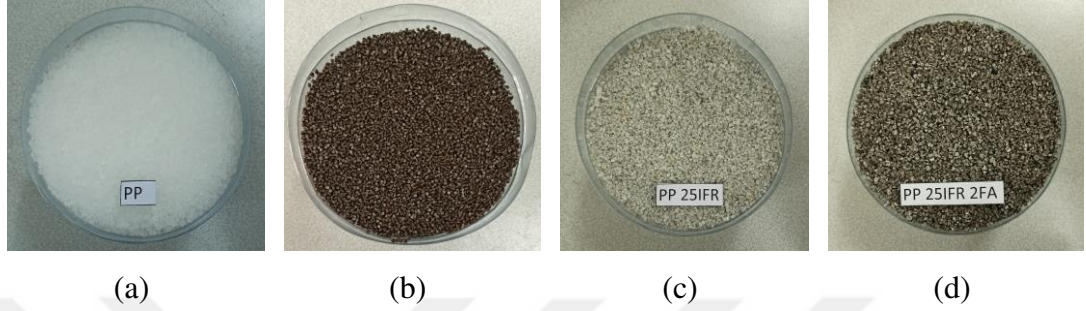
Şekil 3.9: Çift vidalı ekstruder.

HDPE esaslı malzemeler için malzeme girişi olan boğazdan çıkışa kadar ekstruder 6 ısıtma bölgesi için sıcaklık değerlerinin sıralaması 35 °C, 170 °C, 180 °C, 185 °C, 180 °C ve 170 °C şeklinde belirlenmiştir. HDPE ve örnek olarak ekstruderden çıkan HDPE2, HDPE6 ve HDPE8 kompozitlerin malzemelerin ekstruder çıkışında kırılarak elde edilen granüllerinin görünümleri Şekil 3.10’da verilmektedir.



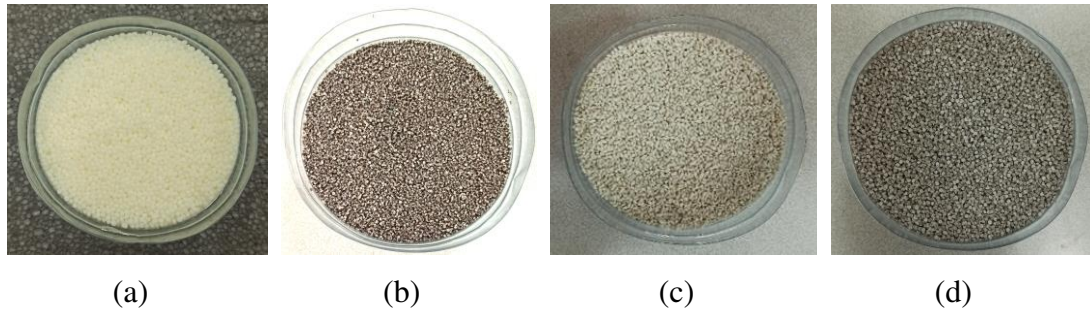
Şekil 3.10: a) HDPE, b) HDPE2, c) HDPE6 ve d) HDPE8 malzemelerin granüllerinin görünümleri.

Homojen yapıda PP esaslı kompozit malzeme granülü üretebilmek için çift vidalı ekstruderin malzeme girişinden itibaren 6 ısıtma bölgesi için sıcaklık değerleri 35 °C, 170 °C, 180 °C, 190 °C, 180 °C ve 170 °C olacak şekilde ayarlama yapılmıştır. PP ve örnek olarak ekstruderden çıkan PP2, PP6 ve PP8 malzemelerinin kırılmış hali Şekil 3.11’de görülmektedir.



Şekil 3.11: a) PP, b) PP2, c) PP6 ve d) PP8 malzemelerin granüllerinin görüntüleri.

ABS esaslı kompozit malzemeler için belirlenen ABS ve diğer katkıların homojen bir karışımının sağlanması amacıyla kullanılan çift vidalı ekstruderin boğazdan çıkışa kadar 6 ısıtma bölgesi için sıcaklık değerlerinin sıralaması 35 °C, 200 °C, 205 °C, 210 °C, 205 °C ve 200 °C şeklinde ayarlanmıştır. ABS ve örnek olarak ekstruderden çıkan ABS2, ABS6 ve ABS8 malzemelerin granülleri Şekil 3.12’de görülmektedir.



Şekil 3.12: a) ABS, b) ABS2, c) ABS6 ve d) ABS8 malzemelerin granüllerinin görüntüleri.

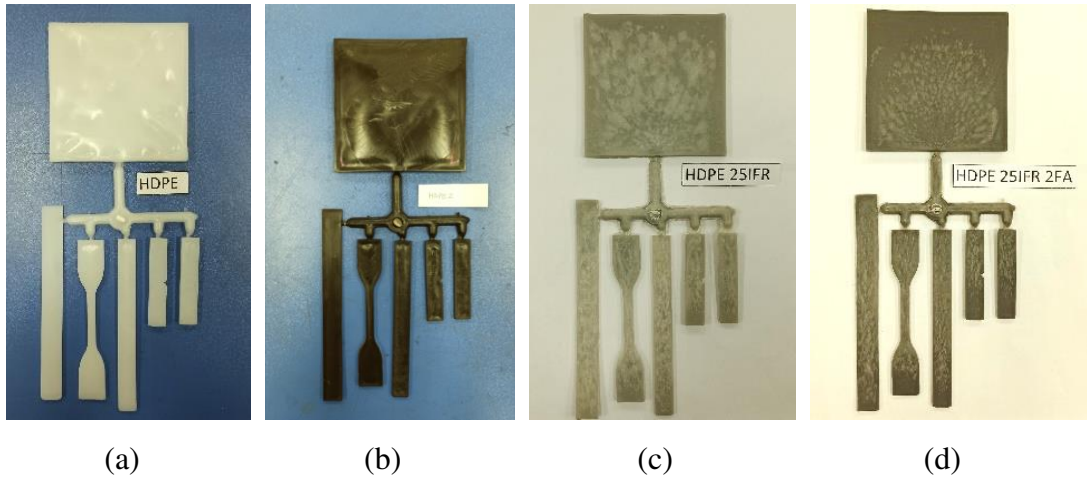
Kompozit granüllerin üretimi sonrasında polimer esaslı kompozit deney numunelerinin üretimi ise Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümü Kompozit Malzeme Üretim Laboratuvarında bulunan ve özel bir kalıba sahip plastik enjeksiyon makinesi kullanılmıştır (Şekil 3.13). Tüm malzemeler enjeksiyon kalıplama işlemi öncesinde 60 °C kurutma sıcaklığında en az 4 saat fanlı kurutma fırınında bekletilmiştir. Enjeksiyon makinesinin besleme

kısımından başlayarak 4 ısıtma bölgesi bulunmaktadır. Bu ısıtıcılar polimerlere uygun sıcaklıklara ayarlanarak üretim öncesinde sıcaklıkların kararlı hale gelmesi için belirli bir süre beklenmiştir.

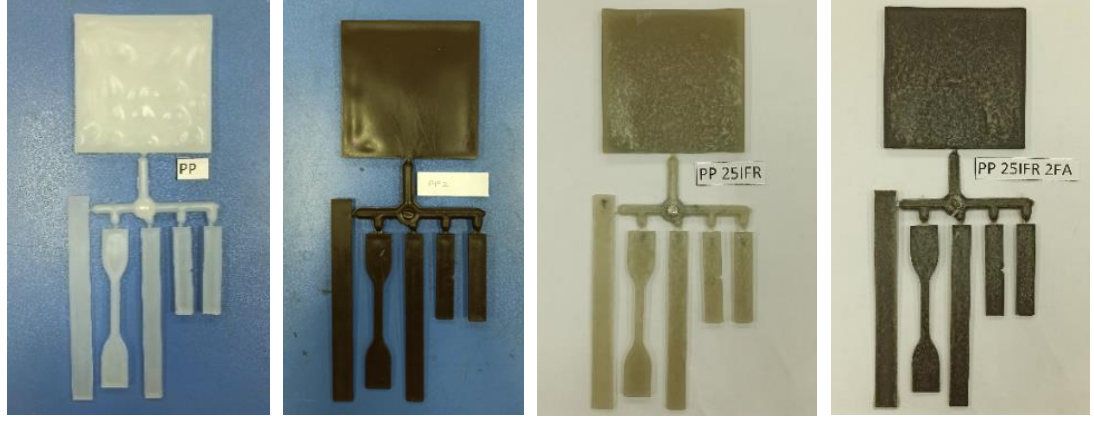


Şekil 3.13: Plastik enjeksiyon makinesi.

HDPE, PP, HDPE ve PP esaslı kompozit malzemeler için plastik enjeksiyon makinesinin besleme kısmından başlayarak 4 ısıtma bölgesinin sıcaklıkları sırasıyla 160 °C, 170 °C, 180 °C ve 190 °C sıcaklıklara ayarlanarak enjeksiyon kalıplama işlemleri gerçekleştirilmiştir. Üretilen HDPE ve örnek olarak HDPE2, HDPE6 ve HDPE8 kompozitlerin malzemelerin görünüşleri Şekil 3.14’te gösterilmiştir. Şekil 3.15’te PP ve örnek olarak PP2, PP6 ve PP8 kompozitlerin numune görünüşleri verilmiştir.



Şekil 3.14: a) HDPE, b) HDPE2, c) HDPE6 ve d) HDPE8 malzemelerin test numuneleri.



(a) (b) (c) (d)

Şekil 3.15: a) PP, b) PP2, c) PP6 ve d) PP8 malzemelerin test numuneleri.

ABS esaslı kompozit malzemelerin plastik enjeksiyon makinesinde besleme kısmından başlayarak 4 ısıtma bölgesi sırasıyla 200, 210, 220 ve 200 °C sıcaklıklar ayarlanarak işlemler gerçekleştirilmiştir. Bununla birlikte, malzeme viskozitesindeki artıştan dolayı enjeksiyonun zorlaşmasıyla kalıba yeterli malzemenin doldurulamaması sebebiyle % 40 FA içeren ABS5 üretimi gerçekleştirilememiştir. Üretilen numunelerin örnek görüntüleri Şekil 3.16’da gösterilmiştir.



(a) (b) (c) (d)

Şekil 3.16: a) ABS, b) ABS2, c) ABS6 ve d) ABS8 malzemelerin test numuneleri.

3.3 Test Yöntemleri

Üretimi tamamlanan malzemeler ısı, yanma ve mekanik özelliklerinin belirlenmesi için farklı testlere tabi tutulmuştur. Test edilecek numuneler, özel bir şartlandırıcı cihaz (Şekil 3.17) ile gerekli sıcaklık (23 ± 1 °C) ve bağıl nem ($\% 50 \pm 2$)

řartlarına getirilmiř ve bylece deneyler ortam řartlarından bağımsız olarak srekli standart zellikteki malzemelerle gerekleřtirilmiřtir.



řekil 3.17: Nve TK 252 řartlandırma nitesi.

İlave edilen dolgu/katkı maddelerinin, malzemenin ısı iletim katsayısına etkisi kızgın tel metodu esaslı ASTM C1113 standartlarına uygun olarak Kyoto QTM 500 ısı iletim katsayısı lm cihazı kullanılarak belirlenmiřtir (řekil 3.18). lmlerde PD-11 prop kullanılmıřtır.



řekil 3.18: Isı iletim katsayısı lm cihazı.

Üretilen malzemelerin ısıl bozunma davranışlarının belirlenmesinde Perkin Elmer Diamond TG/DTA cihazı kullanılmıştır (Şekil 3.19). Analizlerde yaklaşık $10 \pm 0,5$ mg kütledeki polimer, kompozit veya dolgu maddesi bileşenleri $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ısıtma hızlarında 200 ml/min debideki yüksek saflıkta azot gazı ortamında $30\text{ }^{\circ}\text{C} - 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklık aralığında gerçekleştirilmiştir. Analizlerde yüksek sıcaklığa dayanıklı alümina krozeler kullanılmıştır.



Şekil 3.19: Perkin Elmer Diamond termogravimetrik analiz (TGA) cihazı.

Diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) tekniği malzemelerin ısı analizi için kullanılan termoanalitik bir yöntemdir. Polimerlerin ısıtıldığı zaman uğrayacağı fiziksel değişimler hakkında bilgi verebilmektedir. Şekil 3.20’de tez kapsamında kullanılan Perkin Elmer DSC cihazı gösterilmiştir. DSC analizleri, yaklaşık 10 mg kütledeki numune ile $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ısıtma hızında 20 ml/min debideki yüksek saflıkta azot gazı ortamında $30\text{ }^{\circ}\text{C} - 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklık aralığında yapılmıştır. Analizlerde alüminyum numune kapları kullanılmıştır.



Şekil 3.20: Diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) cihazı.

Kompozit malzemelerin yanma direncini belirlemek için öncelikle UL-94V dikey yanma testi uygulanmıştır. Test düzeneğinde ASTM D 5025 yakma aparatı ve metan gazı kullanılmıştır. 125 mm x 13 mm x 3.2 mm ebatlarındaki test numunelerinin yanma testlerinin değerlendirme kriterleri Tablo 3.16’da verilmiştir (UL 94 Standart 1996) . Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümü Yanma Laboratuvarında bulunan test düzeneği ve bir numunenin test aşamasındaki görüntüleri Şekil 3.21’de gösterilmiştir.

Tablo 3.16: UL-94V Dikey yanma testi değerlendirme kriterleri.

Kriter Koşulları	UL 94 Yanma seviyesi		
	V-0	V-1	V-2
Alev uygulamasından sonra yanma süresi t_1 veya t_2 (s)	≤ 10 s	≤ 30 s	≤ 30 s
Toplam yanma süresi (5 yanma uygulaması) $t_1 + t_2$ (s)	≤ 50 s	≤ 250 s	≤ 250 s
İkinci yanma ve korlanma süresi $t_2 + t_3$ (s)	≤ 30 s	≤ 60 s	≤ 60 s
Yanan numunenin damlaması (pamuğun tutuşması)	Hayır	Hayır	Evet
Numunenin tamamen yanması	Hayır	Hayır	Hayır



a)

b)

Şekil 3.21: a) UL-94-V Dikey yanma test düzeneği ve b) bir numunenin test aşamasındaki görüntüsü.

Kompozitlerin tutuşma karakteristiklerinin belirlenmesi için sınırlayıcı oksijen indeksi (LOI) testi uygulanmıştır. Bu testte tahmin düzeyinden başlanarak aralık

daraltılarak tutuşma için limit oksijen değeri belirlenmiştir. Çalışmalar Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Tekstil Mühendisliği Bölümü laboratuvarında bulunan QUALITEST marka LOI test cihazı ile ASTM D 2863-17 standartlarına göre 125 mm x 6.5 mm x 3.2 mm boyutlarındaki numuneler ile gerçekleştirilmektedir. Şekil 3.22’de Qualitest LOI yanma test cihazı gösterilmiştir. Tablo 3.17’de LOI test değerlerinin sınıflandırmaları verilmiştir.



Şekil 3.22: Qualitest marka LOI yanma test cihazı.

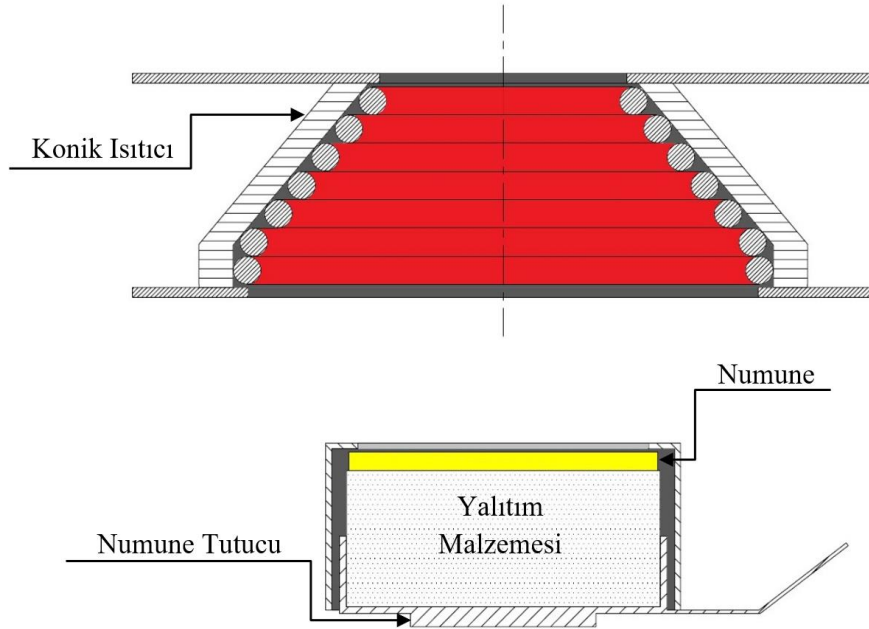
Tablo 3.17: LOI değerlerinin sınıflandırması (Schmidt 1999).

Sınıflandırma	LOI değer aralığı
Yanıcı	<% 24
Sınırlı yanma direnci	% 24-% 28
Yanmaya dirençli	% 29-%34
Ekstra yanma dirençli	>%34

Malzemelerin yanmaya karşı olan dayanımlarının ve malzemelerin yanma özellikleri ile ilgili detaylı parametrenin tespit edilmesinde kullanılan konik kalorimetre cihazı Şekil 3.23’te gösterilmiştir. Konik kalorimetre testleri ASTM E-1354-14 (2004) ve ISO-5660-1 (2002) standartlarına uygun şekilde 35 kW/m² ısı akısı altında gerçekleştirilmiştir. Testlerde kullanılan numunelerin boyutları 100 mm x 100 mm x 6 mm ölçülerinde olup test öncesi en az 24 saat süre ile 23 ± 1 °C sıcaklık ve % 50 ± 2 bağıl nem ortamına sahip şartlandırıcıda tutulmuştur. Konik kalorimetre testlerinde numuneler Şekil 3.24’te gösterildiği gibi yatay konumda konik ısıtıcı altına yerleştirilmiştir.



Şekil 3.23: Konik kalorimetre yanma test cihazı.



Şekil 3.24: Numunenin konik ısıtıcı altına yerleştirilmiş olarak şematik görüntüsü.

Testlerlerde farklı noktalardaki sıcaklıklar termokupllar ile, orifis plakada basınç farkı kalibre edilmiş dijital bir basınç farkı ölçer ile, numunedeki kütle kaybı bir yük hücresi ile, ısı emisyonu lazer sistemi ile, CO, CO₂, NO ve O₂ emisyonları emisyon ölçüm cihazları ile ölçülmüş olup veriler özel yazılım yardımıyla 1 s aralıklarla kaydedilmiştir. Konik kalorimetre testleri ile malzemelerin yanma sırasında zamana bağlı ısı yayılım hızı (HRR), toplam ısı yayılım miktarı (THR), tutuşma zamanı (TTI), kütle kayıp miktarı (ML), kütle kayıp hızı (MLR) ve etkin yanma ısısı (EHC) değerleri belirlenmiştir.

HRR (kW/m²) değerleri Denklem 3.1 kullanılarak hesaplanmıştır.

$$HRR = \left(\frac{1}{A_s} \cdot \frac{\Delta h_c}{r_0} \right) \cdot 1,10C \sqrt{\frac{\Delta P}{T_e} \frac{(X_{O_2}^0 - X_{O_2})}{(1,105 - 1,5X_{O_2})}} \quad (3.1)$$

burada, $\frac{\Delta h_c}{r_0} = 13100$ (kJ/kg), C orifis sabiti (kg^{1/2}.m^{1/2}.K^{1/2}), ΔP orifismetredeki basınç düşümü (Pa), $X_{O_2}^0$ test öncesi oksijen gazı konsantrasyonu, X_{O_2} testte değişen oksijen konsantrasyonu, A_s malzemelerin ısı akısına maruz kalan yüzey alanı (m²), T_e orifismetre girişindeki gaz sıcaklığı (K) olarak hesaplamaya girmiştir.

Zamana bağlı olarak değişimi belirlenen HRR'nin test başlangıcı (ts) ile bitişi (tf) arasındaki süre boyunca integrali alınarak toplam ısı yayılım miktarı (THR - kJ/m²) aşağıda verilen Denklem 3.2 kullanılarak hesaplanmıştır.

$$THR = \int_{ts}^{tf} HRR(t) \cdot dt \quad (3.2)$$

Aşağıdaki Denklem (3.3) kullanılarak etkin yanma ısısı (EHC, kJ/kg) tespit edilmiştir.

$$EHC = \frac{\sum \dot{q}(t) \Delta t}{m_s - m_f} \quad (3.3)$$

burada, Δt deney süresi (s), $\dot{q}(t)$ ısı yayılım hızı (kW), m_s malzemenin başlangıçtaki kütlesi (kg) ve m_f malzemenin test sonrasındaki kalan kütlesini (kg) göstermektedir.

Yük hücresi ile her bir saniyede ölçümü yapılan kütle değerleri kullanılarak kütle kayıp hızları (MLR) tespit edilmiştir. Denklem 3.4 ve 3.5 birinci ve ikinci saniyedeki değerleri, Denklem 3.6 ara zamanlardaki değerler ve Denklem 3.7 ve 3.8 son iki saniyedeki değerlerin hesaplanması için kullanılmıştır.

$$-[\dot{m}]_{i=0} = \frac{25m_0 - 48m_1 + 36m_2 - 16m_3 + 3m_4}{12\Delta t} \quad (3.4)$$

$$-[\dot{m}]_{i=1} = \frac{3m_0 + 10m_1 - 18m_2 + 6m_3 - m_4}{12\Delta t} \quad (3.5)$$

$$-[\dot{m}]_i = \frac{-m_{i-2} + 8m_{i-1} - 8m_{i+1} + m_{i+2}}{12\Delta t}, \quad (1 < i < n-1) \quad (3.6)$$

$$-[\dot{m}]_{i=n-1} = \frac{-3m_n - 10m_{n-1} + 18m_{n-2} - 6m_{n-3} + m_{n-4}}{12\Delta t} \quad (3.7)$$

$$-[\dot{m}]_{i=n} = \frac{-25m_n + 48m_{n-1} - 36m_{n-2} + 16m_{n-3} - 3m_{n-4}}{12\Delta t} \quad (3.8)$$

burada, m kütle değerlerini (g), Δt ölçüm zaman aralığını (s) ve $\dot{m}$ kütle kayıp hızını (g/s) (MLR) göstermektedir.

Ham ve kompozit malzemelerin çekme deneyleri ASTM D638-14 standardına uygun olarak Instron Tester 8801 universal çekme test cihazı kullanılarak 50 mm/min çekme hızı ile oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Her bir malzemeden en az 5 numune test edilerek ortalama değerler belirlenmiştir. Test cihazının görünümü Şekil 3.25'te verilmiştir.

Ham ve kompozit malzemelerin ASTM D 256-06a standardına uygun olarak çentiksiz ve çentikli numunelerinin oda sıcaklığında (23 °C) Izod darbe testleri Şekil 3.26'da gösterilen CEAST marka test cihazı ve 7,5 J çekiç kullanılmak suretiyle çentikli ve çentiksiz numuneler ile gerçekleştirilmiştir. Her bir malzemeden en az 3 numune test yapılarak ortalama değerler tespit edilmiştir.

Ham ve kompozit malzemelerin sertlik ölçümleri ASTM D2240 standartlarına göre Şekil 3.27'de gösterilen Shore D sertlik ölçüm cihazı ile belirlenmiştir.



Şekil 3.25: Instron Tester 8801 üniversal çekme test cihazı.



Şekil 3.26: CEAST Izod darbe test cihazı.



Şekil 3.27: Shore D sertlik ölçüm cihazı.

Ham ve kompozit malzemelerin Izod darbe deneylerinde kırılan yüzeylerin ve konik kalorimetre yanma testi sonrası kalan yüzeylerin özellikleri Pamukkale Üniversitesi İleri Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde (İLTAM) bulunan Zeiss Gemini marka Supra 40VP model taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazı ile analiz edilmiştir (Şekil 3.28). Ayrıca, yüzeylerdeki bulunan elementlerin tespiti de SEM cihazında bulunan EDX (Enerji Dağılım X ışını spektrometresi) dedektörü ile gerçekleştirilmiştir. İnceleme öncesi numunelerin yüzeyleri altın/paladyum (Au/Pd:80/20) ile kaplanmıştır.



Şekil 3.28: SEM cihazı.

4. YÜKSEK YOĞUNLUKLULU POLİETİLEN (HDPE) ESASLI KOMPOZİT MALZEMELER

Ham yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE), LOI değeri yaklaşık % 18 olan ve UL 94 V testinde sınıflandırma dışı (NR) kalan kolay tutuşan ve yanabilen bir malzemedir. HDPE esaslı kompozit malzemelerin ısıl bozunma ve yanma dirençlerini artırmak için farklı oranlarda ilave edilen uçucu kül, kabaran alev geciktirici ve uçucu kül/kabaran alev geciktirici sistemlerin malzeme özelliklerine etkileri bu bölümde sunulmaktadır.

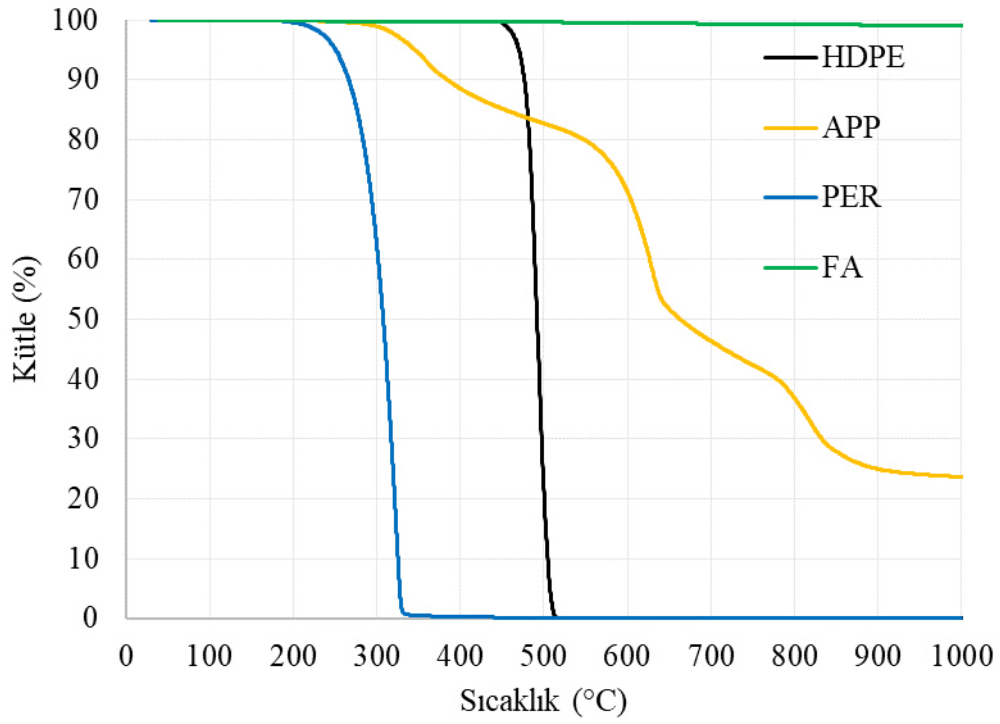
4.1 HDPE ve HDPE Esaslı Kompozitlerin Isıl Test Sonuçları

Ham HDPE ve tez kapsamında üretimi yapılan HDPE esaslı kompozit malzemelerin ısıl özelliklerini ve ısıl bozunma davranışlarını belirlemek amacıyla yapılan termogravimetrik (TG/DTG) analizlerin, diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) analizlerinin ve ısı iletim katsayısı ölçümlerinin sonuçlarına bu alt bölümde yer verilmiştir.

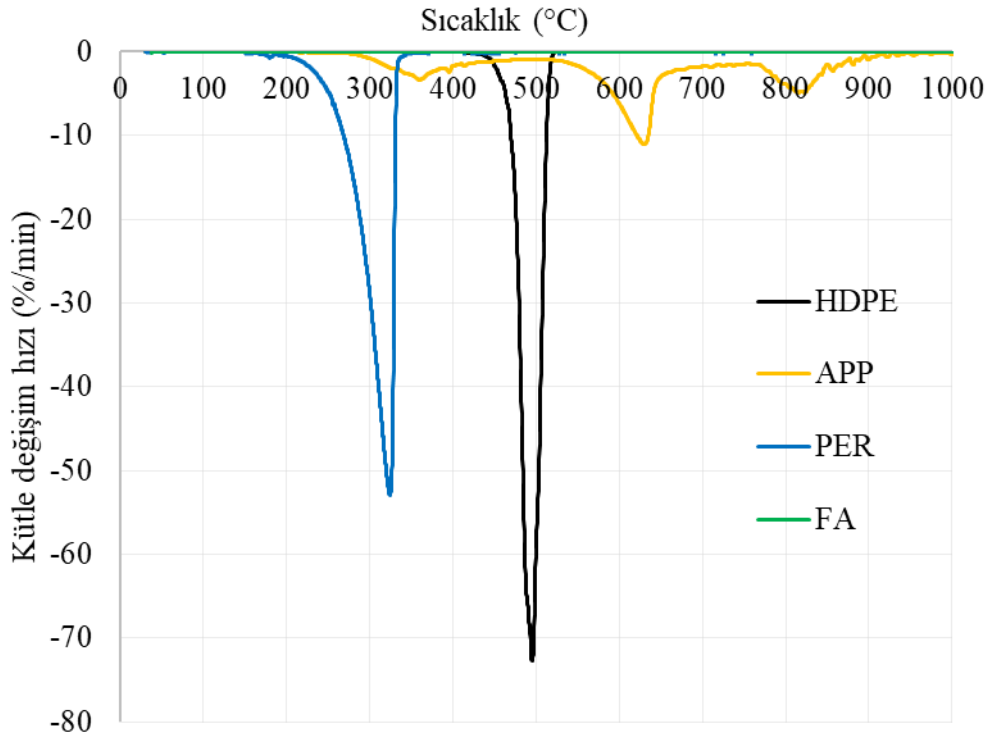
4.1.1 Termogravimetrik (TG/DTG) Analiz Sonuçları

Ham HDPE, kompozit malzeme üretiminde kullanılan kabaran alev geciktirici (IFR) bileşenleri olan amonyum polifosfat (APP) ve pentaeritritol (PER) (IFR bileşenleri) ve silanlanmış uçucu külün (FA) azot ortamı altında yapılan termogravimetrik analizleri ile elde edilen sıcaklığa bağlı kütle değişim (%) ve kütle değişim hızları (%/min) sırasıyla Şekil 4.1 ve Şekil 4.2’de verilmiştir. Ham HDPE malzemenin yaklaşık 430 °C ile 520 °C sıcaklık aralığında tek basamakta tamamen bozunduğu görülmektedir. Maksimum bozunma sıcaklığı ve hızı sırasıyla 495,1 °C ve -72,7 %/min olarak belirlenmiştir. IFR asit kaynağı ve kabarma ajanı olan APP, 300°C civarında bozunmaya başlayarak iki kademeli bir bozunma sürecinden geçmektedir. Kalan kütle oranının ise yaklaşık % 23 olduğu görülmektedir. Diğer IFR bileşeni ve karbon ajanı olan PER ise yaklaşık 140 °C ile başlayıp 400 °C sıcaklığa ulaşıldığında hemen hemen sona eren tek kademeli bozunma profili ortaya koymuştur. Silanlanmış

FA maddesinin analizinde dikkate değer bir ısıl bozunma meydana gelmediği, yaklaşık % 0,8 oranda kütle kaybı gerçekleştiği belirlenmiştir.

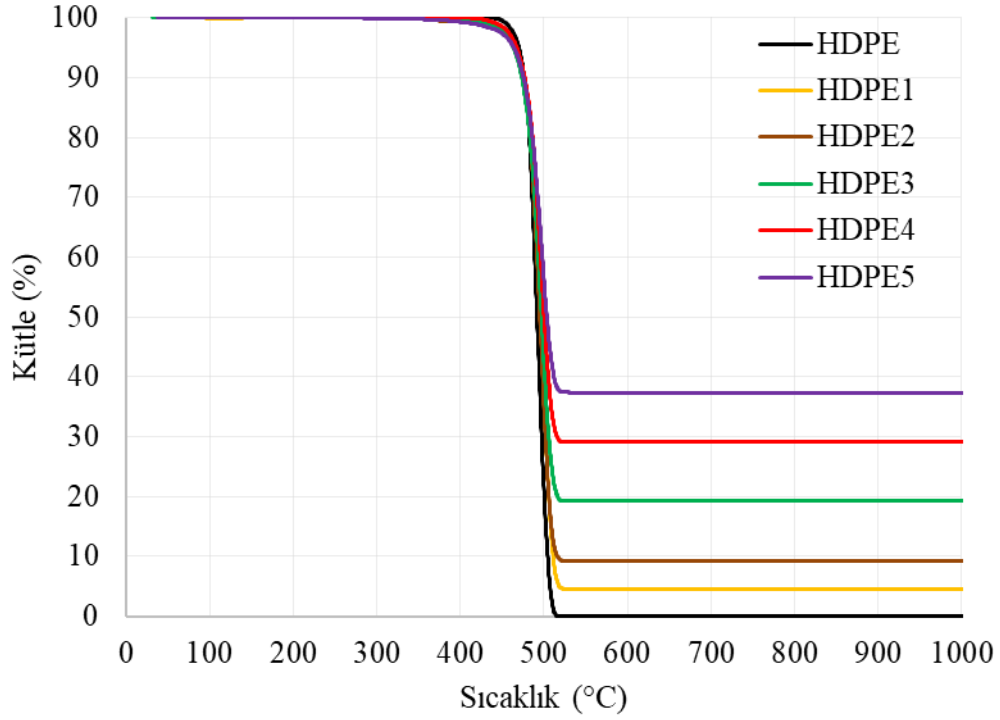


Şekil 4.1: HDPE ve dolgu maddelerinin kütle değişimleri.

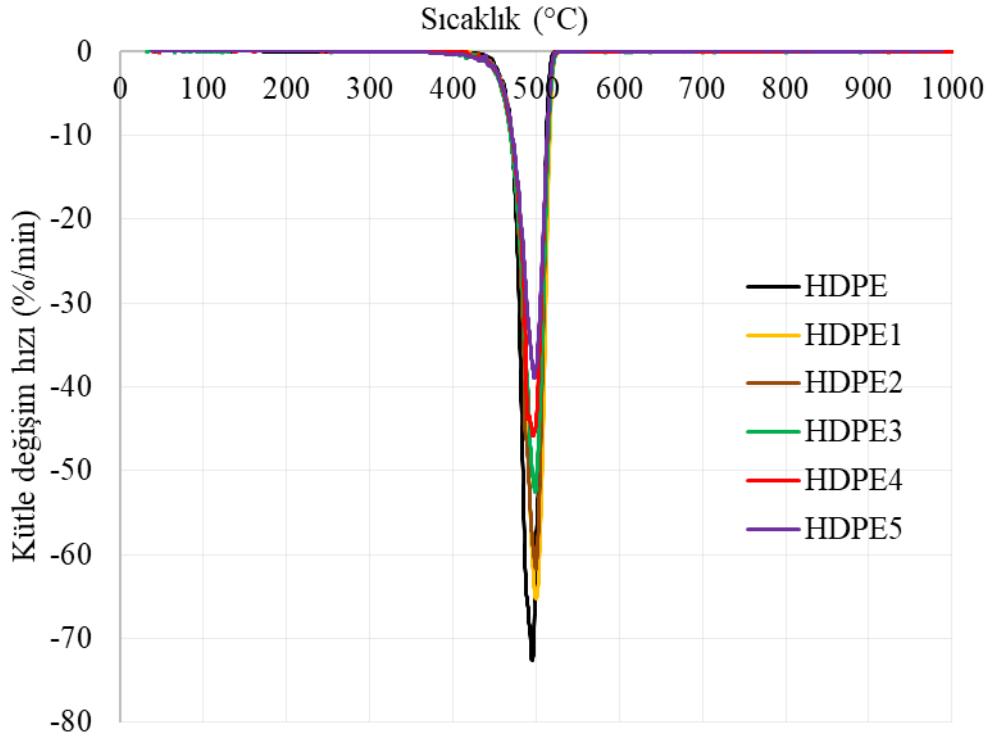


Şekil 4.2: HDPE ve dolgu maddelerinin kütle değişim hızları.

Şekil 4.3 ve Şekil 4.4'te ham HDPE, % 5, % 10, % 20, % 30 ve % 40 FA içeren HDPE esaslı kompozit malzemelerin (HDPE1, HDPE2, HDPE3, HDPE4, HDPE5) sıcaklığa bağlı olarak kütle değişim (%) ve kütle değişim hızları (%/min) verilmiştir.



Şekil 4.3: HDPE ve kompozitlerin (% 5-40 FA) kütle değişimleri.



Şekil 4.4: HDPE ve kompozitlerin (% 5-40 FA) kütle değişim hızları.

Tablo 4.1’de ise bütün malzemelerin % 5 ve % 50 kütle kaybına uğradığı noktadaki sıcaklıklar ($T_{\% 5}$ ve $T_{\% 50}$), bozunma hızının dolayısıyla kütle değişim hızının maksimum olduğu noktadaki sıcaklıklar (T_{maks}), kütle değişim hızının maksimum değerleri (R_{maks}) ve 1000°C sıcaklıktaki kalan kütle oranları m_{1000} (%) yer almaktadır.

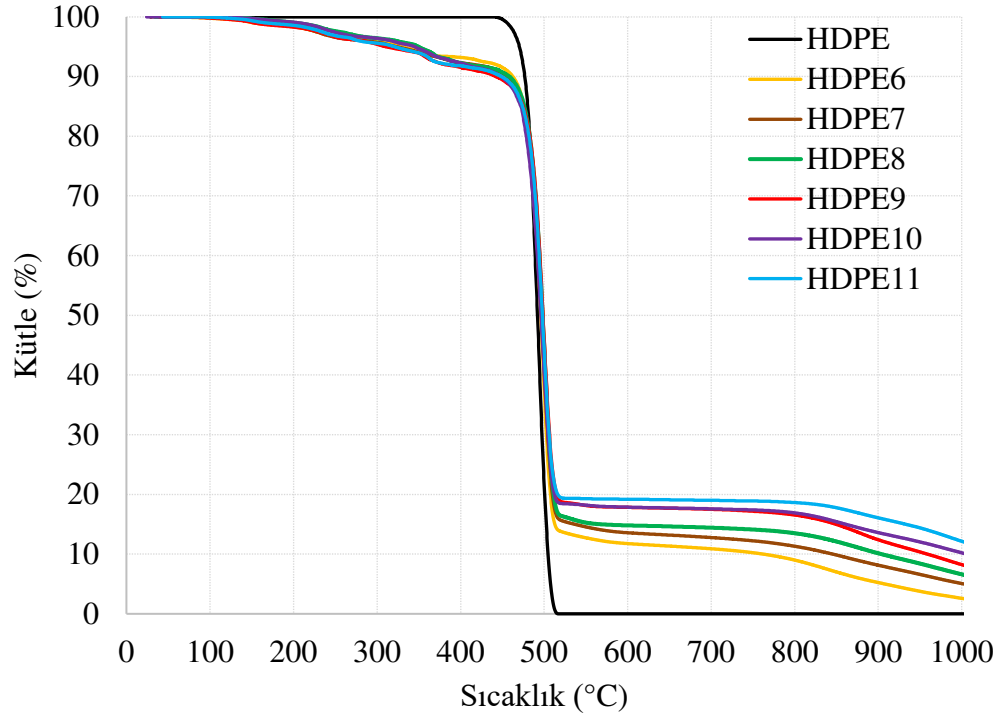
Tablo 4.1: HDPE ve kompozitlerin (% 5-40 FA) TGA sonuçları.

Numune No	$T_{\% 5}$ (°C)	$T_{\% 50}$ (°C)	T_{maks} (°C)	R_{maks} (%/min)	m_{1000} (%)
HDPE	470,3± 1	492,1 ± 1	495,1 ± 1	-72,7 ± 0,2	0
HDPE1	467,0 ± 1	496,3 ± 1	499,6 ± 1	-65,3 ± 0,2	4,5 ± 0,3
HDPE2	465,2 ± 1	495,5 ± 1	499,6 ± 1	-61,7± 0,2	9,2 ± 0,3
HDPE3	464,1 ± 1	497,5 ± 1	498,9 ± 1	-52,5 ± 0,2	19,2 ± 0,3
HDPE4	467,9 ± 1	500,4 ± 1	496,2 ± 1	-45,8 ± 0,2	29,1 ± 0,3
HDPE5	464,5 ± 1	503,7 ± 1	497,8 ± 1	-39,0 ± 0,2	37,5 ± 0,3

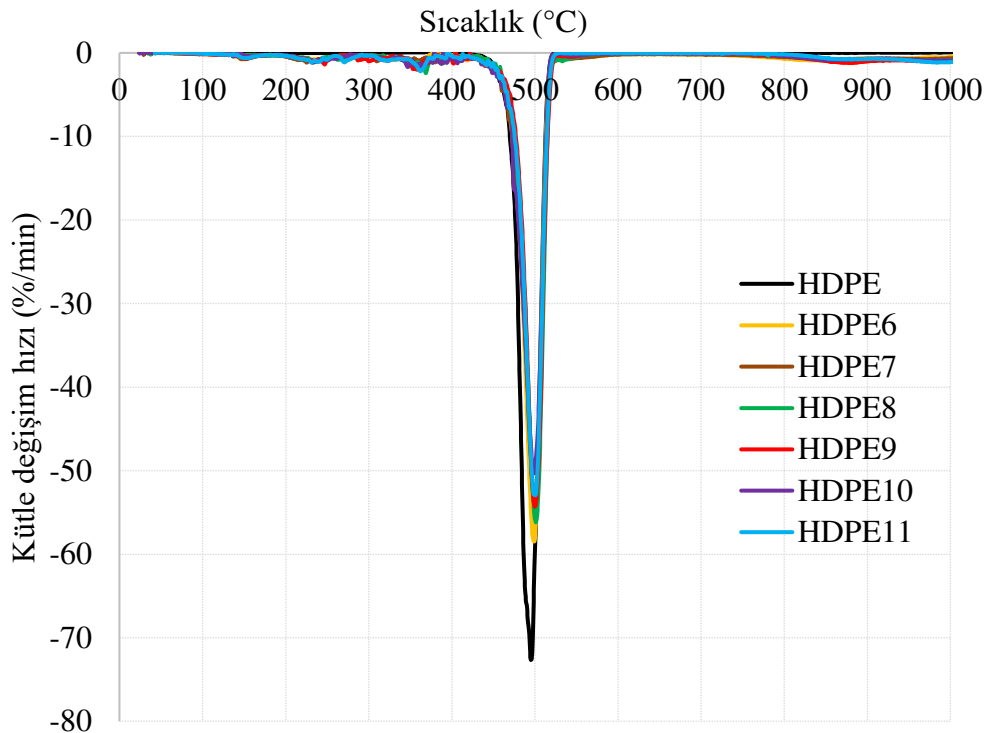
Sadece FA ilavesi ile üretilen HDPE esaslı kompozit malzemelerin de ham HDPE’e benzer şekilde tek basamakta bozunduğu, FA’nın bozunma karakteristiğini dikkate değer şekilde değiştirmedeği tespit edilmiştir. Genel olarak FA ilavesi ile bozunma sıcaklıklarında büyük bir değişim görülmez iken maksimum bozunma hızlarında kayda değer azalmalar görülmüştür. % 40 oranında FA ilavesi ile T_{maks} 495,1 °C den 497,8 °C’ye çıkarken, R_{maks} % 72,7’den % 39,0’a düşmüştür. Ham HDPE’in tamamen bozunmasına rağmen, FA’nın ısı kararlılığına bağlı olarak, FA içeren kompozit malzemelerin (HDPE1, HDPE2, HDPE3, HDPE4, HDPE5) bozunma sonrası 1000 °C’de kalan kütle oranları sırasıyla % 4,5, % 9,2, % 19,2, % 29,1 ve % 37,5 olduğu tespit edilmiştir. Artan FA oranıyla kalan kütle oranında artış belirlenmiştir (Abu Zahra ve diğ. 2015, Verma ve diğ. 2018).

Şekil 4.5 ve Şekil 4.6’da ise IFR (% 25) ve IFR (% 25) / FA (% 1 – 5) içeren kompozitlerin termogravimetrik analizinden elde edilen sıcaklığa bağlı kütle değişim (%) ve kütle değişim hızlarının (%/min) grafikleri verilmiştir. Tablo 4.2’de ise grafiklerden elde edilen $T_{\% 5}$, $T_{\% 50}$, T_{maks} , R_{maks} ve m_{1000} değerleri verilmiştir. Genel olarak IFR ilavesi ile kompozit malzemelerin daha erken ısıl bozunmaya başladığı görülmektedir. Bunun sebebi, IFR bileşikleri olan PER ve APP’ın erken bozunması ile açıklanabilmektedir (Demirhan ve diğ., 2023, Wang ve diğ. 2019, Zhang ve diğ. 2017). Bu erken bozunmaya bağlı olarak $T_{\% 5}$ değerleri azalırken APP ve PER’ün erken

bozunması ile oluşan karbon tabakasının etkisi ile T_{50} ve T_{maks} değerlerinde az da olsa artışlar ve R_{maks} değerlerinde azalmalar tespit edilmiştir. % 25 IFR ilavesi ile T_{maks} 499,3 °C'ye çıkarken R_{maks} değerinde yaklaşık olarak % 19,5 oranında düşme gerçekleşmiştir (Coimbra ve diğ. 2022).



Şekil 4.5: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) kütle değişimleri.



Şekil 4.6: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) kütle değişim hızları.

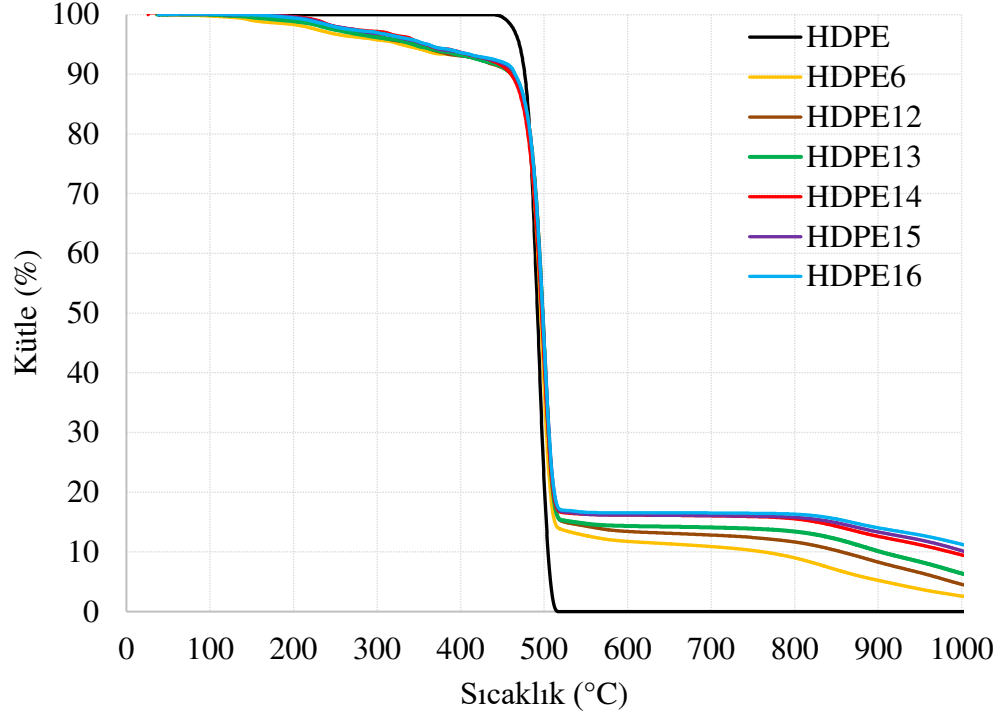
Tablo 4.2: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) TGA sonuçları.

Numune No	T _{% 5} (°C)	T _{% 50} (°C)	T _{maks} (°C)	R _{maks} (%/min)	m ₁₀₀₀ (%)
HDPE	470,3 ± 1	492,1 ± 1	495,1 ± 1	-72,7 ± 0,2	0
HDPE6	329,0 ± 1	495,9 ± 1	499,3 ± 1	-58,5 ± 0,2	2,45 ± 0,3
HDPE7	322,6 ± 1	496,8 ± 1	500,2 ± 1	-54,2 ± 0,2	4,77 ± 0,3
HDPE8	349,5 ± 1	498,3 ± 1	501,0 ± 1	-56,0 ± 0,2	6,24 ± 0,3
HDPE9	310,3 ± 1	498,7 ± 1	500,2 ± 1	-54,3 ± 0,2	7,78 ± 0,3
HDPE10	344,5 ± 1	496,1 ± 1	498,6 ± 1	-50,3 ± 0,2	9,83 ± 0,3
HDPE11	320,7 ± 1	497,8 ± 1	500,5 ± 1	-53,0 ± 0,2	11,67 ± 0,3

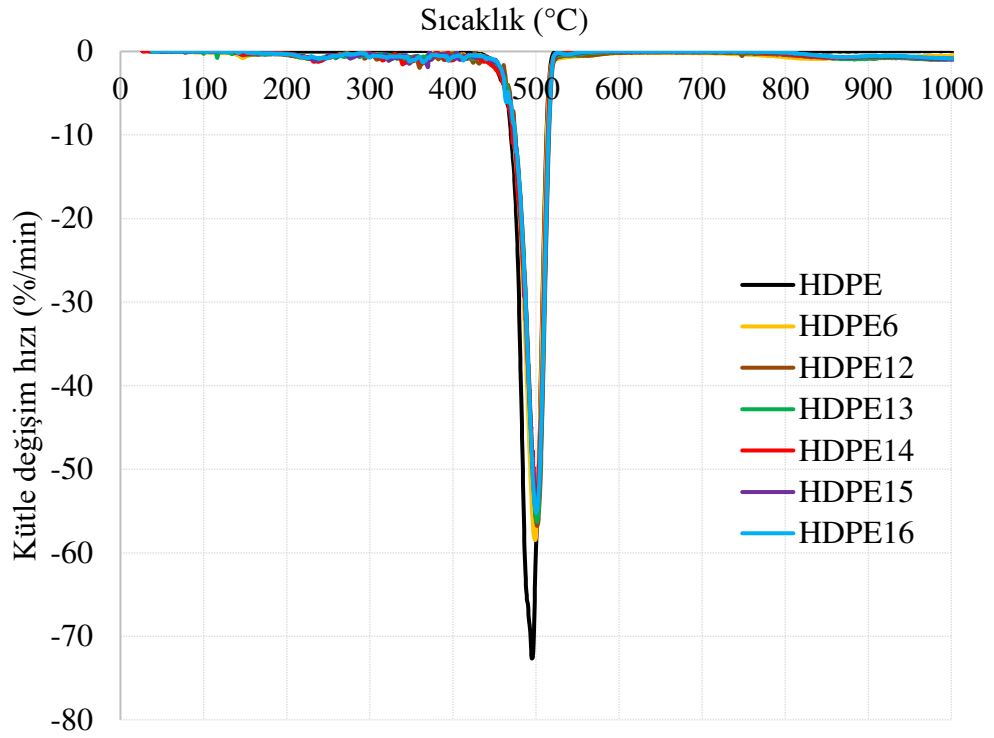
FA ilavesinin T_{maks} değerlerinin bir miktar daha artışına ve R_{maks} değerlerinin azalmasına sebep olduğu belirlenmiştir. Bunlara ek olarak, IFR ve IFR/FA ilavelerinin 1000 °C’de kalan kütle miktarlarında artışa sebep oldukları tespit edilmiştir. Sadece % 25 IFR ilavesi ile kalan kütle oranı % 2,45 iken % 5 FA ilavesi ile bu oran % 11,67’ye çıkmıştır.

Şekil 4.7 ve Şekil 4.8’de ise % 20 ile % 24 arasında değişen oranlarda IFR ve % 1 ile % 5 arası oranlarda FA içeren kompozit malzemelerin termogravimetrik analizinden elde edilen sıcaklığa bağlı kütle değişim (%) ve kütle değişim hızlarının (%/min) grafikleri verilmiştir. Tablo 4.3’te ise grafiklerden elde edilen T_{% 5}, T_{% 50}, T_{maks}, R_{maks} ve m₁₀₀₀ değerleri sunulmuştur. Bu kompozit malzemelerde de IFR’ye bağlı erken bozunma başlangıcı gerçekleşmiş, farklı olarak ise IFR oranının azalmasına bağlı olarak bu etkinin azaldığı belirlenmiştir.

HDPE ve HDPE6 numunelerinde 470,3 °C ve 329,0°C olan T_{%5} sıcaklığının HDPE12 - HDPE16 aralığındaki numunelerde 343,7 °C - 360,6 °C aralığında değiştiği tespit edilmiştir. Yine bu malzemelerde T_{max} değerlerinin 499,4 °C ile 501,1 °C, R_{max} değerlerinin 53,5 %/min ile 56,8 %/min aralığında değiştiği belirlenmiştir. Ayrıca, FA ilavesi ile kalan kütle oranlarının (m₁₀₀₀) arttığı görülmektedir. En fazla kalan kütle oranını ise (% 11,27) yine en fazla FA içeren kompozit malzemenin (HDPE16) bozunmasında tespit edilmiştir.



Şekil 4.7: HDPE ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) kütle değişimleri.



Şekil 4.8: HDPE ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) kütle değişim hızları.

Tablo 4.3: HDPE ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) TGA sonuçları.

Numune No	T % 5 (°C)	T % 50 (°C)	T _{maks} (°C)	R _{maks} (%/min)	m ₁₀₀₀ (%)
HDPE	470,3 ± 1	492,1 ± 1	495,1 ± 1	-72,7 ± 0,2	0
HDPE6	329,0 ± 1	495,9 ± 1	499,3 ± 1	-58,5 ± 0,2	2,45 ± 0,3
HDPE12	349,6 ± 1	498,4 ± 1	499,4 ± 1	-56,8 ± 0,2	4,57 ± 0,3
HDPE13	343,7 ± 1	498,0 ± 1	501,1 ± 1	-56,3 ± 0,2	6,39 ± 0,3
HDPE14	358,4 ± 1	496,9 ± 1	500,6 ± 1	-53,5 ± 0,2	9,50 ± 0,3
HDPE15	359,2 ± 1	498,3 ± 1	501,1 ± 1	-54,5 ± 0,2	10,20 ± 0,3
HDPE16	360,6 ± 1	498,2 ± 1	500,2 ± 1	-55,2 ± 0,2	11,27 ± 0,3

4.1.2 Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analiz Sonuçları

DSC analizleri ile belirlenen ham HDPE ve % 5 ile % 40 aralığında FA içeren kompozitlerin ergime entalpileri (H_m), kristalizasyon entalpileri (H_c), ergime sıcaklıkları (T_m) ve kristalizasyon sıcaklıkları (T_c) Tablo 4.4'te yer almaktadır.

Ham HDPE malzemenin H_m değeri 220,0 J/g, T_m değeri 138,1 °C, H_c değeri 222,5 J/g ve T_c değeri 114,9 °C olarak belirlenmiştir. Ham HDPE ile karşılaştırıldığında kompozit malzemelerde FA oranının artışına bağlı olarak T_m sıcaklığında en fazla 1,8 °C azalma ve T_c sıcaklığında ise en fazla 2,8°C artış görülmüştür (Porabka ve diğ. 2015, Yao ve diğ. 2018). H_m ve H_c değerlerinde ise yaklaşık % 42'ye varan oranlarda azalmalar belirlenmiştir.

Tablo 4.4: HDPE ve kompozitlerin (% 5-40 FA) DSC analiz sonuçları.

Numune No	H_m (J/g)	H_c (J/g)	T_m (°C)	T_c (°C)
HDPE	220,0 ± 0,4	222,5 ± 0,4	138,1 ± 0,5	114,9 ± 0,5
HDPE1	200,2 ± 0,4	205,5 ± 0,4	136,5 ± 0,5	117,4 ± 0,5
HDPE2	190,3 ± 0,4	196,4 ± 0,4	137,6 ± 0,5	116,7 ± 0,5
HDPE3	173,8 ± 0,4	179,7 ± 0,4	136,3 ± 0,5	117,7 ± 0,5
HDPE4	152,6 ± 0,4	155,9 ± 0,4	137,3 ± 0,5	117,2 ± 0,5
HDPE5	127,5 ± 0,4	129,1 ± 0,4	137,6 ± 0,5	117,3 ± 0,5

Tablo 4.5'te % 25 IFR ve % 1-5 FA içeren kompozit malzemelerin DSC analiz sonuçları karşılaştırılmıştır. HDPE6 malzemenin H_m , H_c ve T_m değerleri düşerken T_c değerinde artış olmuştur. HDPE6 malzemenin H_m değeri 159,8 J/g, T_m değeri 135,4 °C, H_c değeri 161,1 J/g ve T_c değeri 120,9 °C olarak tespit edilmiştir. FA ilavesi (% 1 – 5 aralığında) ile H_m ve H_c düşerken T_m ve T_c değerlerinde dikkate değer değişimler olmamıştır (Deepthi ve diğ. 2010, Porabka ve diğ. 2015). En fazla FA içeren HDPE11 malzemesinin H_m değeri 148,6 J/g, T_m değeri 136,3 °C, H_c değeri 154,4 J/g ve T_c değeri 119,9 °C olarak belirlenmiştir.

Tablo 4.5: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) DSC analiz sonuçları.

Numune No	H_m (J/g)	H_c (J/g)	T_m (°C)	T_c (°C)
HDPE	220,0 ± 0,4	222,5 ± 0,4	138,1 ± 0,5	114,9 ± 0,5
HDPE6	159,8 ± 0,4	161,1 ± 0,4	135,4 ± 0,5	120,9 ± 0,5
HDPE7	155,8 ± 0,4	160,7 ± 0,4	136,6 ± 0,5	119,9 ± 0,5
HDPE8	155,7 ± 0,4	161,3 ± 0,4	134,4 ± 0,5	121,1 ± 0,5
HDPE9	153,0 ± 0,4	159,2 ± 0,4	134,3 ± 0,5	121,3 ± 0,5
HDPE10	148,5 ± 0,4	155,9 ± 0,4	135,5 ± 0,5	120,4 ± 0,5
HDPE11	148,6 ± 0,4	154,4 ± 0,4	136,3 ± 0,5	119,9 ± 0,5

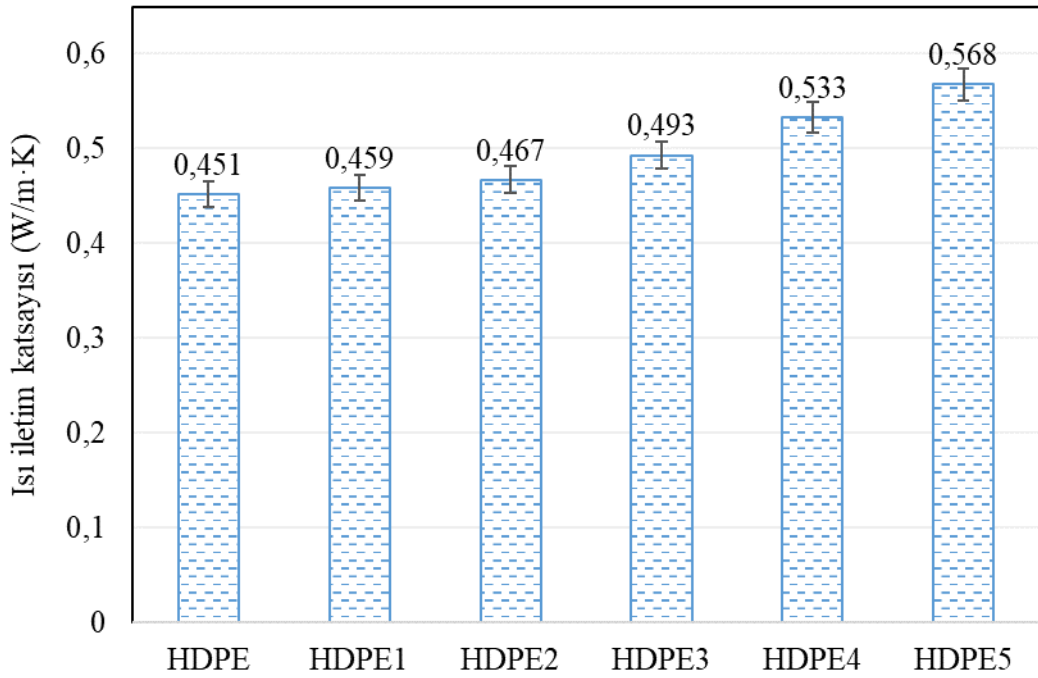
Tablo 4.6'da ise % 20-24 IFR ve % 1-5 FA içeren kompozit malzemelerinin DSC analiz sonuçları karşılaştırılmıştır. IFR oranı azaltılarak aynı oranda FA ilavesi ile elde edilen kompozit malzemelerin (HDPE12, HDPE13, HDPE14, HDPE15, HDPE16) değerlerinin % 25 IFR içeren kompozite (HDPE6) yakın değerlerde olduğu görülmektedir.

Tablo 4.6: HDPE ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) DSC analiz sonuçları.

Numune No	H_m (J/g)	H_c (J/g)	T_m (°C)	T_c (°C)
HDPE	220,0 ± 0,4	222,5 ± 0,4	138,1 ± 0,5	114,9 ± 0,5
HDPE6	159,8 ± 0,4	161,1 ± 0,4	135,4 ± 0,5	120,9 ± 0,5
HDPE12	153,8 ± 0,4	153,7 ± 0,4	136,7 ± 0,5	119,8 ± 0,5
HDPE13	160,3 ± 0,4	164,1 ± 0,4	135,8 ± 0,5	120,0 ± 0,5
HDPE14	162,6 ± 0,4	163,9 ± 0,4	137,2 ± 0,5	118,7 ± 0,5
HDPE15	158,5 ± 0,4	162,0 ± 0,4	136,3 ± 0,5	119,5 ± 0,5
HDPE16	164,7 ± 0,4	169,2 ± 0,4	136,2 ± 0,5	119,9 ± 0,5

4.1.3 Isı İletim Katsayısı Ölçüm Sonuçları

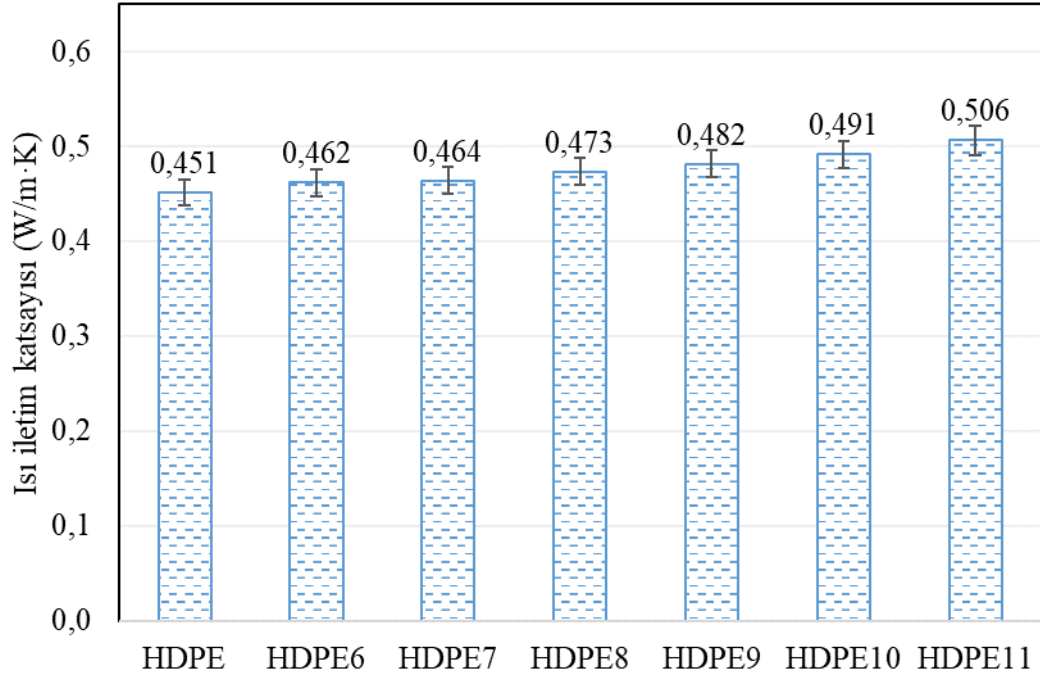
Şekil 4.9’da HDPE ve % 5 - % 40 aralığında FA içeren HDPE1, HDPE2, HDPE3, HDPE4 ve HDPE5 kompozit malzemelerin ısı iletim katsayılarının karşılaştırılması verilmiştir. Ham HDPE malzemenin ısı iletim katsayısı 0,451 W/m·K olarak ölçülmüştür. FA ilavesi ile orantılı olarak ısı iletim katsayılarında artış tespit edilmiştir. HDPE1, HDPE2, HDPE3, HDPE4 ve HDPE5 numunelerinin % 1,8, % 3,5, % 9,3, % 18,2 ve % 25,9 oranlarında artış ile ısı iletim katsayıları sırasıyla 0,459 W/m·K, 0,467 W/m·K, 0,493 W/m·K, 0,533 W/m·K ve 0,568 W/m·K olarak belirlenmiştir. Artan FA ilavesi ile ısı iletim katsayılarının artışı, polimer ağ içerisinde ana bileşeni SiO₂, Al₂O₃ ve Fe₂O₃ gibi ısı iletkenliği matris malzemeye göre yüksek olan FA partiküllerin varlığından kaynaklandığı değerlendirilmiştir (Baglari ve diğ. 2011, Alshabander ve diğ. 2018).



Şekil 4.9: HDPE ve kompozitlerin (% 5-40 FA) ısı iletim katsayıları.

Şekil 4.10’da HDPE, HDPE6, HDPE7, HDPE8, HDPE9, HDPE10 ve HDPE11 malzemelerinin ısı iletim katsayılarının yer aldığı grafik görülmektedir. Ham HDPE malzemenin 0,451 W/m·K olarak ölçülen ısı iletim katsayısının % 25 IFR ilavesiyle yaklaşık % 2,4 oranında artışla 0,462 W/m·K değerine yükselmiştir. % 25 IFR ile birlikte FA ilave edilmesiyle de ısı iletim katsayısında artış devam etmiştir (Baglari ve

diğ. 2011, Alshabander ve diğ. 2018). En fazla FA içeren HDPE11 malzemenin ısı iletim katsayısının HDPE malzemeye göre % 12,2 artışla 0,506 W/m·K'e ulaştığı tespit edilmiştir.



Şekil 4.10: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) ısı iletim katsayıları.

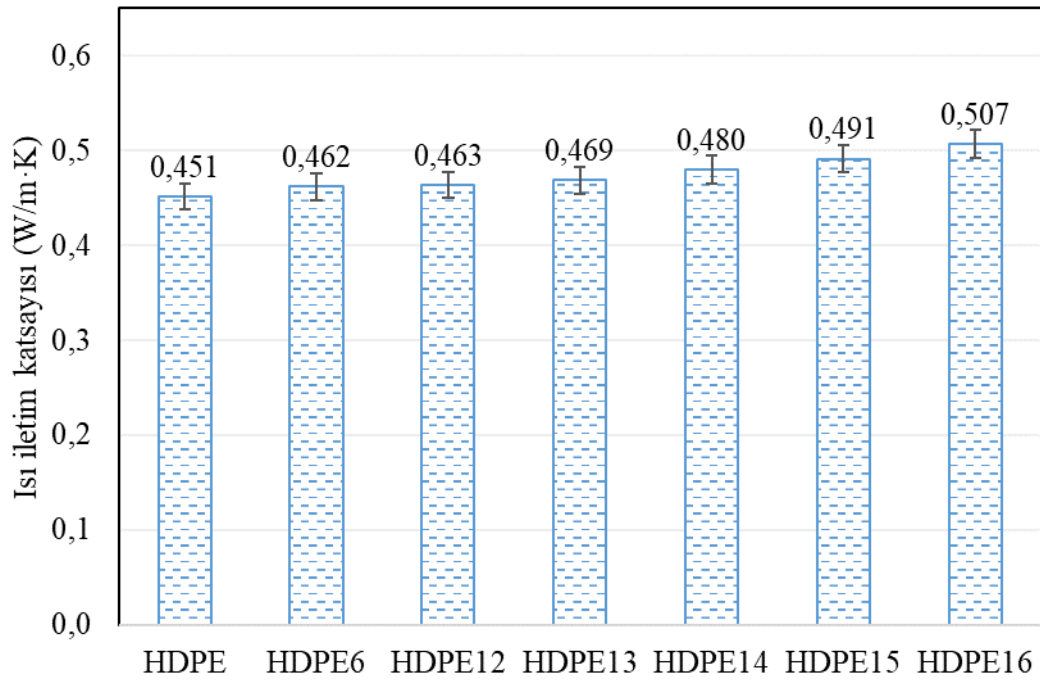
% 20 - 24 IFR ve % 1 - 5 FA aralığında FA içeren HDPE12, HDPE13, HDPE14, HDPE15 ve HDPE16 malzemelerin ısı iletim katsayılarının yer aldığı grafik Şekil 4.11'de verilmiştir. Bu kompozit malzemelerde de FA oranı arttıkça ısı iletim katsayılarının arttığı görülmektedir (Baglari ve diğ. 2011, Alshabander ve diğ. 2018). Kompozitlerin ısı iletim katsayıları ham HDPE malzemeye göre sırasıyla % 2,7, % 4,0, % 6,4, % 8,9 ve % 12,4 oranda artarak 0,463 W/m·K, 0,469 W/m·K, 0,480 W/m·K, 0,491 W/m·K ve 0,507 W/m·K değerlerine yükseldiği belirlenmiştir.

4.2 HDPE ve HDPE esaslı kompozitlerin Yanma Test Sonuçları

4.2.1 UL 94 Dikey Yanma ve Limit Oksijen Endeksi (LOI) Testleri

Tablo 4.7'de HDPE ve % 5 - 40 FA içeren HDPE esaslı kompozit malzemelerin UL94-V ve LOI test sonuçları verilmiştir. HDPE malzeme yapısı itibariyle yanabilen bir malzeme olduğu için UL94-V testinde tutuşmuş ve alev sönmezsizin tamamen

yanmış, yanma esnasında damlayarak pamuğu tutuşturmuş ve bu sebeple UL94-V testinde herhangi bir sınıflandırmaya girememiştir. % 5 - 40 oranlarında FA ilave edilen HDPE1, HDPE2, HDPE3, HDPE4 ve HDPE5 malzemelerin testlerinde de tutuşma, yanma, damlayarak pamuğu tutuşturma ve tutucuya kadar yanma meydana gelmiş ve bu malzemeler de UL94-V testinde herhangi bir sınıflandırmada yer alamamıştır (Chen ve diğ. 2019^b). Testlerde malzemelerin tamamen yanmasından dolayı test sonrası malzeme kalıntı görüntüleri sunulamamıştır.



Şekil 4.11: HDPE ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) ısı iletim katsayıları.

Tablo 4.7: HDPE ve kompozitlerin (% 5 - 40 FA) UL 94 V ve LOI test sonuçları.

Numune No	UL 94 V				LOI (%)
	Sınıflandırma	Damlama	Pamuk tutuşması	(t ₁ +t ₂) (s)	
HDPE	NR	Evet	Evet	BC	17,9 ± 0,3
HDPE1	NR	Evet	Evet	BC	19,0 ± 0,3
HDPE2	NR	Evet	Evet	BC	19,9 ± 0,3
HDPE3	NR	Evet	Evet	BC	19,9 ± 0,3
HDPE4	NR	Evet	Evet	BC	19,9 ± 0,3
HDPE5	NR	Evet	Evet	BC	19,9 ± 0,3

HDPE malzemenin LOI testinde % 17,9 değeri elde edilmiştir (Ghomi ve diğ. 2020, Chen ve diğ. 2019^b). % 5 ve % 10 FA ilave edilerek elde edilen HDPE1 ve HDPE2 malzemelerin LOI değerleri sırasıyla % 19 ve % 19,9'a yükseldiği belirlenmiştir. Bununla birlikte, FA içeriği % 10'un üzerine çıkarılmasıyla (% 20, % 30 ve % 40) LOI değerinde bir değişim oluşmamıştır. Malzemelerin LOI testi sonrası görüntüleri Şekil 4.12'de yer almaktadır.



Şekil 4.12: HDPE ve kompozitlerin (% 5-40 FA içerikli) LOI yanma testi sonrası görüntüleri.

Tablo 4.8'de HDPE, HDPE6 ve % 25 IFR/% 1 - 5 oranlarında FA içeren HDPE esaslı kompozitlerin UL 94V ve LOI test sonuçları verilmiştir. % 25 IFR ilave edilmesiyle LOI değeri % 25'e ulaşmış ve UL94 V testinde tutuşma gerçekleşmiş ancak daha sonra yanmanın 10 s'den fazla bir süre devam etmesini takiben alev sönmüş ve malzemenin ancak V-2 derecesini sağlayabildiği belirlenmiştir. Yanma direncinin artırılması için daha fazla IFR kullanımı veya IFR ile sinerjik etki yapabilecek başka bir madde ilave edilmesi gerektiği değerlendirilmiştir (Mu ve diğ. 2021). Bu kapsamda, % 25 IFR içeren malzemelere sinerjik etki oluşturmak amacıyla farklı oranlarda FA ilave edilmiştir. % 25 IFR ile birlikte % 1 FA ilave edilmesiyle elde edilen HDPE7 malzemenin LOI değeri % 26,1 olarak belirlenmiş olup, UL 94V testinde tutuşma olmasına rağmen damlama görülmemiştir. Toplam yanma süresi 10 s'yi aştığı için HDPE7 malzemenin V-1 derecesini sağlayabildiği tespit edilmiştir.

Kütlece % 2, % 3 ve % 4 FA içeren HDPE8, HDPE9 ve HDPE10 malzemeleri, tutuşma sonrası damlama olmamakla birlikte toplam yanma süreleri 10 s'nin altında kaldığı için V-0 şartını sağlamışlardır. Bu malzemelerin LOI değerleri de % 26,6 olarak belirlenmiştir. % 2 - % 4 aralığında FA ilavesinin IFR tarafından oluşturulan karbon tabakasını kuvvetlendirdiği için yanma direncinde dikkate değer artış olduğu değerlendirilmiştir (Song ve diğ. 2021, Demirhan ve diğ. 2023).

Tablo 4.8: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) UL 94 V ve LOI test sonuçları.

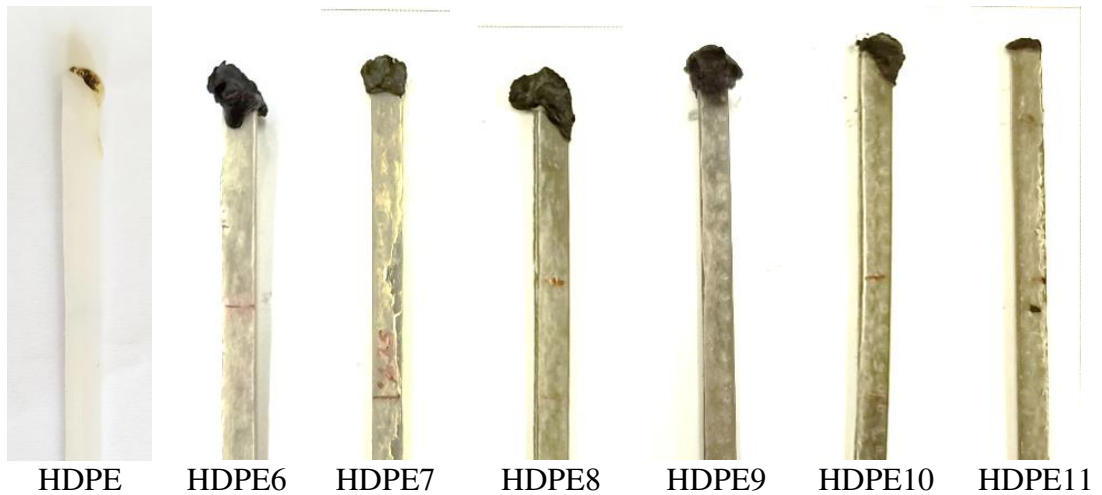
Numune No	UL 94 V				LOI (%)
	Sınıflandırma	Damlama	Pamuk tutuşması	(t ₁ +t ₂) (s)	
HDPE	NR	Evet	Evet	BC	17,9 ± 0,3
HDPE6	V-2	Evet	Evet	23	25,0 ± 0,3
HDPE7	V-1	Hayır	Hayır	12	26,1 ± 0,3
HDPE8	V-0	Hayır	Hayır	1	26,6 ± 0,3
HDPE9	V-0	Hayır	Hayır	1	26,6 ± 0,3
HDPE10	V-0	Hayır	Hayır	6	26,6 ± 0,3
HDPE11	NR	Evet	Evet	-	26,1 ± 0,3

FA oranının % 5 değerine artırılması ile malzemenin LOI değeri % 26,1'e düşerken UL 94V testinde herhangi bir sınıflandırmaya giremediği tespit edilmiştir. Bu kapsamda % 5 FA ilavesinin malzemenin tutuşma ve yanma direncine olumsuz etki yaptığı değerlendirilmiştir (Song ve diğ. 2021, Demirhan ve diğ. 2023, Ullah ve diğ. 2017). Şekil 4.13'te HDPE ve kompozit malzemelerin UL 94 V yanma testi sonrası görüntüleri verilmiştir. % 5 FA içeren malzeme dışında diğer IFR içeren malzemelerin uçlarında karbonlaşmış yapılar açıkça görülmektedir.

**Şekil 4.13:** HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) UL 94V yanma testi sonrası görüntüleri.

Kabaran alev geciktirici sistemlerin olduğu polimerlerde karbon tabaka kalınlığı ve yapısını etkileyen en önemli faktörlerden birinin malzeme matrisinin eriyik viskozitesi olduğu rapor edilmiştir (Alongi ve diğ. 2015, Zhang ve diğ. 2017). Etkin bir karbon tabakası oluşumu için eriyik viskozitesinin uygun bir aralıkta olması gerekmektedir. Eriyik viskozitesi çok düşük olduğunda kuvvetli bir karbon tabakası oluşturulamamakta, çok yüksek olduğunda da ise kabarma sağlanamamaktadır (Gerard ve diğ. 2012, Alongi ve diğ. 2015, Li ve diğ. 2019^a, Zhang ve diğ. 2022^a).

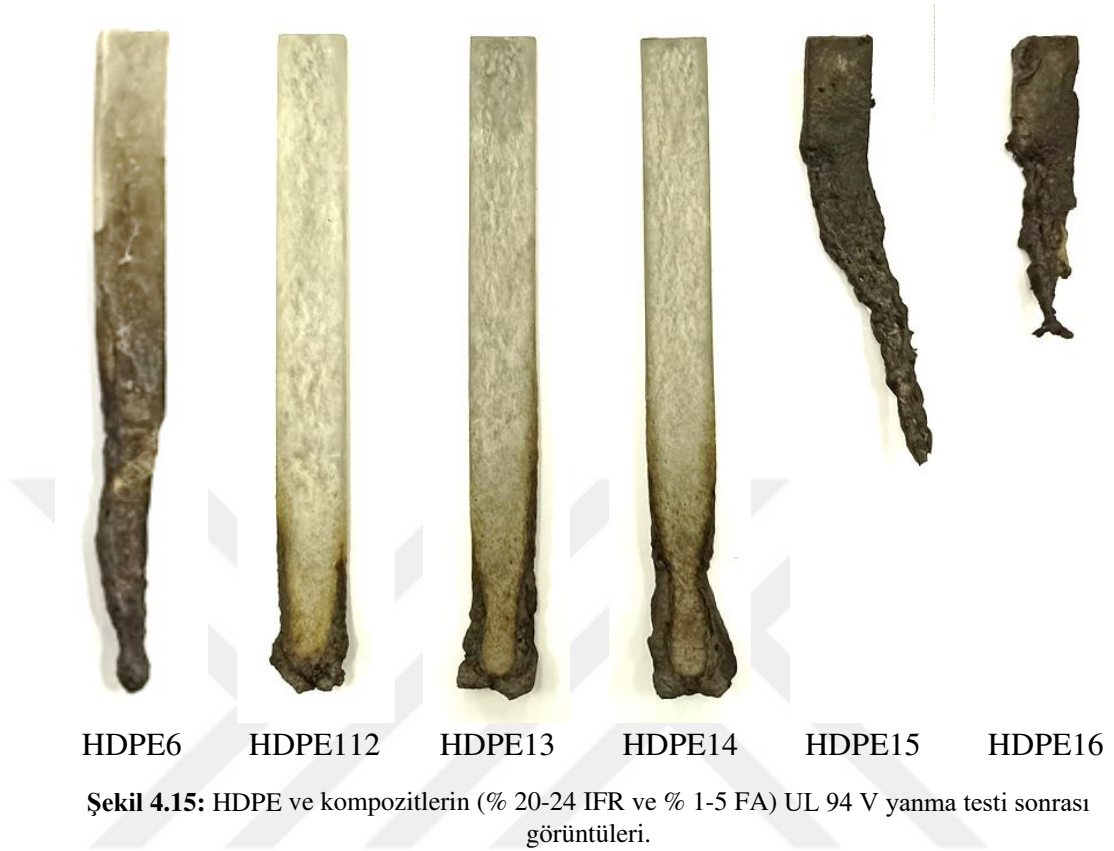
Sinerjik etki sağlamak amacıyla IFR sistemine ilave edilen inorganik dolgu maddelerinin eriyik viskozitesini artırdığı bilinmektedir (Zhang ve diğ. 2022^a, Gerard ve diğ. 2012). Artan eriyik viskozitesinin belirli bir noktaya kadar artışıyla, gazlaşan kütlenin ve ısı geçişini engelleyen yoğun karbon tabakası oluşumu desteklenmektedir (Fan ve diğ. 2013, Unlu ve diğ. 2017, Yuan ve diğ. 2017). % 1 – 4 FA ilavesi IFR ile sinerjik etki oluşturarak kompozit malzemenin yanma dayanımını artırırken, % 5 FA ilavesi ise kabarmayı kısmi olarak engelleyecek şekilde eriyik viskozitesini artırdığı için olumsuz etki yaparak malzemenin yanma direncinin azaldığı değerlendirilmiştir (Ullah ve diğ. 2017, Wang ve Zhao 2019). Şekil 4.14'te HDPE ve kompozit malzemelerin (% 25 IFR ve % 1 - 5 FA) LOI yanma testi sonrası görüntüleri yer almaktadır.



Şekil 4.14: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) LOI yanma testi sonrası görüntüleri.

Tablo 4.9'da % 20 - 24 IFR ve % 1 – 5 FA içeren kompozit malzemelerin UL 94V ve LOI test sonuçları karşılaştırılmıştır. HDPE12, HDPE13 ve HDPE14 malzemeleri V-1 derecesini sağlayabilmişlerdir. HDPE15 ve HDPE16 numuneleri ise sınıflandırma dışında kalmışlardır. Artan FA oranı ile IFR oranı düştüğü için yeterli

seviyede karbon tabaka oluşturulmadığı değerlendirilmiştir. Şekil 4.15'te numunelerin UL 94 V yanma testi sonrası görüntüleri yer almaktadır.



HDPE12 malzemesinde LOI değeri % 26,1'e artarken HDPE13 ve HDPE14 malzemelerde LOI değerleri % 25'e gerilemiştir. HDPE15 ve HDPE16 numunelerin LOI değerleri ise sırasıyla % 24,1 ve % 23,1 olduğu belirlenmiştir. Şekil 4.16'da malzemelerin UL 94 V testi sonrası görüntüleri yer almaktadır.

Tablo 4.9: HDPE ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) UL 94 V ve LOI test sonuçları.

Numune No	UL 94 V				LOI (%)
	Sınıflandırma	Damlama	Pamuk tutuşması	(t ₁ +t ₂) (s)	
HDPE	NR	Evet	Evet	BC	17,9 ± 0,3
HDPE6	V-2	Evet	Evet	23	25,0 ± 0,3
HDPE12	V-1	Hayır	Hayır	12	26,1 ± 0,3
HDPE13	V-1	Hayır	Hayır	14	25,0 ± 0,3
HDPE14	V-1	Hayır	Hayır	14	25,0 ± 0,3
HDPE15	NR	Evet	Evet	-	24,1 ± 0,3
HDPE16	NR	Evet	Evet	-	23,1 ± 0,3



Şekil 4.16: HDPE ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) LOI yanma testi sonrası görüntüleri.

4.2.2 Konik Kalorimetre Test Sonuçları

Ham ve kompozit malzemelerin konik kalorimetre yanma testleri ASTM E-1354-14 (2004) ve ISO-5660-1 (2002) standartlarına uygun olarak orta seviye bir yangını temsil eden 35 kW/m^2 ısı akısında gerçekleştirilmiştir. Testler ile ham ve kompozit malzemelerin tutuşma süreleri (TTI), ısı yayılım hızları (HRR), maksimum ısı yayılım hızları (PHRR), toplam ısı yayılım değerleri (THR), kütle kayıp hızları (MLR), kütle değişimleri, CO_2 , CO, NO ve is emisyon değişimleri elde edilmiştir.

HDPE ve % 10, % 20, % 30 ve % 40 oranlarında FA içeren HDPE2, HDPE3, HDPE4 ve HDPE5 malzemelerinin konik kalorimetre testlerinden elde edilen sonuçlar (TTI, PHRR, THR ve kalan kütle değerleri) Tablo 4.10'da verilmiştir.

Tablo 4.10: HDPE ve kompozitlerin (% 10-40 FA) konik kalorimetre yanma test sonuçları.

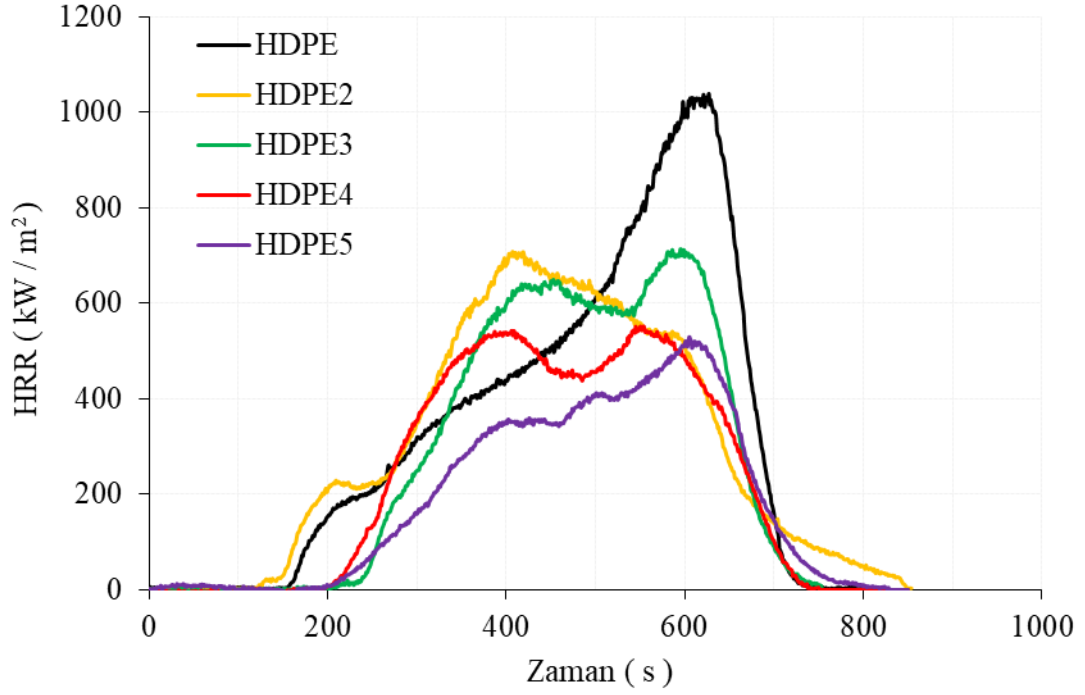
Numune	TTI (s)	PHRR (kW/m^2)	THR (MJ/m^2)	Kalan Kütle (%)
HDPE	153 ± 1	1039 ± 5	$269,6 \pm 0,2$	0
HDPE2	135 ± 1	708 ± 5	$248,1 \pm 0,2$	$8,7 \pm 0,5$
HDPE3	230 ± 1	714 ± 5	$222,0 \pm 0,2$	$18,3 \pm 0,5$
HDPE4	193 ± 1	552 ± 5	$195,2 \pm 0,2$	$28,1 \pm 0,5$
HDPE5	165 ± 1	530 ± 5	$157,3 \pm 0,2$	$37,2 \pm 0,5$

Şekil 4.17 ve Şekil 4.18’de zamana bağlı olarak malzemelerin ısı yayılım hızları (HRR) ve toplam ısı yayılım miktarlarındaki (THR) değişimler yer almaktadır. Ham HDPE malzemesi 35 kW/m^2 ısı akısına maruz kalmasının ardından 153 s sonra tutuşmuş ve hızla yanarak PHRR değeri 1039 kW/m^2 ve THR değeri $269,6 \text{ MJ/m}^2$ ulaşmış olup kalan kütle olmaksızın yanma tamamlanmıştır. FA ilaveleriyle PHRR ve THR değerlerinde büyük oranda düşüşler meydana gelmiştir. Maksimum düşüş sağlayan % 40 FA ilavesinin etkisiyle HDPE5 numunenin PHRR değeri yaklaşık % 49 düşüşle 530 kW/m^2 ve THR değeri de yaklaşık % 41,7 düşüşle $157,3 \text{ MJ/m}^2$ değerlerine gerilemiştir.

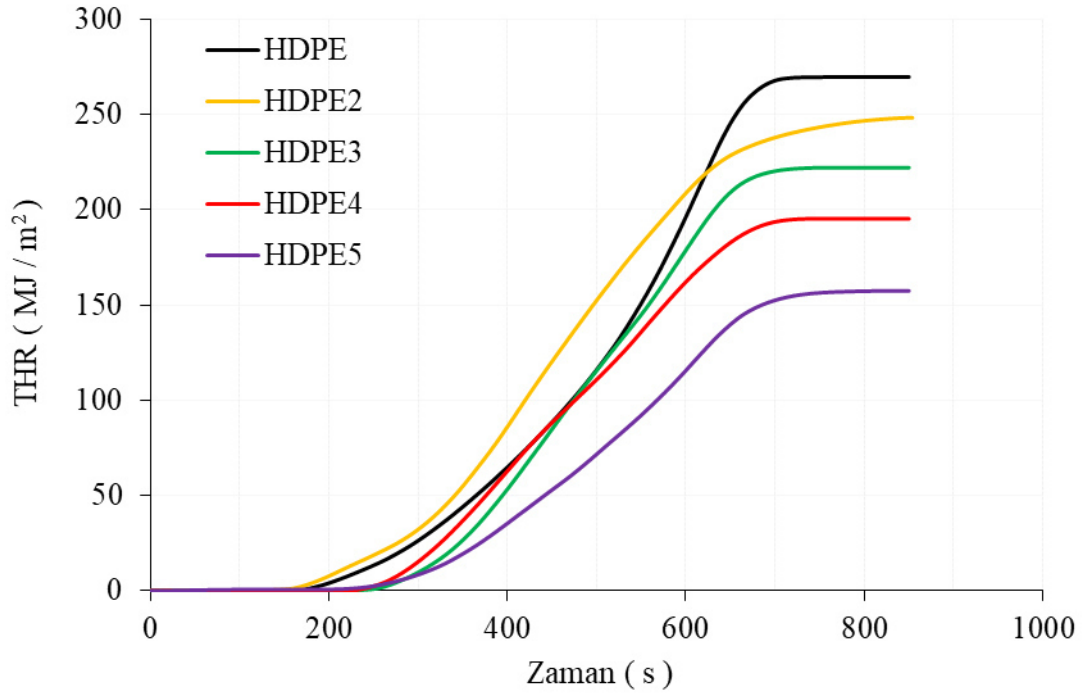
Şekil 4.19 ve Şekil 4.20’de MLR ve kütle değişim grafikleri görülmektedir. HDPE malzemenin tamamen yandığı ve yanma sonunda herhangi bir malzeme kalmadığı görülmektedir. HDPE2, HDPE3, HDPE4 ve HDPE5 numunelerden test sonunda kalan kütle oranları ise sırasıyla % 8,7, % 18,3, % 28,1 ve % 37,2 olarak belirlenmiştir.

Şekil 4.21’de CO_2 emisyon değişimleri verilmiştir. HRR, MLR ve CO_2 değişimleri madde ve ısı enerji dönüşüm süreçleri sebebiyle şekilsel benzerlik/paralellik göstermektedir (Pretrel ve diğ. 2013). CO_2 emisyonları göz önünde bulundurulduğunda ham HDPE malzemede maksimum CO_2 emisyon değeri % 2’nin üzerinde olmasına rağmen 40 FA içeren HDPE 5 numunede bu değer % 1’in altına inmiştir.

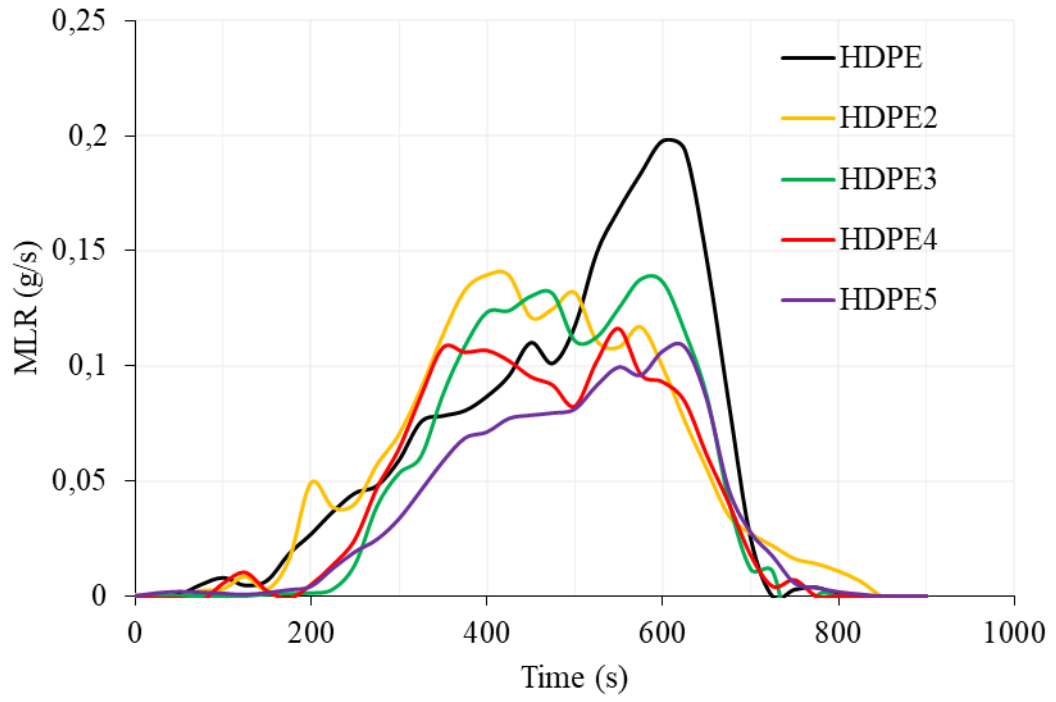
Şekil 4.22’de CO ve Şekil 4.23’te NO emisyonlarının zamana bağlı değişimleri görülmektedir. Zehirlenmelere sebep verdiği için dikkat edilmesi gereken emisyonlardan biri olan CO emisyonunun maksimum değeri HDPE numunede 180 ppm’in üzerinde iken HDPE5 numunede bu değer 100 ppm değerinin altına düşmüştür. Ayrıca toplam emisyon miktarında da düşüş meydana geldiği görülmektedir. Bir diğer önemli emisyon olan NO emisyonlarında ise yaklaşık 12 ppm olan maksimum değer, 5 ppm civarına kadar gerilemiştir. Şekil 4.24’te verilen is emisyonlarının değişimleri incelendiğinde FA ilavelisinin kompozitlerin is emisyonlarında da azalmaya sebep olduğu görülmektedir. Ham HDPE malzemede maksimum is değeri yaklaşık 8 l/m iken en fazla düşüşün meydana geldiği HDPE5 malzemede bu değer yaklaşık olarak 5 l/m değerine kadar gerilediği belirlenmiştir.



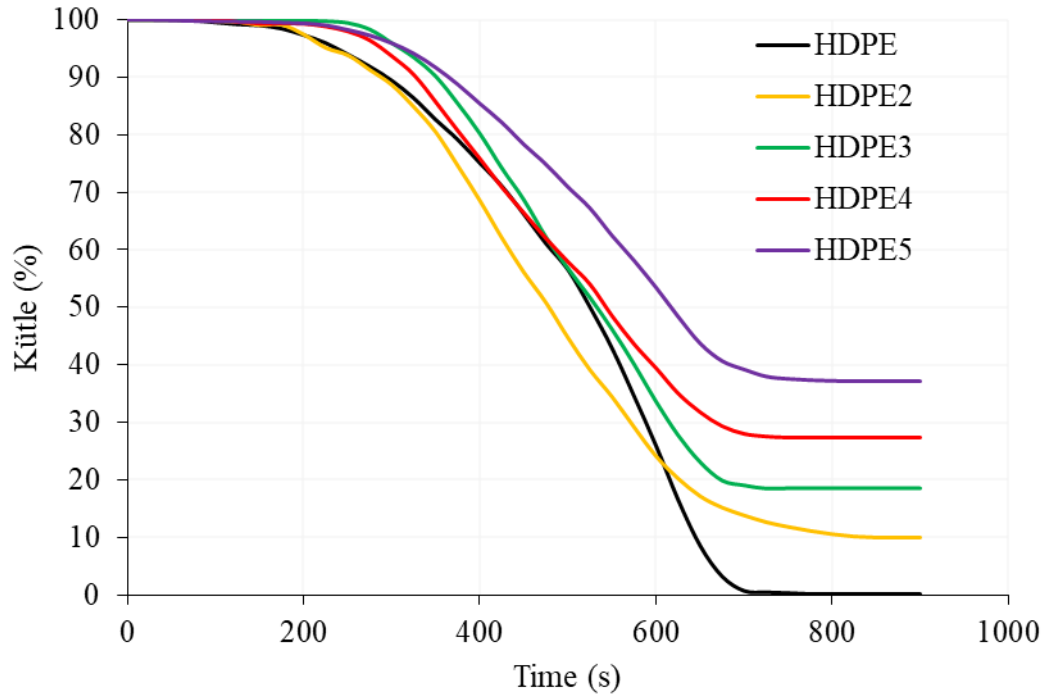
Şekil 4.17: HDPE ve kompozitlerin (% 10-40 FA) HRR değişimleri.



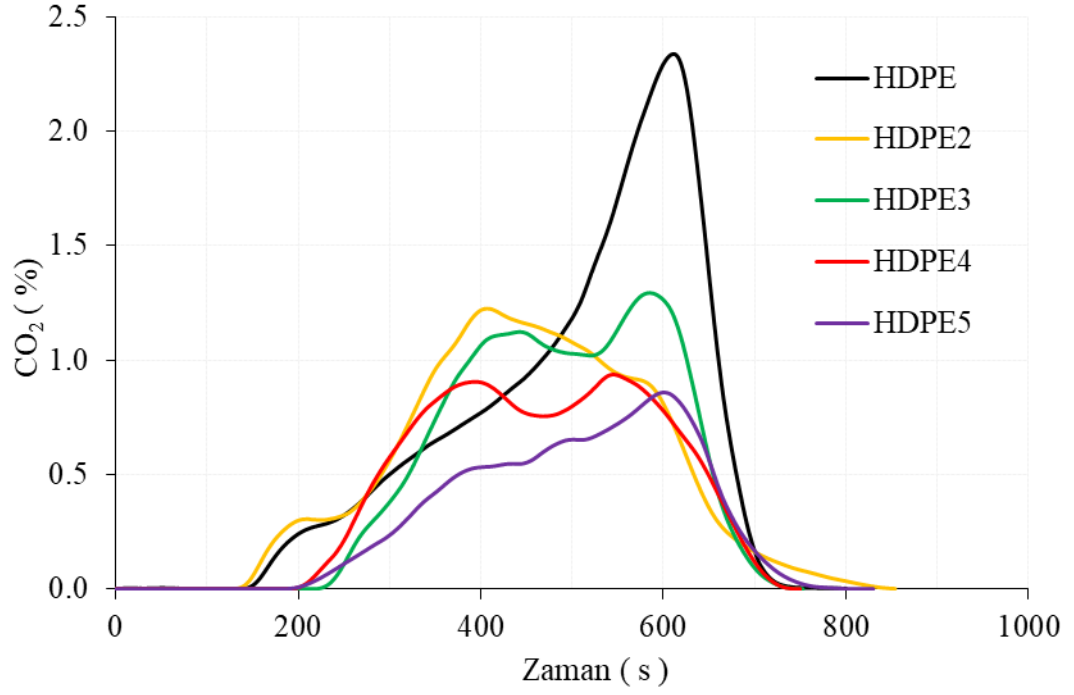
Şekil 4.18: HDPE ve kompozitlerin (% 10-40 FA) THR değişimleri.



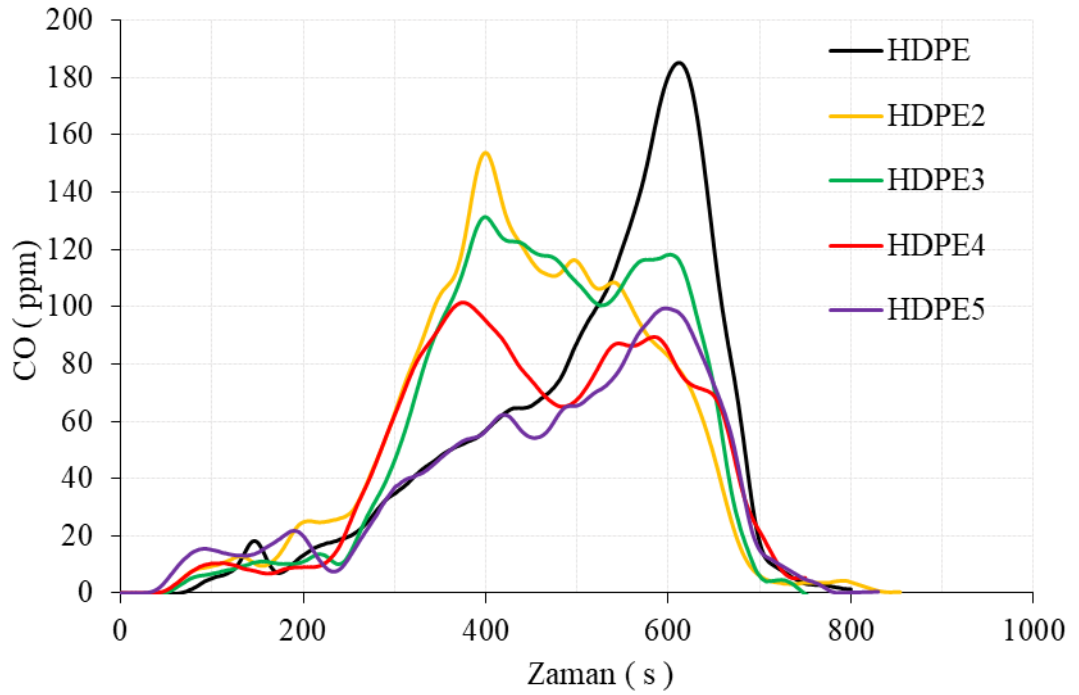
Şekil 4.19: HDPE ve kompozitlerin (% 10-40 FA) MLR değişimleri.



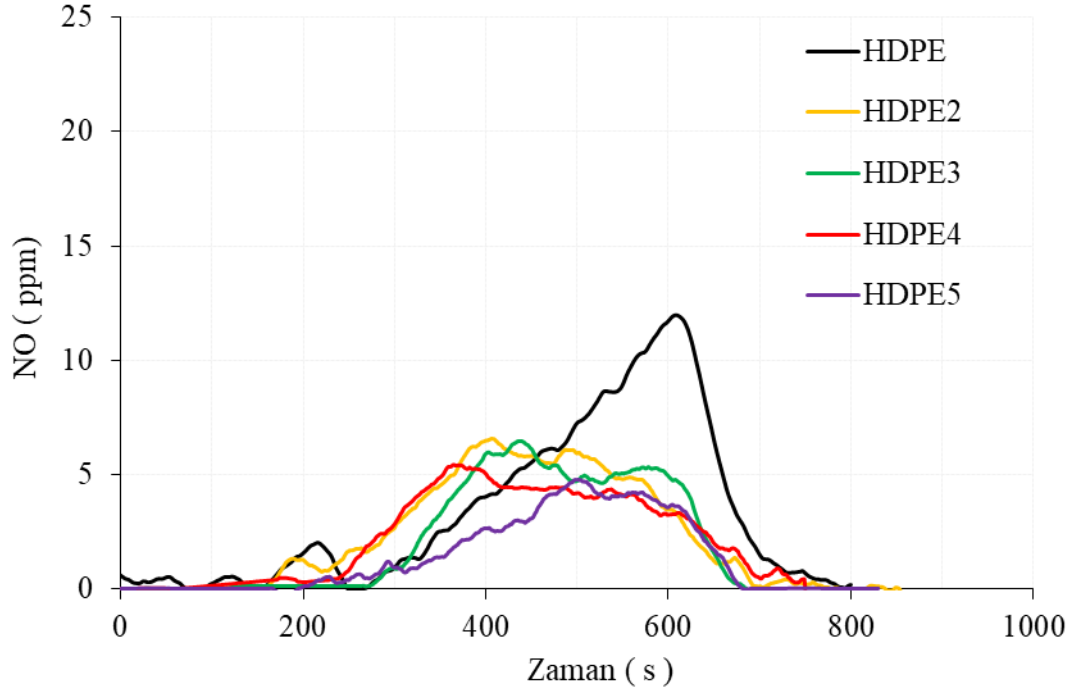
Şekil 4.20: HDPE ve kompozitlerin (% 10-40 FA) kütle değişimleri.



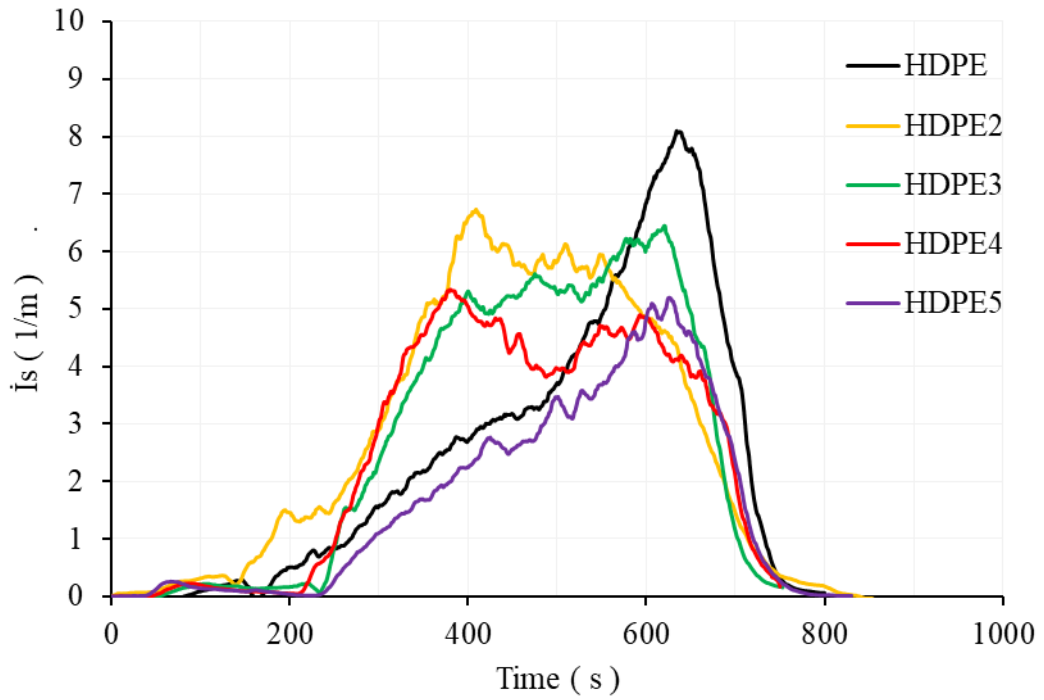
Şekil 4.21: HDPE ve kompozitlerin (% 10-40 FA) CO₂ değişimleri.



Şekil 4.22: HDPE ve kompozitlerin (% 10-40 FA) CO değişimleri.



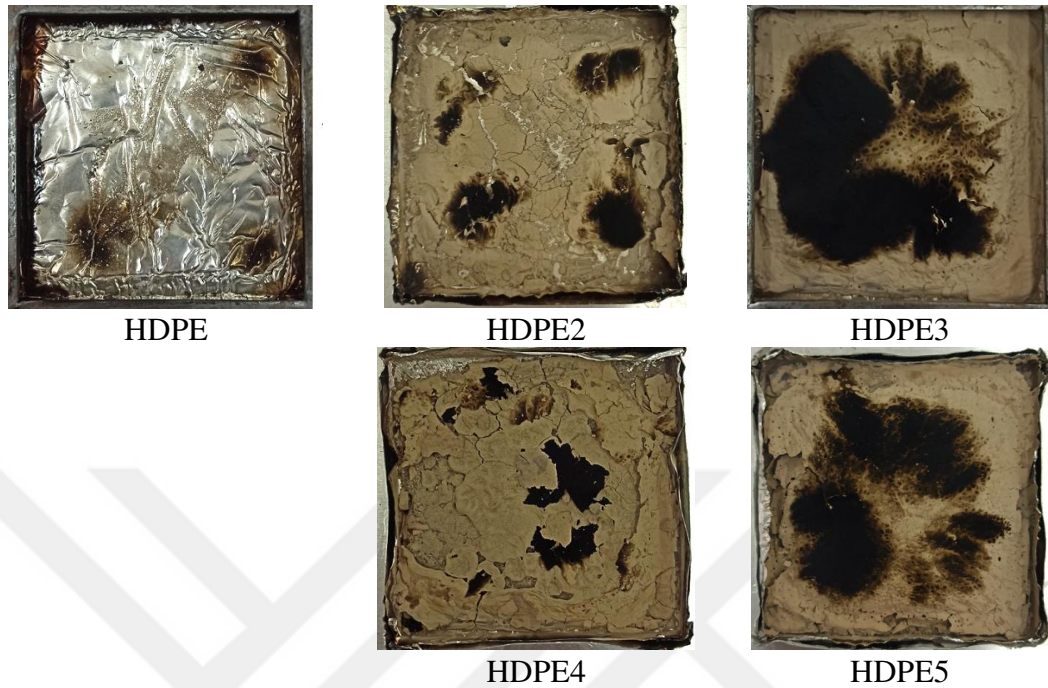
Şekil 4.23: HDPE ve kompozitlerin (% 10-40 FA) NO değişimleri.



Şekil 4.24: HDPE ve kompozitlerin (% 10-40 FA) is değişimleri.

Şekil 4.25'te HDPE, HDPE1, HDPE2, HDPE3, HDPE4 ve HDPE5 malzemelerine ait konik kalorimetre yanma testi sonrası görüntüleri verilmiştir. HDPE malzemeden kalan herhangi bir polimer veya karbonlaşmış yapı görülmezken diğer

malzemelerde termik santrallerde yanma sonrası ürün olan FA kalan madde olarak görülmektedir.



Şekil 4.25: HDPE ve kompozitlerin (% 10-40 FA) konik kalorimetre yanma test sonrası görüntüleri.

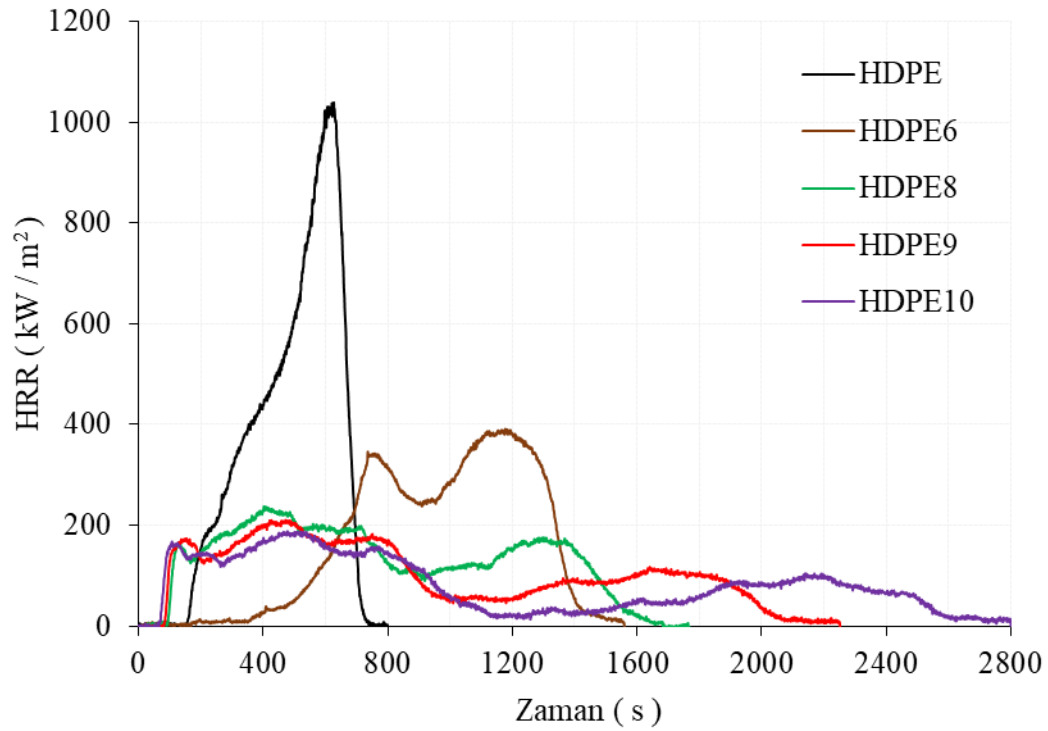
Ham HDPE ve % 25 sabit oranda IFR içeren kompozit malzemelerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) konik kalorimetre yanma test sonuçları (TTI, PHRR, THR, kalan kütle) Tablo 4.11’de yer almaktadır. HRR ve THR değişimleri de Şekil 4.26 ve Şekil 4.27’de verilmiştir. % 25 IFR ilavesiyle TTI değeri 176 s’ye yükselirken PHRR ve THR değerleri de 392 kW/m^2 ve 245 MJ/m^2 değerlerine düşmüştür (Jiang ve diğ. 2023^a). % 25 IFR içeren malzemeye % 2, % 3 ve % 4 oranlarında FA ilaveleri ile PHRR değerinde sırasıyla % 39,2, % 46,2 ve % 51,8 oranlarında düşüşler olurken THR değerinde ise % 8,0, % 8,3 ve % 9,2 oranlarında azalmalar tespit edilmiştir. Sadece IFR ilave edilen malzemenin HRR değişiminde görülen çift tepeli yapı, yanma esnasında yüzeyde oluşan karbon tabakasının alev ve polimer arasında oluşturduğu bariyer etkisiyle yanma şiddetinin azalması ve daha sonra oluşan çatlaklardan yanabilir gazların çıkması sebebiyle yanmanın tekrar hızlanmasıyla açıklanabilmektedir (Zhang ve diğ. 2022^b).

FA ilave edilen numunelerin yanma davranışlarının HDPE6’dan farklı olduğu görülmektedir. Piroliz hızındaki artışlar sebebiyle TTI değerlerinde düşüş olmuş, tutuşma sonrasında numuneler hızla yanmaya başlayarak daha kuvvetli karbon tabaka yapıları oluştuğu değerlendirilmiştir (Song ve diğ. 2021). Bunun sonucu olarak PHRR

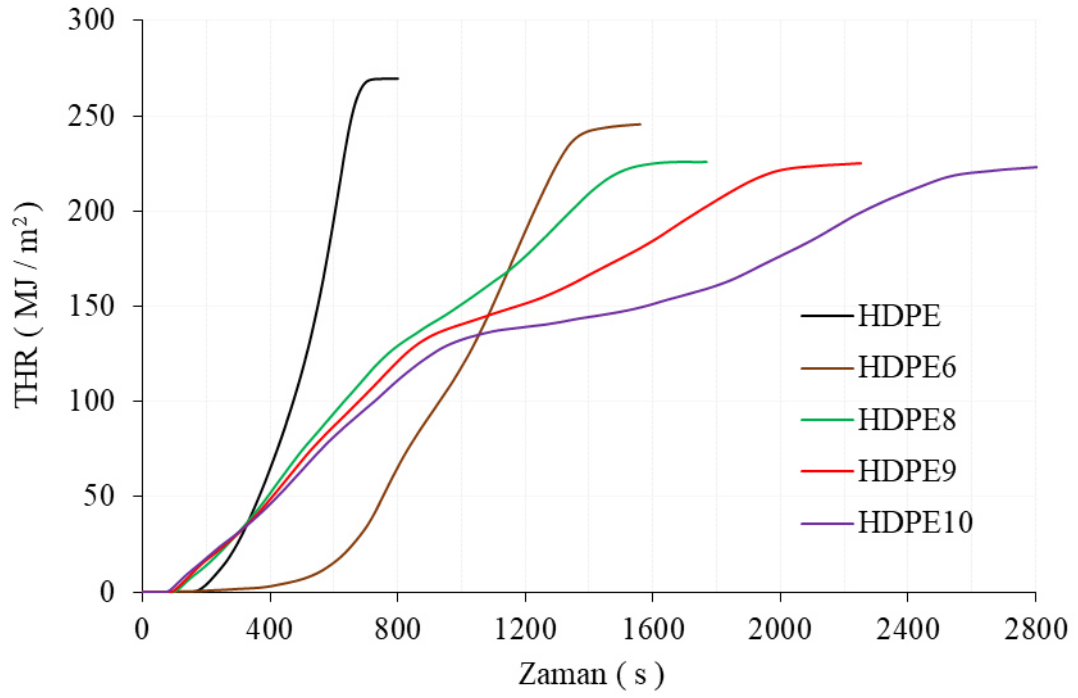
ve THR değerleri düşmüş ve kalan kütle oranları artmıştır. Şekil 4.28 ve Şekil 4.29’da zamana bağlı MLR ve kütle değişim oranları verilmiştir. HDPE malzemede tutuşma sonrası yüksek hızla yanmaya bağlı olarak hızlı bir kütle kaybı görülmektedir. % 25 IFR ilavesi başlangıçta yanma ve kütle kayıp hızlarını azaltırken daha ileriki zamanlarda iki tepeli bir yanma karakteristiğine sebep olmuştur. FA ilaveleri ile başlangıçta bir miktar daha yüksek MLR değerleri görülse de daha kuvvetli karbon tabaka oluşumuna bağlı olarak maksimum MLR değerlerinde düşüşler meydana gelmiştir.

Tablo 4.11: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) konik kalorimetre yanma test sonuçları.

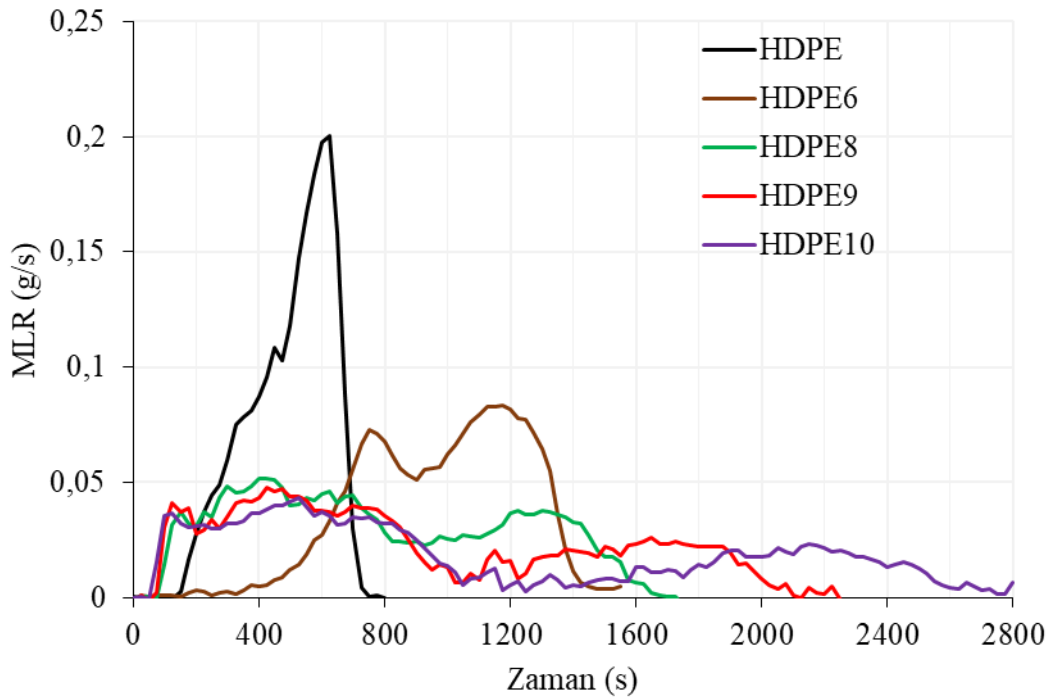
Numune	TTI (s)	PHRR (kW/m ²)	THR (MJ/m ²)	Kalan Kütle (%)
HDPE	153 ± 1	1039 ± 5	269,6 ± 0,2	0
HDPE6	176 ± 1	392 ± 5	245,6 ± 0,2	15,0 ± 0,5
HDPE8	88 ± 1	238 ± 5	225,9 ± 0,2	16,6 ± 0,5
HDPE9	81 ± 1	211 ± 5	225,1 ± 0,2	17,0 ± 0,5
HDPE10	66 ± 1	189 ± 5	223,0 ± 0,2	19,3 ± 0,5



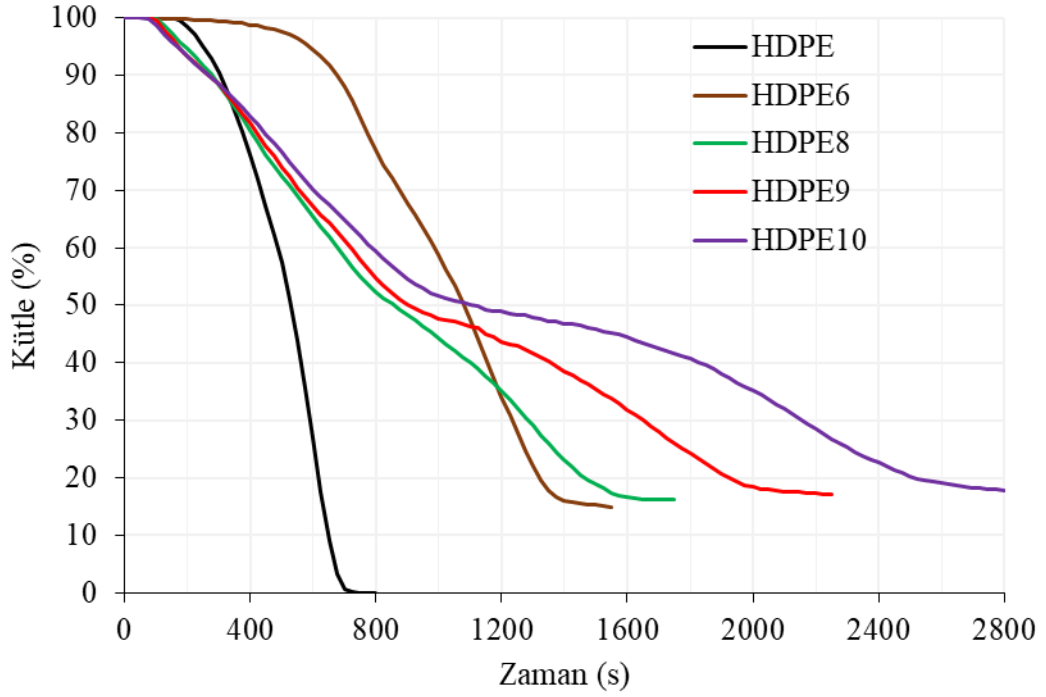
Şekil 4.26: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) HRR değişimleri.



Şekil 4.27: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) THR değişimleri.



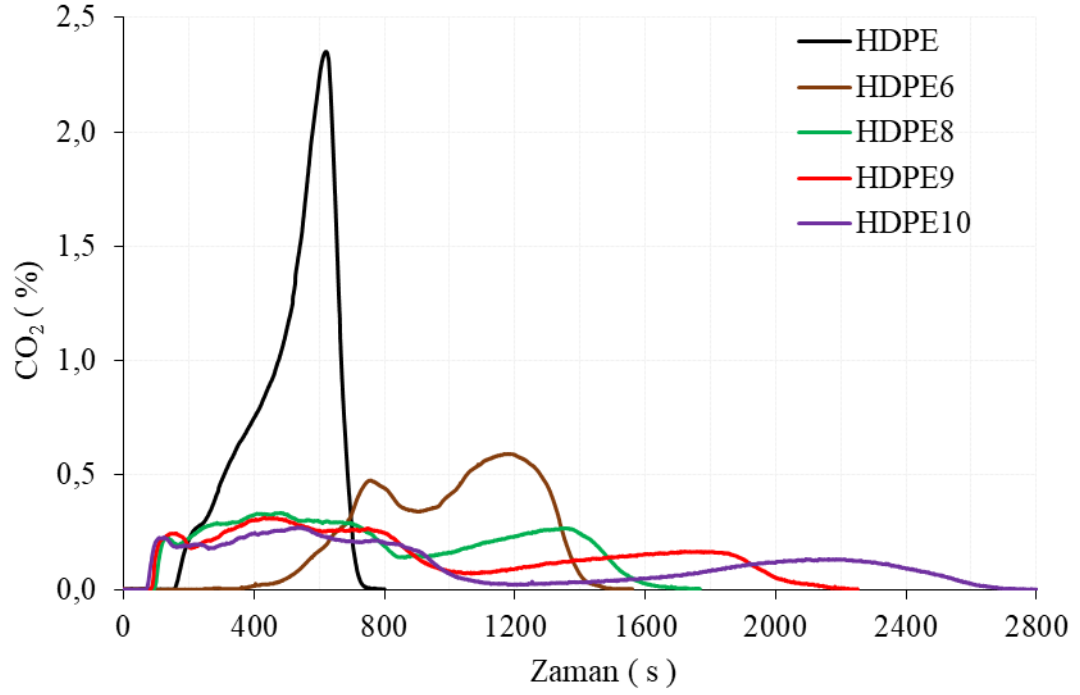
Şekil 4.28: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) MLR değişimleri.



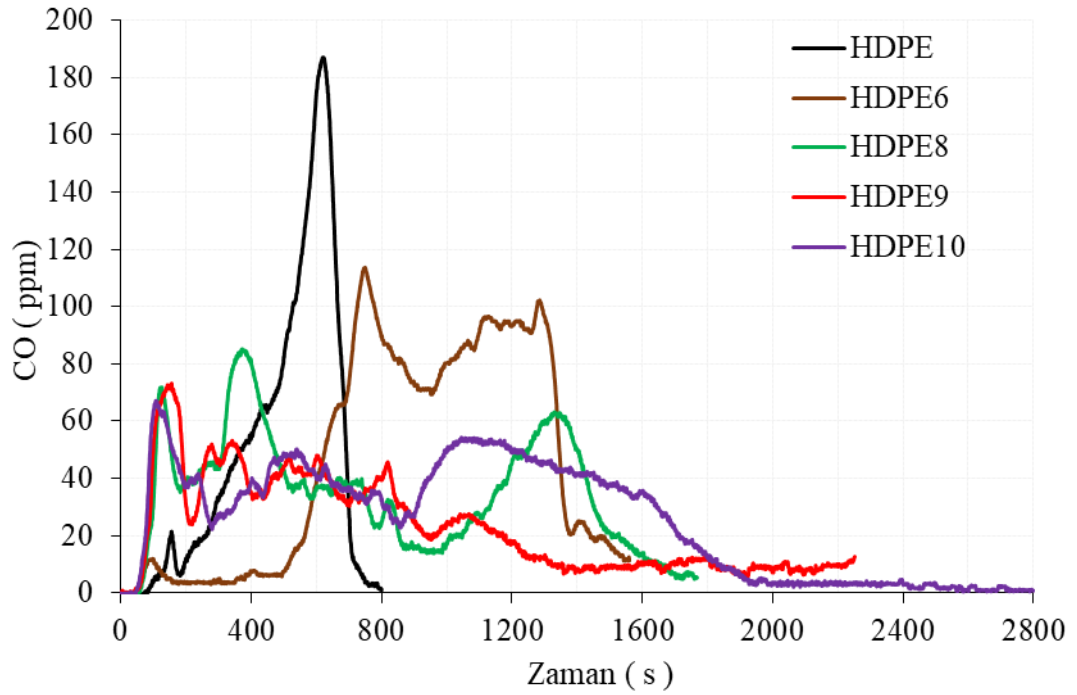
Şekil 4.29: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) kütle değişimleri.

% 25 IFR ilavesiyle elde edilen HDPE6 malzemesinin yanma sonunda % 15 oranında kalan kütle belirlenirken UL94 V testlerinde V-0 yanma direncine sahip olan HDPE8, HDPE9 ve HDPE10 malzemelerinde ise sırasıyla % 16,6, % 17,0 ve % 19,3 yanma sonrası kalan kütle olduğu tespit edilmiştir. Karbon içeren malzemelerin CO₂ emisyonları doğrudan yanan madde miktarına bağlı olduğu için CO₂ emisyon değişimleri ile HRR değişimleri arasında dikkate değer benzerlik görülmektedir (Şekil 4.30). Bununla birlikte, eksik yanma ürünü ve zehirli gaz olan CO emisyonlarının değişimi Şekil 4.31’de verilmiştir. Genel olarak IFR ve FA ilaveleri ile CO oluşumunda da azalma görülmüştür.

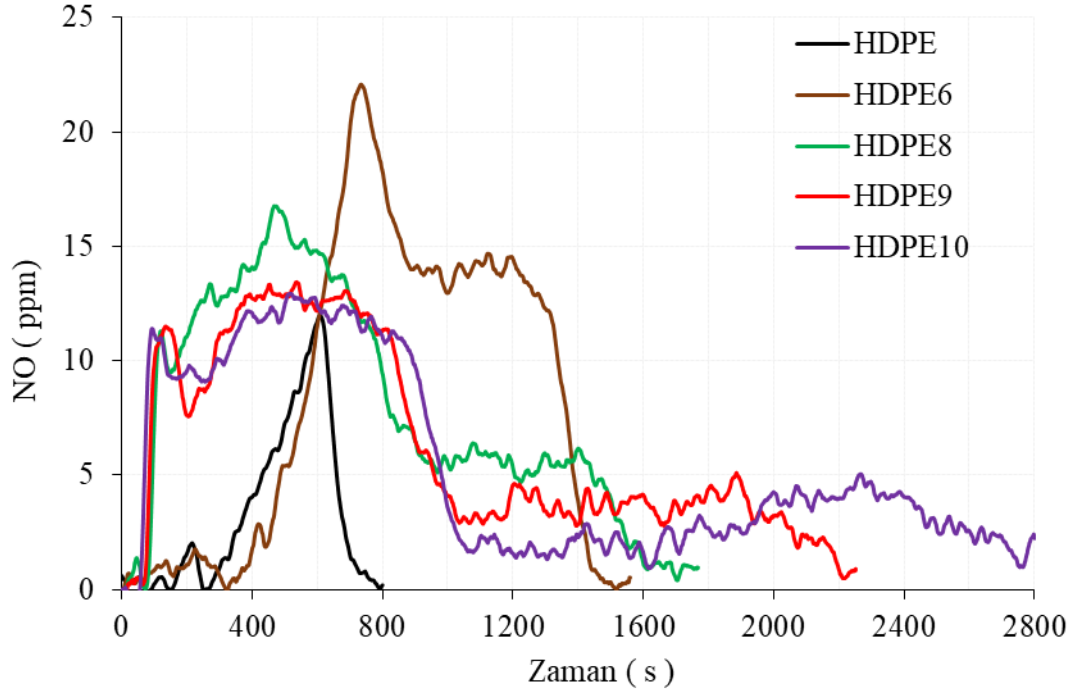
Şekil 4.32’de malzemelerin NO değişimleri verilmiştir. HDPE azot içermemesine rağmen termal NO oluşumuna bağlı olarak az miktarda NO emisyon üretimi görülmektedir. IFR içeren kompozitlerin NO emisyonlarındaki artış APP’nin azot içeriği ile açıklanabilmektedir. Maksimum NO emisyonunun HDPE6 malzemenin yanması sırasında olduğu belirlenmiştir. Fakat bu değer de 25 ppm altında bir değerdir. FA ilaveleri ile bu değer 20 ppm değerinin altına düşmüştür (Usta 2012). CO gibi eksik yanma ürünü olan is emisyonunun değişimi de Şekil 4.33’te verilmiştir. Is emisyonunun genel değişimi CO emisyon değişimine benzemektedir. IFR ve FA ilaveleri ile maksimum is oluşum değerleri düşmüştür.



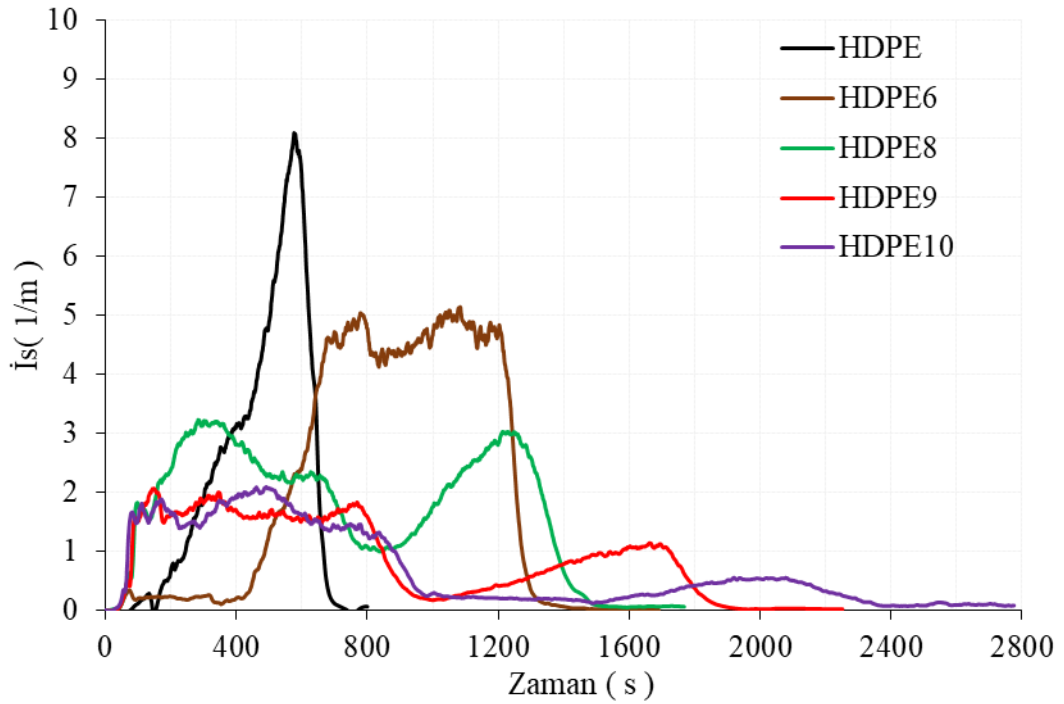
Şekil 4.30: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) CO₂ değişimleri.



Şekil 4.31: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) CO değişimleri.



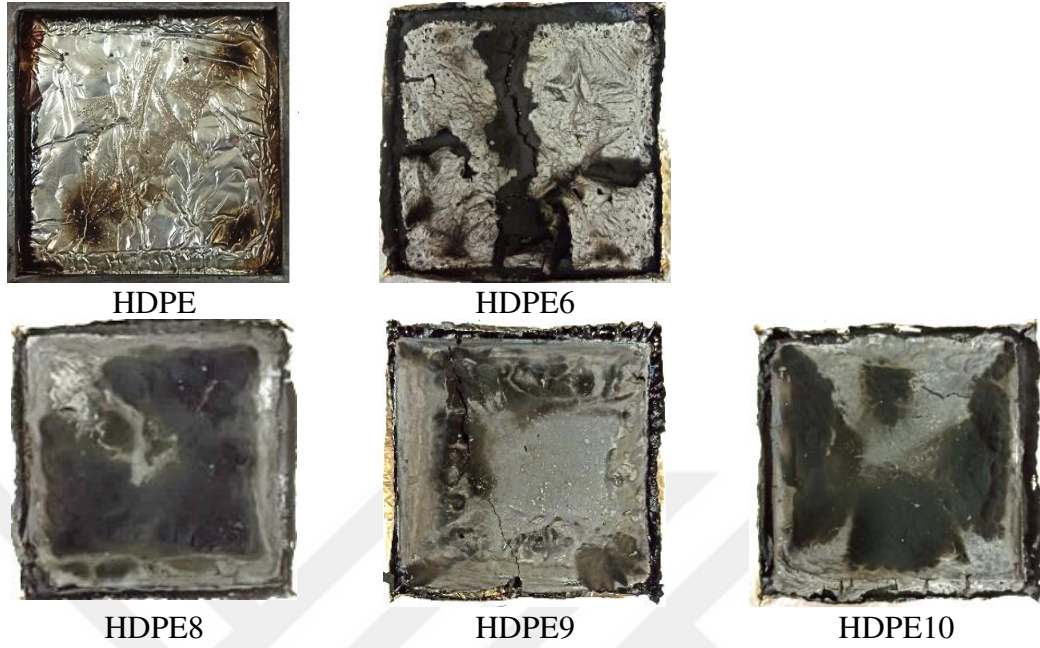
Şekil 4.32: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) NO değişimleri.



Şekil 4.33: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) is değişimleri.

Şekil 4.34'te malzemelerin konik kalorimetre yanma testleri sonrası görüntüleri yer almaktadır. Sadece % 25 IFR ilavesiyle elde edilen HDPE6 malzemesinin yanması sırasında oluşan karbonlaşmış tabaka yüzeyinde görülen

çatlakların yanma direncinin etkili şekilde sağlanamamasına sebep olduğu değerlendirilmiştir.



Şekil 4.34: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) konik kalorimetre yanma test sonrası görüntüleri.

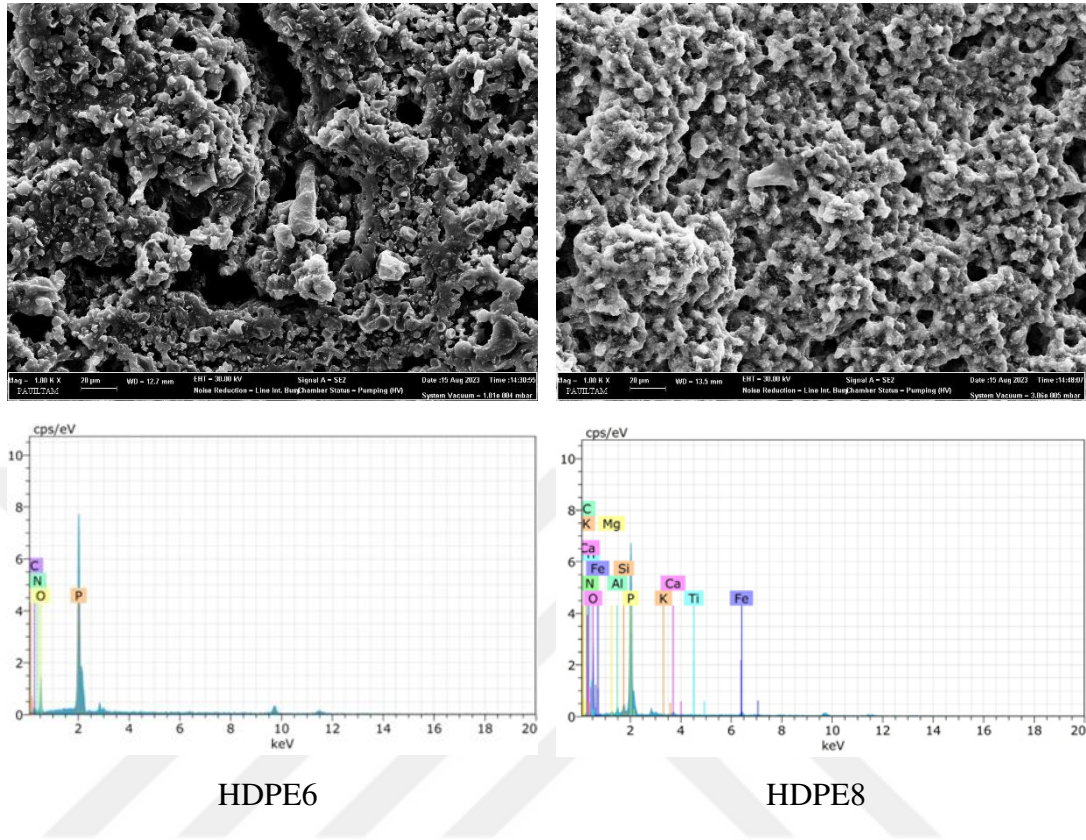
Bununla birlikte FA ilaveleri ile karbonlaşmış tabakadaki çatlakların büyük oranda azalmasına bağlı olarak kompozit malzemelerin yanmaya daha dirençli hale geldiği değerlendirilmiştir (Zhang ve diğ. 2022^b). Daha detaylı bir inceleme olarak HDPE6 ve HDPE9 malzemelerinin konik kalorimetre yanma deney sonrası kalan malzeme yüzeyinden elde edilen 1000x büyütmedeki SEM görüntüsü ve EDX analiz sonuçları Şekil 4.35'te verilmiştir. HDPE8 malzemenin yüzeyinin EDX analizinde görülen Si, Al, Fe ve Ca gibi elementler uçucu külün IFR ile oluşturulan karbon tabakasında yer aldığını göstermektedir.

4.3 HDPE ve HDPE Esaslı Kompozitlerin Mekanik Test Sonuçları

4.3.1 Çekme Test Sonuçları

Çekme testleri ASTM D638-14 standardına göre gerçekleştirilmiştir. % 5 - % 40 oranları aralığında FA ilave edilen kompozitlerin çekme dayanımları ve elastisite modülleri ham HDPE malzemenin değerleri ile Şekil 4.36 ve Şekil 4.37'de

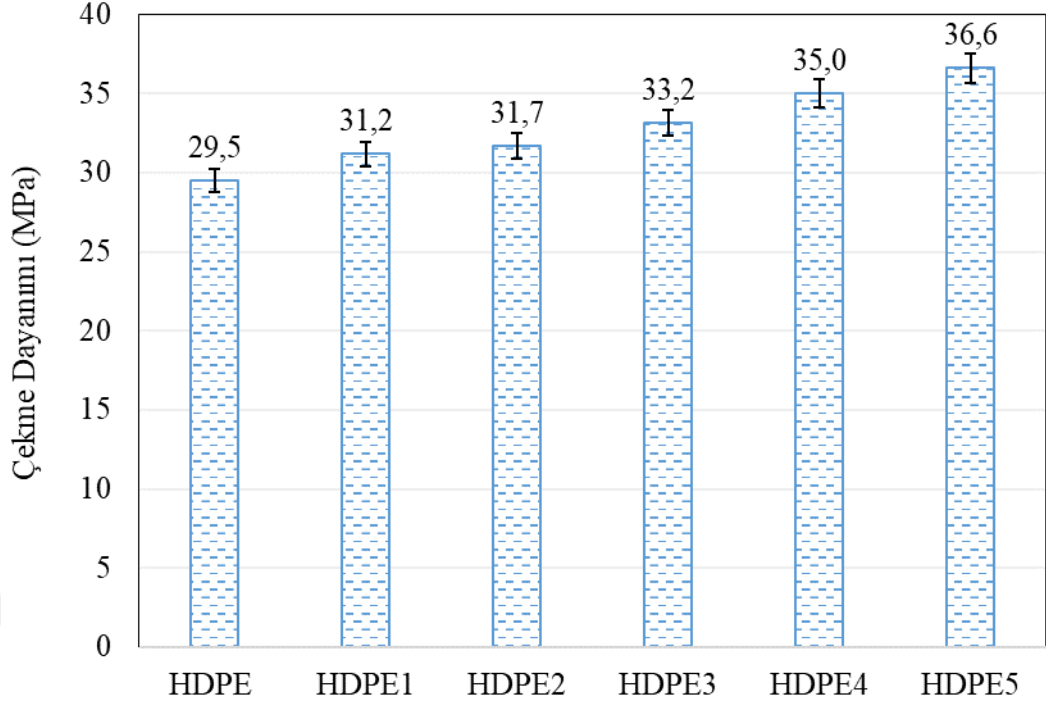
karşılaştırılmıştır. Ham HDPE malzemede çekme dayanımı ve elastisite modülü değeri 29,5 MPa ve 954,1 MPa olarak belirlenmiştir.



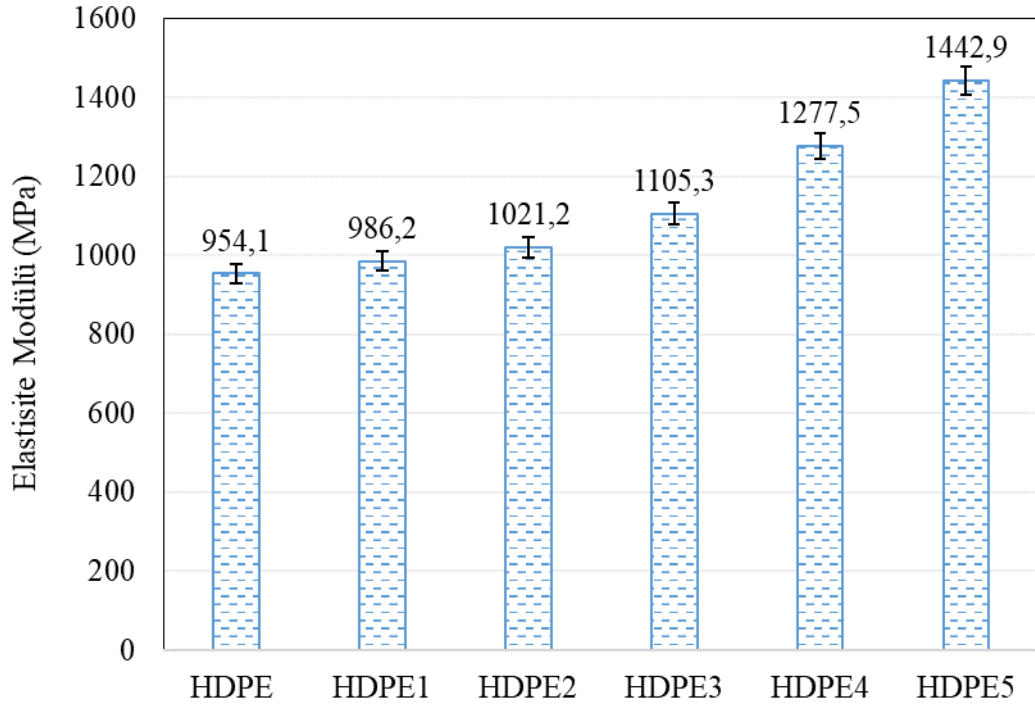
Şekil 4.35: HDPE6 ve HDPE8 numunelerinin konik kalorimetre yanma test sonrası SEM görüntüsü (1000x) ve EDX analiz sonucu.

HDPE1, HDPE2, HDPE3, HDPE4 ve HDPE5 kompozitlerinin çekme dayanımı değerleri sırasıyla 31,2 MPa, 31,7 MPa, 33,2 MPa, 35,0 MPa ve 36,6 MPa olarak ölçülmüştür. FA ilaveleri, çekme dayanımları ve elastisite modülü değerlerinde artışa neden olmuştur (Ahmad ve Mahanwar 2010). En yüksek çekme dayanımı HDPE5 malzemesinde elde edilmiş olup, bu malzemenin ham HDPE'e kıyasla yaklaşık % 24,1 oranında daha yüksek bir dayanıma sahip olduğu belirlenmiştir.

Ham HDPE malzemesinde elastisite modülü 954,1 MPa olarak ölçülmüştür. FA ilave edilen HDPE1, HDPE2, HDPE3, HDPE4 ve HDPE5 malzemelerinde ise bu değerler sırasıyla 986,2 MPa, 1021,2 MPa, 1105,3 MPa, 1277,5 MPa ve 1442,9 MPa düzeylerine yükselmiştir (Ahmad ve Mahanwar 2010). % 40 FA ilavesiyle HDPE5 numunesinin elastisite modülünde meydana gelen artış yaklaşık % 51,2'dir.



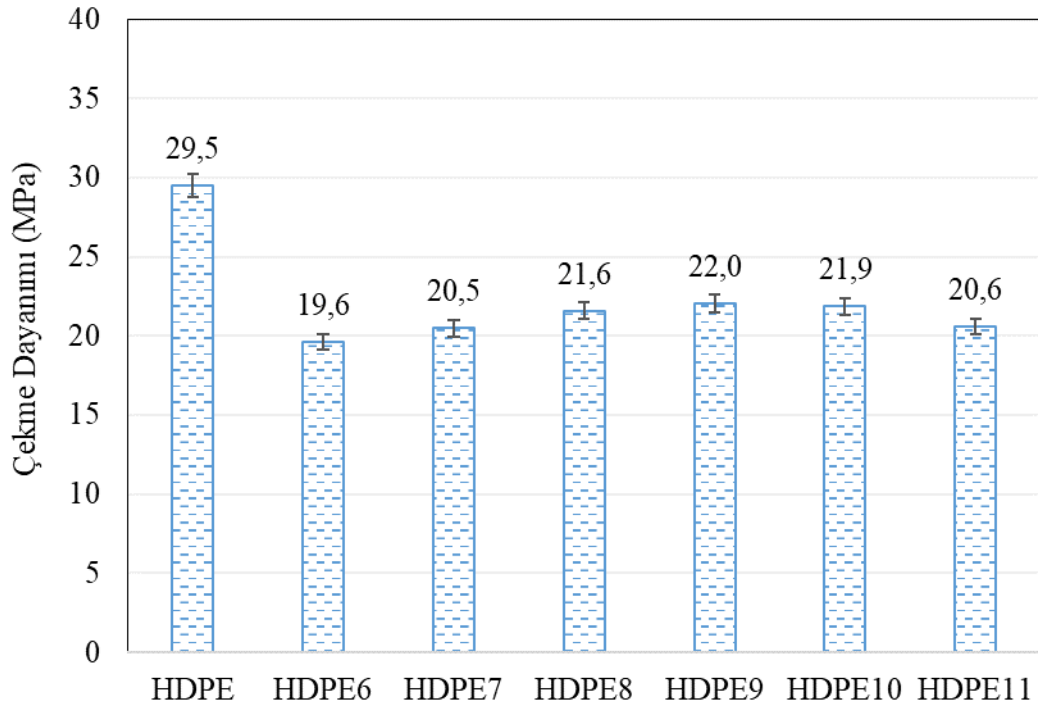
Şekil 4.36: HDPE ve kompozitlerin (% 5-40 FA) çekme dayanım değerleri.



Şekil 4.37: HDPE ve kompozitlerin (% 5-40 FA) elastisite modülü değerleri.

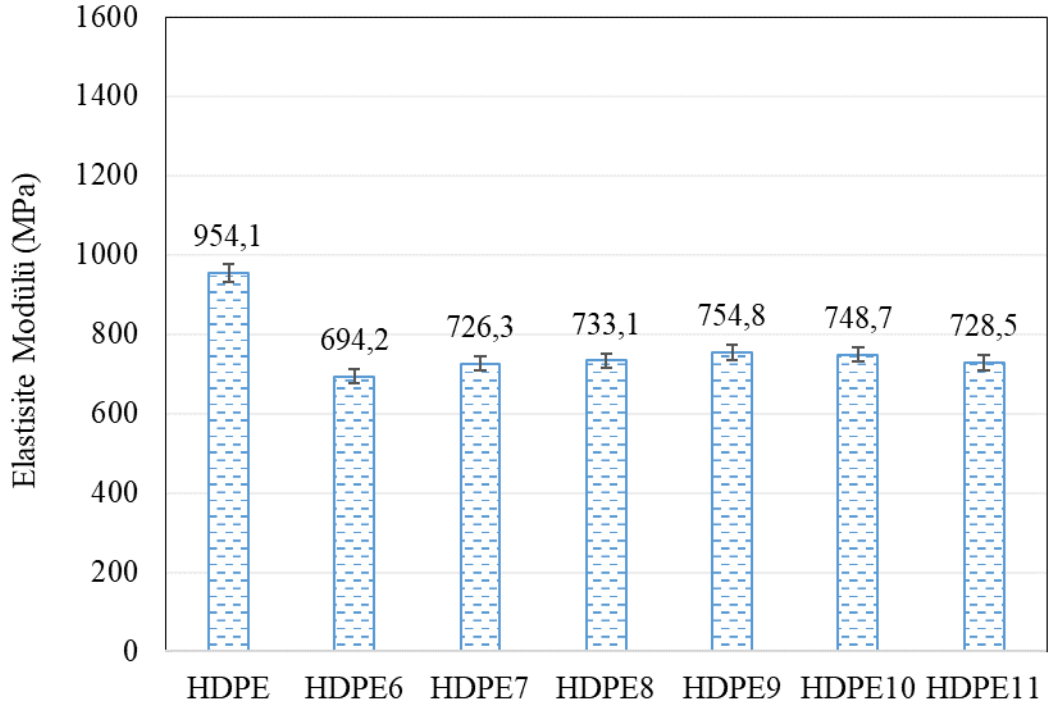
% 25 IFR ve % 25 IFR / % 1-5 aralığında FA içeren malzemelerle gerçekleştirilen çekme testlerinde elde edilen çekme dayanımı ve elastisite modülü değerleri Şekil 4.38 ve Şekil 4.39'da gösterilmiştir. HDPE malzemenin çekme

dayanımı ve elastisite modülü sırasıyla 29,5 MPa ve 954,1 MPa iken % 25 FA ilavesiyle bu değerler 19,6 MPa ve 694 MPa'a düşmüştür. Isıl ve yanma özellikleri iyileştirmek amacıyla polimerlere katkı/dolgu maddeleri ilaveleri genel olarak malzemenin mekanik özelliklerini zayıflattığı bilinmektedir (Jiang ve diğ., 2023^a). Meydana gelen düşüş polimer ve dolgu maddesi arasındaki temas yüzeyi uyumluluğundaki kısmi zayıflık ile açıklanabilmektedir (Li ve diğ. 2019^b, Liang 2017, Chen ve diğ., 2018, Chen ve diğ., 2019^a). Ancak % 25 IFR ile birlikte ilave edilen FA maddesi mekanik özelliklerdeki bu zayıflamayı bir miktar azaltmıştır. Ortaya çıkan bu iyileşmenin silanlama işleminin yüzey uyumluluğunu artırmasından kaynaklandığı değerlendirilmiştir (Jiang ve diğ., 2023^a). % 1 - 5 aralığında gerçekleştirilen FA ilavelerinde en yüksek çekme dayanımı ve elastisite modülü değerleri sırasıyla 22 MPa ve 754,8 MPa olarak % 3 FA içeren HDPE9 malzemede elde edilmiştir.



Şekil 4.38: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) çekme dayanım değerleri.

Şekil 4.40 ve Şekil 4.41'de ise % 20 - 24 IFR ve % 1 - 5 FA malzemeler ile gerçekleştirilen çekme deneylerinin sonuçları verilmiştir. % 25 IFR ilavesiyle yaklaşık % 33,6 oranda düşen çekme dayanımı IFR eksiltilerek % 1 - 5 aralığında gerçekleştirilen FA ilaveleriyle artış göstermiştir. HDPE12, HDPE13, HDPE14, HDPE15 ve HDPE16 numunelerinde elde edilen çekme dayanımları sırasıyla 21,0 MPa, 21,4 MPa, 22,5 MPa, 24,1 MPa ve 25,4 MPa'dır.



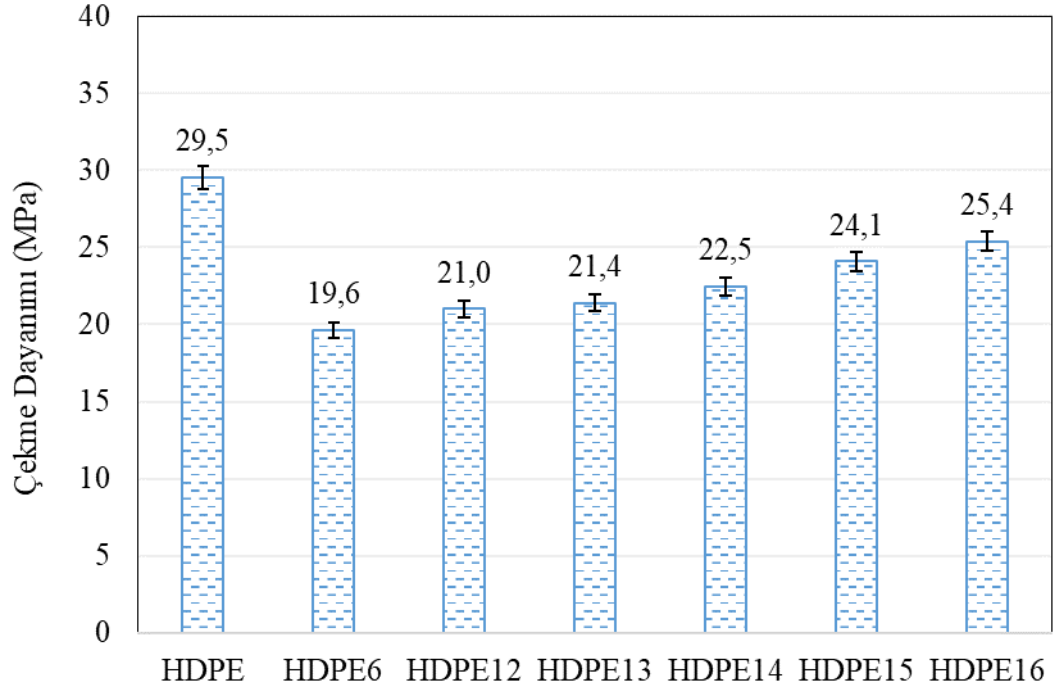
Şekil 4.39: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) elastisite modülü değerleri.

Alev geciktirici oranının azaltılması, FA oranının artırılması ve toplam dolgu maddesi oranının sabit bırakılması ile HDPE16 malzemedeki HDPE6 malzemeye göre yaklaşık % 29,6 daha yüksek çekme dayanımı elde edilmiştir. Elastisite modüllerinde de benzer bir değişim görülmüştür. HDPE12, HDPE13, HDPE14, HDPE15 ve HDPE16 malzemelerin elastisite modülleri sırasıyla 719,7 MPa, 740,5 MPa, 749,3 MPa, 761,0 MPa ve 790,0 MPa olarak belirlenmiştir. HDPE6 ile mukayese edildiğinde en fazla artışın yine HDPE16 numunede yaklaşık % 13,8 oranda gerçekleştiği tespit edilmiştir.

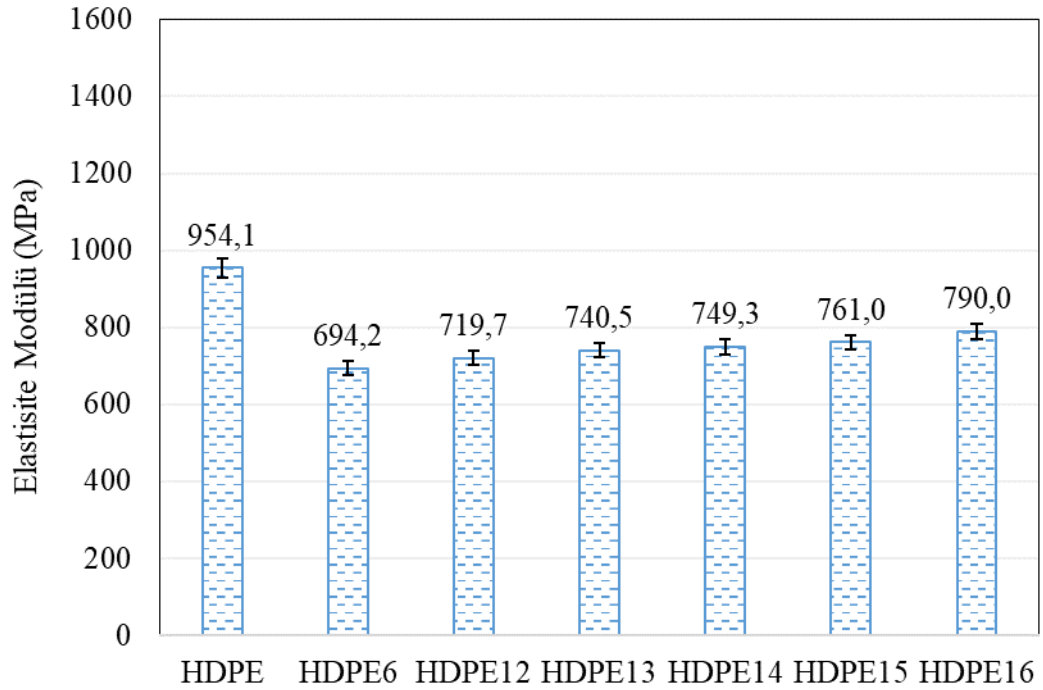
4.3.2 Izod Darbe Deneyleri

Şekil 4.42’de % 5 - % 40 oranları aralığında FA içeren malzeme grubunun çentikli numunelerinin Izod darbe dayanım test sonuçları verilmiştir. Darbe dayanımı ham HDPE malzemedeki 7,22 kJ/m² iken HDPE1 malzemedeki % 0,6 düşüşle 7,17 kJ/m² ve HDPE2 numunede % 1,1 düşüşle 7,14 kJ/m² değerlerine gerilediği tespit edilmiştir. % 20, % 30 ve % 40 gibi daha yüksek dolgu oranlarına sahip HDPE3, HDPE4 ve HDPE5 malzemelerinin dayanım değerlerinde ham HDPE malzemeye göre sırasıyla % 8, % 12,6 ve % 16,9 oranlarında düşüşle 6,64 kJ/m², 6,31 kJ/m² ve 6 kJ/m² darbe

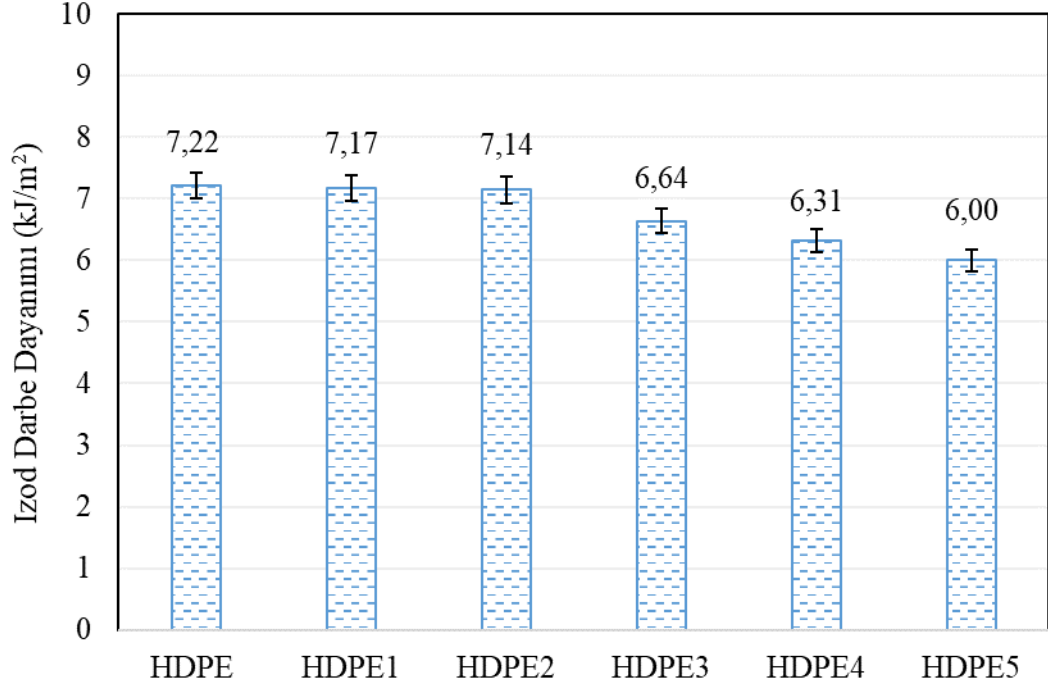
dayanım deęerleri elde edilmiřtir (Ahmad ve Mahanwar 2010). Ham HDPE ve % 5 - % 40 oranları aralıęında FA ieren numune grubunun Izod darbe deneylerinde entiksiz numuneler ise kırılmamıřtır.



řekil 4.40: HDPE ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) ekme dayanım deęerleri.



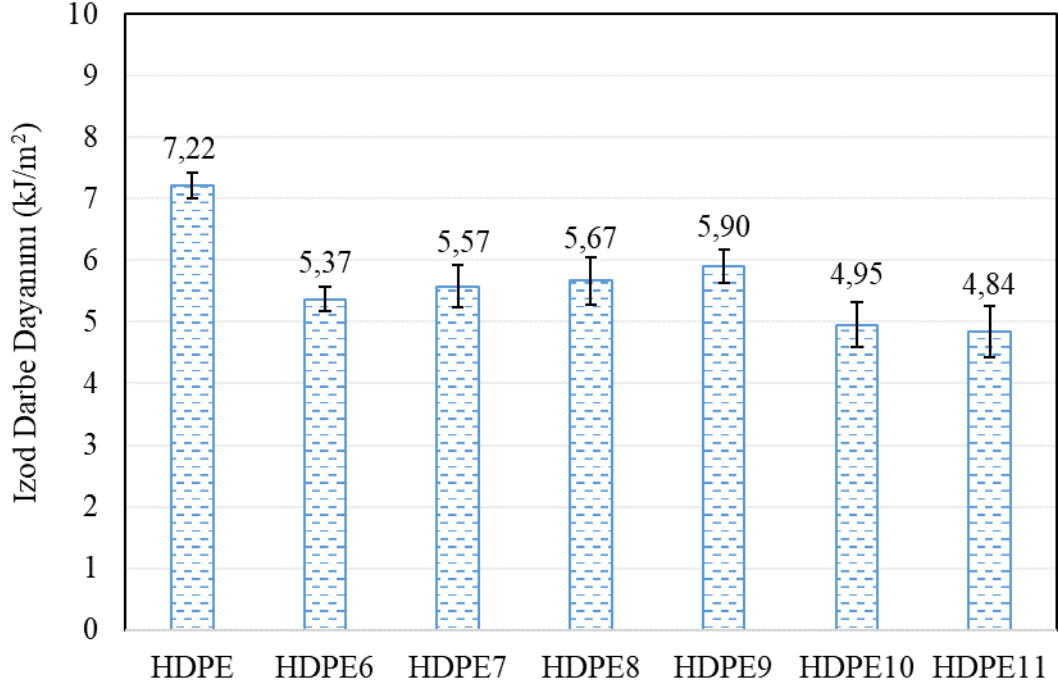
řekil 4.41: HDPE ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) elastisite modl deęerleri.



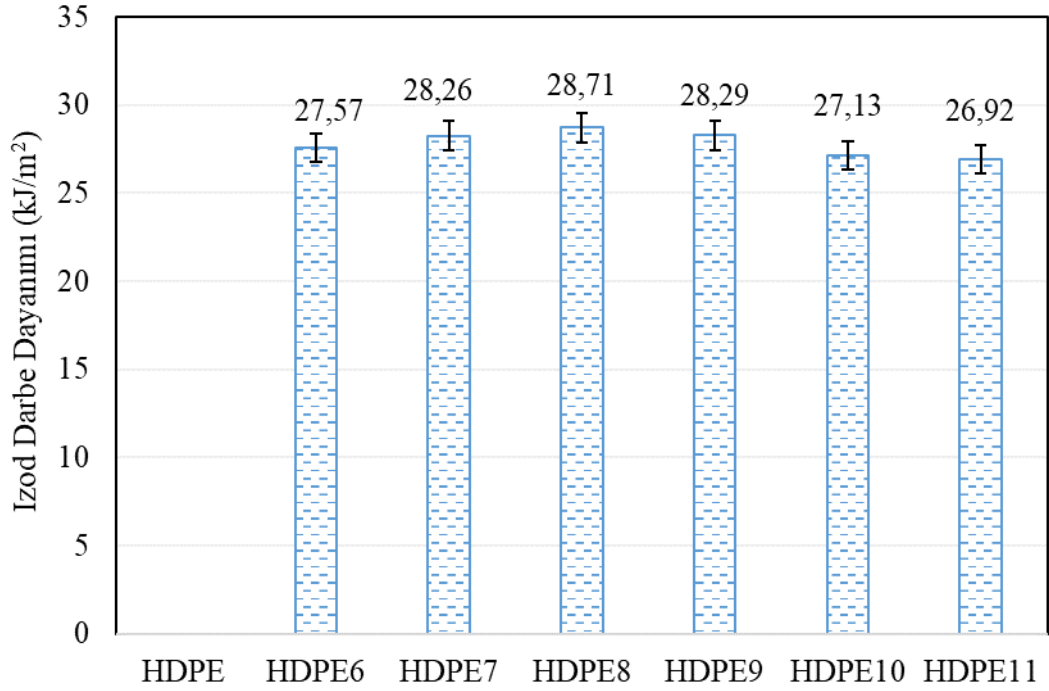
Şekil 4.42: HDPE ve kompozitlerin (% 5-40 FA) Izod darbe dayanım değerleri (Çentikli numune).

% 25 IFR ve % 1-5 FA malzeme grubu ile gerçekleştirilen Izod darbe testlerinin sonuçları çentikli numuneler için Şekil 4.43 ve çentiksiz numuneler için Şekil 4.44'te verilmiştir. HDPE malzemeye % 25 IFR ilave edilen HDPE6 numunesinde çentikli Izod darbe dayanımı % 25,6 oranında düşüşle 5,37 kJ/m² olarak ölçülmüştür. HDPE malzemeye % 25 oranda IFR ile % 1, % 2 ve % 3 oranlarda FA ilave edilen HDPE7, HDPE8 ve HDPE9 numunelerde ise darbe dayanım değerlerinin 5,57 kJ/m², 5,67 kJ/m² ve 5,90 kJ/m² değerlerine yükseldiği belirlenmiştir. Ancak % 4 ve % 5 oranlarda FA ilave edilen HDPE10 ve HDPE11 numunelerinde ise benzer etki oluşmamış ve dayanım değerleri sırasıyla 4,95 kJ/m² ve 4,84 kJ/m² olarak kaydedilmiştir.

Bu malzeme grubunun çentiksiz Izod darbe dayanım testlerinde ise ortaya çıkan sonuçların birbirlerine daha yakın olduğu tespit edilmiştir. % 25 IFR içeren HDPE6 numunede 27,57 kJ/m² olarak ölçülen dayanım değeri, % 25 IFR ile birlikte % 1, % 2 ve % 3 FA ilaveleri darbe dayanımını artırmıştır. En yüksek darbe dayanımı % 2 FA ilave ile elde edilen HDPE8 malzemede olmuş olup 28,71 kJ/m² değerine ulaşmıştır. % 4 ve % 5 oranlarında FA ilaveleri (HDPE10 ve HDPE11) ise darbe dayanımlarında az da olsa düşüşe sebep olmuştur. HDPE10 ve HDPE11 malzemelerde darbe dayanım değerleri sırasıyla 27,13 kJ/m² ve 26,92 kJ/m² olarak tespit edilmiştir.



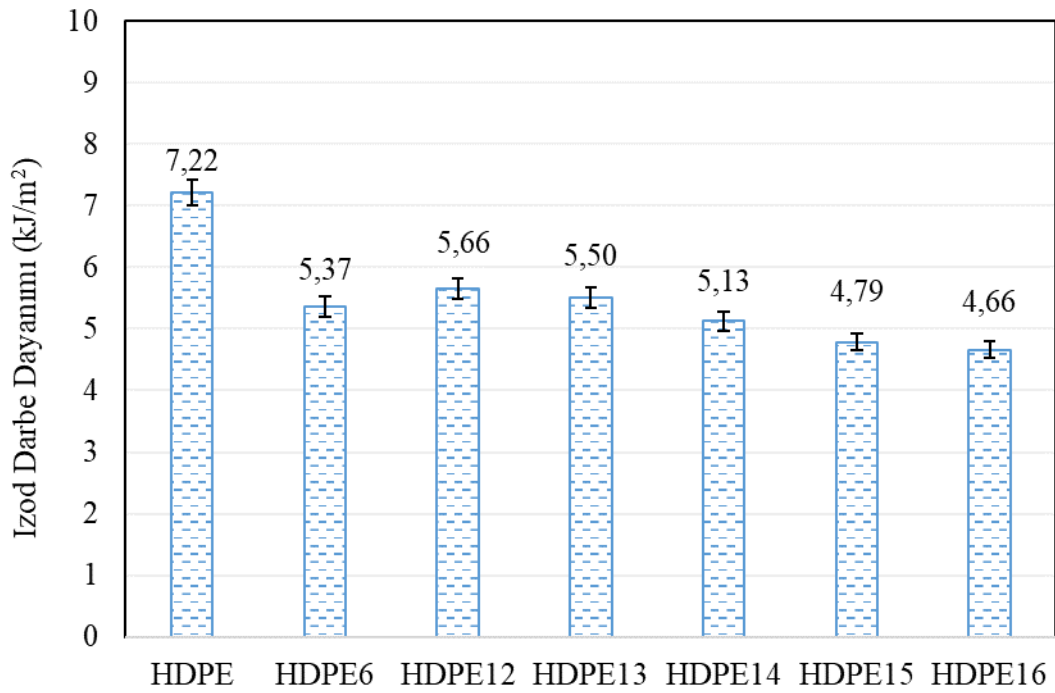
Şekil 4.43: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) Izod darbe dayanım değerleri (Çentikli numune).



Şekil 4.44: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) Izod darbe dayanım değerleri (Çentiksiz numune).

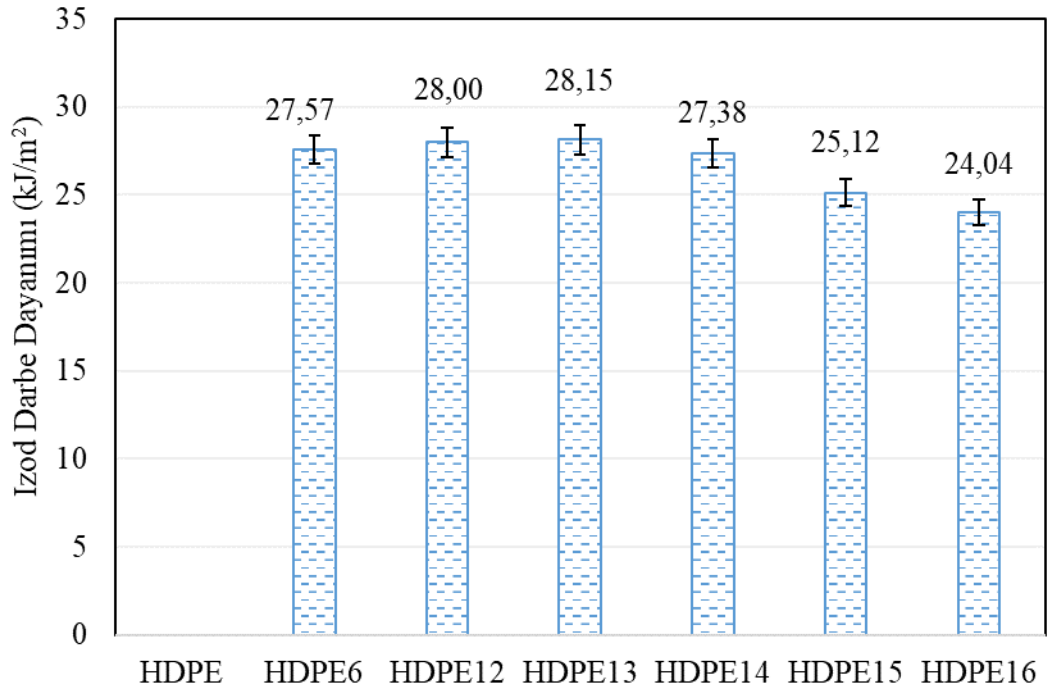
% 20 - 24 IFR ve % 1-5 FA malzeme grubu ile gerçekleştirilen Izod darbe deneylerinin sonuçları çentikli numuneler için Şekil 4.45'te verilmiştir. Bu numune

grubunda HDPE12 ve HDPE13 numunelerinde 5,66 kJ/m² ve 5,50 kJ/m² ile HDPE6 numuneden daha yüksek dayanım değerleri elde edilirken, daha yüksek FA içeren HDPE14, HDPE15 ve HDPE16 numunelerde ise darbe dayanım değerlerinin sırasıyla 5,13 kJ/m², 4,79 kJ/m² ve 4,66 kJ/m² değerlerine bir miktar gerilediği belirlenmiştir. Çentiksiz numunelerin Izod darbe dayanım deney sonuçları Şekil 4.46'da yer almaktadır. Sonuçlar incelendiğinde HDPE6 numunede 27,57 kJ/m² ölçülen dayanım değerinin % 2 FA ilavesiyle artarak HDPE13 numunede 28,15 kJ/m² ile en yüksek değerine ulaştıktan daha sonra HDPE14, HDPE15 ve HDPE16 numunelerde ise 27,38 kJ/m², 25,12 kJ/m² ve 24,04 kJ/m² değerlerine düştüğü tespit edilmiştir.

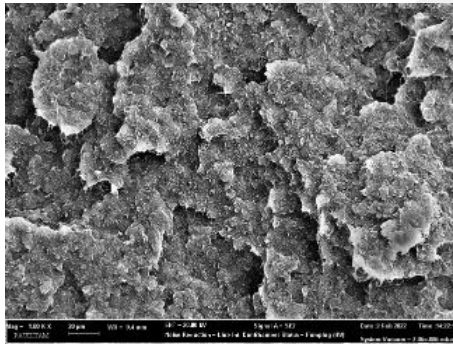


Şekil 4.45: HDPE ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) Izod darbe dayanım değerleri (Çentikli numune).

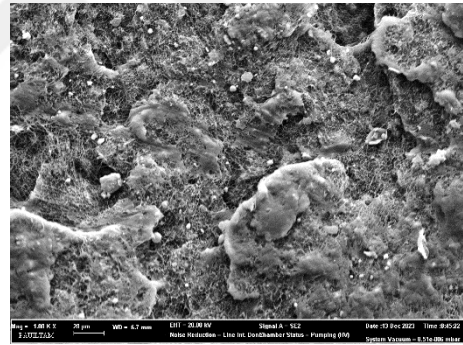
Şekil 4.47'de ham HDPE ve sadece % 30 FA içeren HDPE4 kompozitlerin Izod darbe testi gerçekleştirilen numunelerinin hasar kesiti üzerinden alınan 1000x büyütmedeki SEM görüntüleri yer almaktadır. Şekil 4.48'de ise ham HDPE ve HDPE4 numunelerin EDX analiz sonuçları verilmiştir. Şekil 4.48'de FA içeriğinde bulunan elementlerin (Başlıca Si, Al ve Fe) varlığı görülmekle birlikte malzemelerin SEM analiz öncesi Au/Pd ile kaplanmasından kaynaklı 2 keV ve 3 keV civarındaki tepeler de görülmektedir (Meduri ve diğ. 2019, Newbury ve Ritchie 2015).



Şekil 4.46: HDPE ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) Izod darbe dayanım değerleri (Çentiksiz numune).

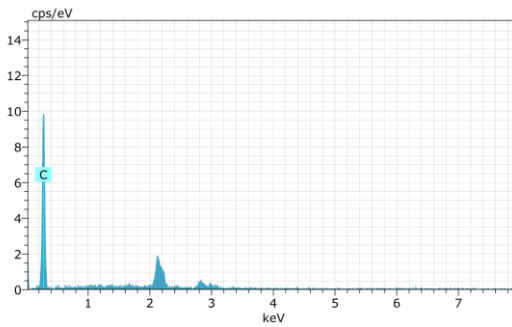


HDPE

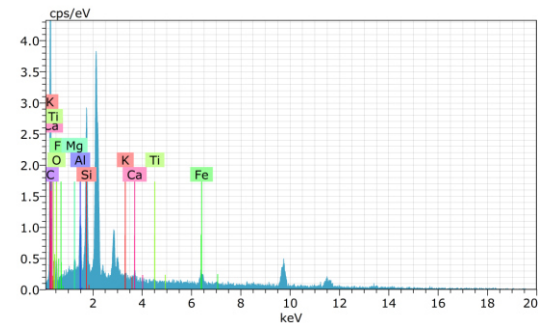


HDPE4

Şekil 4.47: HDPE ve kompozitlerin (%30 FA) çentikli numunelerinin Izod darbe testi hasar kesiti SEM görüntüleri.



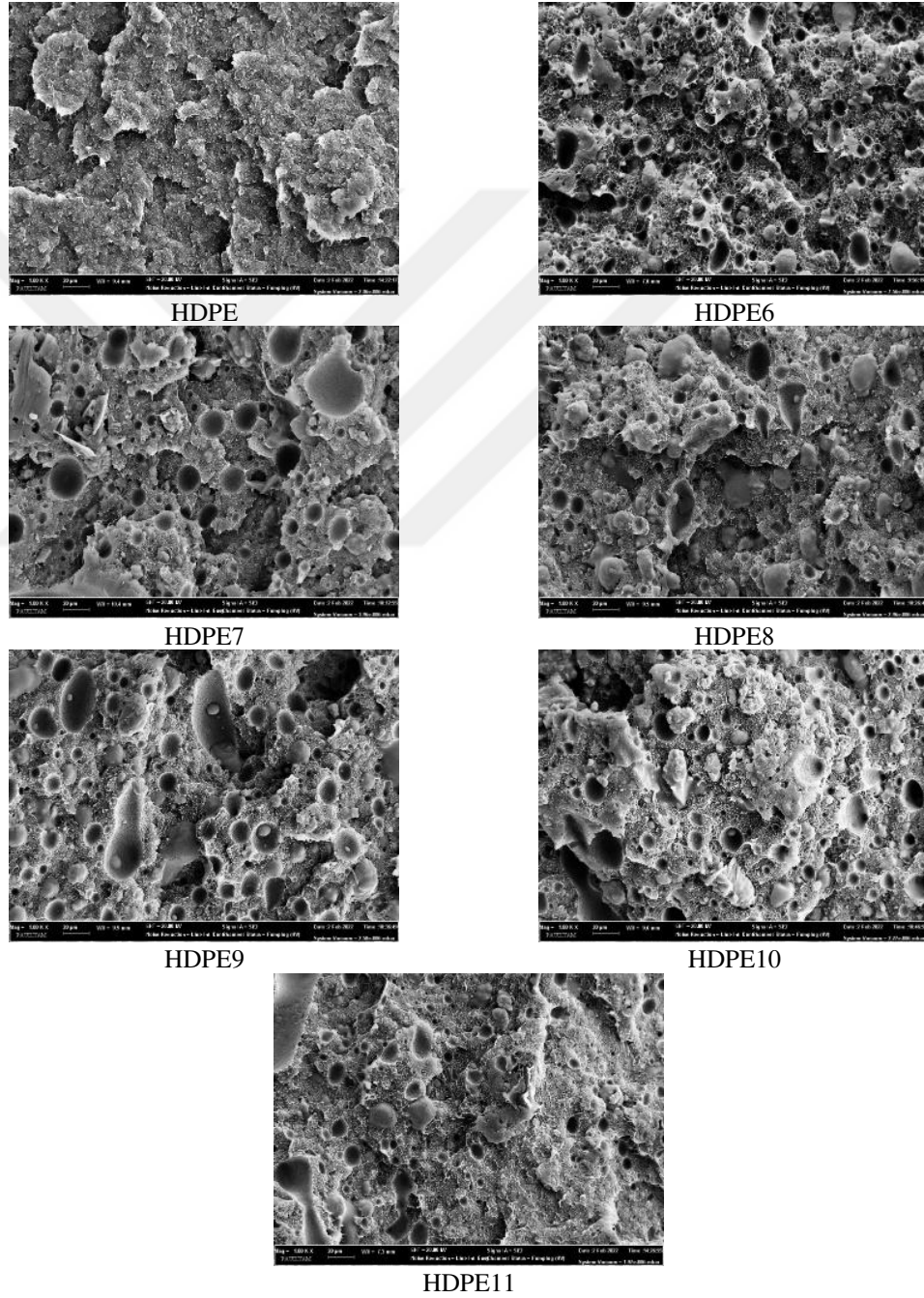
HDPE



HDPE4

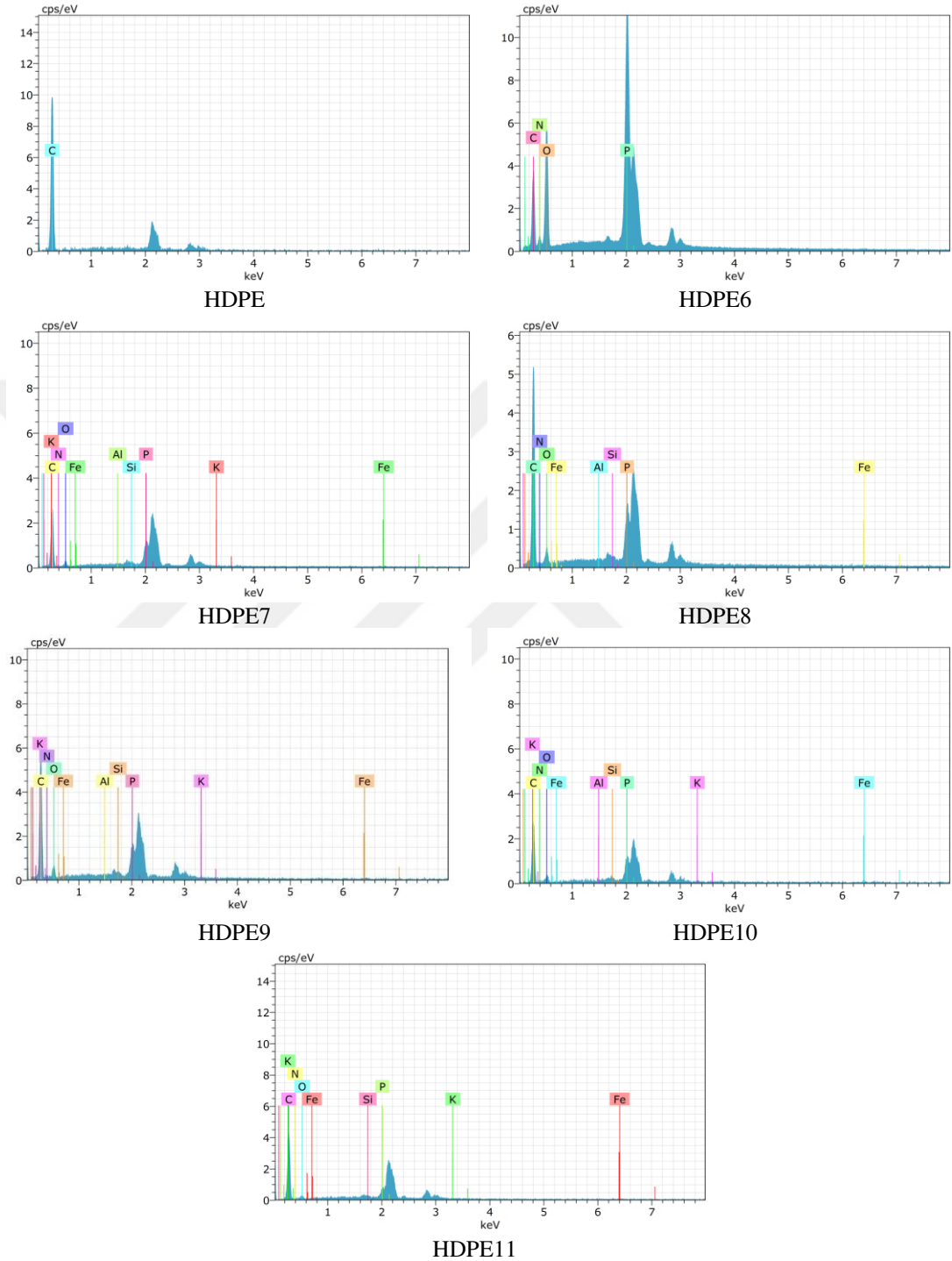
Şekil 4.48: HDPE ve kompozitlerin (%30 FA) Izod darbe testi hasar kesiti EDX analiz sonuçları.

Şekil 4.49’da ise ham HDPE ve kompozitlerinin (% 25 IFR % 1 - 5 FA) Izod darbe testi gerçekleştirilen numunelerinin hasar kesiti üzerinden alınan 1000x büyütmedeki SEM görüntüleri yer almaktadır. Genel olarak tüm numunelerde partiküllerin (IFR ve/veya FA) matris içinde topaklanma oluşturmadığı ve homojen bir dağılım olduğu görülmektedir. Bu durum mekanik özelliklerde olumsuz etkilerin oluşumunu önleme yanında ısı ve yanma özelliklerinin iyileştirilmesi açısından önem arz etmektedir (Zhang ve diğ. 2020^a).



Şekil 4.49: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) Izod darbe testi hasar kesiti SEM görüntüleri.

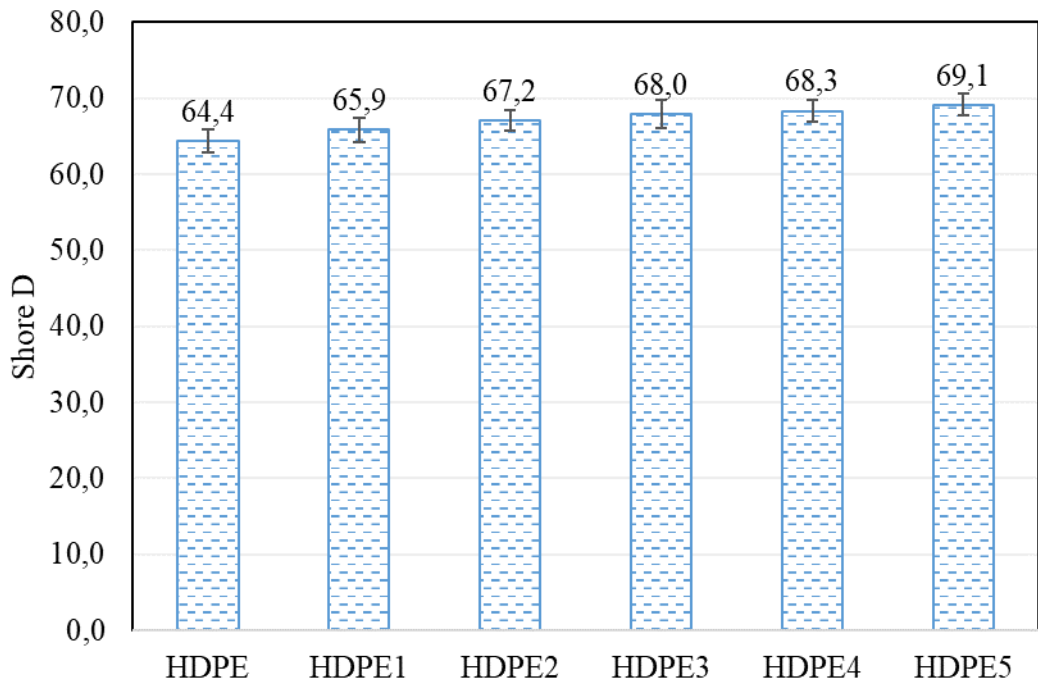
Şekil 4.49’da SEM görüntüleri verilen malzemelerin EDX analiz sonuçları Şekil 4.50’de verilmiştir. IFR ve FA kaynaklı elementler açık şekilde görülmektedir.



Şekil 4.50: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1 - 5 FA) çentikli numunelerinin Izod darbe testi hasar kesiti EDX analiz sonuçları.

4.3.3 Shore D Sertlik Ölçüm Testleri

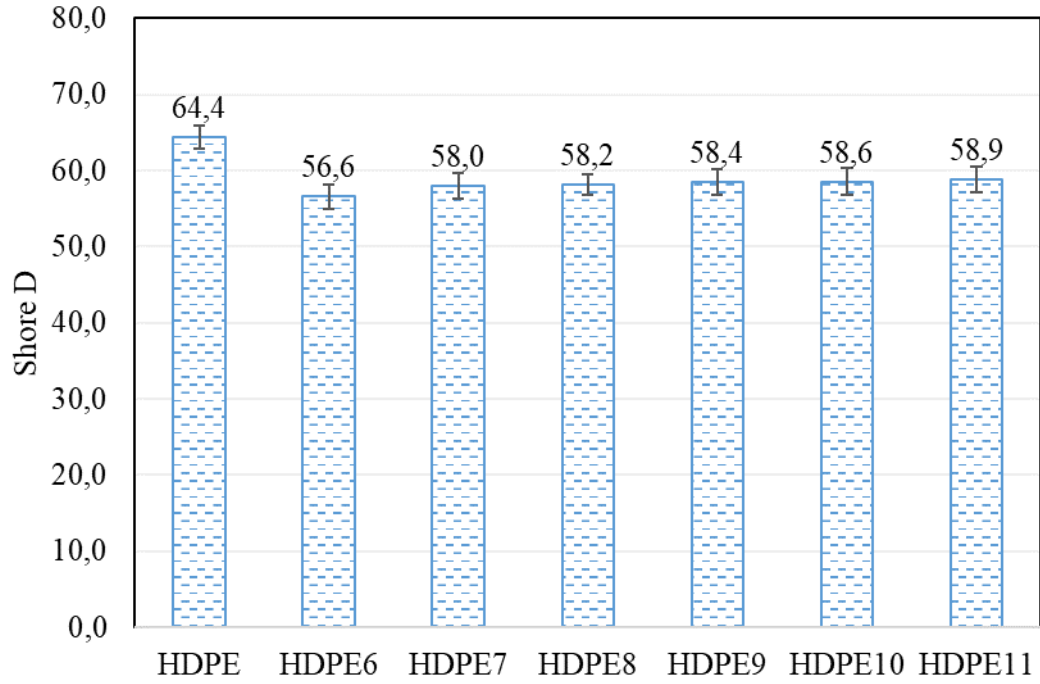
Şekil 4.51’de HDPE ve kompozitlerin (% 5 - 40 FA) Shore D sertlik değerleri yer almaktadır. FA dolgu maddesinin malzemenin sertliğinde artışa sebep olduğu tespit edilmiştir (Satapathy ve diğ. 2013, Sampathkumaran ve diğ. 2015, Alshabander ve diğ. 2018, Porabka ve diğ. 2015). Ham HDPE malzemede 64,4 olan Shore D sertliği; HDPE1, HDPE2, HDPE3, HDPE4 ve HDPE5 malzemeler için sırasıyla 65,9, 67,2, 68, 68,3 ve 69,1 olarak ölçülmüştür. Sertliklerdeki artış oranları ise % 2,3, % 4,3, % 5,6, % 6,1 ve % 7,3’tür.



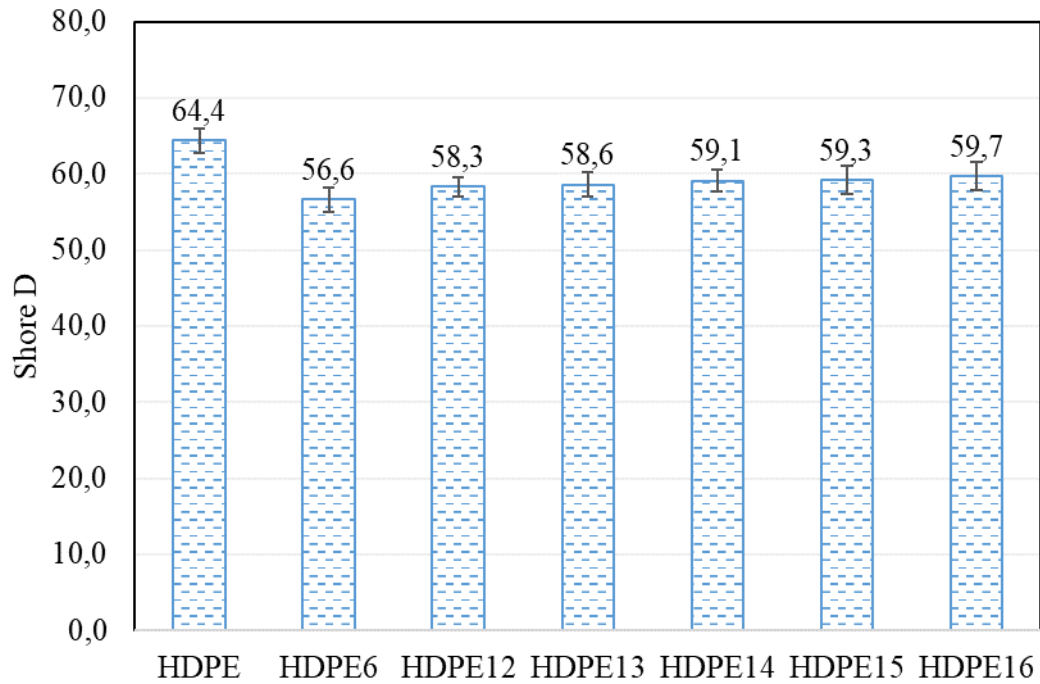
Şekil 4.51: HDPE ve kompozitlerin (% 5-40 FA) Shore D sertlik değerleri.

Şekil 4.52’de ise HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1 - 5 FA) Shore D sertlik ölçüm test sonuçları verilmiştir. % 25 IFR ilavesi HDPE6 numunenin sertlik değerinin yaklaşık % 12,1 düşüşle 56,6 Shore D’ya gerilemesine neden olmuştur. Ancak % 5 orana kadar artan FA ilavesinin malzemelerin sertliğinde de artış meydana getirdiği görülmektedir. Testlerde numunelerin Shore D sertlik değerleri HDPE7, HDPE8, HDPE9, HDPE10 ve HDPE11 malzemeler için sırasıyla 58,0, 58,2, 58,4, 58,6 ve 58,9 olarak ölçülmüş ve HDPE6 ile karşılaştırıldığında sırasıyla % 2,5, % 2,8, % 3,2, % 3,5 ve % 4,1 oranlarında arttığı belirlenmiştir. % 5 orana kadar artan FA ilave edilerek aynı oranda IFR miktarından azaltılarak elde edilen malzemelerin Shore D

sertlik test sonuçları Şekil 4.53'te gösterilmiştir. HDPE6 ile karşılaştırıldığında HDPE12, HDPE13, HDPE14, HDPE15 ve HDPE16 malzemelerin sırasıyla % 3,0, % 3,5, % 4,4, % 4,8 ve % 5,5 oranlarında artışlarla 58,3, 58,6, 59,1, 59,3 ve 59,7 Shore D sertlik değerlerine sahip oldukları tespit edilmiştir.



Şekil 4.52: HDPE ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1 - 5 FA) Shore D sertlik değerleri.



Şekil 4.53: HDPE ve kompozitlerin (% 20 - 24 IFR ve % 1 - 5 FA) Shore D sertlik değerleri.

5. POLİPROPİLEN (PP) ESASLI KOMPOZİT MALZEMELER

Ham polipropilen (PP) de HDPE gibi UL 94 V testinde sınıflandırma dışı (NR) ve LOI değeri yaklaşık % 18 olan ısıl bozunma ve yanma direnci zayıf olan bir polimerdir. Bu bölümde PP esaslı kompozit malzemelerin ısıl bozunma ve yanma dirençlerini artırmak için farklı oranlarda ilave edilen uçucu kül, kabaran geciktirici ve uçucu kül/kabaran alev geciktirici sistemlerin malzeme özelliklerine etkileri sunulmaktadır.

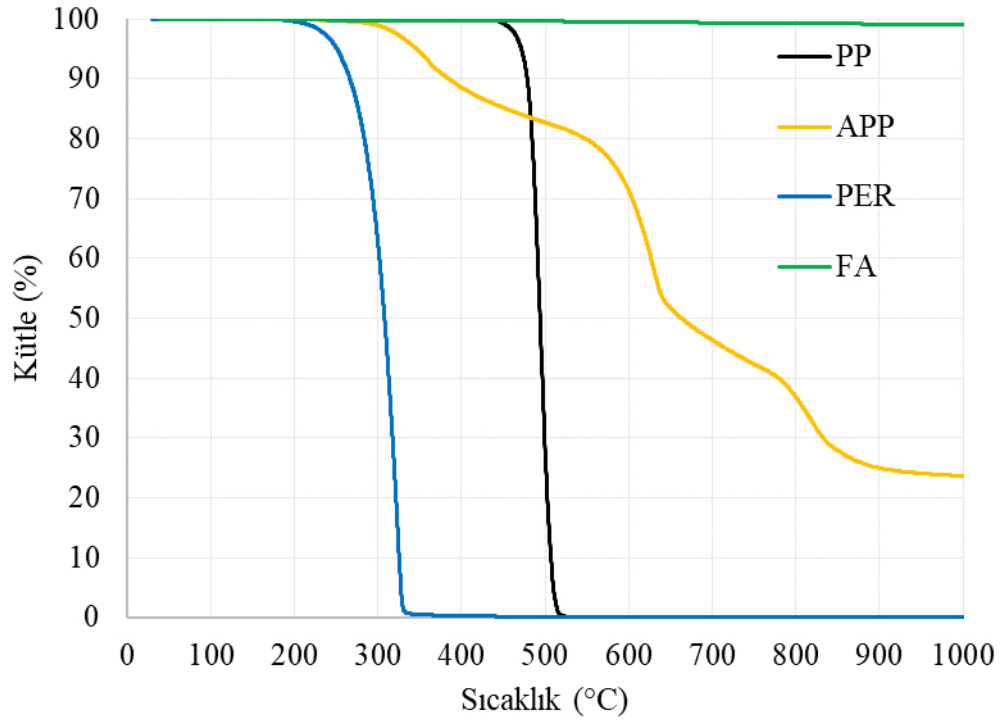
5.1 PP ve PP Esaslı Kompozitlerin Isıl Test Sonuçları

Ham PP ve tez kapsamında üretimi yapılan PP esaslı kompozit malzemelerin ısıl özelliklerini ve ısıl bozunma davranışlarını belirlemek amacıyla yapılan termogravimetrik (TG/DTG) analizlerin, diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) analizlerinin ve ısı iletim katsayısı ölçümlerinin sonuçları bu alt bölümde verilmektedir.

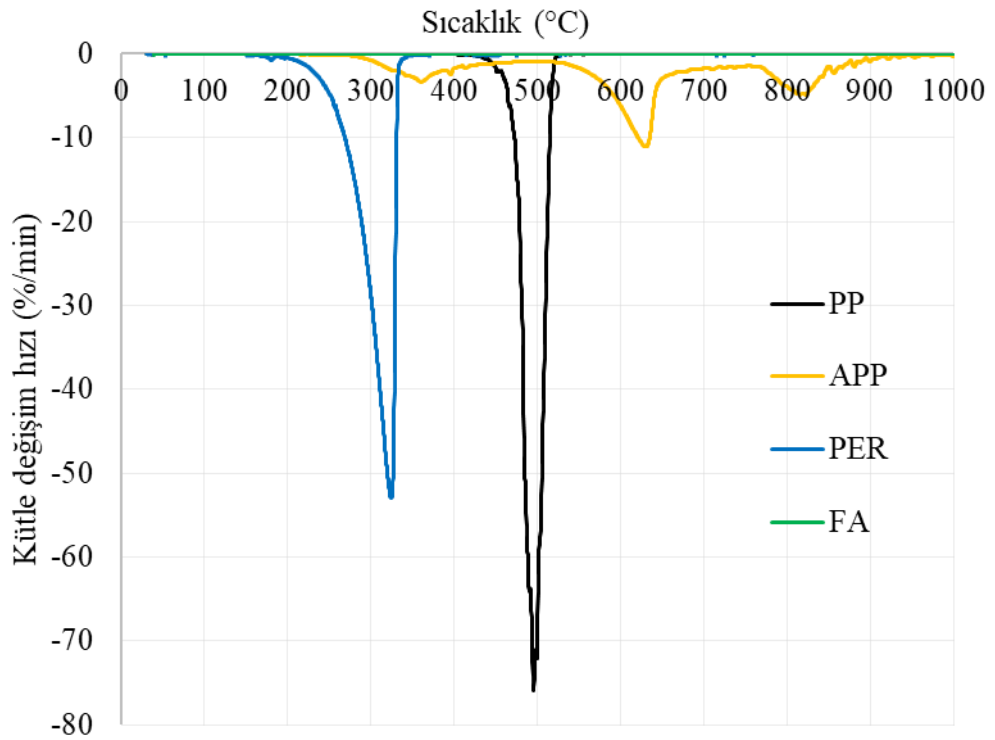
5.1.1 Thermogravimetrik (TG/DTG) Analiz Sonuçları

Şekil 5.1 ve Şekil 5.2’de ham PP ve kompozit malzeme üretiminde kullanılan katkı maddelerinin (APP, PER ve FA) azot ortamı altında yapılan termogravimetrik analizleri ile elde edilen sıcaklığa bağlı kütle değişim (%) ve kütle değişim hızları (%/min) karşılaştırılmıştır.

Ham PP, ham HDPE’e benzer şekilde yaklaşık 440 °C ile 520 °C sıcaklık aralığında tek kademedede tamamen bozunmuştur (Demirhan ve diğ. 2023) Bozunma sonrası kalan kütle olmamıştır. Ham PP’in maksimum bozunma sıcaklığı ve hızı sırasıyla 495,3 °C ve -74,6 %/min olarak tespit edilmiştir. Katkı maddelerinin bozunma bilgileri bir önceki bölümde verildiği için burada tekrar verilmemiştir.

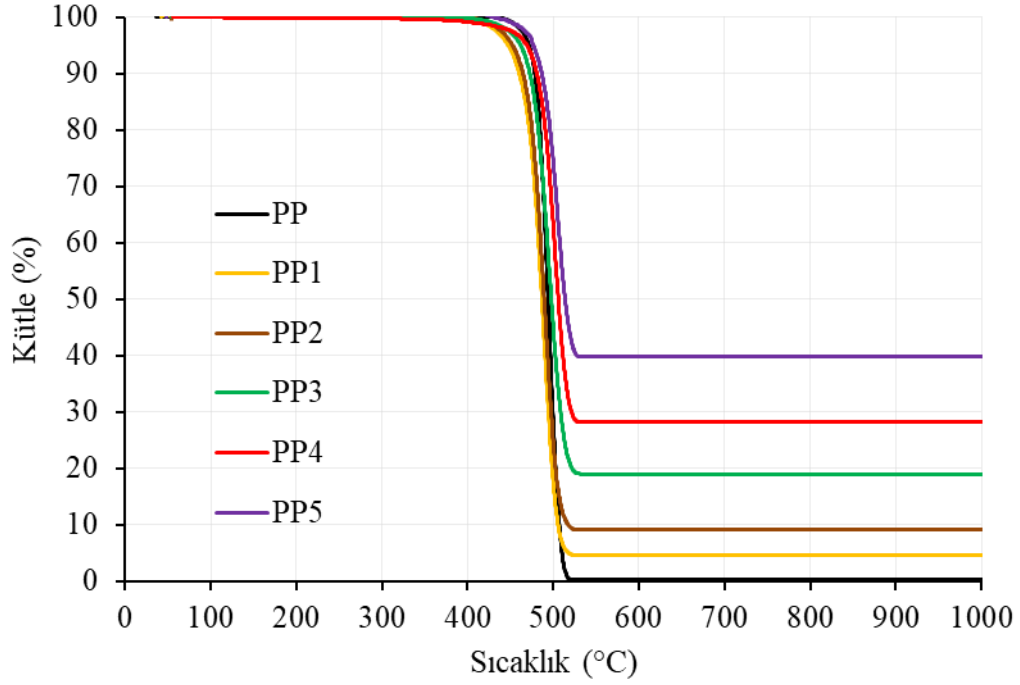


Şekil 5.1: PP ve dolgu maddelerinin kütle değişimleri.

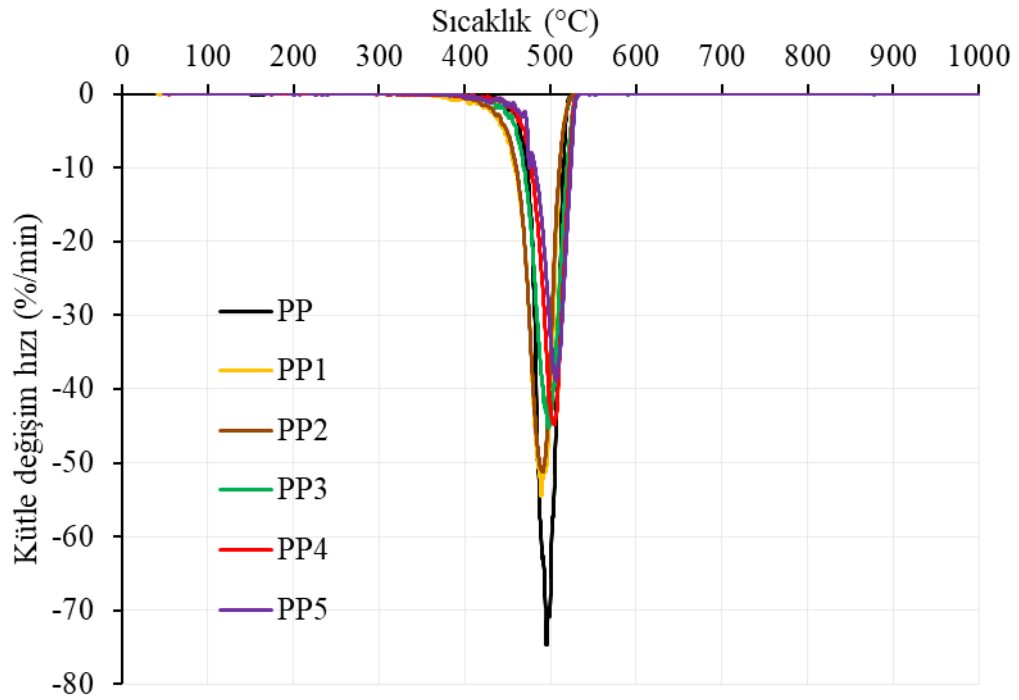


Şekil 5.2: PP ve dolgu maddelerinin kütle değişim hızları.

Ham PP ve % 5 - 40 oranlarında FA içeren PP esaslı kompozit malzemelerin (PP1, PP2, PP3, PP4 ve PP5) sıcaklığa bağlı olarak kütle değişim (%) ve kütle değişim hızları (%/min) Şekil 5.3 ve Şekil 5.4'te karşılaştırılmıştır.



Şekil 5.3: PP ve kompozitlerin (% 5-40 FA) kütle değişimleri.



Şekil 5.4: PP ve kompozitlerin (% 5-40 FA) kütle değişim hızları.

Ayrıca PP ve PP esaslı kompozit malzemelerin % 5 ve % 50 kütle kaybına uğradığı noktadaki sıcaklıklar ($T_{\%5}$ ve $T_{\%50}$), kütle değişim hızının maksimum olduğu noktadaki sıcaklıklar (T_{maks}), kütle değişim hızının maksimum değerleri (R_{maks}) ve 1000°C sıcaklıktaki kalan kütle oranları m_{1000} (%) Tablo 5.1’de verilmiştir.

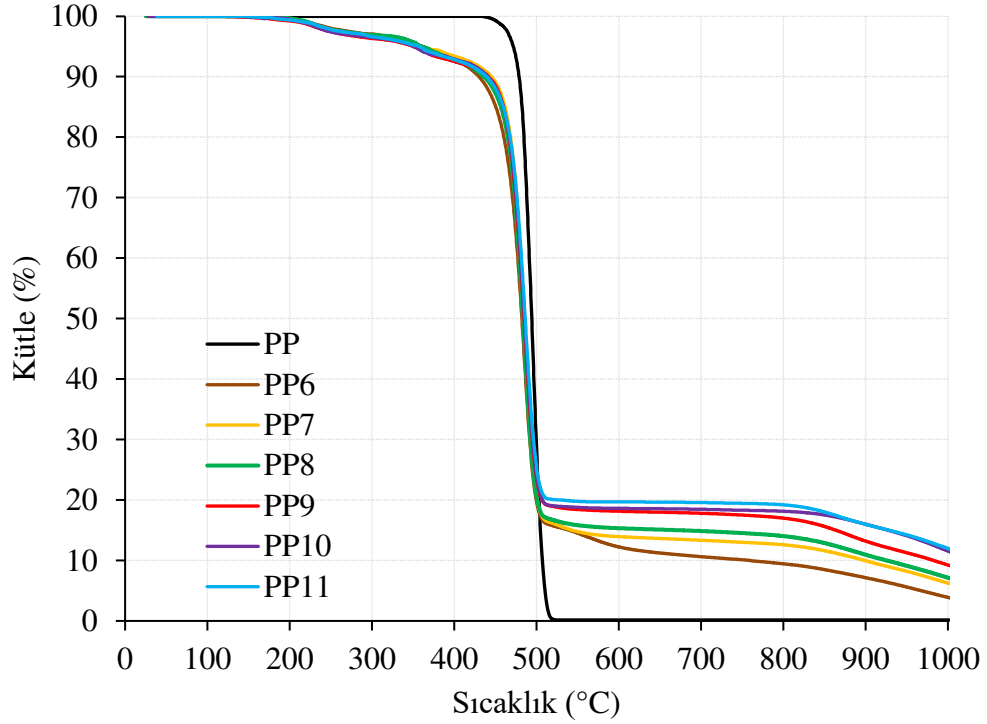
Tablo 5.1: PP ve kompozitlerin (% 5 - 40 FA) TGA sonuçları.

Numune No	$T_{\%5}$ (°C)	$T_{\%50}$ (°C)	T_{maks} (°C)	R_{maks} (%/min)	m_{1000} (%)
PP	471,6 ± 1	494,2 ± 1	495,3 ± 1	-74,6 ± 0,2	0
PP1	447,8 ± 1	486,6 ± 1	488,8 ± 1	-54,4 ± 0,2	4,5 ± 0,3
PP2	452,5 ± 1	489,5 ± 1	491,7 ± 1	-51,5 ± 0,2	9,0 ± 0,3
PP3	462,1 ± 1	497,9 ± 1	497,1 ± 1	-45,3 ± 0,2	19,0 ± 0,3
PP4	469,4 ± 1	505,9 ± 1	504,0 ± 1	-44,8 ± 0,2	28,2 ± 0,3
PP5	476,9 ± 1	513,8 ± 1	506,6 ± 1	-38,9 ± 0,2	39,8 ± 0,3

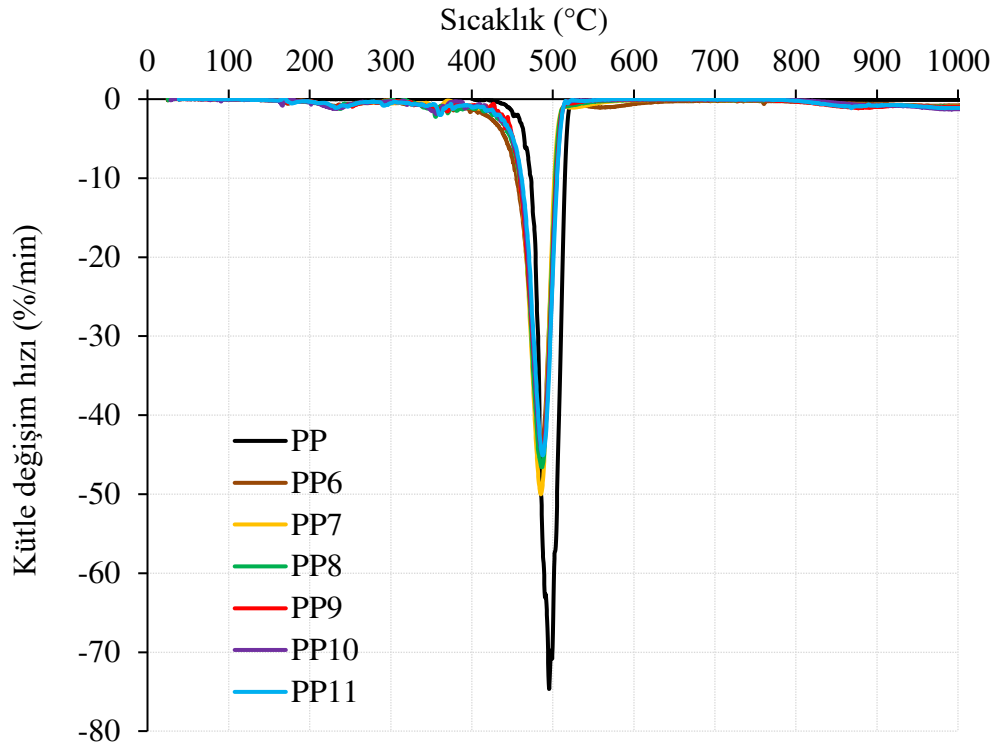
PP malzemeye FA ilavesinin genel olarak bozunma karakteristiğinde bir değişikliğe sebep olmadığı ve kompozit malzemelerin de tek basamakta bozunduğu görülmektedir. Bununla birlikte, FA ilave oranının artışına bağlı olarak bozunma sıcaklıklarında az da olsa artışlar ve maksimum bozunma hızlarında dikkate değer azalmalar gerçekleşmiştir. % 40 oranında FA ilavesi ile T_{maks} 495,3 °C den yaklaşık 11,3 °C artışla 506,6 °C’ye çıkarken R_{maks} % 74,6’dan % 38,9’a düşmüştür. Ayrıca ham PP’nin tamamen bozunmasına rağmen FA içeren kompozit malzemelerin (PP1, PP2, PP3, PP4 ve PP5) bozunma sonrası 1000 °C’de kalan kütle oranları sırasıyla % 4,5, % 9,0, % 19,0, % 28,2 ve % 39,8 olduğu belirlenmiştir. Abu Zahra ve diğ. (2015), PVC köpük malzemelere % 40 orana kadar FA ilave etmiş kalan kütle oranı % 37,13 olmuştur.

% 25 oranında sabit IFR ve % 1 - 5 oranlarında FA içeren kompozit malzemelerin analizlerinden elde edilen sıcaklığa bağlı kütle değişim (%) ve kütle değişim hızlarının (%/min) grafikleri Şekil 5.5 ve Şekil 5.6’da verilmiştir. Grafiklerden elde edilen $T_{\%5}$, $T_{\%50}$, T_{maks} , R_{maks} ve m_{1000} değerleri Tablo 5.2’de verilmiştir. IFR bileşikleri olan PER ve APP’nin erken bozunmasına bağlı olarak IFR içeren kompozitlerin daha erken (140 °C civarı) ısıl bozunmaya başladığı görülmektedir (Yuan ve diğ. 2022^a, Demirhan ve diğ., 2023). Bu erken ısıl bozunmalar nedeniyle $T_{\%5}$ değerlerinde dikkate değer (yaklaşık 110 °C) düşümlere sebep olurken

T_{50} ve T_{maks} değerlerinde daha az miktarlarda (10 – 12 °C) düşüşler görülmüştür. APP ve PER'in erken bozunması ile oluşan karbon tabakasının etkisi ile R_{maks} değerlerinde dikkate değer azalmalar tespit edilmiştir (Yuan ve diğ. 2022^a).



Şekil 5.5: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) kütle değişimleri.



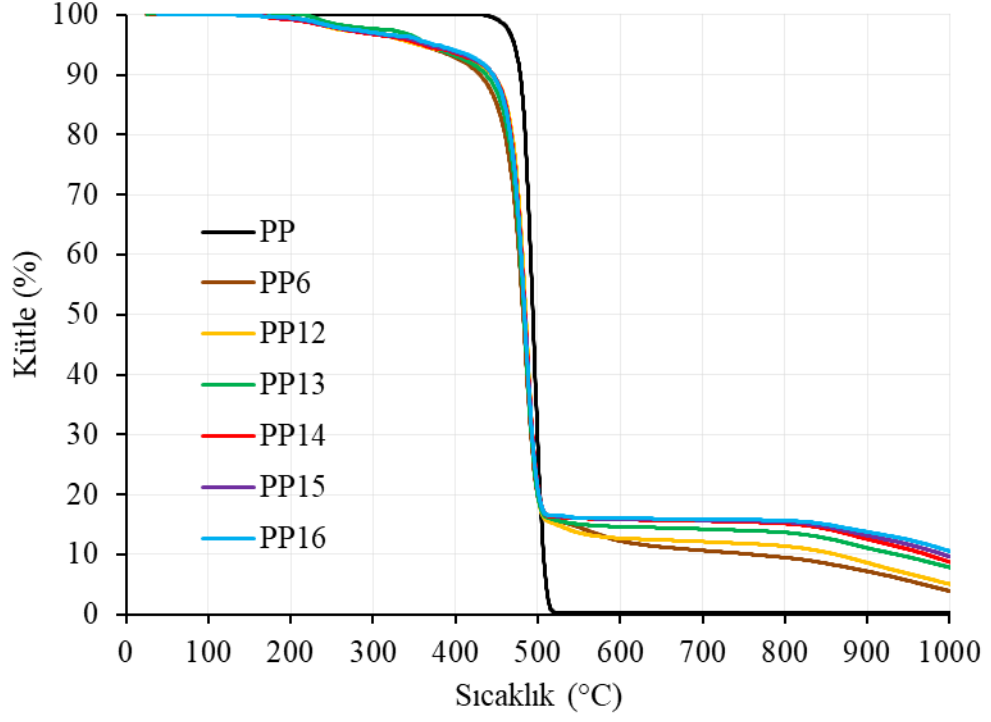
Şekil 5.6: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) kütle değişim hızları.

Tablo 5.2: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) TGA sonuçları.

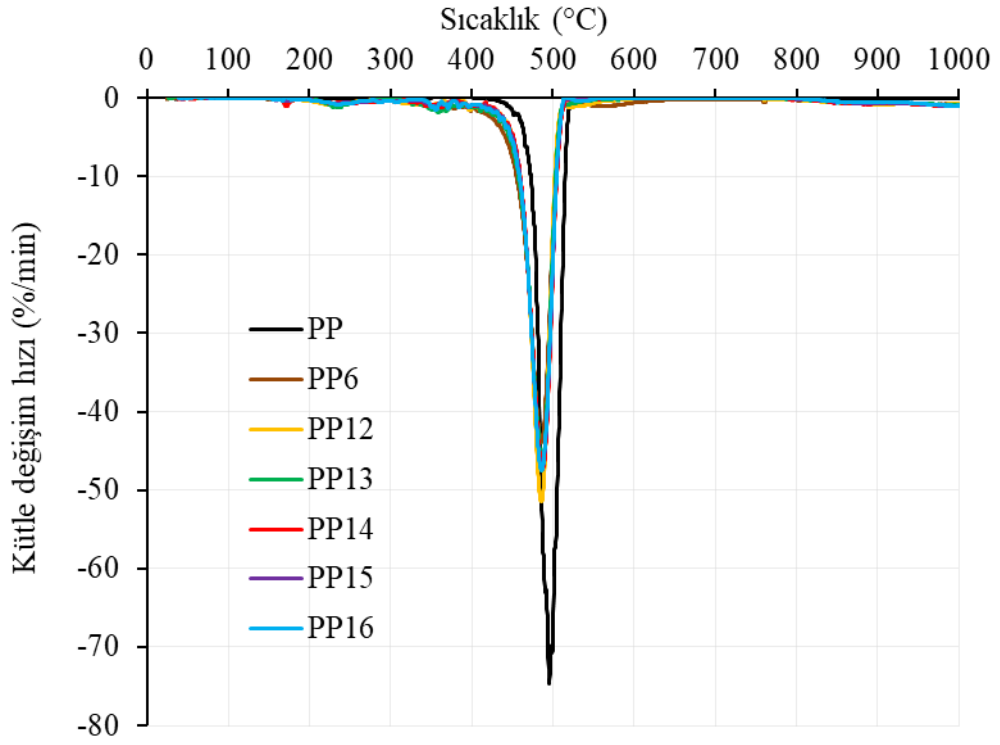
Numune No	T _{% 5} (°C)	T _{% 50} (°C)	T _{maks} (°C)	R _{maks} (%/min)	m ₁₀₀₀ (%)
PP	471,6 ± 1	494,2 ± 1	495,3 ± 1	-74,6 ± 0,2	0
PP6	360,9 ± 1	482,0 ± 1	485,8 ± 1	-43,9 ± 0,2	4,08 ± 0,3
PP7	358,9 ± 1	484,8 ± 1	486,3 ± 1	-51,1 ± 0,2	6,51 ± 0,3
PP8	359,7 ± 1	483,3 ± 1	486,2 ± 1	-46,6 ± 0,2	7,42 ± 0,3
PP9	349,9 ± 1	484,8 ± 1	487,0 ± 1	-44,5 ± 0,2	9,55 ± 0,3
PP10	350,9 ± 1	485,1 ± 1	486,9 ± 1	-44,9 ± 0,2	11,96 ± 0,3
PP11	357,6 ± 1	486,1 ± 1	487,9 ± 1	-45,1 ± 0,2	12,30 ± 0,3

% 25 IFR ilavesi ile T_{maks} 485,8 °C'ye yükselirken R_{maks} değeri % 43,9 değerine düşmüştür (Coimbra ve diğ. 2022). FA ilavesinin T_{maks} değerlerinde dikkate değer bir değişikliğe sebep olmaz iken ve R_{maks} değerlerinin bir miktar artmasına sebep olduğu tespit edilmiştir (Lai ve diğ. 2012). Ayrıca, IFR ve IFR/FA ilavelerinin 1000 °C'de kalan kütle miktarlarında artışa sebep oldukları tespit edilmiştir. Sadece % 25 IFR ilavesi ile kalan kütle oranı % 4,08 olur iken % 5 FA ilavesi ile bu oran % 12,30'a çıkmıştır. Kütle değişim hızlarının azalması ve kalan kütle oranlarının artmasına bağlı olarak IFR ve IFR/FA ilavelerinin malzemelerin ısı kararlılıklarını artırdıkları söylenebilir (Hanu ve diğ. 2006).

Kabaran alev geciktiricinin % 20 - % 24 ve uçucu külün % 1 - % 5 arasında değişen oranlarda PP'ye ilavesi ile elde edilen kompozitlerin (PP12, PP13, PP14, PP15, PP16) termogravimetrik analizinden elde edilen sıcaklığa bağlı kütle değişim (%) ve kütle değişim hızlarının (%/min) grafikleri Şekil 5.7 ve Şekil 5.8'de PP ve PP6 ile karşılaştırılmıştır. Grafiklerden elde edilen T_{% 5}, T_{% 50}, T_{maks}, R_{maks} ve m₁₀₀₀ değerleri ise Tablo 5.3'te verilmiştir. IFR'ye bağlı erken bozunma başlangıcı bu kompozit malzemelerde de görülmekle birlikte IFR oranının azalmasına bağlı etkinin azaldığı belirlenmiştir. PP ve PP6 malzemelerinin T_{%5} sıcaklıkları sırasıyla 471,6 °C ve 360,9°C iken FA ilavesi ile elde edilen PP12 - PP16 aralığındaki malzemelerde bu sıcaklık 355,6 °C – 373,9 °C aralığında değişmiştir. Aynı zamanda bu kompozitlerin T_{max} değerlerinin 486,0 °C ile 487,1 °C, R_{max} değerlerinin 47,2 %/min ile 51,9 %/min aralığında değiştiği belirlenmiştir. Ayrıca, FA ilavesi ile kalan kütle oranlarının (m₁₀₀₀) arttığı görülmüş olup en fazla kalan kütle oranının (% 10,54) yine en fazla FA içeren kompozit malzemenin (PP16) bozunması sonucu elde edilmiştir.



Şekil 5.7: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) kütle değişimleri.



Şekil 5.8: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) kütle değişim hızları.

Tablo 5.3: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) TGA sonuçları.

Numune No	T % 5 (°C)	T % 50 (°C)	T _{maks} (°C)	R _{maks} (%/min)	m ₁₀₀₀ (%)
PP	471,6 ± 1	494,2 ± 1	495,3 ± 1	-74,6 ± 0,2	0
PP6	360,9 ± 1	482,0 ± 1	485,8 ± 1	-43,9 ± 0,2	4,08 ± 0,3
PP12	355,6 ± 1	485,4 ± 1	487,1 ± 1	-51,9 ± 0,2	5,06 ± 0,3
PP13	367,8 ± 1	483,3 ± 1	486,2 ± 1	-47,6 ± 0,2	7,83 ± 0,3
PP14	361,2 ± 1	484,6 ± 1	486,7 ± 1	-47,3 ± 0,2	8,74 ± 0,3
PP15	367,7 ± 1	484,1 ± 1	486,3 ± 1	-47,2 ± 0,2	9,65 ± 0,3
PP16	373,9 ± 1	484,0 ± 1	486,0 ± 1	-47,5 ± 0,2	10,54 ± 0,3

5.1.2 Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analiz Sonuçları

Tablo 5.4'te DSC analizleri ile belirlenen ham PP ve % 5 - % 40 aralığında FA içeren kompozitlerin ergime entalpileri (H_m), kristalizasyon entalpileri (H_c), ergime sıcaklıkları (T_m) ve kristalizasyon sıcaklıkları (T_c) sunulmuştur. PP numunenin H_m değeri 106,3 J/g, T_m değeri 164,4 °C, H_c değeri 106,2 J/g ve T_c değeri 115,6 °C olarak belirlenmiştir. Kompozit malzemelerin, FA oranının artışına bağlı olarak, T_m ve T_c sıcaklıklarında sırasıyla % 1,6 ve % 11,2'ye varan oranlarda artış (Ajoorlo ve diğ. 2021) H_m ve H_c değerlerinde yaklaşık % 39'a varan oranlarda azalmalar tespit edilmiştir.

Tablo 5.4: PP ve kompozitlerin (% 5-40 FA) DSC analiz sonuçları.

Numune No	H_m (J/g)	H_c (J/g)	T_m (°C)	T_c (°C)
PP	106,3 ± 0,4	106,2 ± 0,4	164,4 ± 0,5	115,6 ± 0,5
PP1	103,3 ± 0,4	101,2 ± 0,4	166,2 ± 0,5	122,9 ± 0,5
PP2	98,6 ± 0,4	95,8 ± 0,4	167,1 ± 0,5	125,7 ± 0,5
PP3	88,3 ± 0,4	84,3 ± 0,4	166,6 ± 0,5	127,7 ± 0,5
PP4	77,6 ± 0,4	74,8 ± 0,4	166,7 ± 0,5	128,1 ± 0,5
PP5	67,5 ± 0,4	64,9 ± 0,4	167,0 ± 0,5	128,6 ± 0,5

% 25 IFR ve % 1-5 FA içeren PP kompozitlerinin DSC analiz sonuçları Tablo 5.5'te karşılaştırılmıştır. Sadece % 25 IFR ilavesi ile malzemenin (PP6) H_m ve H_c

değerleri düşerken T_m değerinde dikkate değer bir değişim olmamış, T_c değerinde ise artış olmuştur (Ou 2002). PP6 malzemenin H_m değeri 79,2 J/g, T_m değeri 164,3 °C, H_c değeri 76,8 J/g ve T_c değeri 120,2 °C olarak tespit edilmiştir. FA ilavesi (% 1 – 5 aralığında) ile H_m ve H_c değerleri düşerken T_m ve T_c değerlerinde dikkate değer değişimler görülmemiştir. En fazla FA içeren PP11 malzemesinin H_m değeri 74,0 J/g, T_m değeri 164,5 °C, H_c değeri 71,8 J/g ve T_c değeri 122,7 °C olarak belirlenmiştir.

Tablo 5.5: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) DSC analiz sonuçları.

Numune No	H_m (J/g)	H_c (J/g)	T_m (°C)	T_c (°C)
PP	106,3 ± 0,4	106,2 ± 0,4	164,4 ± 0,5	115,6 ± 0,5
PP6	79,2 ± 0,4	76,8 ± 0,4	164,3 ± 0,5	120,2 ± 0,5
PP7	78,9 ± 0,4	76,5 ± 0,4	165,5 ± 0,5	121,9 ± 0,5
PP8	77,8 ± 0,4	75,7 ± 0,4	164,9 ± 0,5	123,0 ± 0,5
PP9	75,7 ± 0,4	74,1 ± 0,4	165,2 ± 0,5	122,8 ± 0,5
PP10	74,3 ± 0,4	72,0 ± 0,4	165,2 ± 0,5	122,5 ± 0,5
PP11	74,0 ± 0,4	71,8 ± 0,4	164,5 ± 0,5	122,7 ± 0,5

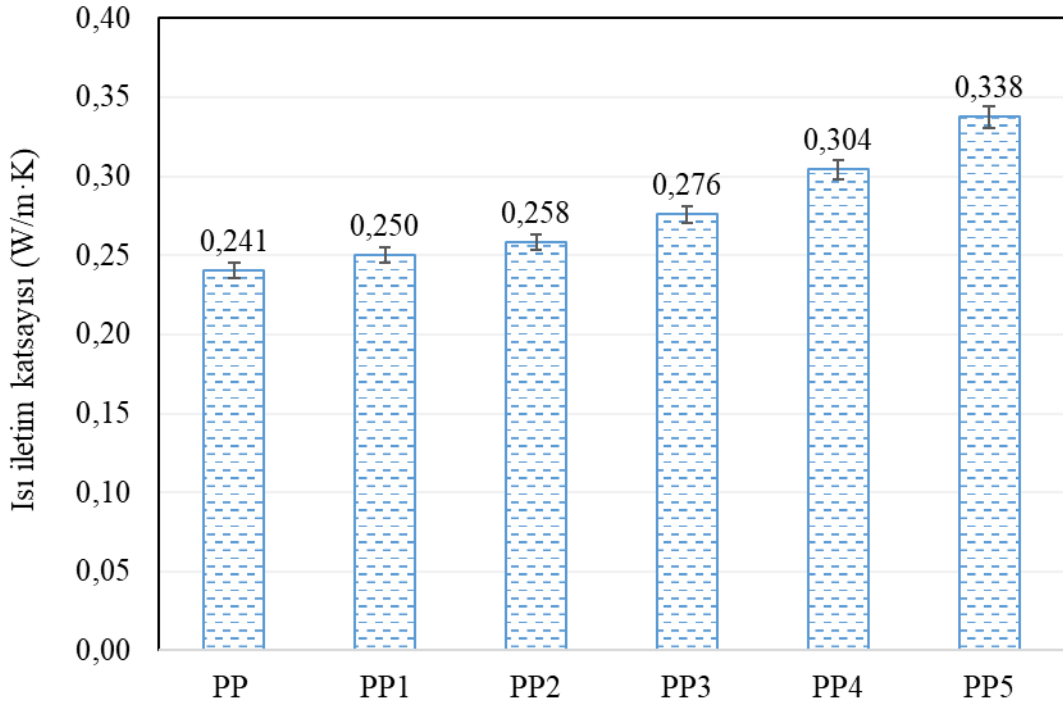
% 20-24 IFR ve % 1-5 FA içeren kompozit malzemelerinin DSC analiz sonuçları Tablo 5.6’da karşılaştırılmıştır. IFR’den azaltılarak aynı oranda FA ilavesi ile elde edilen kompozit malzemelerin (PP12, PP13, PP14, PP15, PP16) H_m ve H_c değerleri FA ilavesi ile az miktarda düşerken T_m ve T_c değerlerindeki değişimlerin çok daha az olduğu tespit edilmiştir.

Tablo 5.6: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) DSC analiz sonuçları.

Numune No	H_m (J/g)	H_c (J/g)	T_m (°C)	T_c (°C)
PP	106,3 ± 0,4	106,2 ± 0,4	164,4 ± 0,5	115,6 ± 0,5
PP6	79,2 ± 0,4	76,8 ± 0,4	164,3 ± 0,5	120,2 ± 0,5
PP12	78,7 ± 0,4	76,3 ± 0,4	164,5 ± 0,5	122,0 ± 0,5
PP13	78,6 ± 0,4	76,8 ± 0,4	164,8 ± 0,5	123,7 ± 0,5
PP14	78,2 ± 0,4	76,2 ± 0,4	165,3 ± 0,5	123,8 ± 0,5
PP15	76,5 ± 0,4	74,8 ± 0,4	165,8 ± 0,5	123,5 ± 0,5
PP16	76,3 ± 0,4	74,2 ± 0,4	164,2 ± 0,5	122,5 ± 0,5

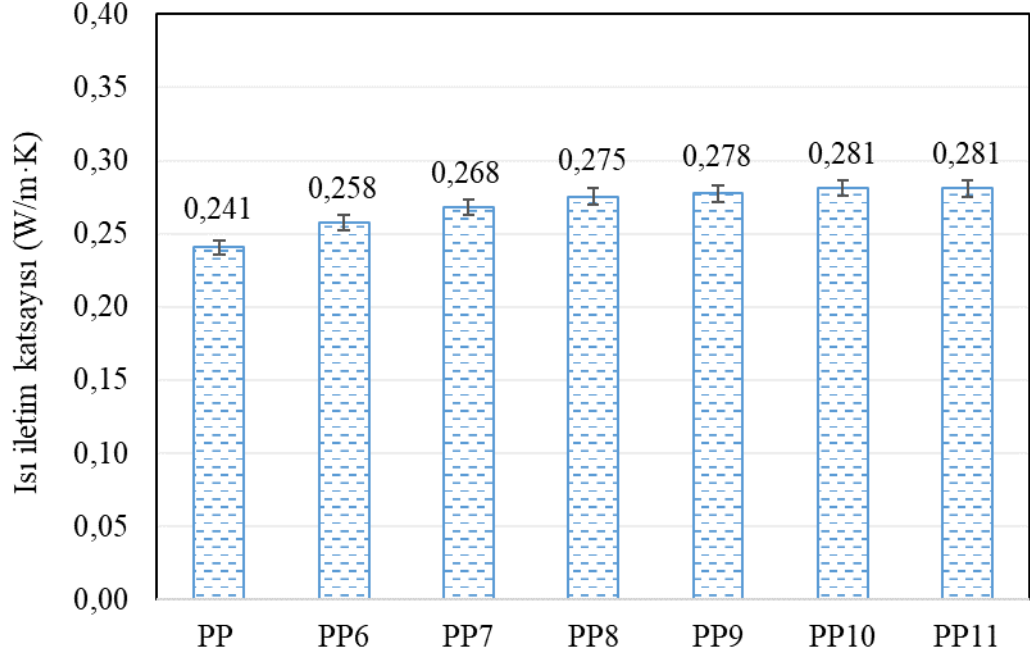
5.1.3 Isı İletim Katsayısı Ölçüm Sonuçları

PP ve kütlece % 5 ile % 40 aralığında FA içeren kompozit malzemelerin ısı iletim katsayıları Şekil 5.9'da karşılaştırılmıştır. Ham PP malzemenin ısı iletim katsayısı 0,241 W/m·K olarak ölçülmüştür. FA ilavesiyle ısı iletim katsayısında artış meydana geldiği belirlenmiştir. PP1 malzemede % 3,7 oranında artışla 0,250 W/m·K olan ısı iletim katsayısının PP5 malzemede % 40,3 oranında artışla 0,338 W/m·K değerine ulaştığı tespit edilmiştir. Artan FA ilavesi ile kompozitlerin ısı iletim katsayılarının artışı, FA yapısında bulunan ve polimere daha yüksek ısı iletkenliğe sahip partiküllerin birbirine temasının artması ile açıklanabilmektedir (Baglari ve diğ. 2011, Alshabander ve diğ. 2018).



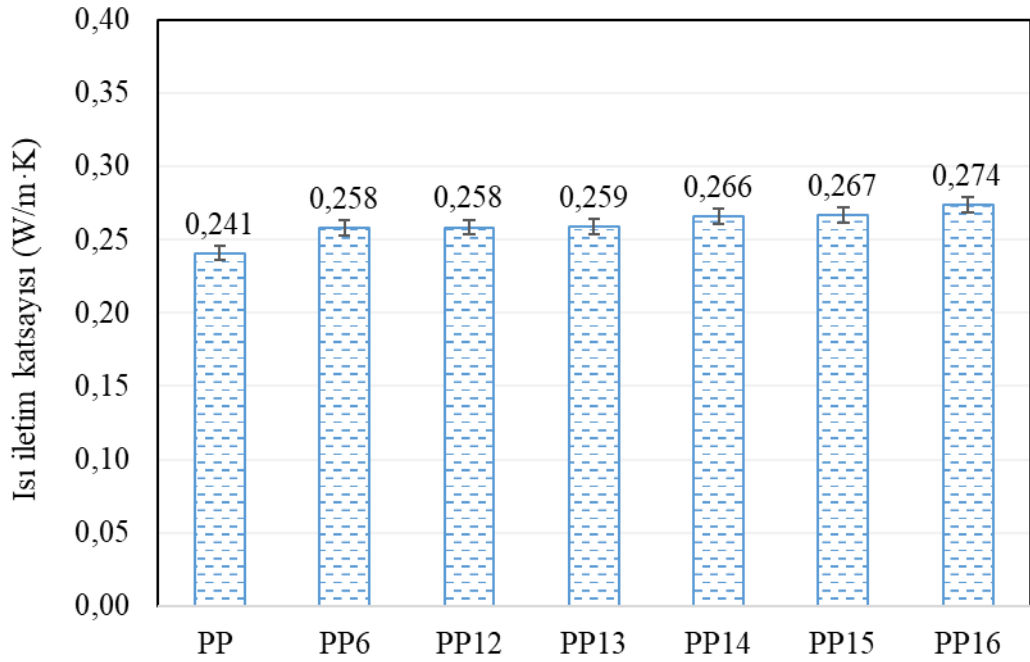
Şekil 5.9: PP ve kompozitlerin (% 5-40 FA) ısı iletim katsayıları.

% 25 IFR ve % 1-5 FA içeren numune grubundan elde edilen ısı iletim katsayıları Şekil 5.10'da yer almaktadır. % 25 IFR içeren PP6 malzemenin ısı iletim katsayısı PP malzemeye göre yaklaşık %7,1 artışla 0,258 W/m·K olarak belirlenmiştir. % 25 IFR ile birlikte % 1-5 FA ilave edilen PP7, PP8, PP9, PP10 ve PP11 malzemelerin ısı iletim katsayıları sırasıyla % 11,2, % 14,1, % 15,4, % 16,6 ve % 16,6 oranlarında artışlarla 0,268 W/m·K, 0,275 W/m·K, 0,278 W/m·K, 0,281 W/m·K ve 0,281 W/m·K değerlerine ulaştığı tespit edilmiştir.



Şekil 5.10: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) ısı iletim katsayıları.

% 20-24 IFR ve % 1-5 oranlarında FA içeren kompozit malzemelerin (PP12, PP13, PP14, PP15 ve PP16) ısı iletim katsayıları sırasıyla 0,258 W/m·K, 0,259 W/m·K, 0,266 W/m·K, 0,267 W/m·K ve 0,274 W/m·K olarak ölçülmüştür. Bu değerler Şekil 5.11’de karşılaştırılmıştır. PP’ye göre numunelerin ısı iletim katsayılarında sırasıyla % 7,1, % 7,5, % 10,4, % 10,8 ve % 13,7 oranlarında artış meydana geldiği belirlenmiştir.



Şekil 5.11: PP ve kompozitlerin (% 20 -24 IFR ve % 1 - 5 FA) ısı iletim katsayıları.

5.2 PP ve PP Esaslı Kompozit Malzemelerin Yanma Test Sonuçları

5.2.1 UL 94 Dikey Yanma ve Limit Oksijen Endeksi (LOI) Testleri

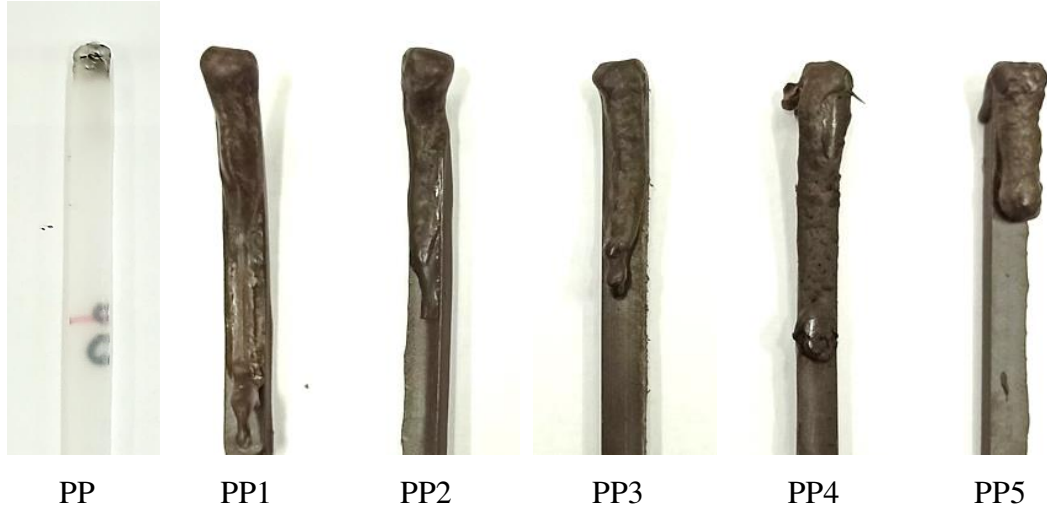
PP ve % 5-40 oranlarında FA içeren kompozitlerin UL 94V ve LOI test sonuçları Tablo 5.7’de verilmiştir. Ham PP malzemenin UL 94V testinde tamamen yandığı ve herhangi bir sınıflandırmaya giremediği belirlenmiştir (Yuan ve diğ. 2022^a). FA tek başına alev geciktirici etki oluşturamadığı için % 5 - % 40 aralığında FA içeren PP1, PP2, PP3, PP4 ve PP5 malzemelerin de UL 94V testinde tamamen yandıkları ve herhangi bir sınıflandırmaya giremedikleri tespit edilmiştir. Testlerde malzemelerin tamamen yanmasından dolayı test sonrası malzeme kalıntı görüntüleri sunulamamıştır.

Malzemelerin tutuşma sınırına isabet eden oksijen konsantrasyonunun belirlenmesine yönelik olan limit oksijen indeksi testlerinde elde edilen sonuçlara göre PP malzemede % 17,9 olarak ölçülen değer, % 5 FA dolgu maddesi içeren PP1 malzemede de % 17,9 olarak belirlenmiştir. İlave edilen FA oranının % 10’a çıkarılmasıyla elde edilen PP2’nin LOI değeri % 19,0’a çıkmıştır. Bununla birlikte, FA ilave oranının daha fazla artmasının LOI değerine etkisi tespit edilmemiştir.

Malzemelerin LOI yanma testleri sonrası görüntüleri Şekil 5.12’de yer almaktadır.

Tablo 5.7: PP ve kompozitlerin (% 5 - 40 FA) UL 94V ve LOI test sonuçları.

Numune Adı	UL94-V				LOI (%)
	Sınıflandırma	Damlama	Pamuk tutuşması	t ₁ +t ₂ (s)	
PP	NR	Evet	Evet	BC	17,9 ± 0,3
PP1	NR	Evet	Evet	BC	17,9 ± 0,3
PP2	NR	Evet	Evet	BC	19,0 ± 0,3
PP3	NR	Evet	Evet	BC	19,0 ± 0,3
PP4	NR	Evet	Evet	BC	19,0 ± 0,3
PP5	NR	Evet	Evet	BC	19,0 ± 0,3



Şekil 5.12: PP ve kompozitlerin (% 5 - 40 FA) LOI yanma testi sonrası görüntüleri.

Tablo 5.8’de % 25 IFR ve % 1 - 5 oranlarında FA içeren malzemelerin UL94V ve LOI test sonuçları karşılaştırılmıştır. % 25 IFR ilavesiyle kompozitin V-0 sınıfı sağladığı (Gao ve Liu 2018), IFR oranı % 25 değerinde sabit kalmak şartıyla % 1 ve % 2 oranda FA ilavesiyle elde edilen PP7 ve PP8 kompozitlerin de V-0 yanma direncine sahip olduğu tespit edilmiştir. Bununla birlikte, % 3 ve % 4 FA ilavesiyle tutuşma sonrası yanma daha uzun sürerek sınıflandırma derecesi V-1’e inmiştir. FA ilavesi % 5 oranına yükseldiğinde ise malzemede ayrıca damlama da meydana geldiğinden yanma sınıfının V-2’ye düştüğü tespit edilmiştir.

Tablo 5.8: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) UL 94V ve LOI test sonuçları.

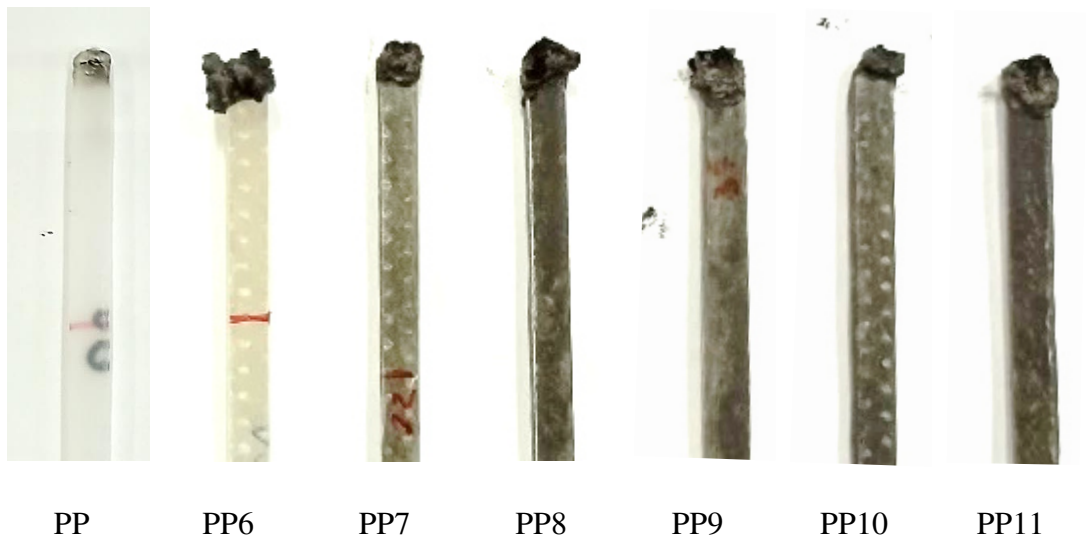
Numune Adı	UL94-V				LOI (%)
	Sınıflandırma	Damlama	Pamuk tutuşması	t ₁ +t ₂ (s)	
PP	NR	Evet	Evet	BC	17,9 ± 0,3
PP6	V-0	Hayır	Hayır	1	30,0 ± 0,3
PP7	V-0	Hayır	Hayır	4	32,8 ± 0,3
PP8	V-0	Hayır	Hayır	5	34,9 ± 0,3
PP9	V-1	Hayır	Hayır	31	37,9 ± 0,3
PP10	V-1	Hayır	Hayır	37	37,9 ± 0,3
PP11	V-2	Evet	Evet	47	37,9 ± 0,3

% 25 oranında IFR ilavesiyle PP6 kompozit malzemenin LOI değeri % 30’a yükselmiştir (Gao ve Liu 2018). % 1 ve % 2 FA ilaveleriyle bu değer bir miktar daha

artarak % 32,8 ve % 34,9'a çıkmıştır. Ayrıca % 3, % 4 ve % 5 oranlarında FA içeren PP9, PP10 ve PP11 numunelerinde LOI değeri % 37,9 olarak belirlenmiştir. Şekil 5.13'te PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) UL 94V yanma testi sonrası görüntüleri ve Şekil 5.14'te ise LOI testi sonrası görüntüleri yer almaktadır.



Şekil 5.13: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) UL 94V yanma testi sonrası görüntüleri.



Şekil 5.14: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1 - 5 FA) LOI yanma testi sonrası görüntüleri.

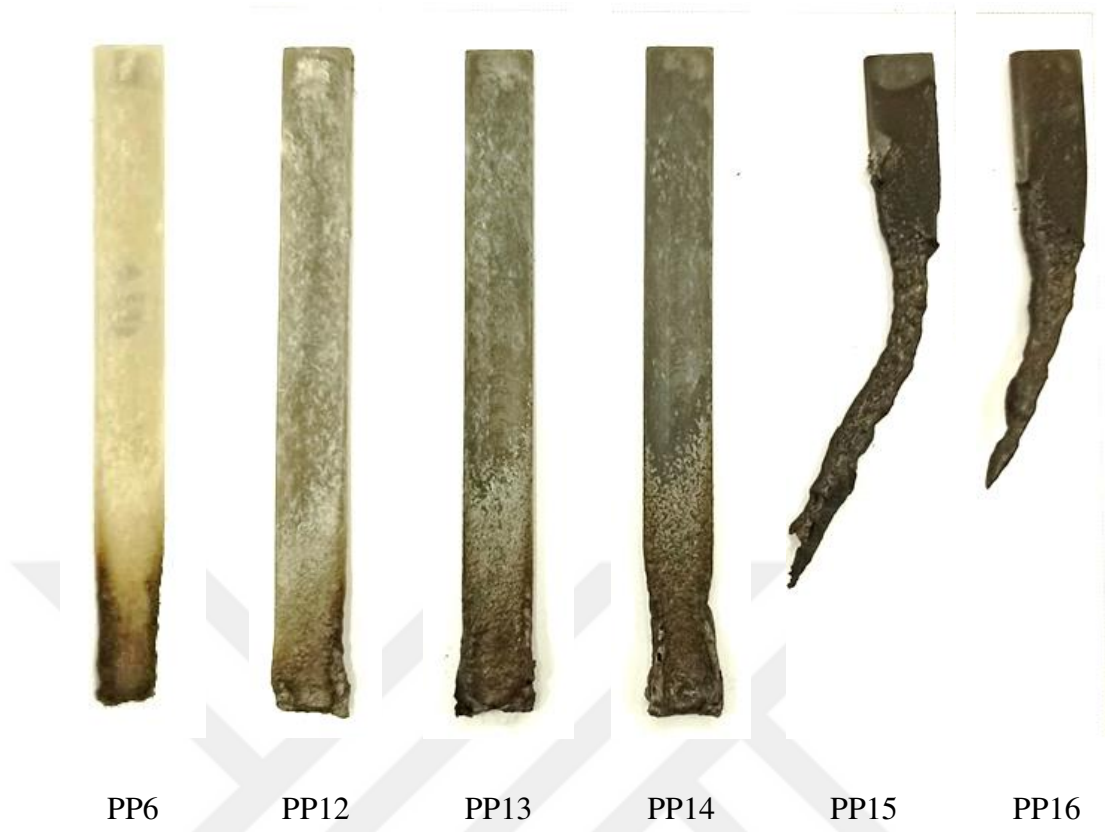
Şekil 5.13'te görüldüğü üzere PP7 ve PP8 kompozit malzemelerde eğilme görülmezken % 3 ve % 4 FA ilavesiyle malzemelerin yapısında daha uzun süre yanmaya bağlı olarak eğilmeler ve daha üst kısma ulaşan alevler sebebiyle etkilenen bölgeler görülmektedir. % 5 FA ilavesi, malzemenin yanma süresinin uzamasına neden olmuştur. Ayrıca, oluşan ısı etki artışı polimer yapının akışkanlaşmasına yol açarak damlama oluşumunu beraberinde getirmiştir.

Tablo 5.9'da % 20 - 24 IFR ve % 1 - 5 oranlarında FA içeren malzemelerin UL 94V ve LOI test sonuçları verilmiştir. FA ilavesi kadar IFR'den azaltılması ile elde edilen kompozit malzemeler arasında PP12 (% 1 FA) toplam 2 s ve PP13 (% 2 FA) toplam 3 s yanıp ardından sönerek V-0 derecesini sağlarken, PP14 (% 3 FA) kompozitinde yanma süresi 34 s sürmüştür ve UL 94 testinde V-1 derecesi ancak sağlanabilmiştir. PP12, PP13 ve PP14 malzemelerin LOI değerleri sırasıyla % 32,8, % 34,9 ve % 34,9 olarak belirlenmiştir. FA ilavesi % 4 ve % 5 oranına yükseldiğinde ise kompozitler (PP15 ve PP16) tutucuya kadar yanarak sınıflandırma dışı kalmışlardır.

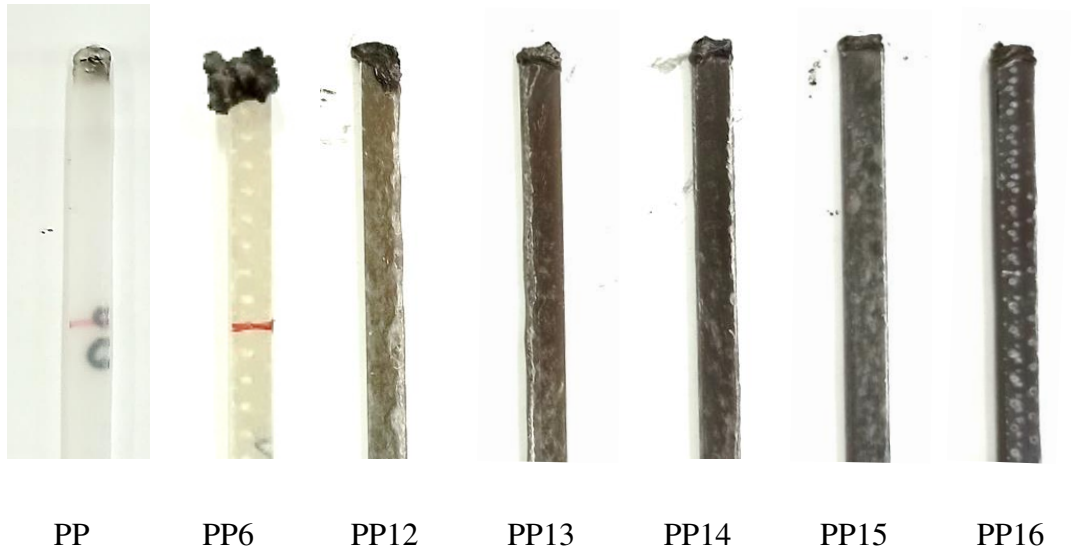
Tablo 5.9: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) UL 94V ve LOI test sonuçları.

Numune Adı	UL94-V				LOI (%)
	Sınıflandırma	Damlama	Pamuk tutuşması	t ₁ +t ₂ (s)	
PP	NR	Evet	Evet	BC	17,9 ± 0,3
PP6	V-0	Hayır	Hayır	1	30,0 ± 0,3
PP12	V-0	Hayır	Hayır	2	32,8 ± 0,3
PP13	V-0	Hayır	Hayır	4	34,9 ± 0,3
PP14	V-1	Hayır	Hayır	34	34,9 ± 0,3
PP15	NR	Evet	Evet	-	34,9 ± 0,3
PP16	NR	Evet	Evet	-	30,0 ± 0,3

Bununla birlikte, PP15 ve PP16'nın LOI değerleri % 34,9 ve % 30,0 olarak tespit edilmiştir. Şekil 5.15'te PP ve kompozitlerin UL 94V ve Şekil 5.16'de ise LOI testi sonrası görüntüleri yer almaktadır. Şekil 5.15'teki UL 94V test sonrası malzeme görüntüleri incelendiğinde, PP9 ve PP10 malzemelerinde olduğu gibi, PP14 malzemesinde de yumuşama ile kısmi şekil değişikliği görülmektedir. Ayrıca, PP15 ve PP16 malzemelerinde yanma süresinde artış olmakla birlikte, PP11 malzemedeki olduğu gibi, akışkanlaşma ve damlama görülmüştür.



Şekil 5.15: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) UL 94 V yanma testi sonrası görüntüleri.



Şekil 5.16: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) LOI yanma testi sonrası görüntüleri.

5.2.2 Konik Kalorimetre Test Sonuçları

Malzemelerin konik kalorimetre yanma testleri ASTM E-1354-14 (2004) ve ISO-5660-1 (2002) standartlarına uygun olarak orta seviye bir yangını temsil eden 35 kW/m² ısı akısı altında yapılmıştır. Testler ile ham PP ve PP esaslı kompozit malzemelerin tutuşma süreleri (TTI), ısı yayılım hızları (HRR), maksimum ısı yayılım hızları (PHRR), toplam ısı yayılım değerleri (THR), kütle kayıp hızları (MLR), kütle değişimleri, CO₂, CO, NO ve is emisyon değişimleri elde edilerek karşılaştırmalar yapılmıştır. PP ve % 10, % 20, % 30 ve % 40 oranlarında FA içeren PP2, PP3, PP4 ve PP5 malzemelerinin konik kalorimetre testlerinden elde edilen TTI, PHRR, THR ve kalan kütle değerleri Tablo 5.10'da verilmiştir.

Tablo 5.10: PP ve kompozitlerin (% 10-40 FA) konik kalorimetre yanma test sonuçları.

Numune	TTI (s)	PHRR (kW/m ²)	THR (MJ/m ²)	Kalan Kütle (%)
PP	70 ± 1	993 ± 5	254,8 ± 0,2	0
PP2	73 ± 1	697 ± 5	229,6 ± 0,2	9,1 ± 0,5
PP3	70 ± 1	767 ± 5	201,5 ± 0,2	18,8 ± 0,5
PP4	73 ± 1	458 ± 5	182,2 ± 0,2	28,8 ± 0,5
PP5	53 ± 1	332 ± 5	155,6 ± 0,2	38,6 ± 0,5

PP ve kompozitlerinin ısı yayılım hızları (HRR) ve toplam ısı yayılım miktarları (THR) sırasıyla Şekil 5.17 ve Şekil 5.18'de verilmiştir. Ham PP 35 kW/m² ısı akısına maruz bırakıldıktan 70 s sonra tutuşmaya başlamış, malzeme hızlı şekilde yanarak PHRR değeri 993 kW/m² olmuştur. Yanma sonunda kalan kütle olmamış ve THR değeri 254,8 MJ/m² olarak belirlenmiştir.

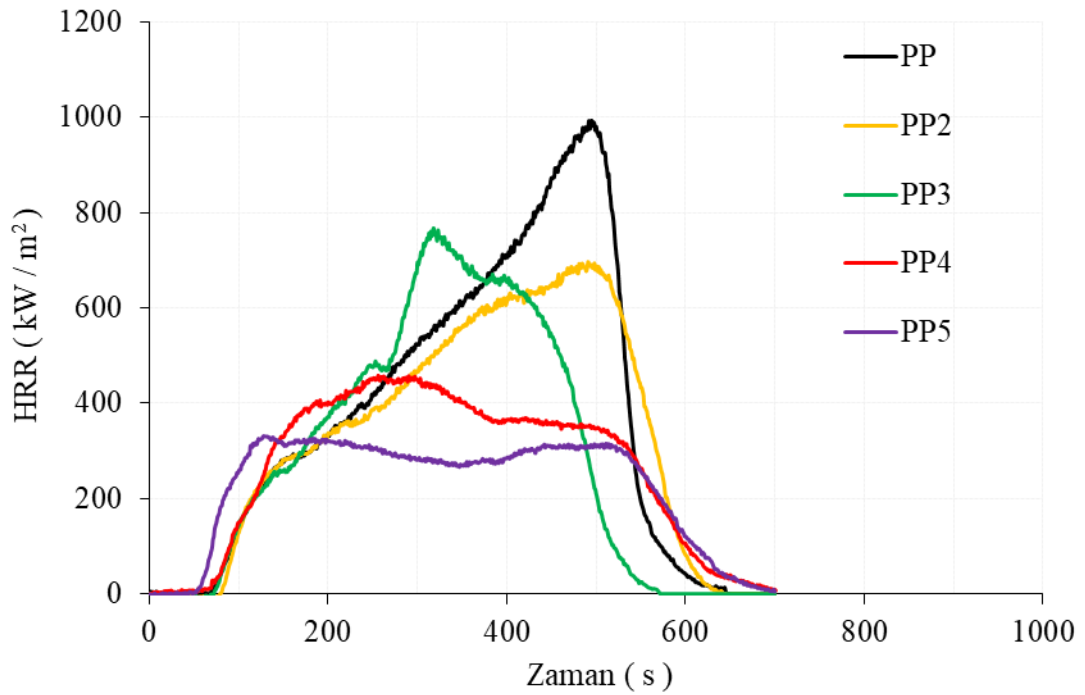
PP'ye FA ilavesiyle PHRR ve THR değerlerinde dikkate değer düşüşler tespit edilmiştir. Maksimum düşüşün gerçekleştiği PP5 numunesinde PHRR değeri yaklaşık % 66,6 azalarak 332 kW/m² ve THR değeri ise yaklaşık % 38,9 azalarak 155,5 MJ/m² olmuştur.

Şekil 5.19 ve Şekil 5.20'de MLR ve kütle değişim grafikleri verilmiştir. PP malzeme tamamen yanarak tükenmiştir. PP2, PP3, PP4 ve PP5 malzemelerin yanma sonucu kalan kütle oranları sırasıyla % 9,1, % 18,8, % 28,8 ve % 38,6'dır. PP'nin

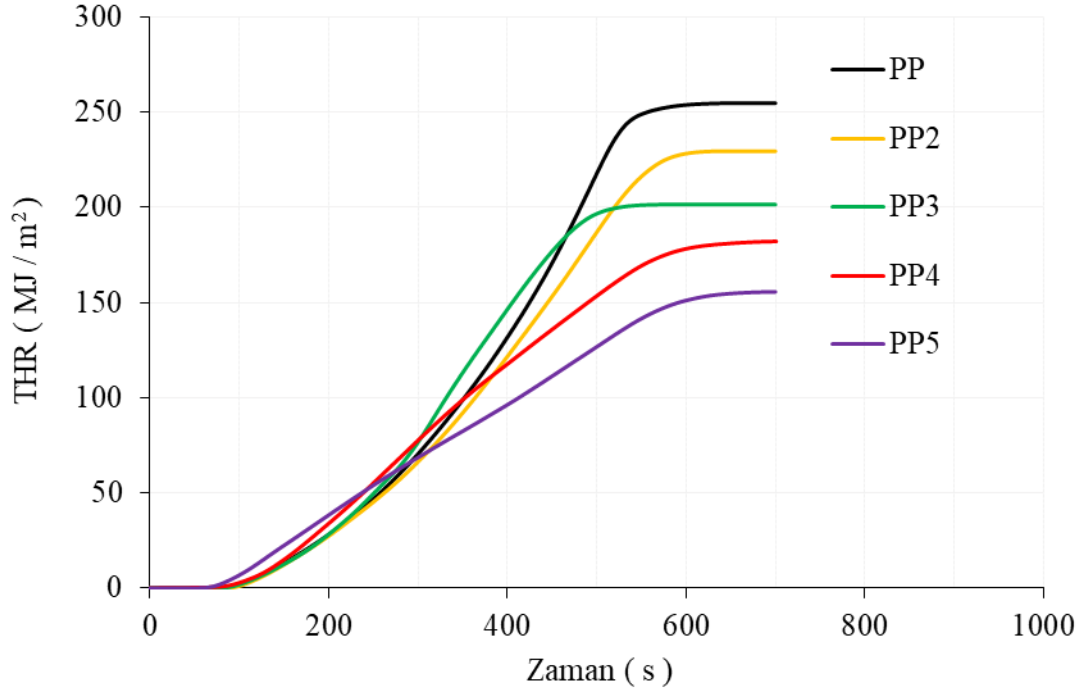
maksimum MLR değeri yaklaşık 0,19 g/s iken, PP5'te bu değer yaklaşık % 69 azalarak 0,06 g/s değerine gerilemiştir.

CO₂ değişimleri Şekil 5.21'de verilmiştir. FA ilavesiyle HRR değişimlerine paralel olarak CO₂ emisyonlarında da düşüşler meydana gelmiştir. Ham PP malzemede maksimum CO₂ değeri yaklaşık % 1,94 iken PP5 malzemede bu değer yaklaşık olarak % 0,46'ya düşmüştür.

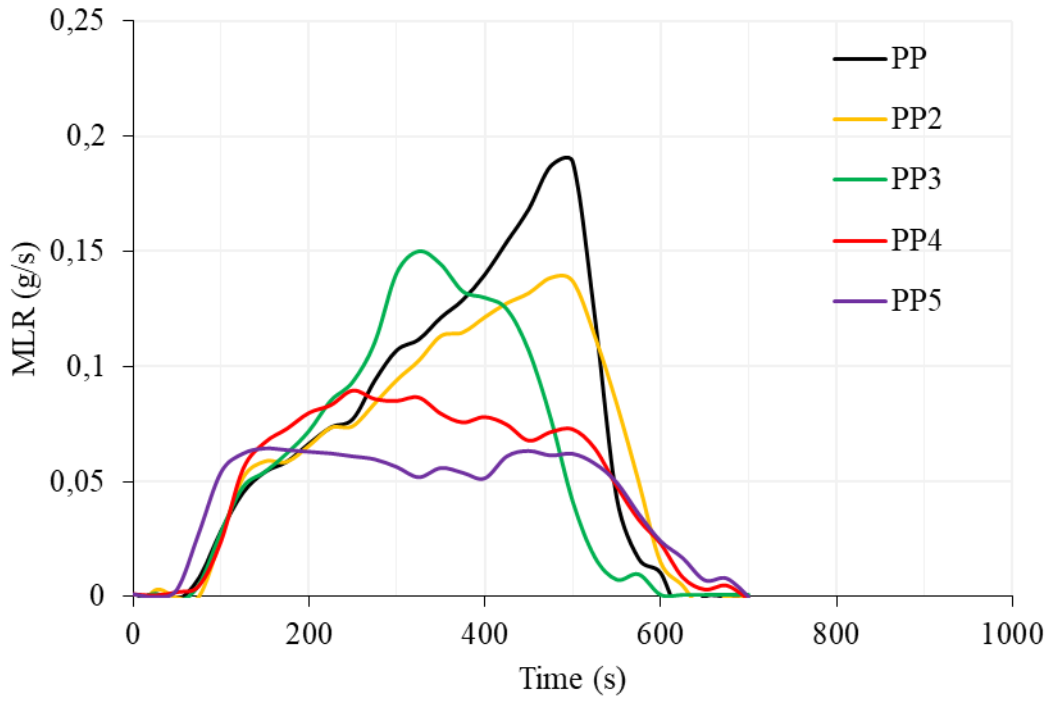
Şekil 5.22, Şekil 5.23 ve Şekil 5.24'te sırasıyla CO, NO ve is emisyonlarının değişimleri gösterilmiştir. Hayati risk oluşturabilen CO emisyonu ham PP malzemede en fazla 234 ppm değerine ulaşırken, PP5 malzemede bu değer % 59,4 oranında azalma ile 95 ppm seviyesine düşmüştür. NO emisyonlarında maksimum değerler ham PP malzemede yaklaşık 11 ppm iken PP5 malzemede 1 ppm civarına düşmüştür. Bir diğer risk faktörü olan is emisyonunun ham PP malzemede maksimum 10,9 l/m olan maksimum değer, PP5 malzemede yaklaşık % 59 azalarak 4,5 l/m değerine düştüğü belirlenmiştir.



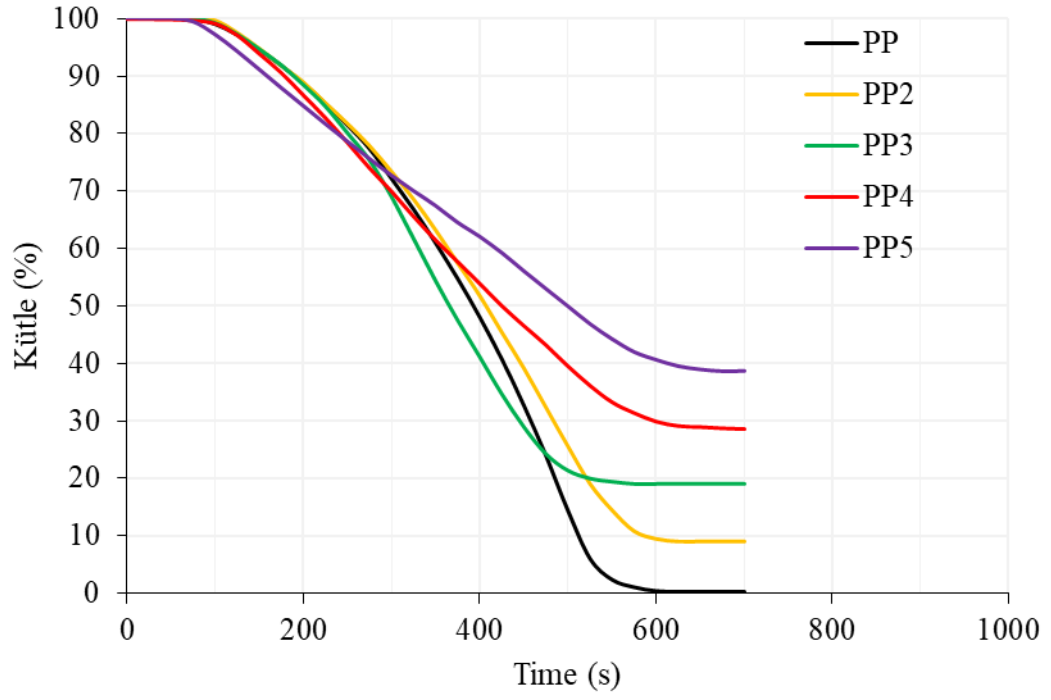
Şekil 5.17: PP ve kompozitlerin (% 10 - 40 FA) HRR değişimleri.



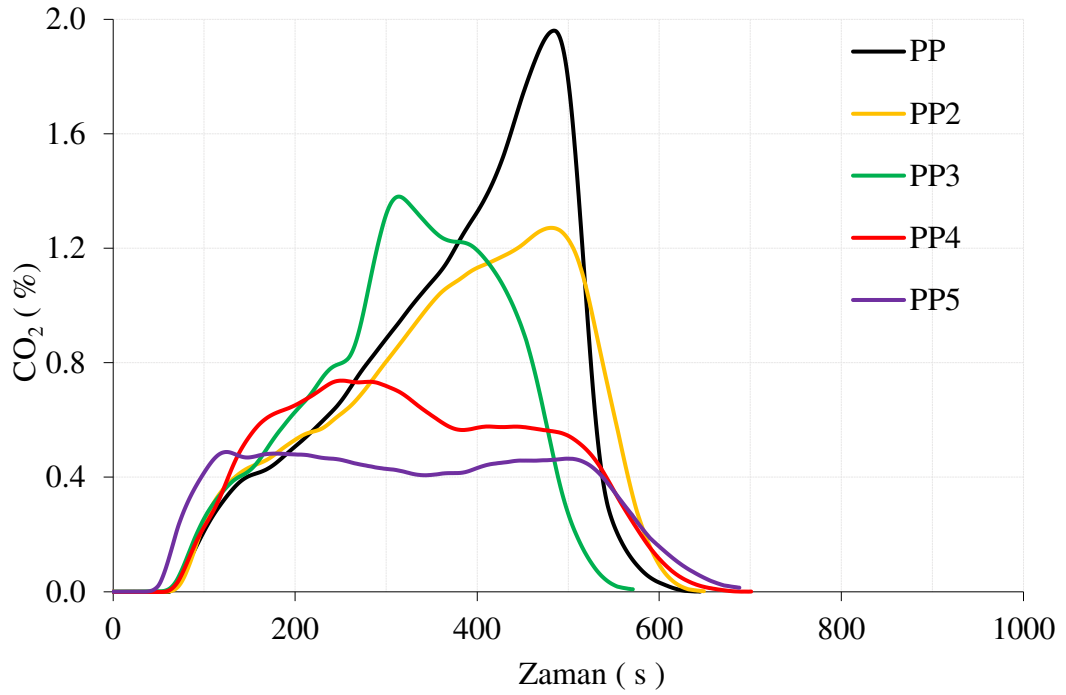
Şekil 5.18: PP ve kompozitlerin (% 10 - 40 FA) THR değişimleri.



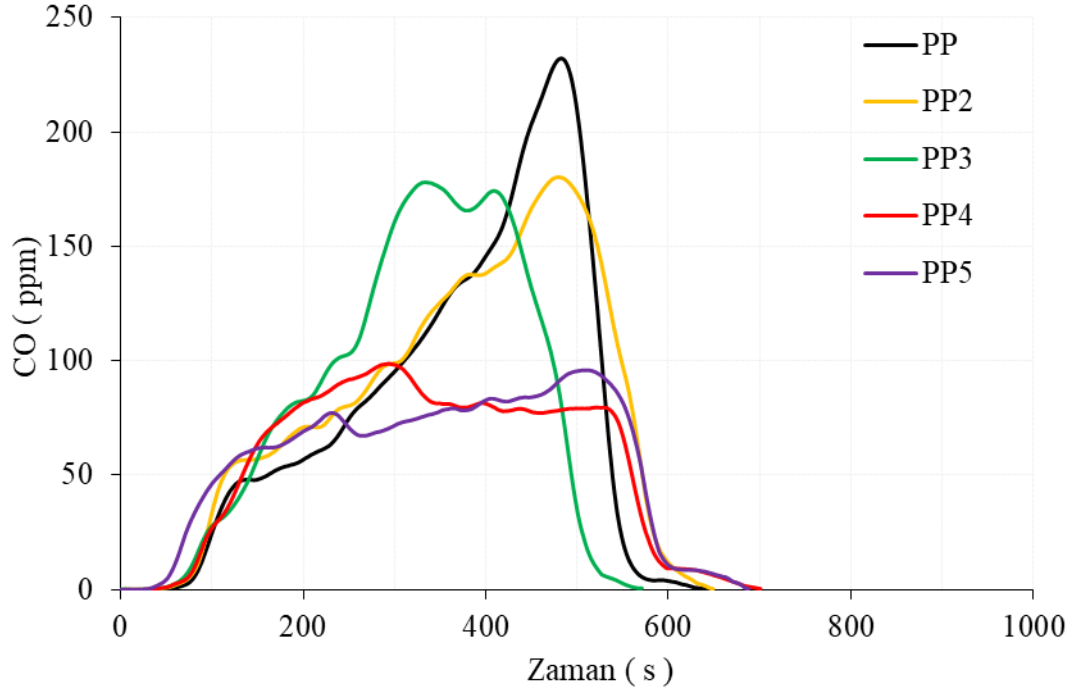
Şekil 5.19: PP ve kompozitlerin (% 10 - 40 FA) MLR değişimleri.



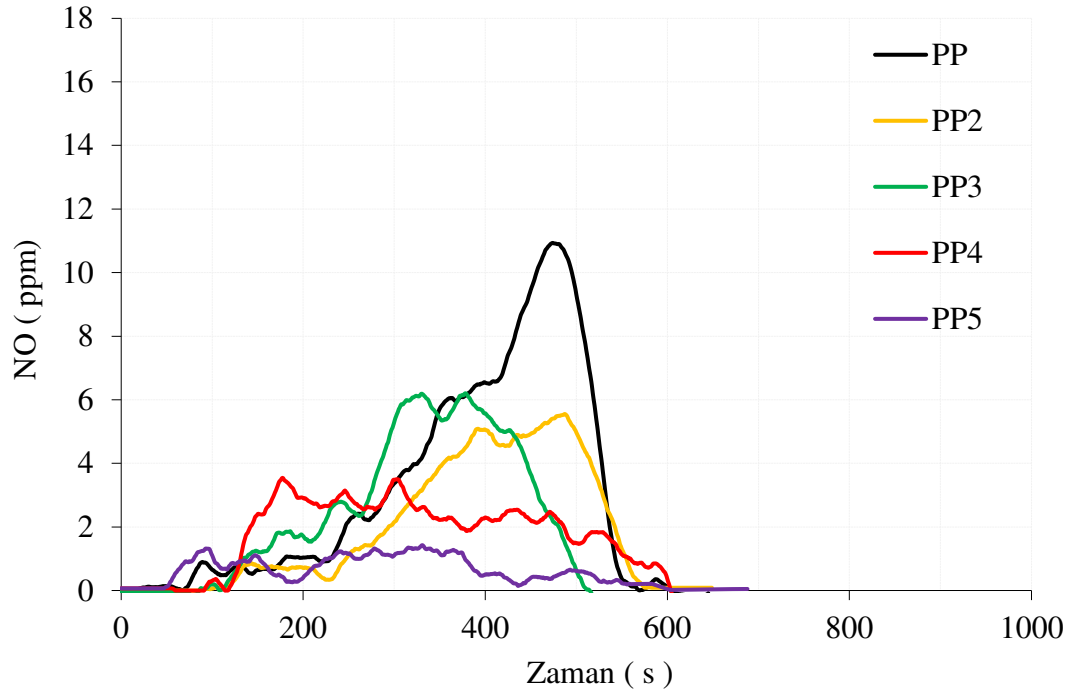
Şekil 5.20: PP ve kompozitlerin (% 10 - 40 FA) kütle değişimleri.



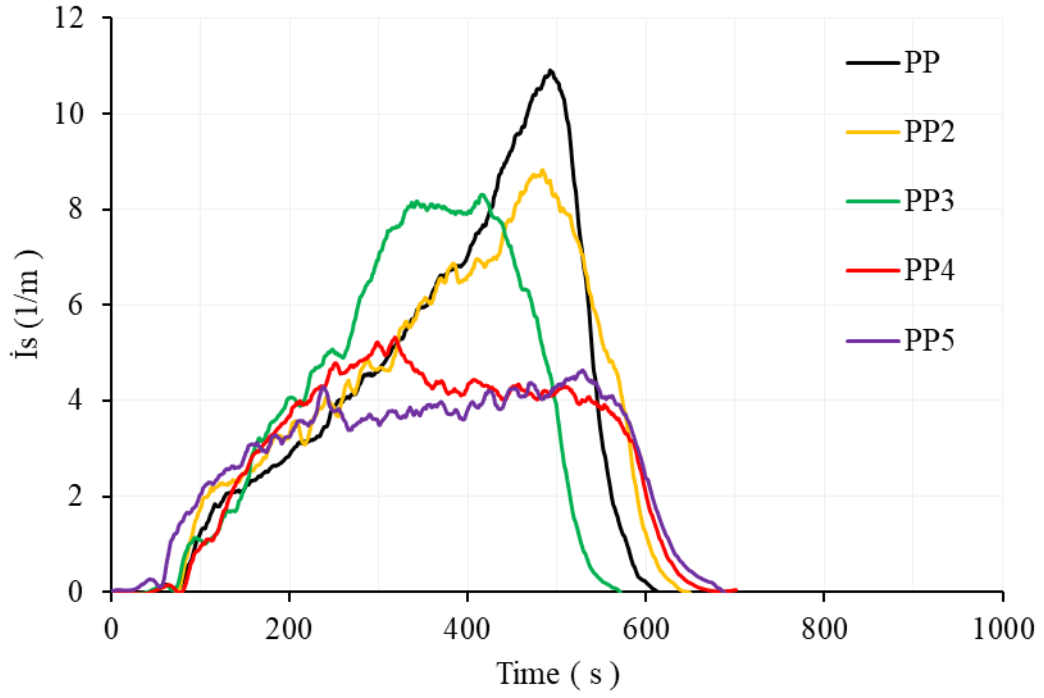
Şekil 5.21: PP ve kompozitlerin (% 10 - 40 FA) CO₂ değişimleri.



Şekil 5.22: PP ve kompozitlerin (% 10 - 40 FA) CO değişimleri.

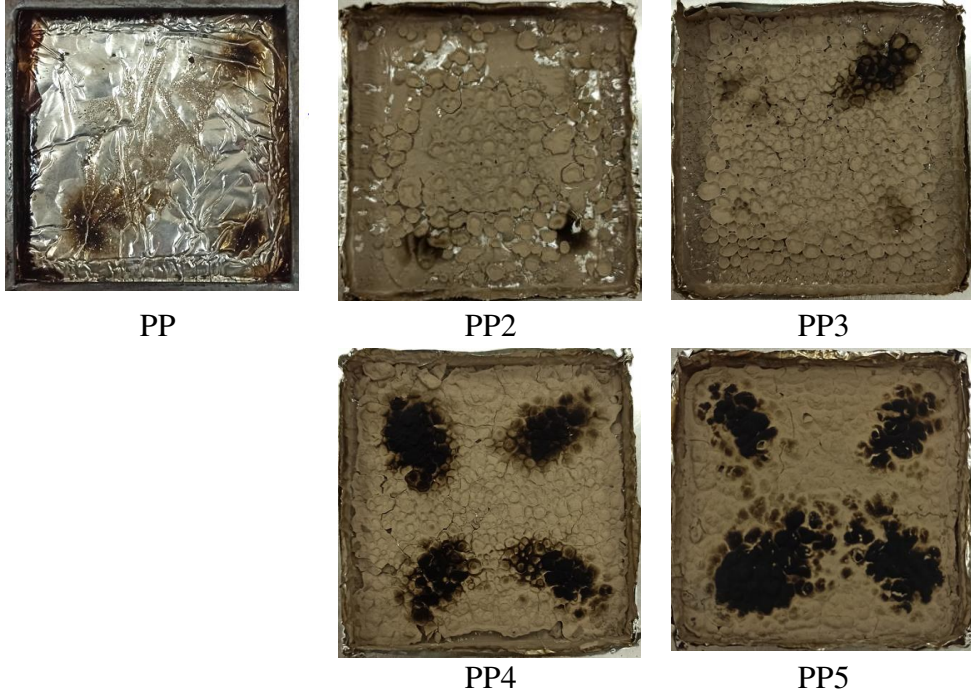


Şekil 5.23: PP ve kompozitlerin (% 10 - 40 FA) NO değişimleri.



Şekil 5.24: PP ve kompozitlerin (% 10 - 40 FA) ıs değışimleri.

Şekil 5.25'te PP ve % 10-40 FA içeren kompozitlerinin yanma sonucu oluşan görüntüleri verilmiştir. PP malzemedan kalan herhangi bir polimer veya karbonlaşmış yapı görülmezken diğer malzemelerde FA kalan madde olarak görülmektedir.



Şekil 5.25: PP ve kompozitlerin (% 10 - 40 FA) konik kalorimetre yanma testi sonrası görüntüleri.

Ham PP ve % 25 sabit oranda IFR içeren kompozit malzemelerden (% 25 IFR ve % 1-5 FA) UL-94 V testleri sonucunda V0 yanmazlık derecesi elde edilen PP6, PP7 ve PP8 malzemelerin konik kalorimetre testleri gerçekleştirilmiş ve sonuçlar (TTI, PHRR, THR, kalan kütle) Tablo 5.11’de verilmiştir.

Tablo 5.11: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) konik kalorimetre yanma test sonuçları.

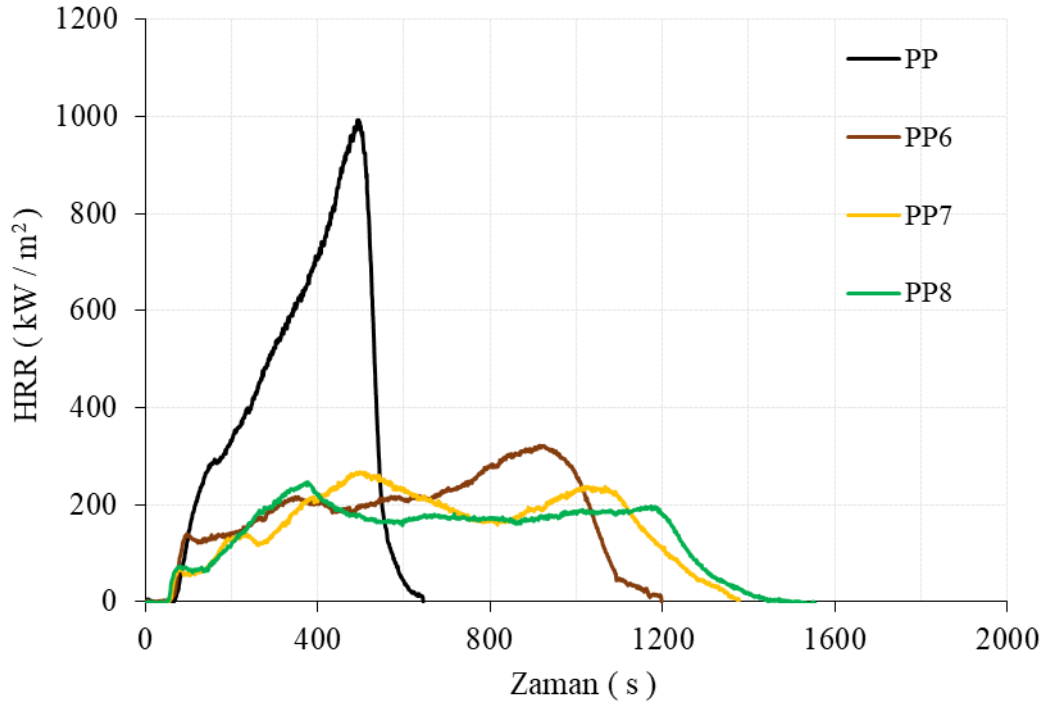
Numune	TTI (s)	PHRR (kW/m ²)	THR (MJ/m ²)	Kalan Kütle (%)
PP	70 ± 1	993 ± 5	254,8 ± 0,2	0
PP6	66 ± 1	322 ± 5	217,2 ± 0,2	18,8 ± 0,5
PP7	58 ± 1	267 ± 5	214,9 ± 0,2	18,9 ± 0,5
PP8	54 ± 1	247 ± 5	208,7 ± 0,2	19,5 ± 0,5

Şekil 5.26 ve Şekil 5.27’de PP ve kompozitlerinin HRR ve THR değişimleri verilmiştir. Ham PP 35 kW/m² ısı akısında 70 s sonra tutuşmaya başlarken % 25 IFR ilaveli PP6 malzeme yaklaşık 4 s daha erken tutuşmaktadır. Ana malzemeye % 25 IFR ile birlikte % 1 ve % 2 FA eklendiğinde malzemelerin daha erken tutuştuğu saptanmıştır. PP’nin PHRR değeri 993 kW/m² iken PP6’nın PHRR değeri yaklaşık % 67,6 azalarak 322 kW/m² olmuştur (Gao ve Liu 2018, Zhang ve diğ. 2020^b). PP7 ve PP8 malzemelerin PHRR değerlerinde ise sırasıyla yaklaşık % 73 ve % 75 seviyelerinde azalma gerçekleşmiştir. % 25 IFR ilavesi ile THR yaklaşık % 15 azalma ile 217,2 MJ/m² değerine düşmüştür. % 1 ve % 2 FA ilaveleri de THR değerinde ekstra düşüşlere sebep olmuştur. PP7 ve PP8 malzemelerinin THR değerleri sırasıyla 214,9 MJ/m² ve 208,7 MJ/m² olarak belirlenmiştir.

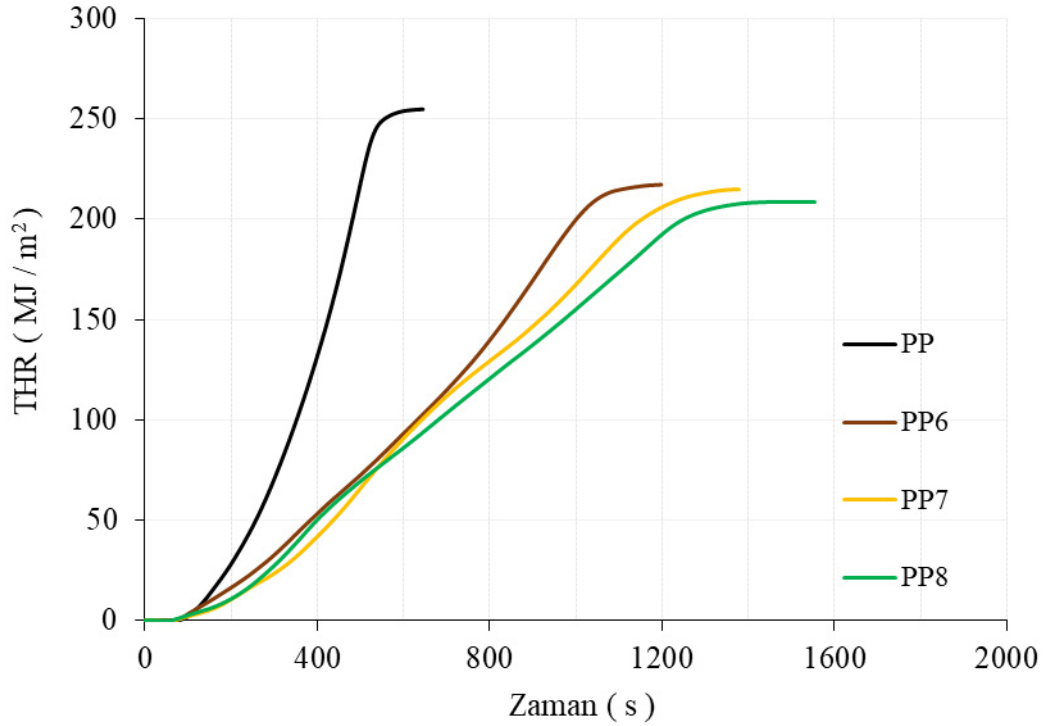
Şekil 5.28 ve Şekil 5.29’da MLR ve kütle değişim grafikleri verilmiştir. % 25 IFR ilavesiyle elde edilen PP6 malzemesinin yanma sonunda % 18,8 oranında kalan kütlesi olduğu belirlenmiştir. UL94 V testlerinde V-0 yanma direncine sahip olan PP7 ve PP8 malzemelerinde ise sırasıyla % 18,9 ve % 19,5 yanma sonrası kalan kütle olduğu tespit edilmiştir. PP’nin maksimum MLR değeri yaklaşık 0,19 g/s iken, PP6, PP7 ve PP8’in değerleri yaklaşık % 66, % 69, % 72 azalarak 0,065 g/s, 0,059 g/s, 0,054 g/s değerlerine gerilemiştir.

Şekil 5.30’da CO₂ emisyonlarının değişimleri verilmiştir. 25IFR ve FA ilavesiyle CO₂ emisyonlarında düşüşler meydana gelmiştir. PP’de maksimum CO₂

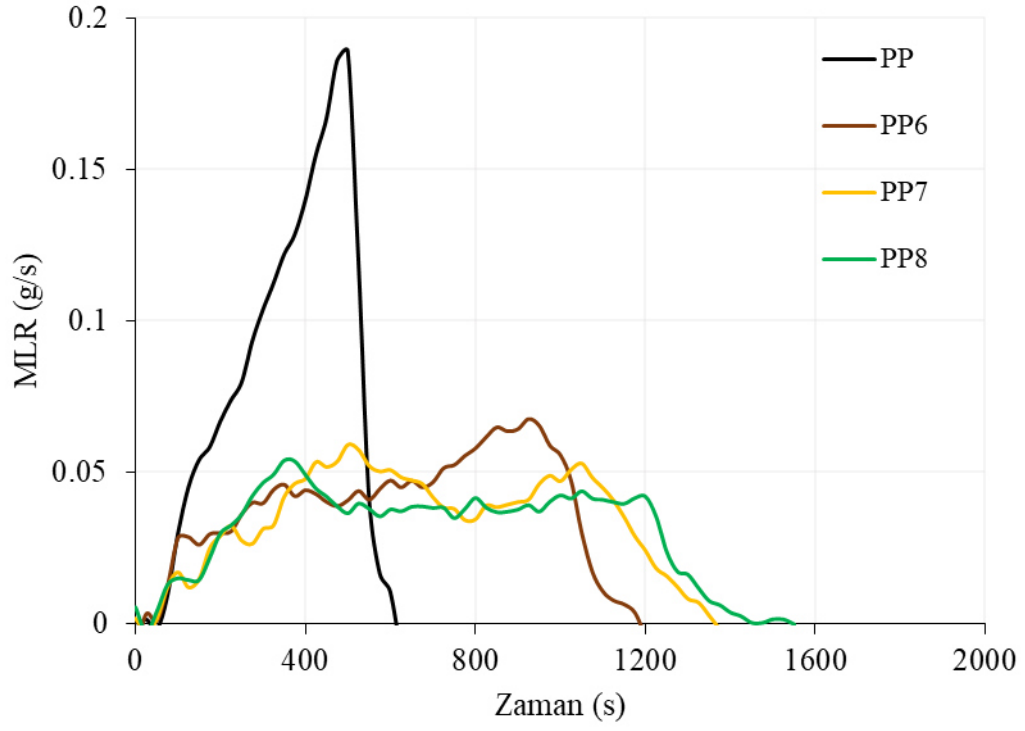
değeri % 1,94 iken PP6, PP7 ve PP8’de % 0,46, % 0,37, % 0,34 değerlerine gerilemiştir. En büyük azalma yaklaşık % 82,7 ile PP8 numunesinde gerçekleşmiştir.



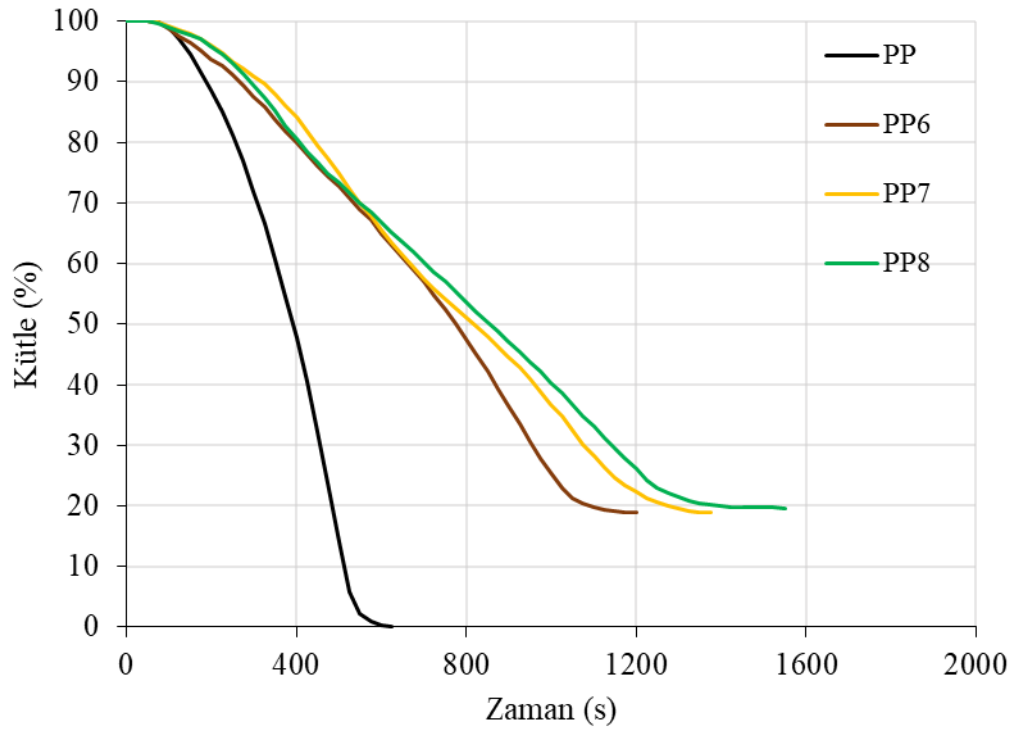
Şekil 5.26: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) HRR değişimleri.



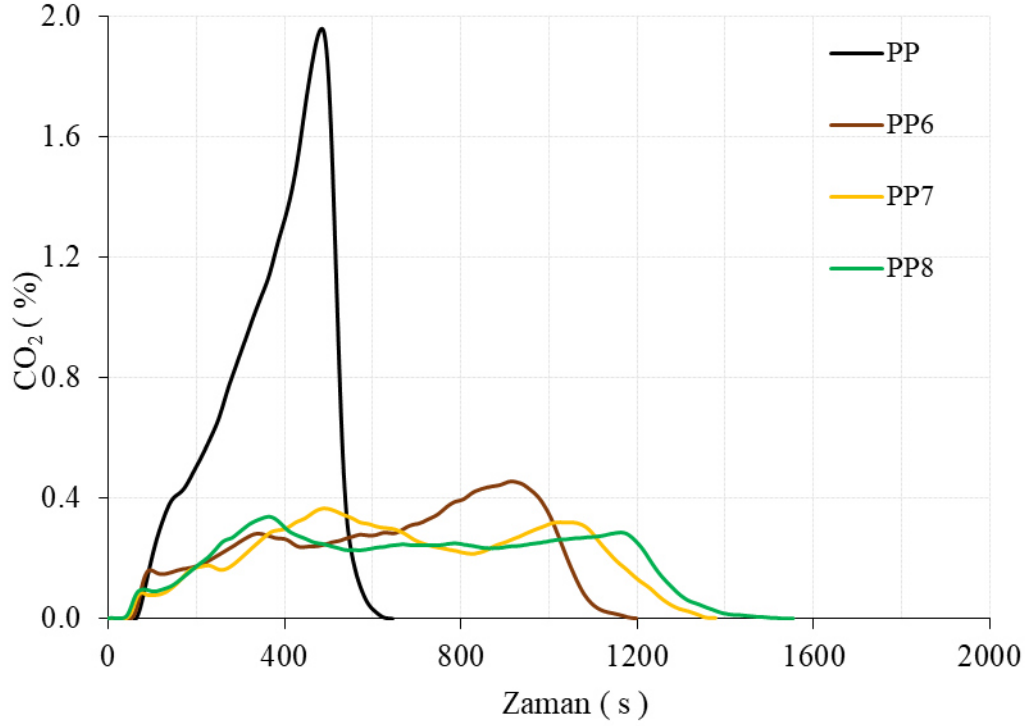
Şekil 5.27: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) THR değişimleri.



Şekil 5.28: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) MLR değişimleri.



Şekil 5.29: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) kütle değişimleri.



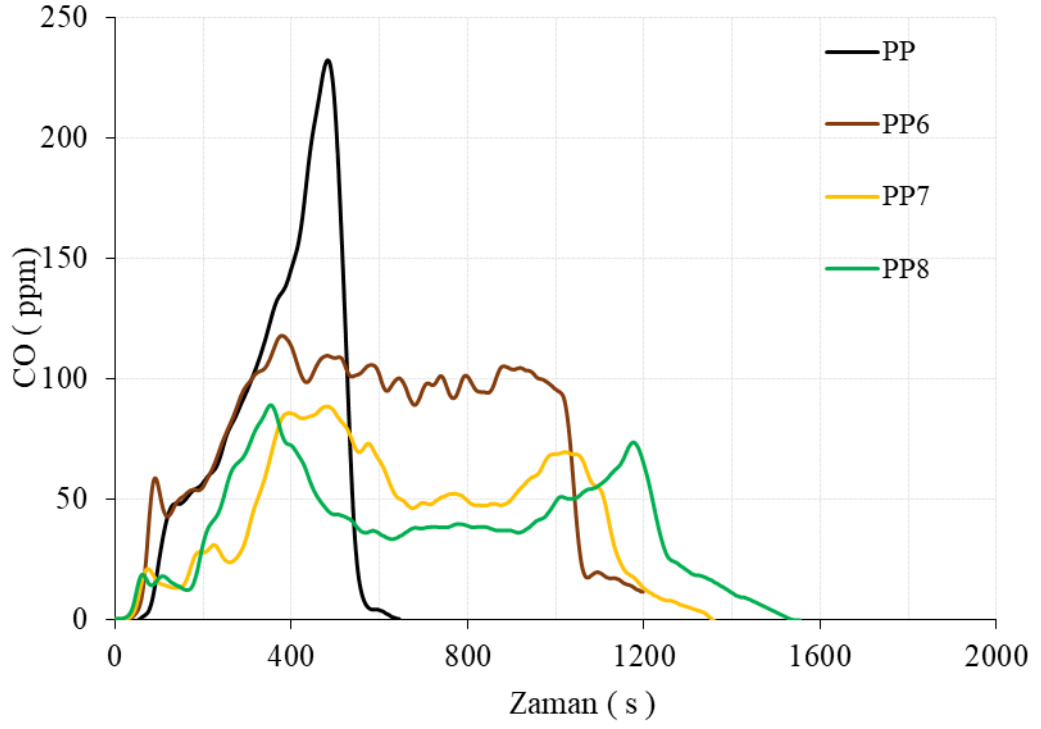
Şekil 5.30: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) CO₂ değişimleri.

Şekil 5.31, Şekil 5.32 ve Şekil 5.33'te CO, NO ve is emisyonlarının değişimleri verilmiştir. CO emisyonlarında ham PP'nin maksimum değeri yaklaşık 234 ppm iken, PP6, PP7, PP8'de bu değer yaklaşık 119 ppm, 89 ppm, 90 ppm seviyelerine kadar düşüş olmuştur.

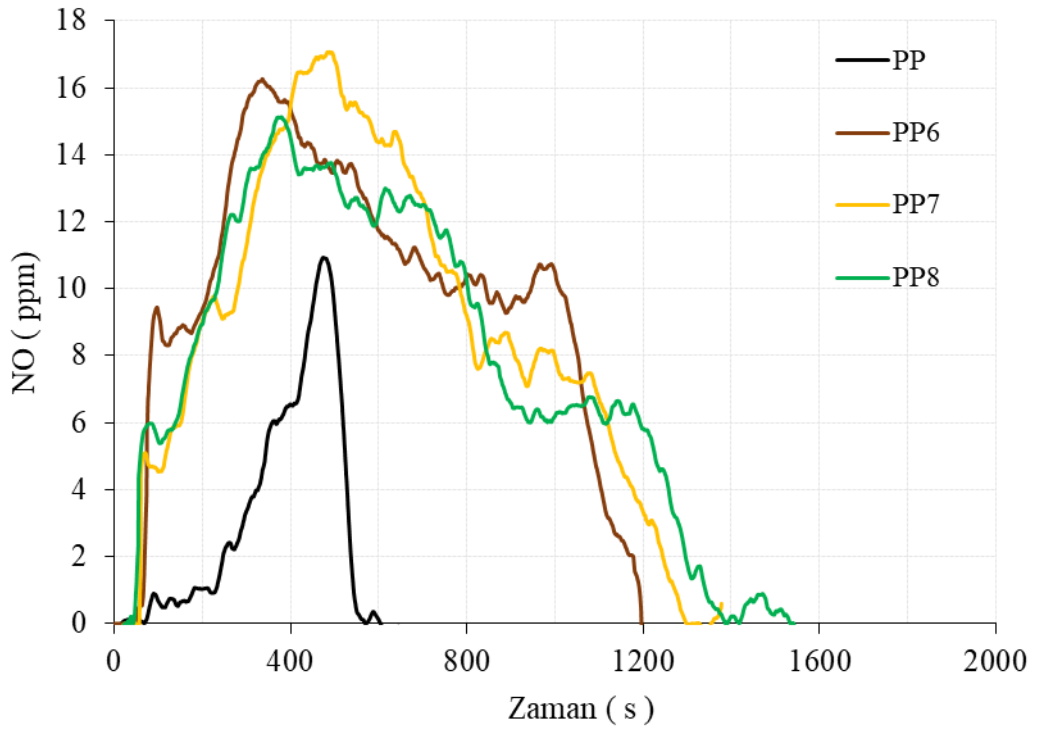
Genel olarak kompozitlerin NO emisyonları ham PP'ye göre artış göstermektedir. Bu artışların nedeni IFR'nin bileşimindeki APP'den kaynaklandığı değerlendirilmiştir. Ham PP'nin maksimum NO değeri yaklaşık 11 ppm iken, IFR ilavesine bağlı olarak maksimum NO değeri olarak yaklaşık 16 ppm seviyesine yükselmiştir.

Kompozit malzemelerin yanma sırasında ham PP'ye göre daha düşük seviyelerde fakat daha uzun zaman aralıklarında is emisyonları oluşturdıkları tespit edilmiştir. Ham PP'nin maksimum is emisyon değeri yaklaşık 10,9 l/m iken PP6, PP7 ve PP8'in maksimum değerleri 3,8 l/m, 4,1 l/m ve 3,4 l/m olarak tespit edilmiştir.

Şekil 5.34'te PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA konik kalorimetre yanma deney sonrası görüntüleri yer almaktadır. IFR ve IFR/FA ilaveli kompozitlerin yanması sırasında yüzeyde oluşan karbonlaşmış tabaka açıkça görülmektedir.



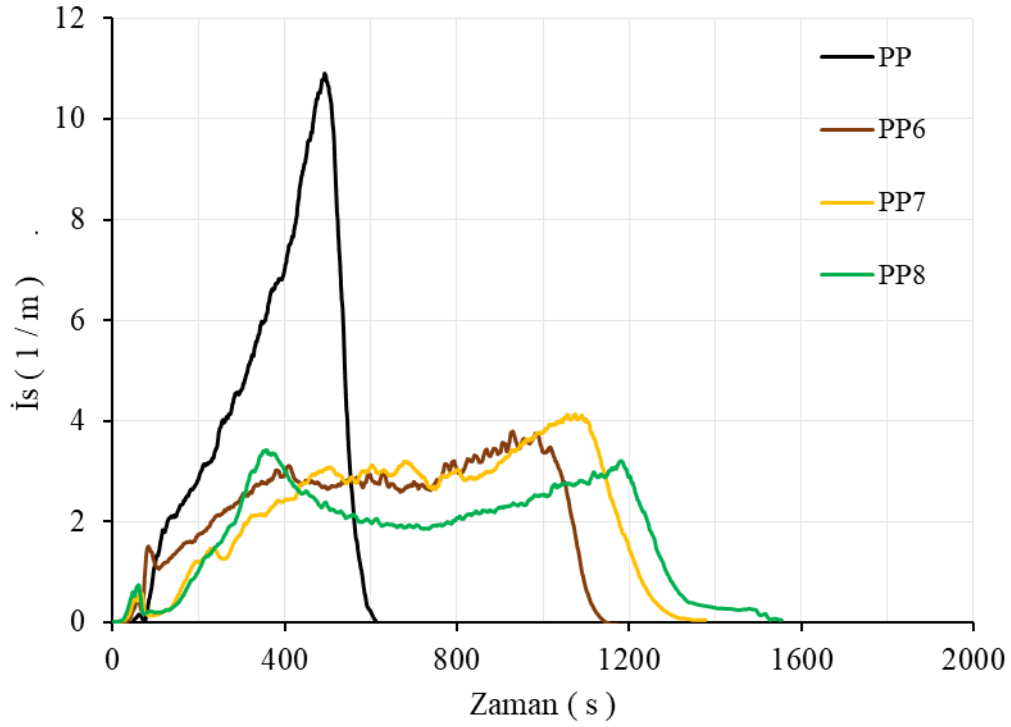
Şekil 5.31: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) CO değişimleri.



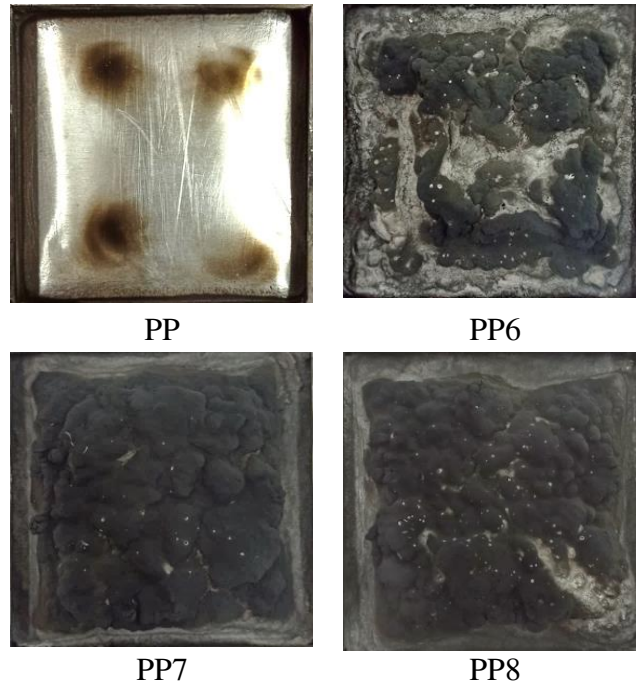
Şekil 5.32: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) NO değişimleri.

PP6 ve PP8 malzemelerin konik kalorimetre yanma testleri sonrası kalan malzeme yüzeyinden elde edilen örneklerin SEM/EDX analiz sonuçları Şekil 5.35'te

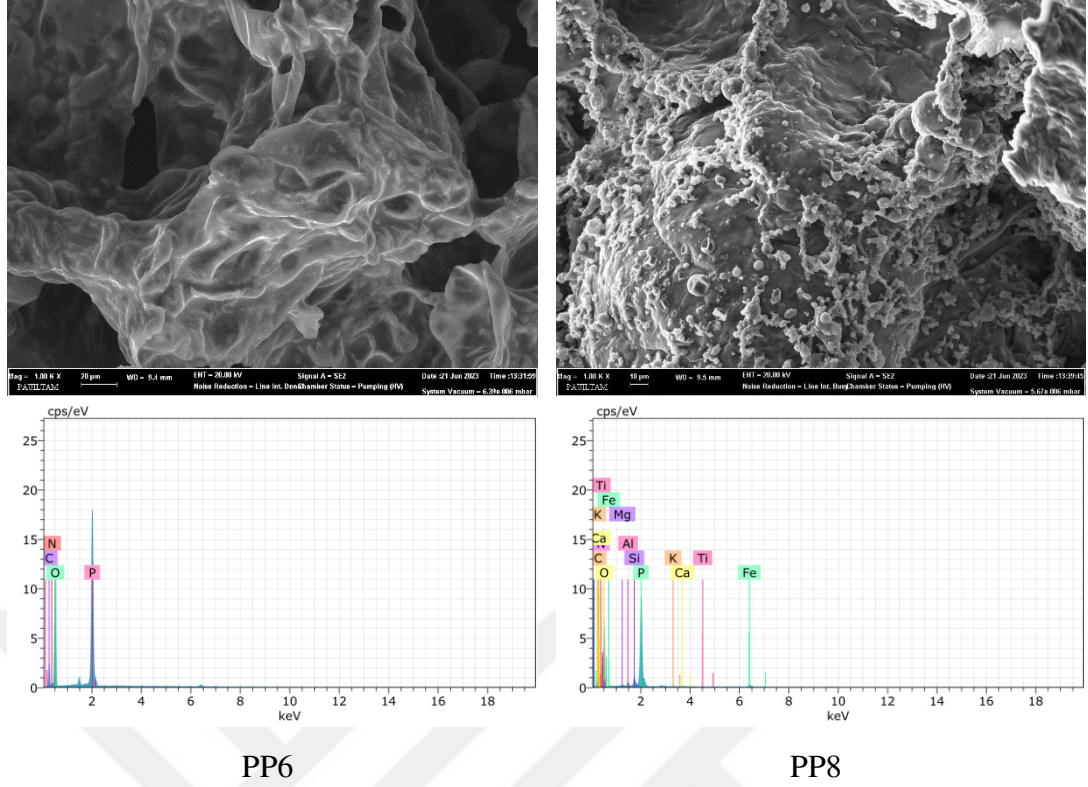
yer almaktadır. PP6 EDX analizinde C, N, O ve P elementleri ve PP8'nin EDX analizinde ise C, N, O ve P dışında FA kaynaklı başlıca Si, Al, Fe ve Ca gibi elementlerin varlığı görülmektedir. Bu durum, yanma esnasında IFR tarafından oluşturulan karbonlaşmış tabakada uçucu külün de yer aldığını göstermektedir



Şekil 5.33: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) ıs değişimleri.



Şekil 5.34: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1-5 FA) konik kalorimetre yanma test sonrası görüntüleri.



Şekil 5.35: PP6 ve PP8 numunelerinin konik kalorimetre yanma test sonrası SEM/EDX analiz sonucu.

PP, PP6 (% 25IFR), PP12 (% 24 IFR / % 1 FA) ve PP13 (% 23 IFR / % 2 FA) malzemelerin konik kalorimetre yanma test sonuçları (TTI, THR, PHRR ve kalan kütle) Tablo 5.12’de yer almaktadır. PP ve kompozitlerin zamana bağlı HRR ve THR değişimleri Şekil 5.36 ve Şekil 5.37’de yer almaktadır.

IFR’dan % 1 ve 2 oranında azaltma yapılarak yerine FA ilavesi ile TTI değerlerinin az da olsa düştüğü tespit edilmiştir. % 1 ve % 2 FA ilaveleri ile, PP6 malzemeye göre, PHRR değerlerinde düşme olurken THR değerlerinde ise yanmanın daha düşük şiddette olmasına rağmen daha uzun sürede devam etmesi sebebiyle az miktarda artışlar belirlenmiştir. PP12 malzemenin PHRR ve THR değerleri 223 kW/m² ve 218,8 MJ/m² olur iken PP13 malzemenin PHRR ve THR değerleri ise 240 kW/m² ve 225,3 MJ/m² olarak tespit edilmiştir.

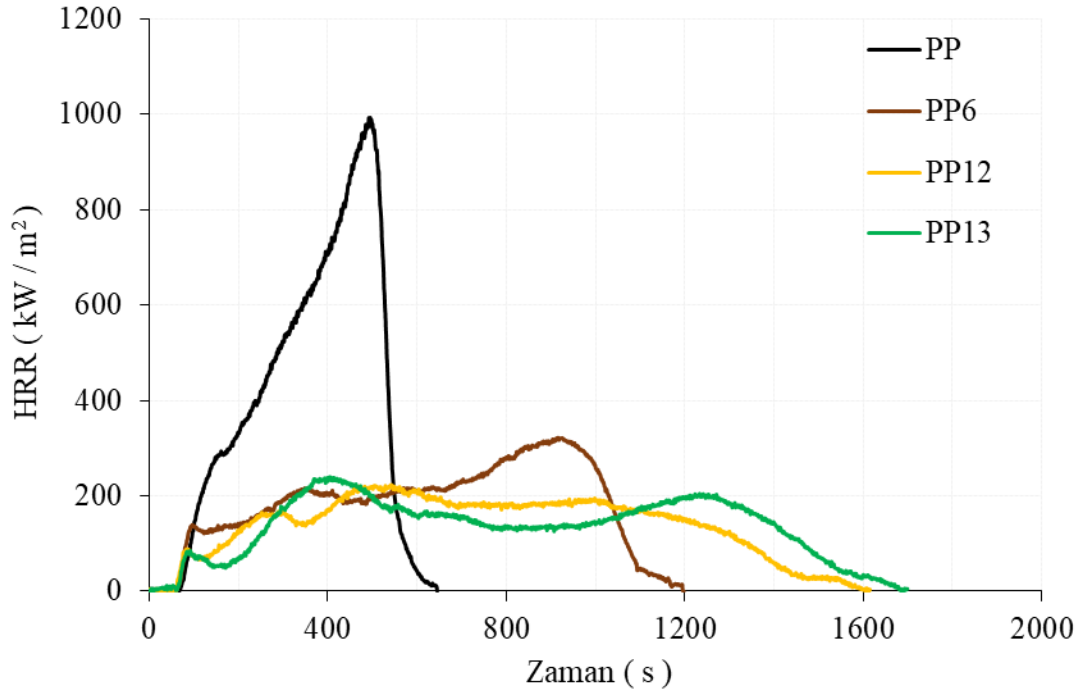
Şekil 5.38 ve 5.39’da PP ve kompozitlerin zamana bağlı MLR ve kütle değişimleri verilmiştir. % 1 ve % 2 FA ilaveleri ile maksimum MLR değerinde düşme olmakla birlikte yanma daha geniş bir zaman aralığına yayıldığı için kütle değişimi de daha geniş bir zaman aralığında gerçekleşmiştir (Zhang ve diğ. 2020^b). PP6

malzemede kalan kütle oranı % 18,8 iken PP12 ve PP13 malzemelerde yanma sürelerinin uzamasıyla bu değerler % 15,8 ve % 15,4 seviyelerine düşmüştür.

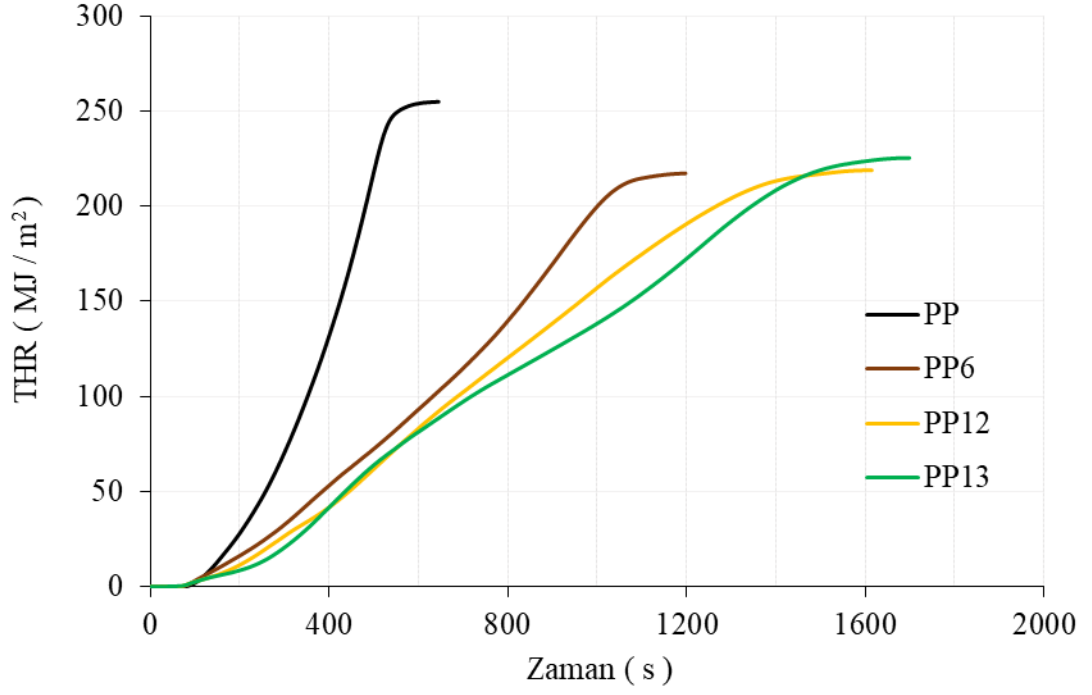
Şekil 5.40'ta malzemelerin CO₂ emisyonu değişimleri verilmiştir. Ham PP ve PP6 numunede % 1,94 ve % 0,46 olan CO₂ emisyonu maksimum seviyeleri PP12 ve PP13 numunelerde % 0,27 ve % 0,32 düzeylerine gerilemiştir.

Tablo 5.12: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) konik kalorimetre yanma test sonuçları.

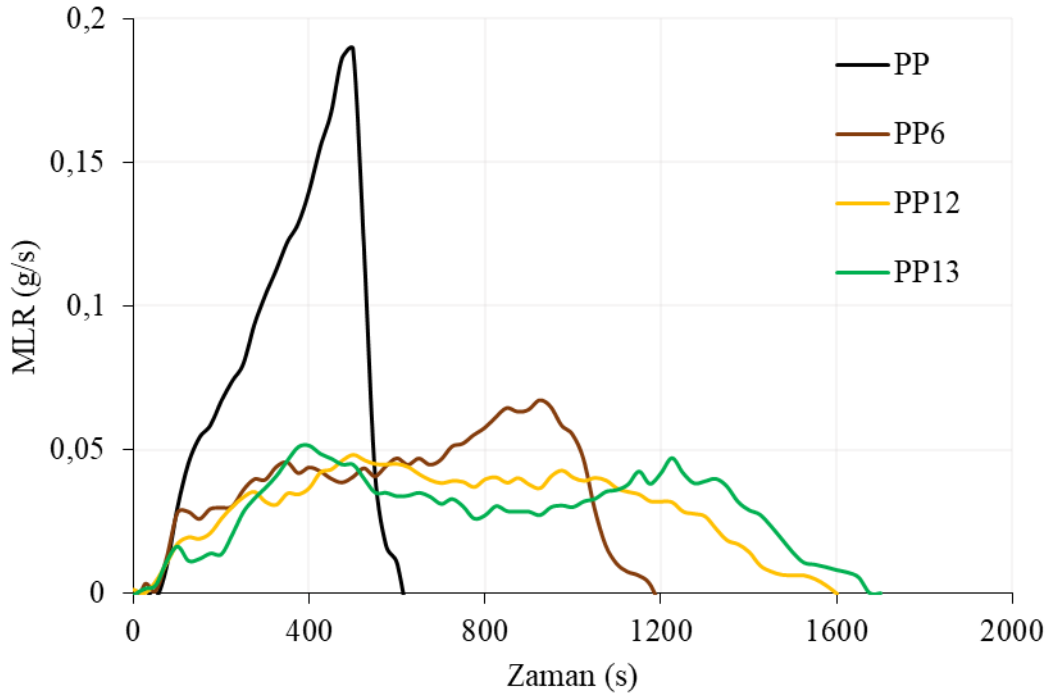
Numune	TTI (s)	PHRR (kW/m ²)	THR (MJ/m ²)	Kalan Kütle (%)
PP	70 ± 1	993 ± 5	254,8 ± 0,2	0
PP6	66 ± 1	322 ± 5	217,2 ± 0,2	18,8 ± 0,5
PP12	63 ± 1	223 ± 5	218,8 ± 0,2	15,8 ± 0,5
PP13	63 ± 1	240 ± 5	225,3 ± 0,2	15,4 ± 0,5



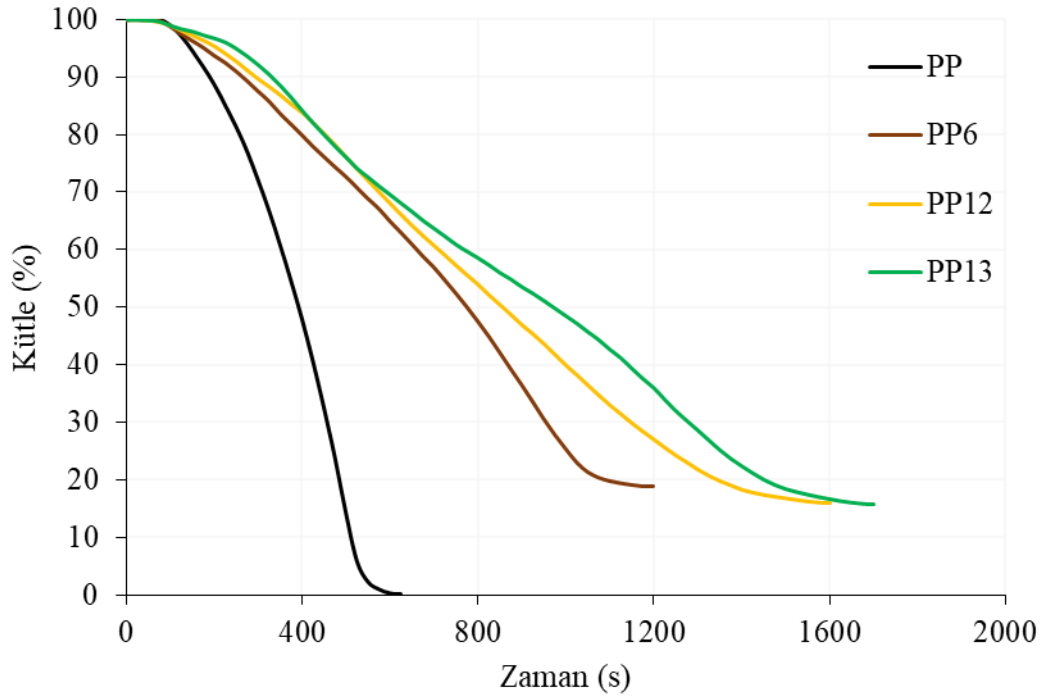
Şekil 5.36: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) HRR değişimleri.



Şekil 5.37: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) THR değişimleri.



Şekil 5.38: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) MLR değişimleri.

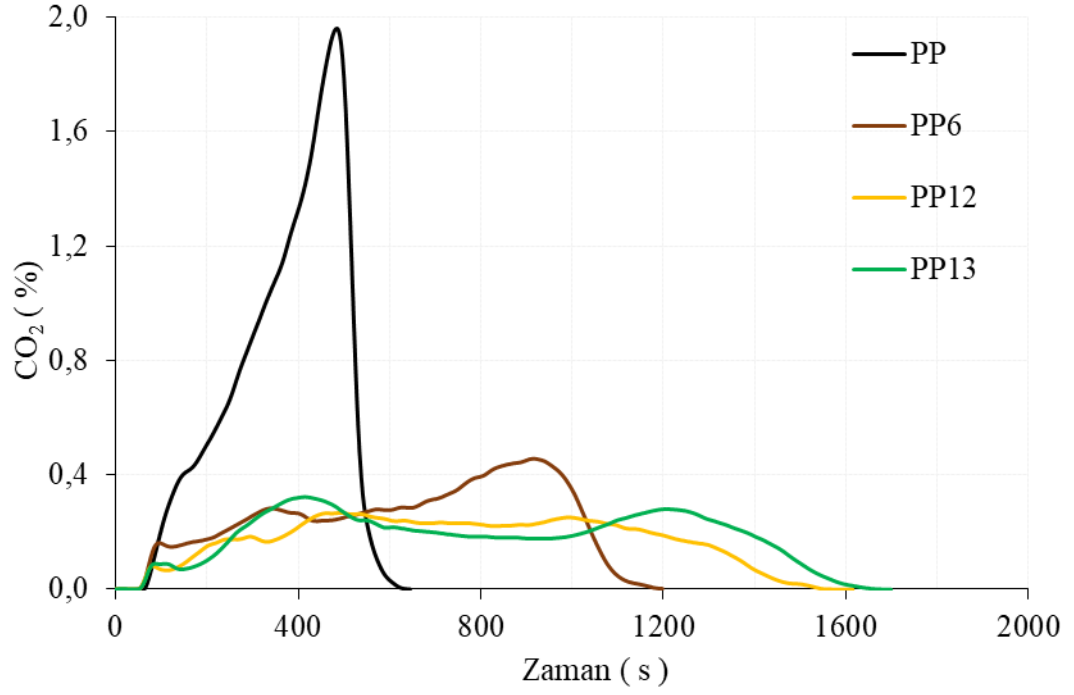


Şekil 5.39: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) kütle değişimleri.

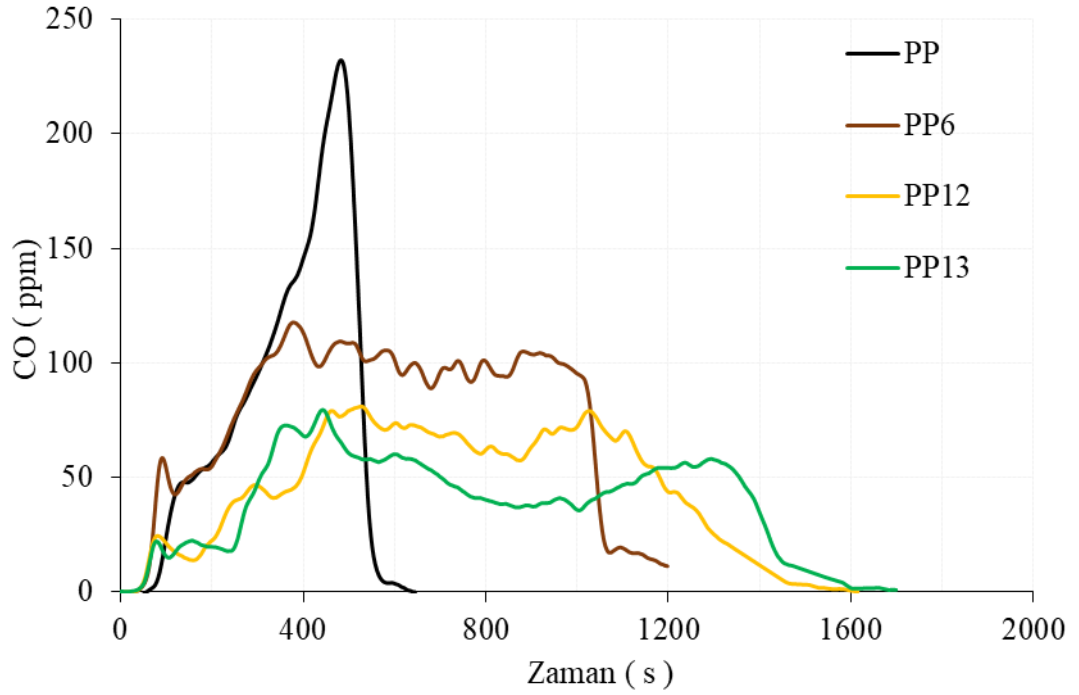
Malzemelerin CO emisyonlarını gösteren grafikler Şekil 5.41’de yer almaktadır. Ham PP malzemede ortaya çıkan 234 ppm ve PP6 malzemede 119 ppm CO emisyonu maksimum değerlerinin, PP12 ve PP13 malzemelerde % 65 ve % 65,4 oranlarında azalarak 82 ppm ve 81 ppm değerlerine düştüğü belirlenmiştir.

NO emisyonu ölçüm sonuçları ise Şekil 5.42’de verilmiştir. PP ve PP6 malzemelerde yaklaşık 11 ppm ve 16 ppm olan maksimum değerlerin PP12 ve PP 13 malzemelerde yaklaşık 11 ppm ve 12 ppm civarlarında olduğu görülmektedir.

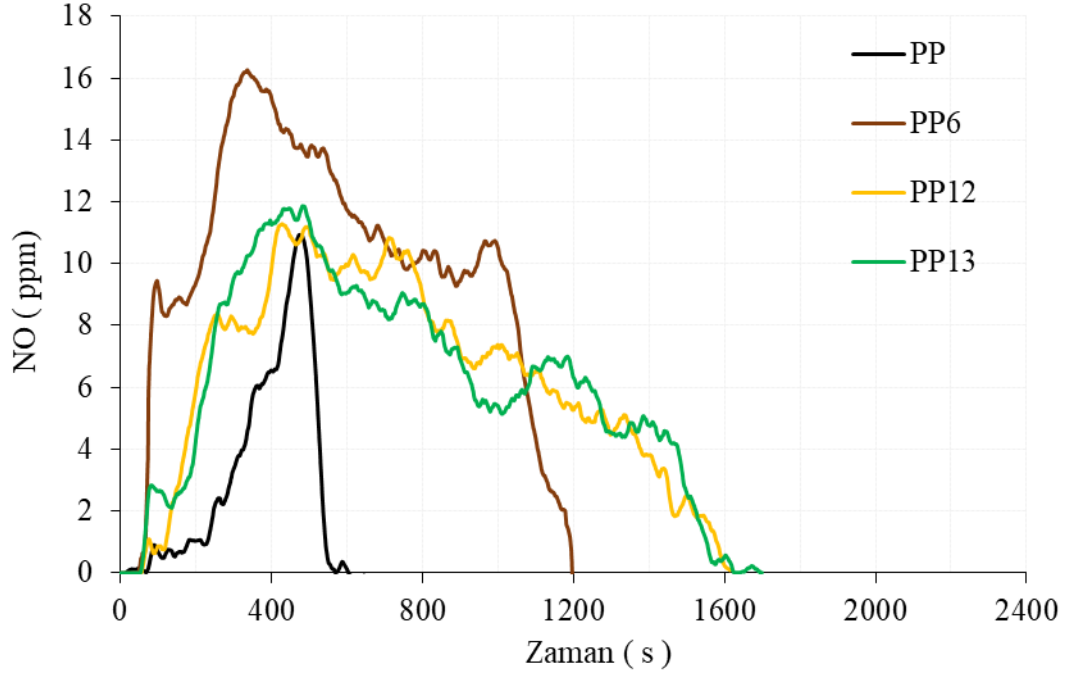
Şekil 5.43’te yer alan is emisyonu grafikleri incelendiğinde PP6 malzemede 3,8 l/m olan maksimum is seviyesinin PP12 ve PP13 malzemelerde ise 3,3 l/m ve 3,1 l/m değerlerine düştüğü tespit edilmiştir. Bu numunelerin yanmaları esnasında çift tepeli yapılar oluşmuştur. Yanma başlangıcında APP asit kaynağı/kabarma ajanı ve PER karbon kaynağı olarak görev alarak malzeme yüzeyinde izole edici bir tabaka oluşturmaktadır. Bozunan polimerin üst tabakayı aşamayıp gaz halinde bu örtü tabaka altında birikmesiyle yanmanın şiddeti azalmakta ancak ilerleyen süreçte bu tabakada oluşan çatlaklardan sızan gazların yanmayı şiddetlendirmesiyle ikinci tepe oluşumu gerçekleşmektedir.



Şekil 5.40: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) CO₂ değişimleri.

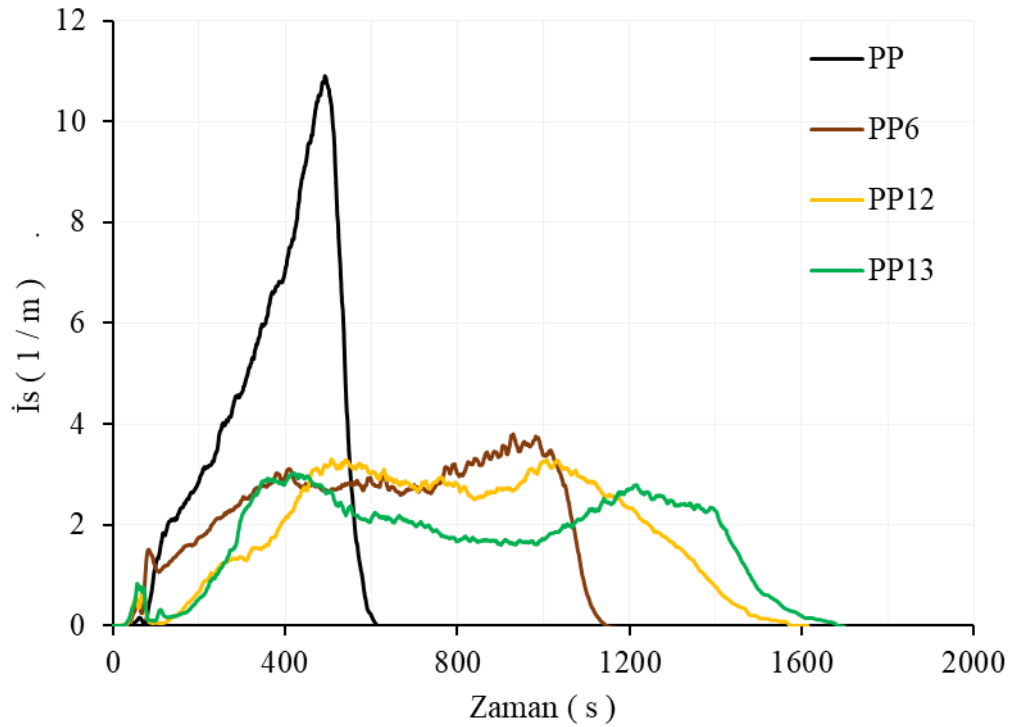


Şekil 5.41: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) CO değişimleri.

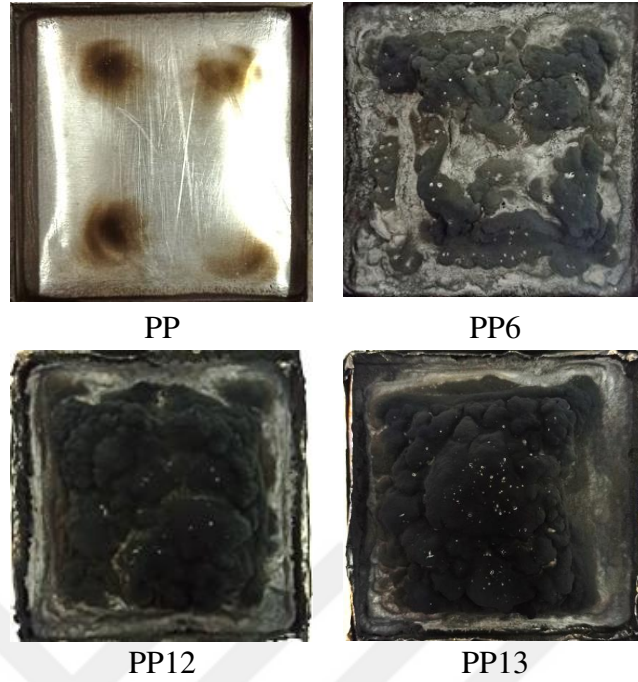


Şekil 5.42: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) NO değişimleri.

Şekil 5.44'te PP, PP6, PP12 ve PP13 numunelerinin konik kalorimetre yanma sonrası görüntüleri yer almaktadır. PP12 ve PP13 numunelerinin yanma sonu yüzeylerinde FA takviyesi sayesinde PP6 ya göre daha sağlam ve düzenli bir kabarmış yapı olduğu görülmektedir. Böylece yanma daha düşük şiddette ve yavaş ilerlemekte ancak daha uzun sürmektedir.



Şekil 5.43: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) is değişimleri.



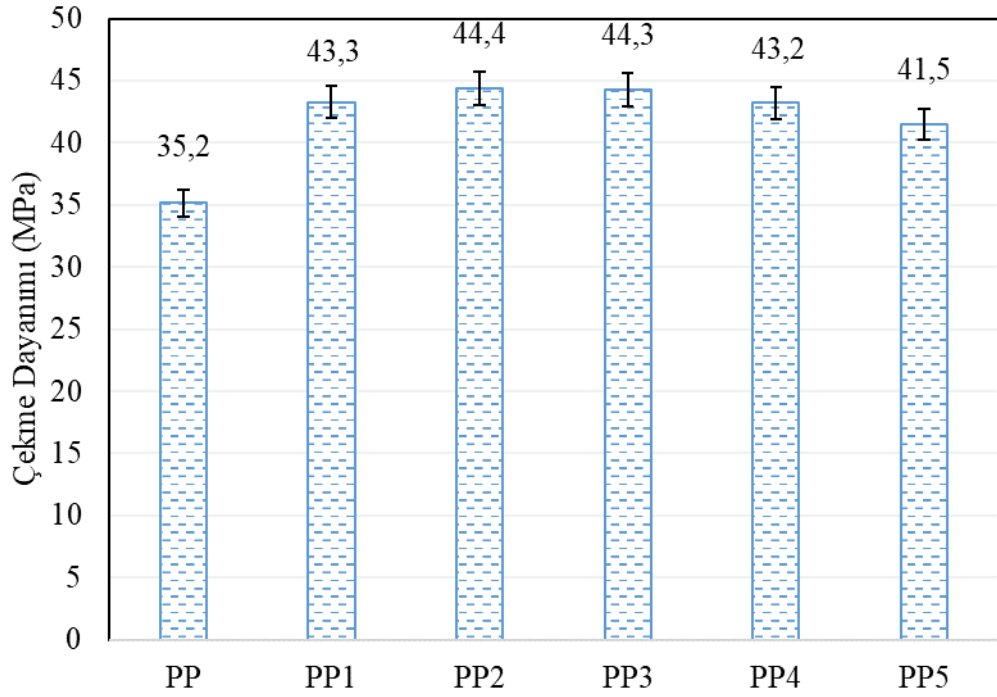
Şekil 5.44: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) konik kalorimetre yanma testi sonrası görüntüleri.

5.3 PP ve PP Esaslı Kompozitlerin Mekanik Test Sonuçları

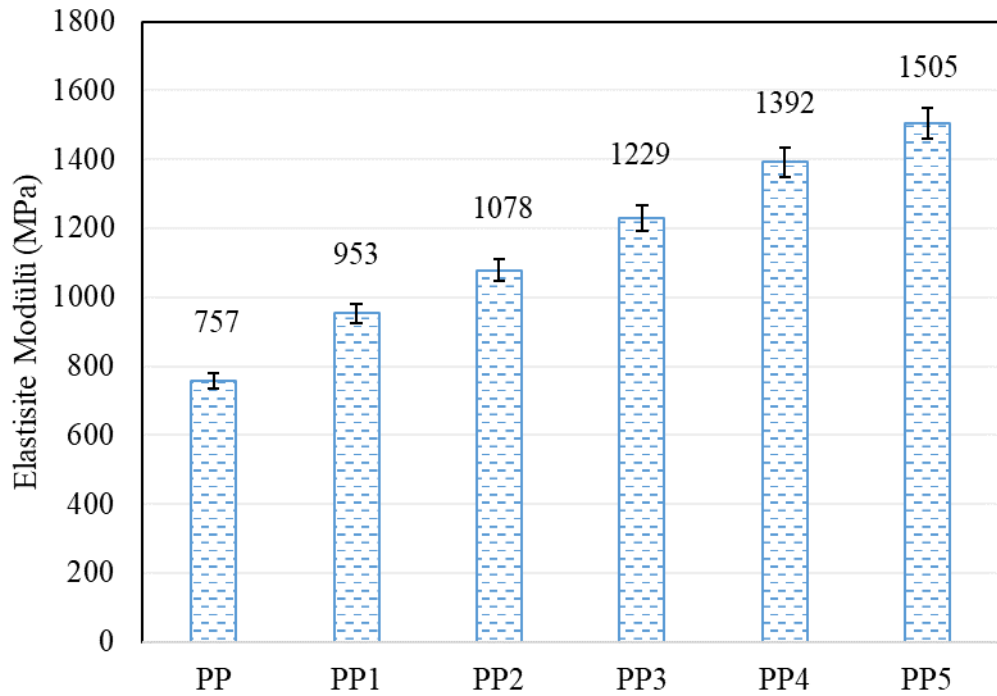
5.3.1 Çekme Test Sonuçları

Yüksek oranlarda FA dolgu maddesinin PP malzeme içerisinde değerlendirilebilmesi amacıyla üretilen kompozitlerin (% 5-40 FA) çekme testlerinden elde edilen çekme dayanımı ve elastisite modülü değerleri Şekil 5.45 ve Şekil 5.46'da verilmiştir. Ham PP malzemenin 35,2 MPa ve 757 MPa olarak ölçülen çekme dayanımı ve elastisite modülü değerlerinde uyumlaştırıcı etkisi dahilinde FA ilaveleriyle artışlar görülmüştür. FA ilavesiyle çekme dayanımları PP1, PP2, PP3, PP4 ve PP5 malzemelerde 43,3 MPa, 44,4 MPa, 44,3 MPa, 43,2 MPa ve 41,5 MPa değerlerine yükselmiştir. Ancak % 10 FA oranı aşıldığında bir miktar düşüş gerçekleşmiştir. Elastisite modülleri ise 953 MPa, 1078 MPa, 1229 MPa, 1392 MPa ve 1505 MPa değerlerine yükselmiştir (Kulkarni ve Mahanwar, 2014). En yüksek çekme dayanımı PP2 malzeme ile elde edilirken, bu değer ham PP ye göre % 26

daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. En yüksek değere sahip PP5 numunenin elastisite modülü ise ham PP malzemeye göre % 98,8 artış göstermiştir.



Şekil 5.45: PP ve kompozitlerin (% 5 - 40 FA) çekme dayanım değerleri.



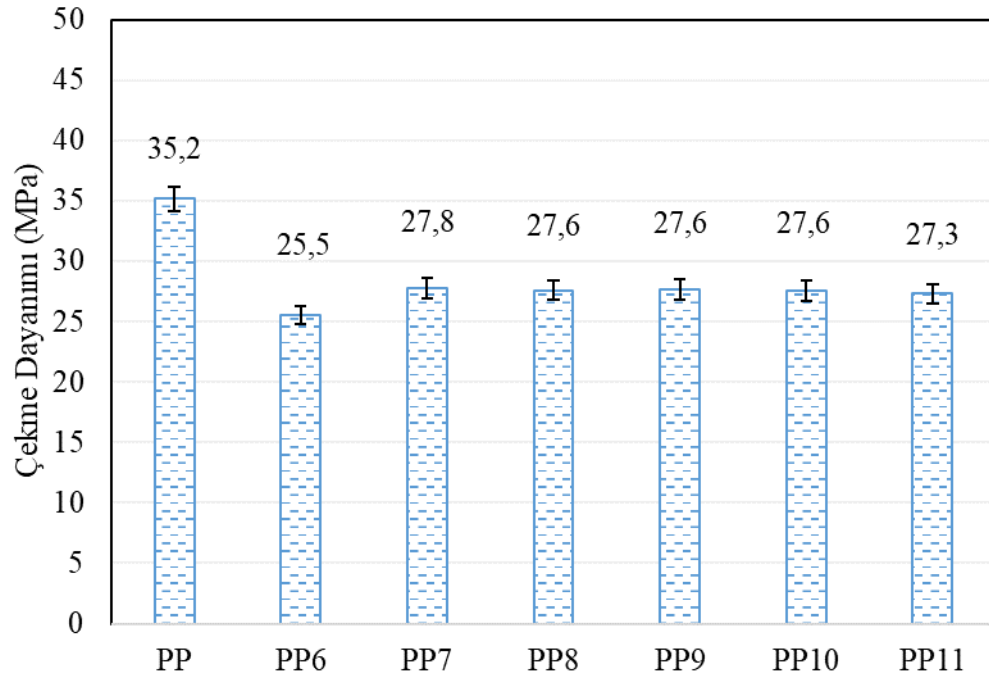
Şekil 5.46: PP ve kompozitlerin (% 5 - 40 FA) elastisite modülü değerleri.

PP ve % 25 IFR/% 1 - 5 FA içeren kompozitlerin çekme testlerinde elde edilen çekme dayanımı ve elastisite modülü ölçümlerinin yer aldığı grafikler Şekil 5.47 ve Şekil 5.48’de gösterilmiştir.

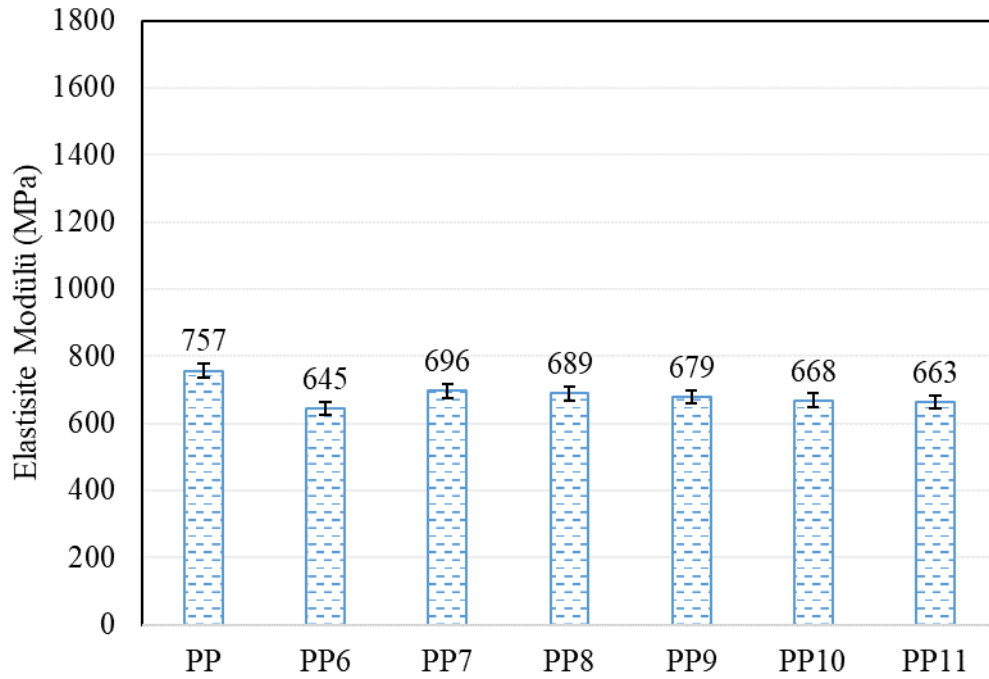
PP malzemenin çekme dayanımı ve elastisite modülü sırasıyla 35,2 MPa ve 757 MPa iken % 25 FA ilavesiyle bu değerler 25,5 MPa ve 645 MPa değerlerine düşmüştür. Burada meydana gelen düşüş polimer ve dolgu maddesi arasındaki temas yüzeyi uyumluluğundaki zayıflık ile açıklanabilir (Li ve diğ. 2019^b, Liang 2017, Chen ve diğ., 2018, Chen ve diğ., 2019^a).

% 25 IFR ilavesi, mekanik özelliklere olumsuz etki yaparken, FA ilavesiyle bu etki bir miktar azalmıştır. Bu durumun, dolgu maddesi ile polimerin yüzey uyumluluğundaki artıştan kaynaklandığı değerlendirilmektedir. (Jiang ve diğ., 2023^a). Kütlece % 1 - % 5 aralığında FA ilavelerinde en yüksek çekme dayanımı ve elastisite modülü değerleri sırasıyla 27,8 MPa ve 696 MPa olarak % 1 FA içeren PP7 malzemede elde edilmiştir.

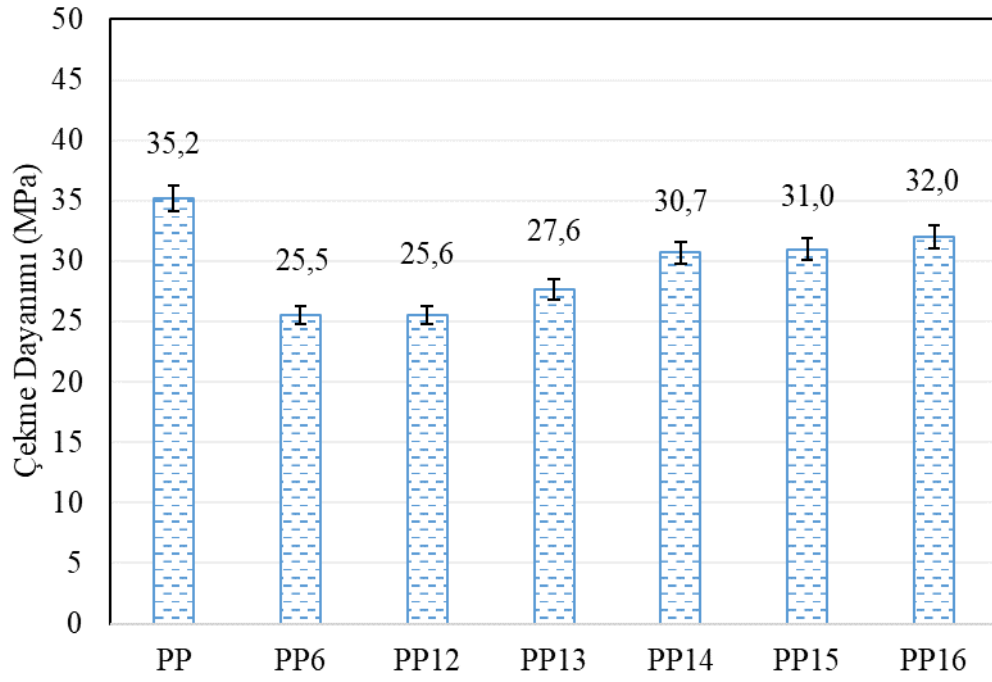
Şekil 5.49 ve Şekil 5.50’de ise PP ve % 20 -24 IFR/ % 1 - 5 FA içeren kompozitlerin çekme testlerinde elde edilen çekme dayanımı ve elastisite modülü ölçümlerinin sonuçları verilmiştir. Genel olarak FA ilavesi ile malzemelerin çekme dayanımlarında ve elastisite modüllerinde PP malzemeye göre azalma görünse de PP6 malzemeye göre artış oluşmuştur. IFR oranından azaltılarak FA ilavesiyle çekme dayanımları PP12, PP13, PP14, PP15 ve PP16 malzemelerde 25,6 MPa, 27,6 MPa, 30,7 MPa, 31,0 MPa ve 32,0 MPa değerlerine ulaşmıştır. Elastisite modülleri ise 644 MPa, 689 MPa, 704 MPa, 746 MPa ve 780 MPa değerlerine yükselmiştir. En yüksek çekme dayanımı ve elastisite modülü PP16 malzemede tespit edilmiştir. PP16 malzemenin, PP6 malzemeye göre, çekme dayanımı % 25,5 ve elastisite modülü % 20,9 daha yüksektir. Ayrıca PP16 malzemenin elastisite modülü ham PP malzemeye göre de % 3 fazladır.



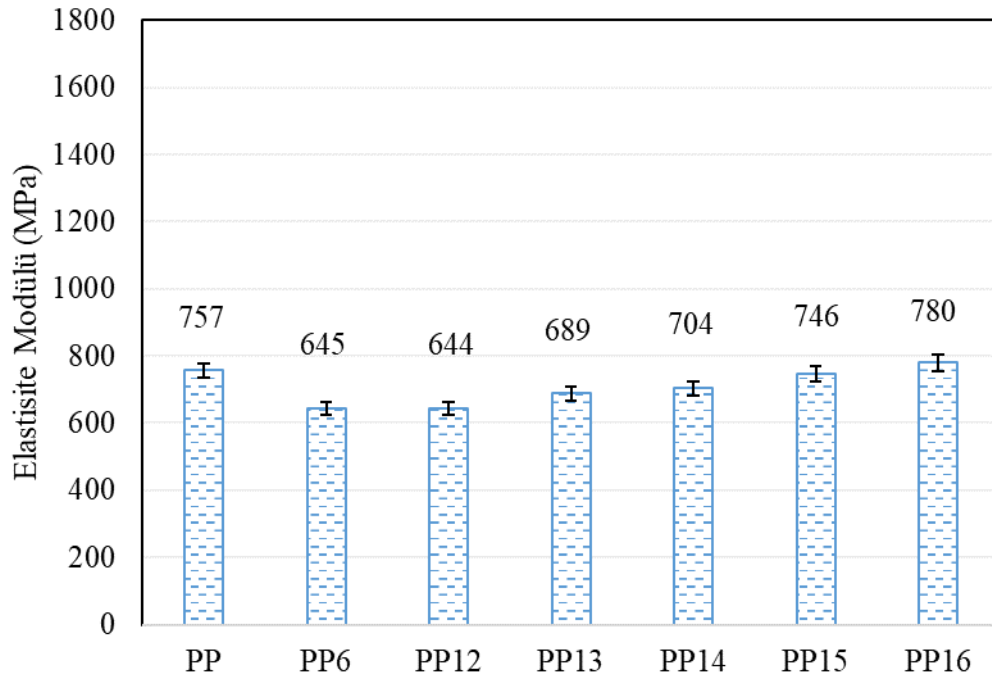
Şekil 5.47: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1 - 5 FA) çekme dayanımı değerleri.



Şekil 5.48: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1 - 5 FA) elastisite modülü değerleri.



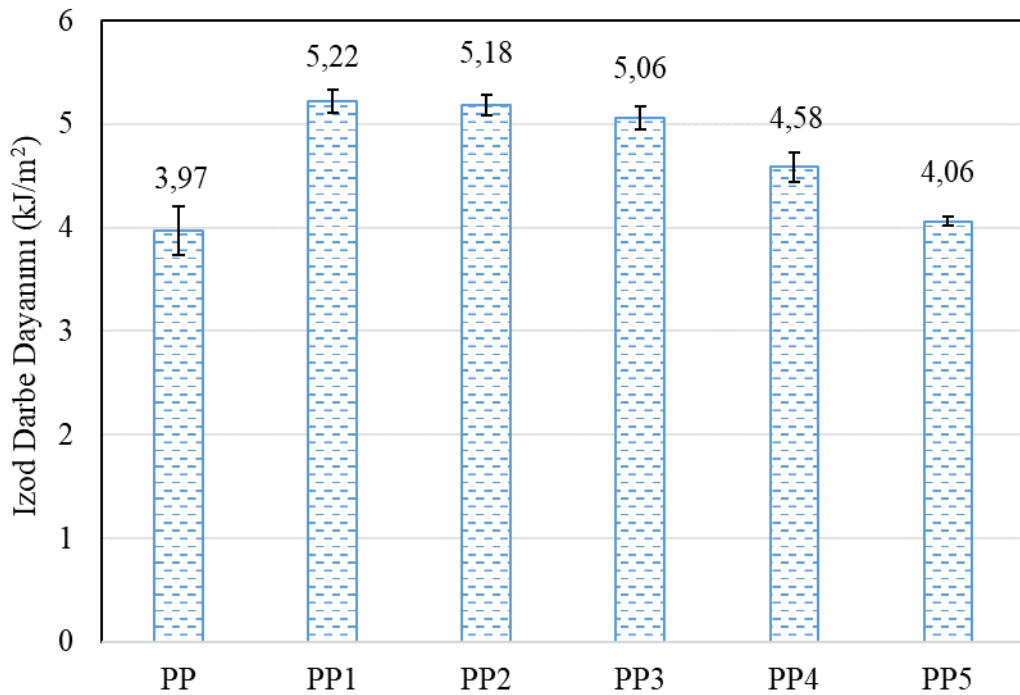
Şekil 5.49: PP ve kompozitlerin (% 20 - 24 IFR ve % 1 - 5 FA) çekme dayanımı değerleri.



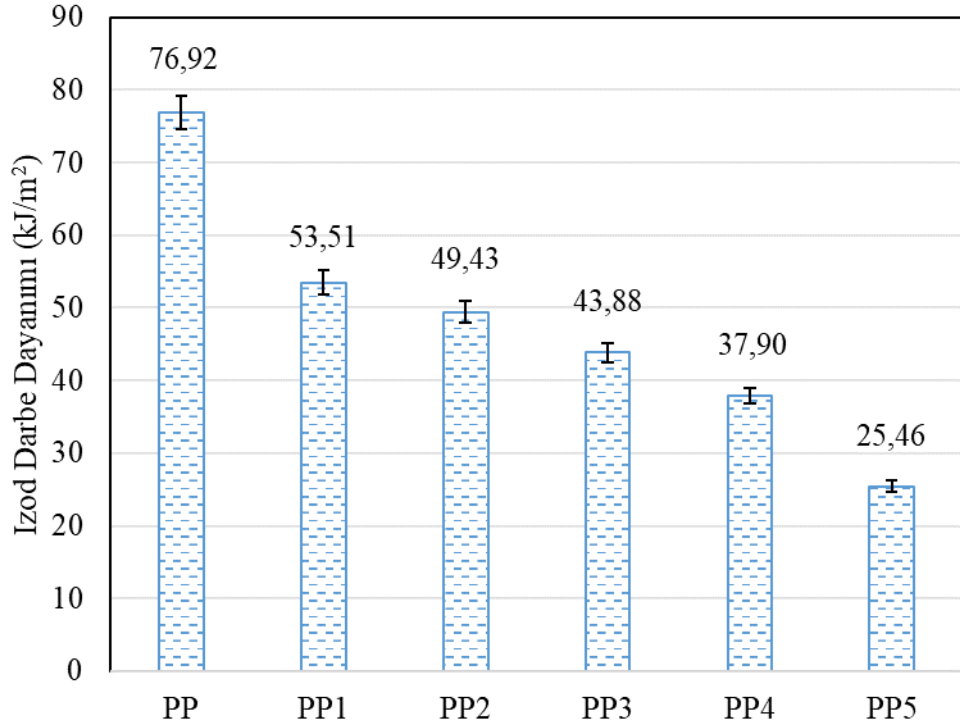
Şekil 5.50: PP ve kompozitlerin (% 20 - 24 IFR ve % 1 - 5 FA) elastisite modülü değerleri.

5.3.2 Izod Darbe Deneyleri

Izod darbe testleri ASTM D256 standartlarına göre 23 °C sıcaklıkta ve % 50 bağıl nemde şartlandırılmış numunelerle gerçekleştirilmiştir. Yüksek oranlarda FA dolgu maddesinin PP malzeme içerisinde değerlendirilebilmesi amacıyla üretilen kompozitlerin (% 5 - 40 FA) çentikli ve çentiksiz numunelerin tümü testlerde kırılmıştır. Çentikli ve çentiksiz numunelerin test sonuçları Şekil 5.51 ve Şekil 5.52’de verilmiştir. Çentikli ham PP malzemenin darbe dayanımı 3,97 kJ/m² olarak ölçülmüştür. % 5 FA ilaveli PP1 malzemesinin darbe dayanımı yaklaşık % 31,5 oranda artışla 5,22 kJ/m² değerine yükselmiştir. PP1 malzemedan itibaren PP2, PP3, PP4 ve PP5 malzemelerde darbe dayanımları bir miktar azalarak sırasıyla 5,18 kJ/m², 5,06 kJ/m², 4,48 kJ/m² ve 4,06 kJ/m² değerlerine gerilemiştir. Ham PP malzemenin çentiksiz darbe dayanım testlerinde 76,92 kJ/m² düzeyine beklendiği gibi yükselen dayanım değeri, PP1, PP2, PP3, PP4 ve PP5 numunelerinde sırasıyla 53,51 kJ/m², 49,43 kJ/m², 43,88 kJ/m² ve 37,90 kJ/m² ve 25,46 kJ/m² olarak ölçülmüştür. Çentikli numunelerde darbe dayanımları ham PP numunedekine göre daha yüksek iken çentiksiz numunelerde daha düşük çıkması, dolgu maddesi olarak ilave edilen maddelerin çentik bölgesini takviye ederek çentik etrafındaki zayıflığı azaltmasıyla açıklanmaktadır (Selvakumar ve Manoharan 2014, Wen ve diğ. 2020)

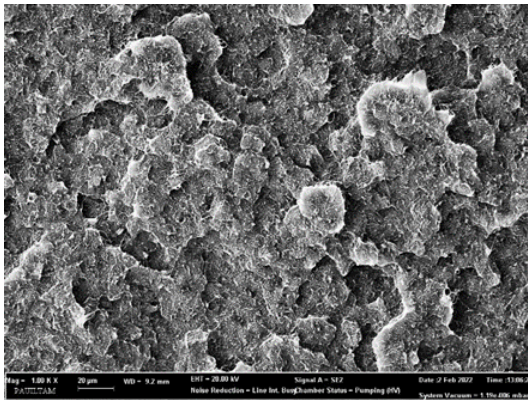


Şekil 5.51: PP ve kompozitlerin (% 5-40 FA) çentikli numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri.

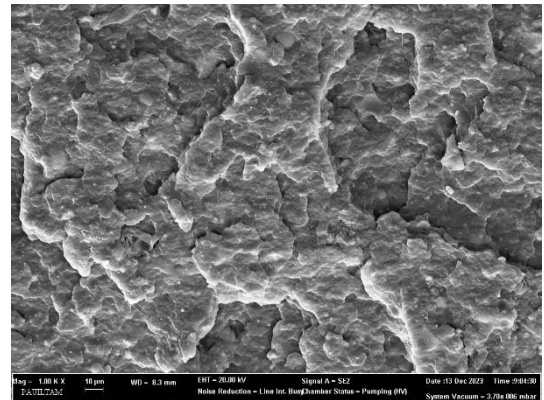


Şekil 5.52: PP ve kompozitlerin (% 5 - 40 FA) çentiksiz numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri.

Ham PP ve % 30 FA içeren PP4 kompozit malzemenin Izod darbe testi hasar kesiti üzerinde 1000x büyütmedeki SEM görüntüleri Şekil 5.53'te verilmiştir. PP4 malzemenin SEM incelemelerinde PP matrisi içinde IFR ve FA partiküllerinin topaklanma oluşturmaksızın homojen bir dağılımı görülmektedir. Şekil 5.54'te verilen EDX sonuçlarında ise yüzey iletkenliği için yapılan Au/Pd kaplama kaynaklı tepeler dışında PP numunede sadece C atomları teşhis edilmiştir. PP4 numunede ise polimer matrisinden kaynaklanan C elementi yanında % 30 orandaki FA içeriği sebebiyle başta Si, Al ve Fe olmak üzere bazı FA kaynaklı elementlerin varlığı izlenmektedir.

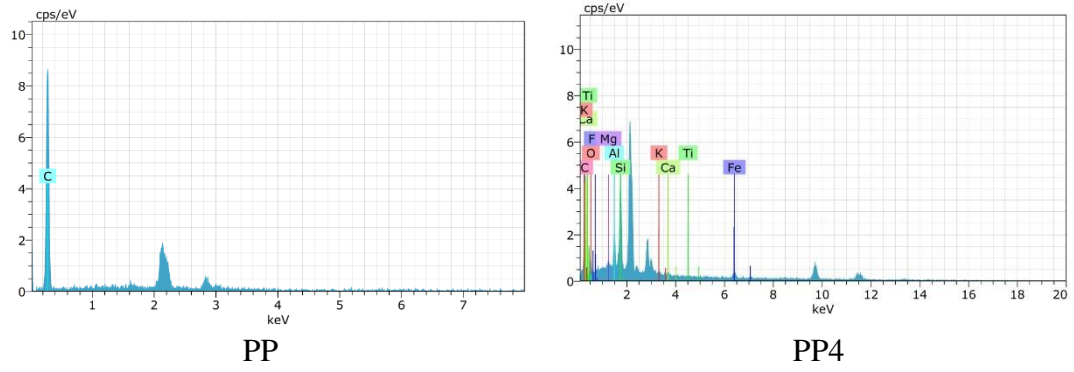


PP



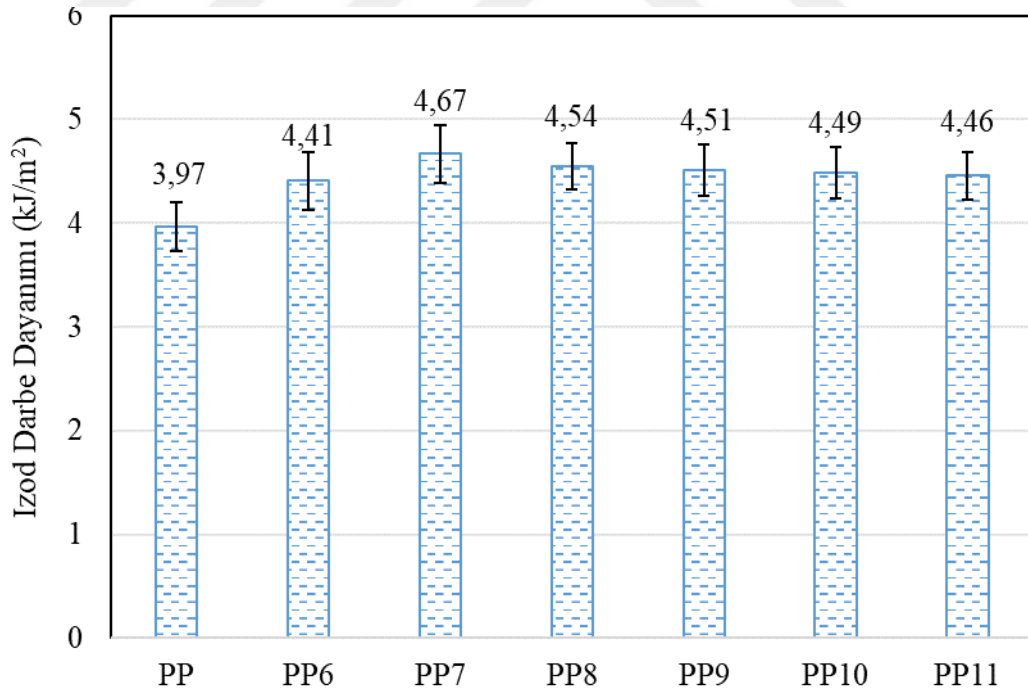
PP4

Şekil 5.53: PP ve PP4 kompozitin çentikli numunelerinin Izod darbe testi hasar kesiti SEM görüntüleri.



Şekil 5.54: PP ve PP4 kompozitin çentikli numunelerinin Izod darbe testi hasar kesiti EDX görüntüleri.

Ham PP ve % 25 IFR ile % 1-5 aralığında FA içeren kompozit malzemelerin çentikli numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri Şekil 5.55'te sunulmuştur. Ham PP numunede $3,97 \text{ kJ/m}^2$ olan Izod darbe dayanımı değeri % 25 IFR ilavesiyle PP6 numunede $4,41 \text{ kJ/m}^2$ değerine yükselmiştir. % 25 IFR yanında FA ilavesiyle darbe dayanımlarında bir miktar daha artmış olmuştur. PP7 malzemede elde edilen $4,67 \text{ kJ/m}^2$ Izod darbe dayanımının ham PP numuneye göre % 17,6 daha yüksek olduğu tespit edilmiştir.

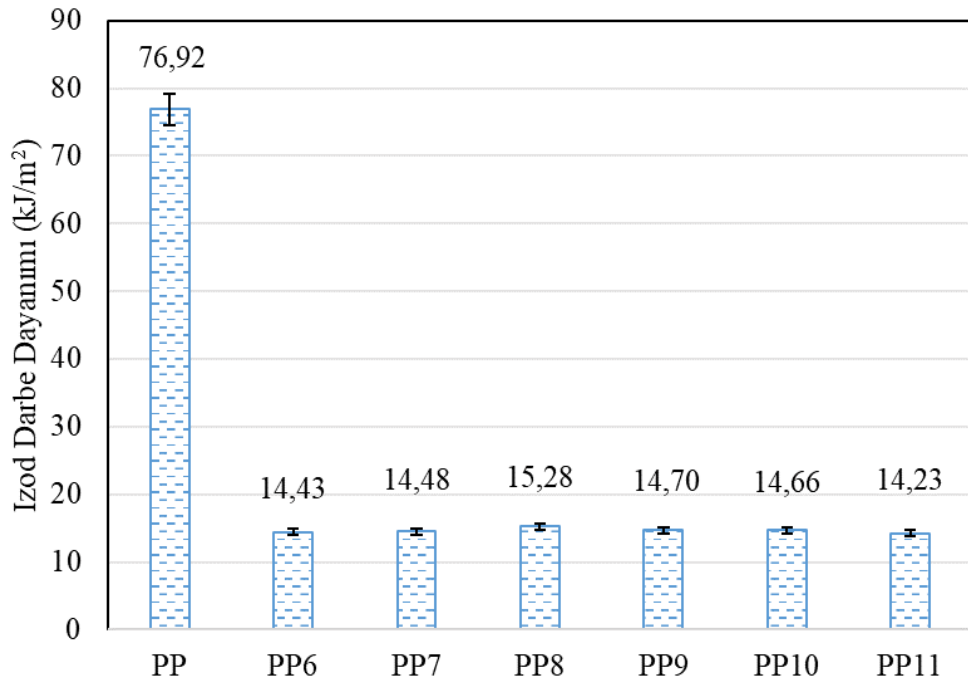


Şekil 5.55: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1 - 5 FA) çentikli numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri.

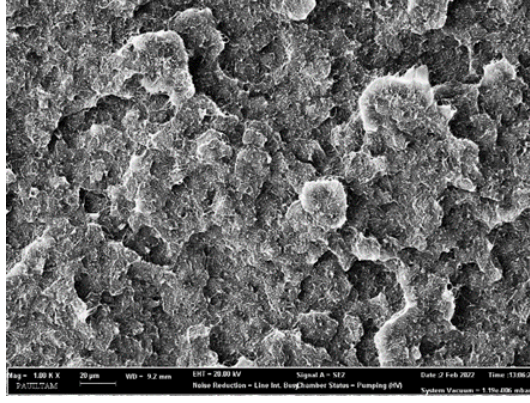
Şekil 5.56'da numunelerin çentiksiz Izod darbe dayanım değerleri yer almaktadır. Ham PP için $76,92 \text{ kJ/m}^2$ olan dayanım değeri, % 25 IFR içeren PP6

numunede 14,43 kJ/m² ve IFR/FA içeren PP7, PP8, PP9, PP10 ve PP11 numunelerde ise sırasıyla 14,48 kJ/m², 15,28 kJ/m², 14,70 kJ/m², 14,66 kJ/m² ve 14,23 kJ/m² olarak ölçülmüştür. PP6 ile karşılaştırıldığında PP7, PP8, PP9 ve PP10 numunelerin çentiksiz darbe dayanımlarının daha fazla olduğu sadece % 5 FA içeren PP11 numunesinde daha az olduğu görülmektedir. Yukarıda bahsedildiği gibi IFR/FA içeren kompozitlerin çentikli Izod darbe dayanımları ham PP'ye göre daha yüksek olmasına rağmen kompozitlerin çentiksiz Izod darbe dayanımları daha düşüktür. Bu durum dolgu maddesi olarak ilave edilen maddelerin çentik bölgesini takviye ederek çentik etrafındaki zayıflığı azaltmasıyla açıklanmaktadır (Selvakumar ve Manoharan 2014, Wen ve diğ. 2020).

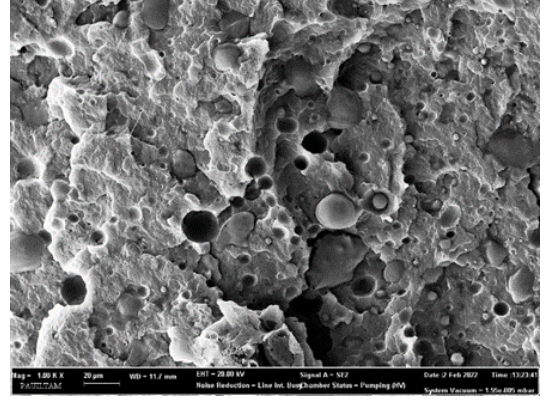
Ham PP ve (% 25 IFR ve % 1 - 5 FA) malzemelerin çentikli Izod darbe testi sırasında çekicinin hasar oluşturduğu kesit üzerinden 1000x büyütme ile elde edilen SEM görüntüleri Şekil 5.57'de verilmiştir. PP numunede herhangi bir boşluk görülmezken dolgu maddesi içeren numunelerde bazı çekilmiş tanecik boşlukları vardır. Bunlar darbe kesiti üzerinde yer alan ve hasara uğrayan veya zayıf bağlanma sebebiyle yerinden ayrılan partiküllerin oluşturduğu boşluklardır (Yıldız ve diğ. 2023). SEM incelemelerinde PP matrisi içinde IFR bileşenleri (APP/PER) ve FA partiküllerinin topaklanma/yığılma oluşturmaksızın homojen bir dağılıma sahip olduğu görülmektedir.



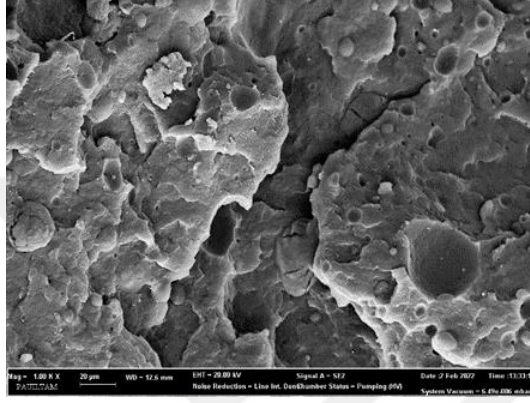
Şekil 5.56: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1 - 5 FA) çentiksiz numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri.).



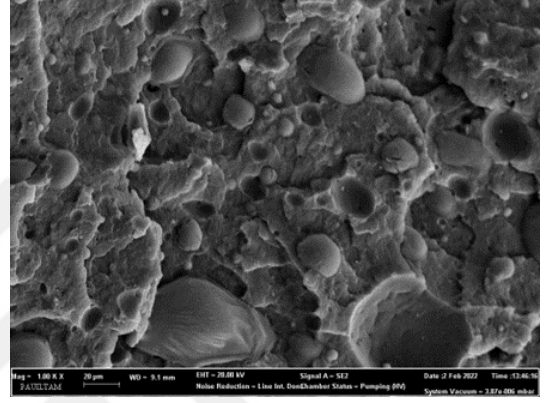
PP



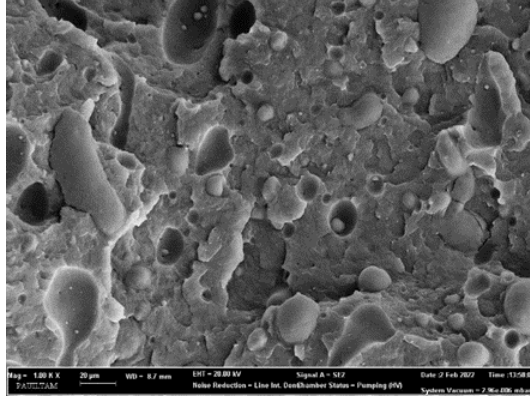
PP6



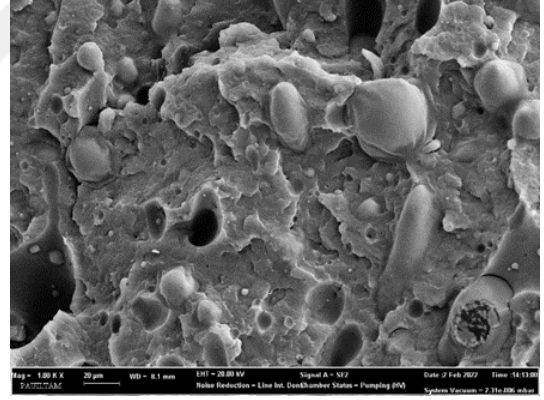
PP7



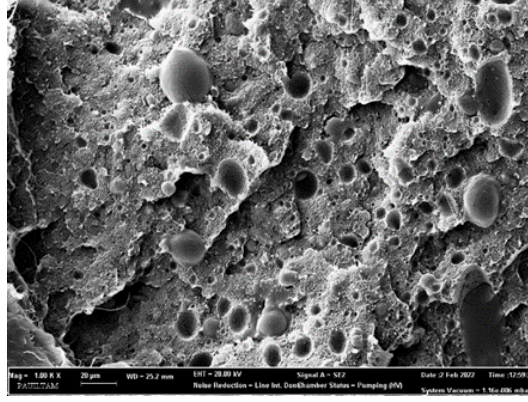
PP8



PP9



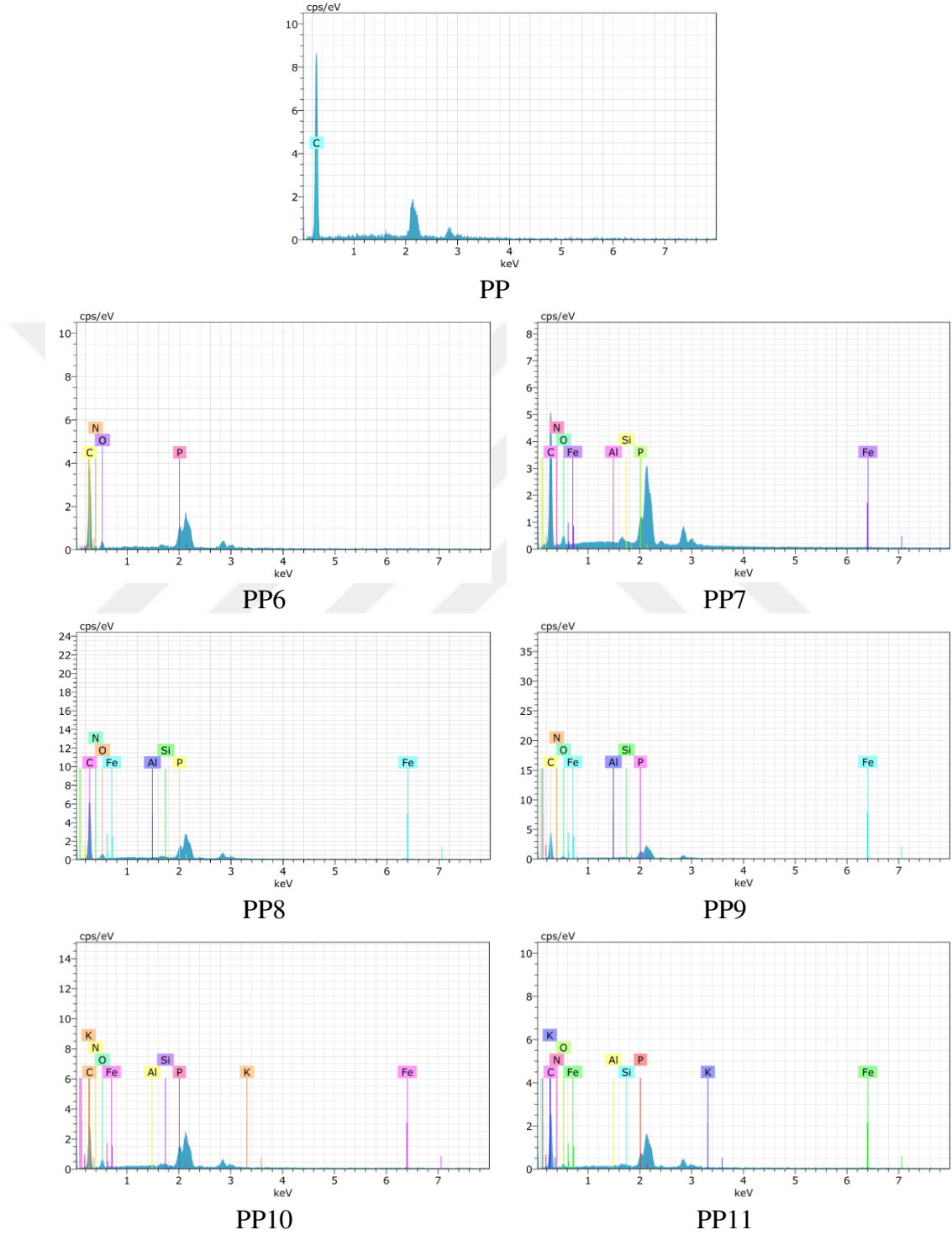
PP10



PP11

Şekil 5.57: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1 - 5 FA) çentikli numunelerinin Izod darbe testi hasar kesiti SEM görüntüleri.

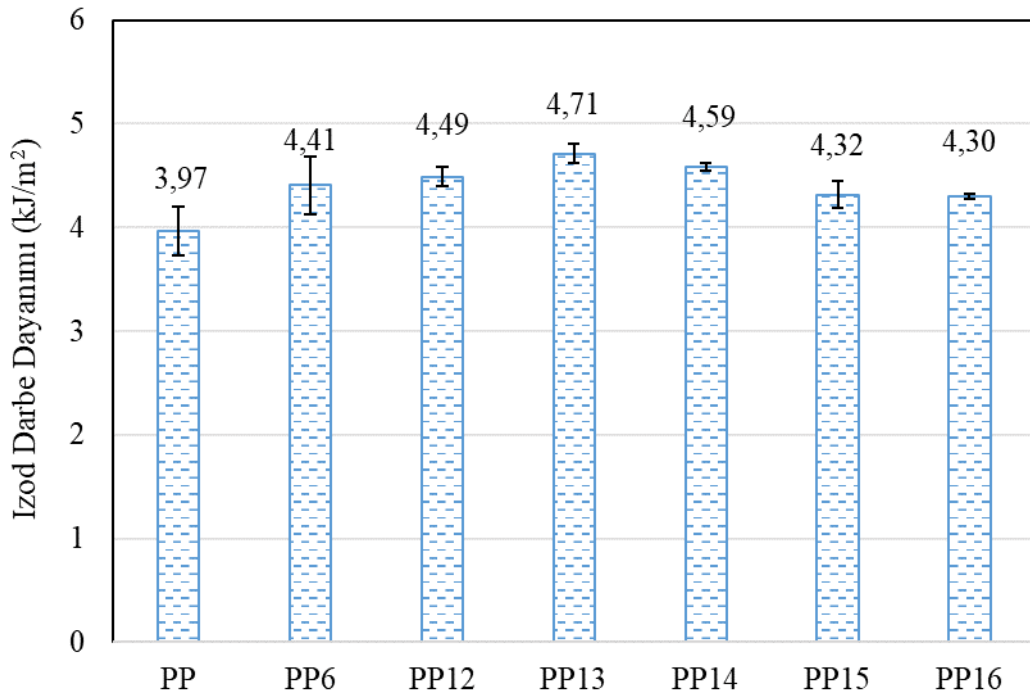
Şekil 5.58’de verilen EDX sonuçları incelendiğinde kaplama (Au/Pd) elementleri dışında PP numunede sadece C atomları görülmektedir. PP6 numunede ise IFR içeriğinde bulunan azot ve fosfor, FA içeren numunelerde ise başta Si, Al ve Fe olmak üzere bazı FA kaynaklı elementlerin varlığı izlenmektedir.



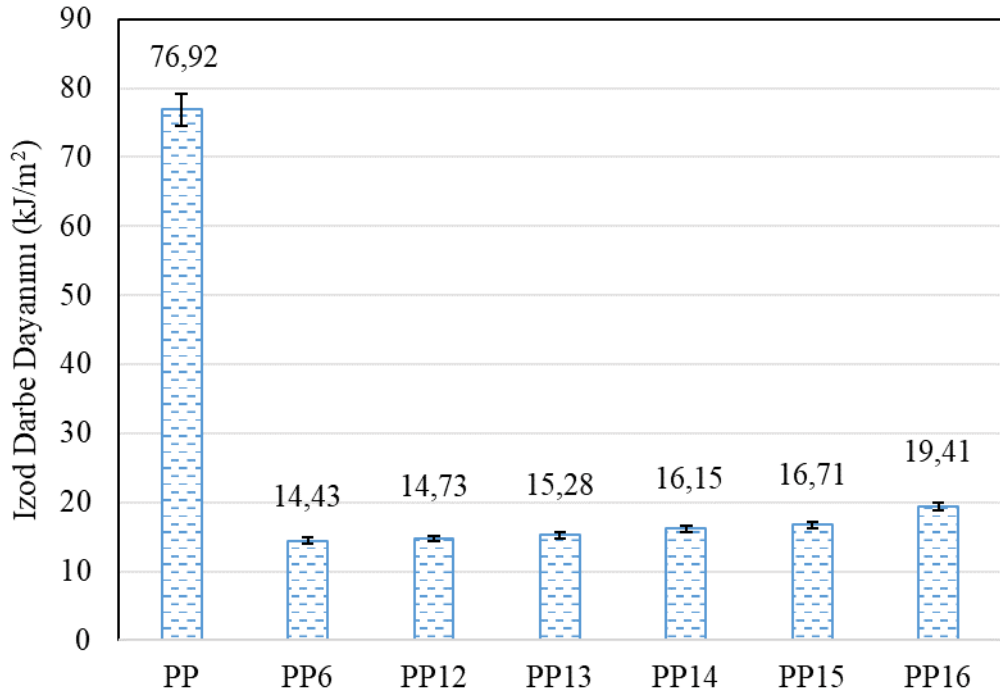
Şekil 5.58: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1 - 5 FA) çentikli numunelerinin Izod darbe testi hasar kesiti EDX görüntüleri.

Ham PP ve kompozitlerin (% 20 - 24 IFR ve % 1 - 5 FA) çentikli numunelerinin 23 °C sıcaklıktaki Izod darbe dayanım değerleri Şekil 5.59’da yer almaktadır. Ham PP ve PP6 numunelerde 3,97 kJ/m² ve 4,41 kJ/m² Izod darbe dayanımları elde edilirken % 25 oranındaki IFR azaltılarak aynı oranda FA ilavesiyle elde edilen PP12, PP13, PP14, PP15 ve PP16 numunelerde ise bu değer sırasıyla 4,49 kJ/m², 4,71 kJ/m², 4,59 kJ/m², 4,32 kJ/m² ve 4,30 kJ/m² olarak ölçülmüştür. Dolgu maddesi ilave edilen tüm numunelerde Izod darbe dayanımlarında artış görülmektedir. Bu malzeme grubundaki en yüksek dayanımın ham PP numuneye göre yaklaşık % 18,6 daha yüksek olarak PP13 malzemedede elde edilmiştir.

Şekil 5.60’ta numunelerin çentiksiz Izod darbe dayanım değerleri gösterilmiştir. Ham PP için 76,92 kJ/m² olan dayanım değeri, % 25 IFR içeren PP6 numunede 14,43 kJ/m² ve IFR/FA içeren PP12, PP13, PP14, PP15 ve PP16 numunelerde ise sırasıyla 14,73 kJ/m², 15,25 kJ/m², 16,15 kJ/m², 16,71 kJ/m², 19,41 kJ/m² olarak ölçülmüştür. Genel olarak çentiksiz numunelerin darbe dayanımları PP numuneye göre düşmüştür. Ancak % 25 IFR ilavesiyle elde edilen değerlerin altında değerlere sebep olmadığı hatta PP6 ile karşılaştırıldığında artan FA azalan IFR oranıyla birlikte artış meydana geldiği görülmektedir. Bu artışın PP16’da PP6’ya göre % 34,5 orana kadar ulaştığı belirlenmiştir.



Şekil 5.59: PP ve kompozitlerin (% 20 - 24 IFR ve % 1 - 5 FA) çentikli numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri.

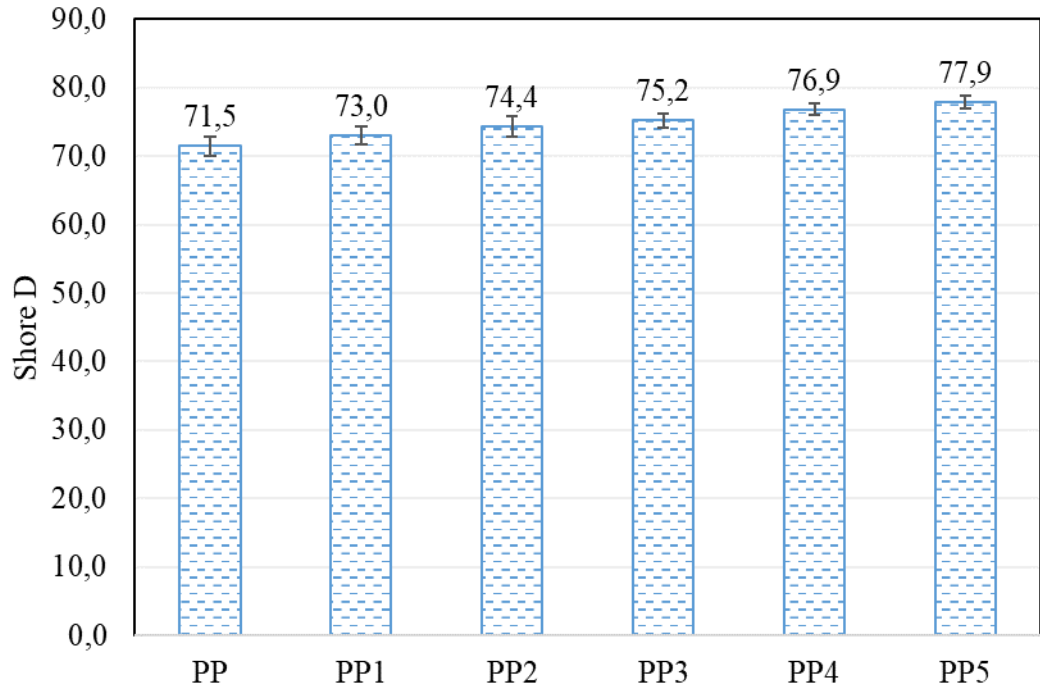


Şekil 5.60: PP ve kompozitlerin (% 20 - 24 IFR ve % 1 - 5 FA) çentiksiz numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri.

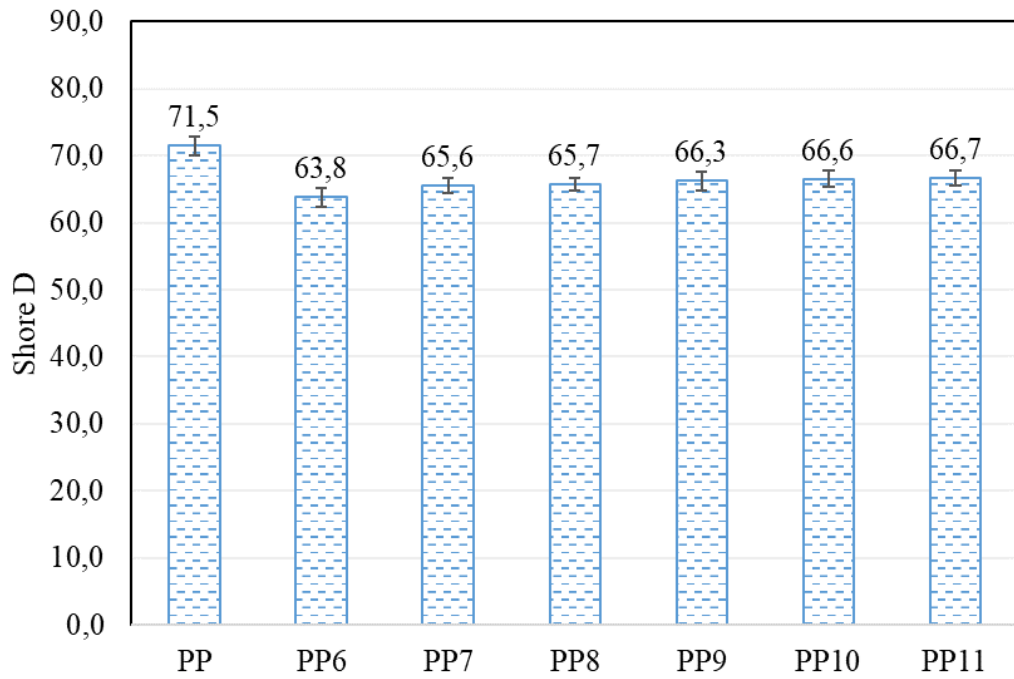
5.3.3 Shore D Sertlik Ölçüm Testleri

PP ve sadece uçucu külün ilave edildiği kompozitlerin (% 5-40 FA) sertlik ölçüm sonuçları Şekil 5.61’de verilmiştir. PP matris içerisine artan FA ilavesiyle sertlik değerlerinde artış meydana geldiği görülmektedir. Ham PP numunede Shore D değeri 71,5 olarak ölçülürken PP1, PP2, PP3, PP4 ve PP5 numunelerinde sırasıyla 73,0, 74,4, 75,2, 76,9 ve 77,9 değerlerine ulaşılmıştır. Buradan PP numuneye göre sırasıyla yaklaşık % 2,1, % 4,1, % 5,2, % 7,6 ve % 9,0 oranlarında artış meydana geldiği anlaşılmaktadır.

PP ve % 25 IFR/% 1-5 FA içeren kompozit malzemelerin sertlik değerleri Şekil 5.62’de karşılaştırılmıştır. PP malzemeye % 25 IFR ilavesi ile malzemenin sertlik değeri 63,8’e gerilemiştir. % 25 IFR yanında matris içerisine artan FA ilavesiyle sertlik değerlerinde artış meydana geldiği görülmektedir. Ham PP ve PP6 numunede Shore D değeri 71,5 ve 63,8 iken PP7, PP8, PP9, PP10 ve PP11 numunelerinde sırasıyla 65,6, 65,7, 66,3, 66,6 ve 66,7 değerlerine ulaşılmıştır.

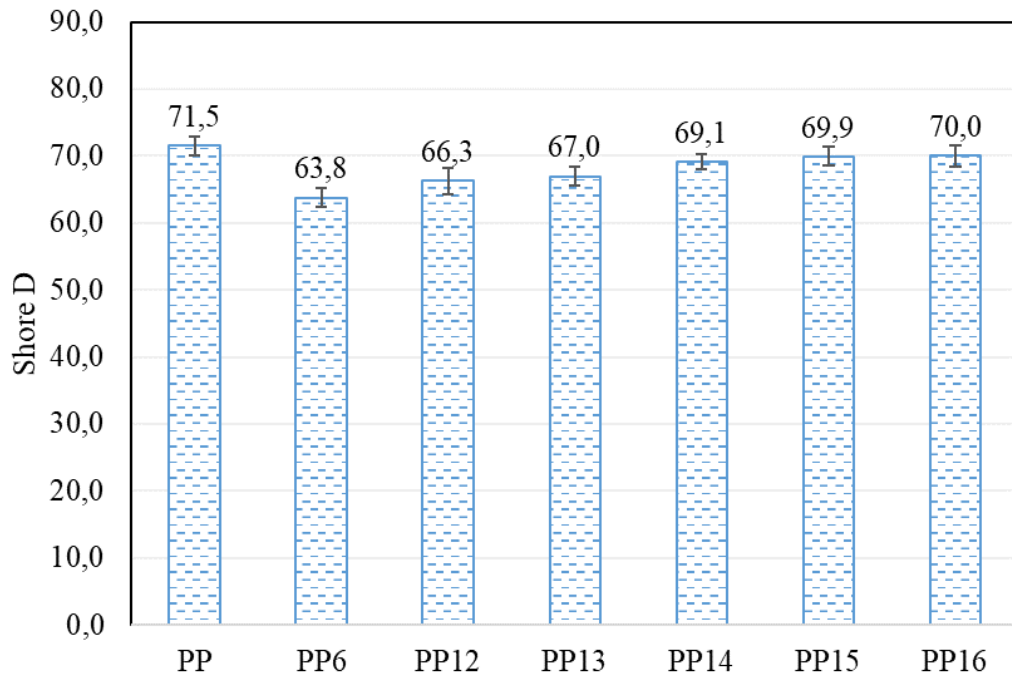


Şekil 5.61: PP ve kompozitlerin (% 5 - 40 FA) Shore D sertlik değerleri.



Şekil 5.62: PP ve kompozitlerin (% 25 IFR ve % 1- 5 FA) Shore D sertlik değerleri.

PP ve % 20-24 IFR/% 1-5 FA içeren kompozit malzemelerin sertlik değerleri Şekil 5.63'te karşılaştırılmıştır. PP malzemeye % 25 IFR ilavesi ile sertlik değeri 63,8'e düşen malzemede IFR azaltılarak aynı oranda FA ilavesi sertlik değerleri ham malzemenin sertlik değerine yaklaşmıştır. Ham PP ve PP6 numunede Shore D değeri 71,5 ve 63,8 iken PP12, PP13, PP14, PP15 ve PP16 malzemelerde sırasıyla 66,3, 67,0, 69,1, 69,9 ve 70,0 değerlerine ulaşılmıştır. Alev geciktirici içeriği sayesinde yanma direnci artan malzemeler arasında bir değerlendirme yapıldığında PP6 malzemeye göre PP7, PP8, PP9, PP10 ve PP11 numunelerinde sırasıyla yaklaşık % 2,8, % 3,0, % 3,9, % 4,4 ve % 4,5 oranlarında artış meydana geldiği anlaşılmaktadır.



Şekil 5.63: PP ve kompozitlerin (% 20-24 IFR ve % 1-5 FA) Shore D sertlik değerleri.

6. AKRİLONİTRİL BÜTADİEN STİREN (ABS) ESASLI KOMPOZİT MALZEMELER

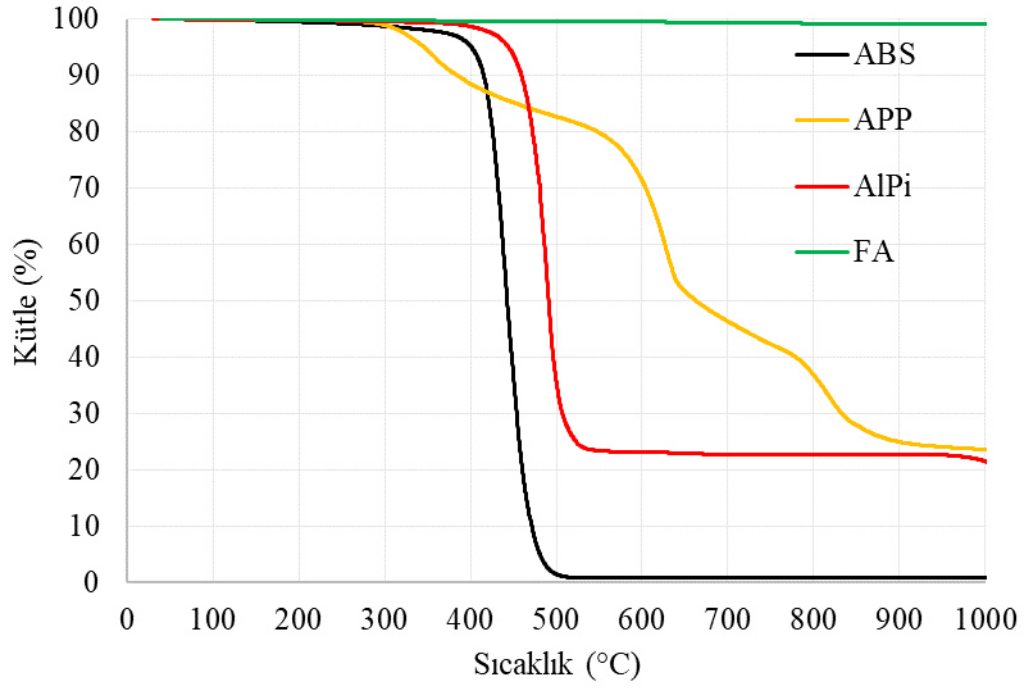
Ham akrilonitril bütadien stiren (ABS), LOI değeri yaklaşık % 18 olup UL 94 V testinde sınıflandırma dışı (NR) kalan kolay tutuşan ve yanabilen bir malzemedir. ABS esaslı kompozit malzemelerin ısıl bozunma ve yanma dirençlerini artırmak için farklı oranlarda ilave edilen uçucu kül, alev geciktirici (FR, APP/AlPi – 1/1) ve uçucu kül/FR sistemlerinin malzeme özelliklerine etkileri bu bölümde sunulmaktadır.

6.1 ABS ve ABS Esaslı Kompozitlerin Isıl Test Sonuçları

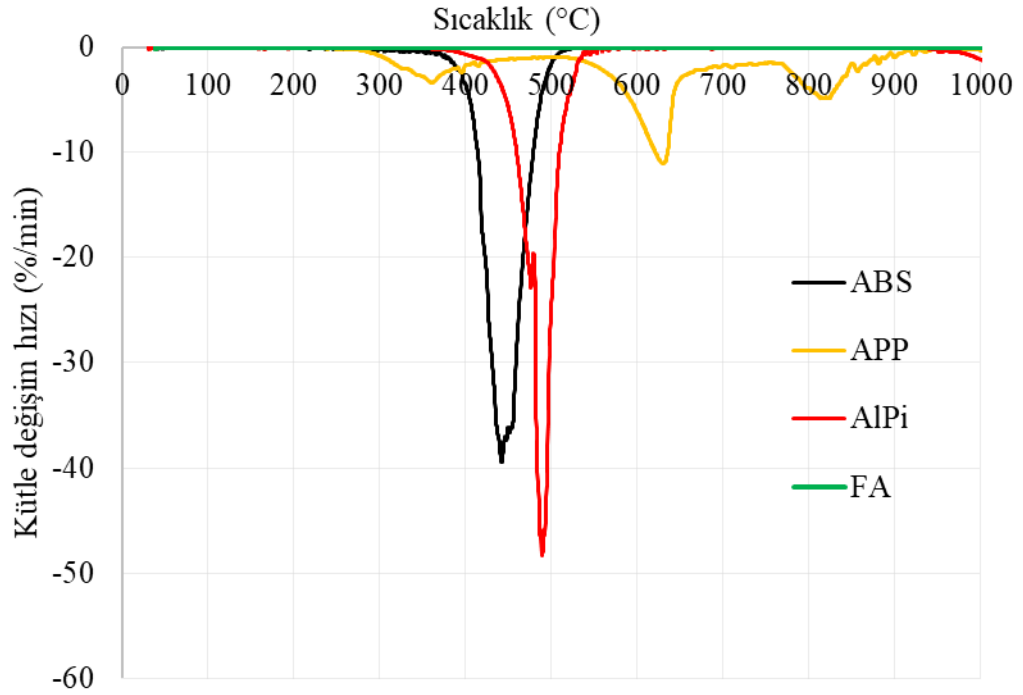
Ham ABS ve tez kapsamında üretimi yapılan ABS esaslı kompozit malzemelerin ısıl özelliklerini ve ısıl bozunma davranışlarını belirlemek amacıyla yapılan termogravimetrik (TG/DTG) analizlerin, diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) analizlerinin ve ısı iletim katsayısı ölçümlerinin sonuçları bu alt bölümde verilmektedir.

6.1.1 Termogravimetrik (TG/DTG) Analiz Sonuçları

Şekil 6.1 ve Şekil 6.2’de ABS, APP, AlPi ve FA maddelerinin TG/DTG grafikleri verilmiştir. ABS polimer malzemenin tek kademeli bir bozunma gösterdiği, APP dolgu maddesinin ise 2 ana kademede bozunmaya uğradığı görülmektedir. AlPi alev geciktirici maddesinde ise 1000 °C sıcaklığa kadar gerçekleşen ısıtma prosesinde 444 °C sıcaklıkta başlayarak 488 °C’de maksimum hızına ulaşan ana bozunma ile birlikte 955 °C civarında başlayan az miktarda bir bozunma daha görülmektedir. Bozunma sonrası yaklaşık kalan kütle oranları incelendiğinde; ABS polimerde % 0,8, FA maddesinde % 99,2, APP maddesinde % 23 ve AlPi maddesinde % 21 (Ramani ve Dahoe 2014) oranlarında olduğu tespit edilmiştir. ABS polimerinde maksimum bozunma hızı (R_{maks}) 39,4 %/min olurken bu değer alev geciktirici bileşeni olan AlPi’de 48,3 %/min olarak belirlenmiştir. Diğer alev geciktirici bileşeni olan APP maddesinin iki kademeli bozunma esnasında R_{maks} değeri yaklaşık 11 %/min olarak tespit edilmiştir. FA dolgu maddesinde ise R_{maks} 0,15 %/min olarak belirlenmiştir.

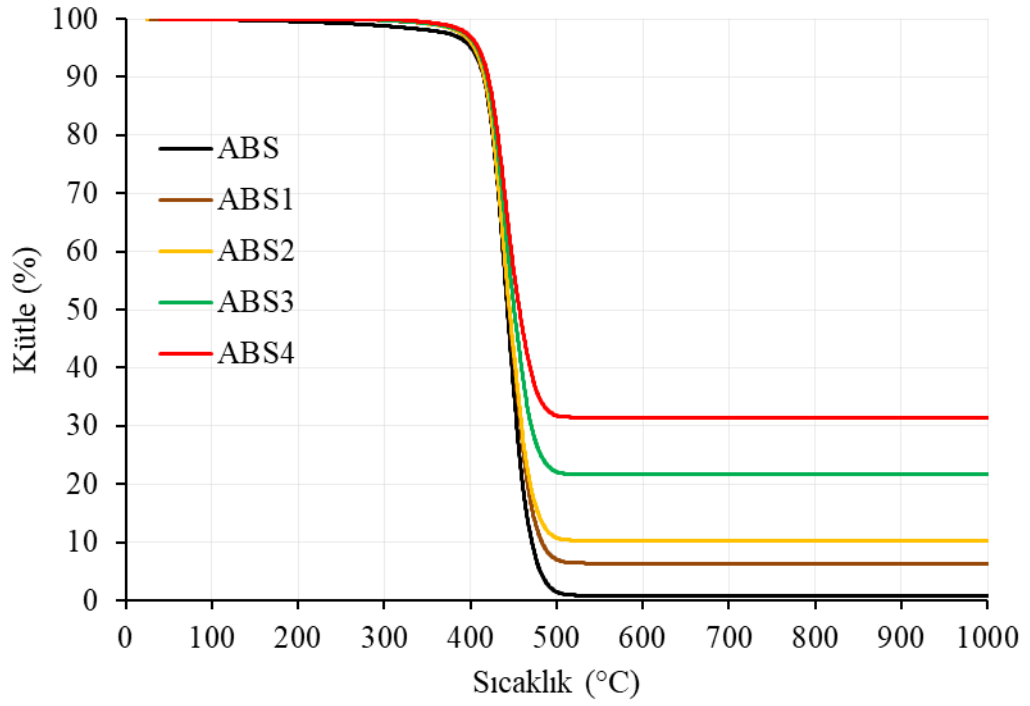


Şekil 6.1: ABS ve dolgu maddelerinin kütle değişimleri.

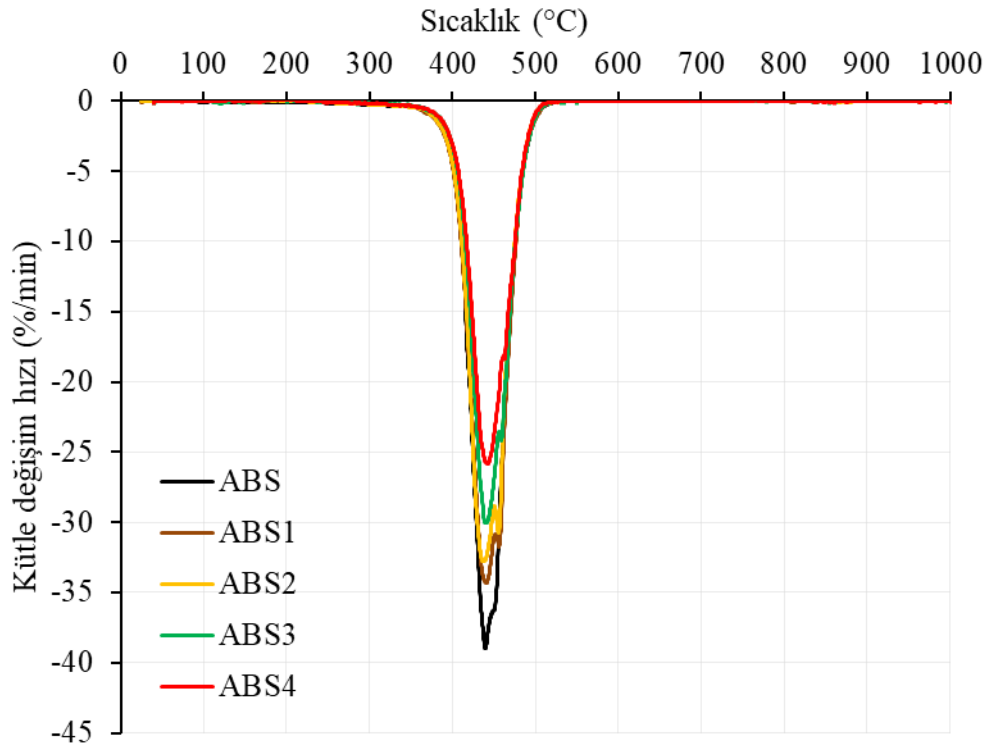


Şekil 6.2: ABS ve dolgu maddelerinin kütle değişim hızları.

Şekil 6.3 ve Şekil 6.4'te ham ABS ve % 5, % 10, % 20 ve % 30 FA içeren ABS esaslı kompozit malzemelerin (ABS1, ABS2, ABS3, ABS4) sıcaklığa bağlı olarak kütle değişim (%) ve kütle değişim hızları (%/min) grafikleri verilmiştir.



Şekil 6.3: ABS ve kompozitlerin (% 5 - 30 FA) kütle değişimleri.



Şekil 6.4: ABS ve kompozitlerin (% 5 - 30 FA) kütle değişim hızları.

Tablo 6.1’de ise bütün malzemelerin % 5 ve % 50 kütle kaybına uğradığı noktadaki sıcaklıklar ($T_{\%5}$ ve $T_{\%50}$), bozunma hızının dolayısıyla kütle değişim hızının

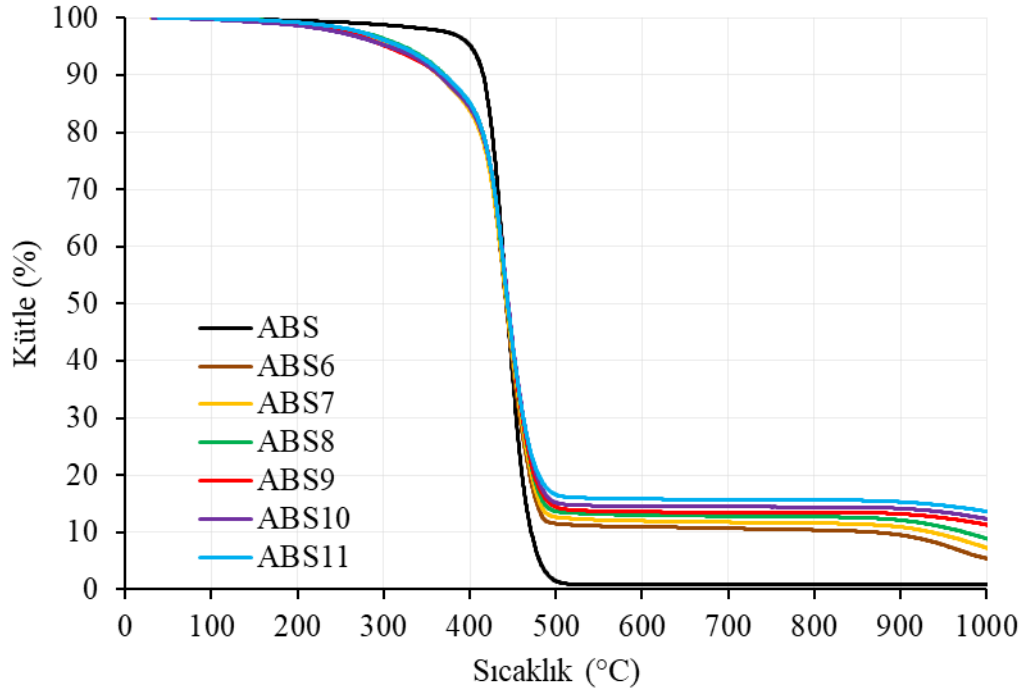
maksimum olduğu noktadaki sıcaklıklar (T_{maks}), kütle değişim hızının maksimum değerleri (R_{maks}) ve 1000°C sıcaklıktaki kalan kütle oranları m_{1000} (%) yer almaktadır.

Tablo 6.1: ABS ve kompozitlerin (% 5 - 30 FA) TGA sonuçları.

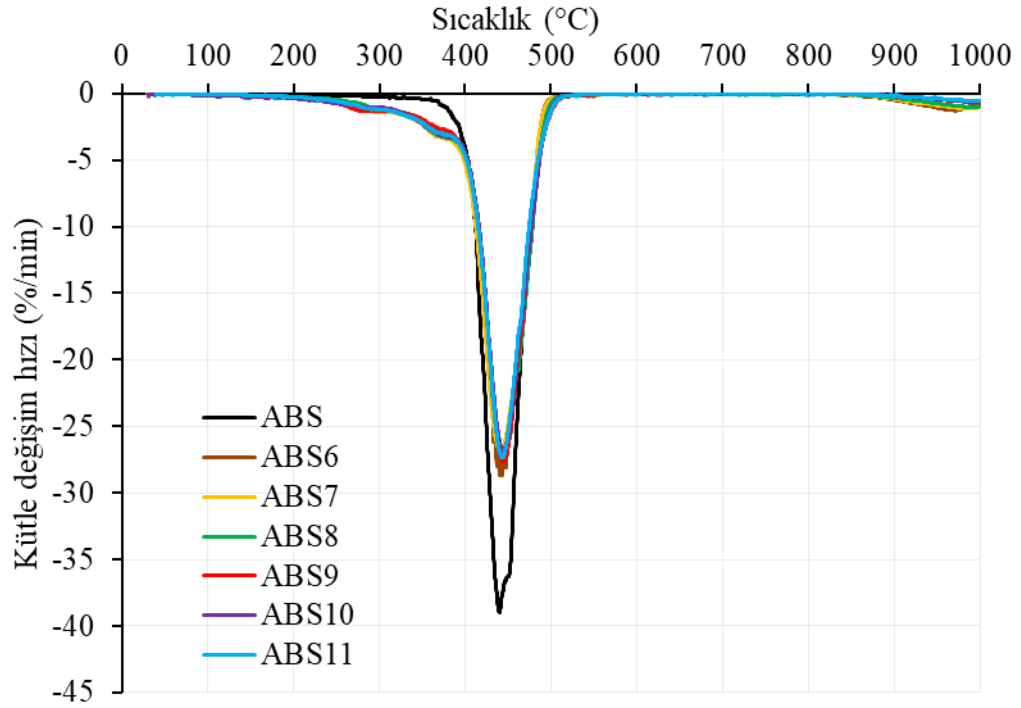
Numune Adı	$T_{\%5}$ (°C)	$T_{\%50}$ (°C)	T_{maks} (°C)	R_{maks} (%/min)	m_{1000} (%)
ABS	401,2 ± 1	442,9 ± 1	441,9 ± 1	-39,4 ± 0,2	0,8 ± 0,3
ABS1	404,7 ± 1	445,1 ± 1	441,0 ± 1	-34,5 ± 0,2	6,4 ± 0,3
ABS2	405,2 ± 1	445,4 ± 1	439,4 ± 1	-32,8 ± 0,2	10,2 ± 0,3
ABS3	408,1 ± 1	450,8 ± 1	441,2 ± 1	-30,0 ± 0,2	21,6 ± 0,3
ABS4	409,3 ± 1	456,9 ± 1	442,2 ± 1	-25,8 ± 0,2	31,3 ± 0,3

Ham ABS numunenin $T_{\%5}$, $T_{\%50}$, T_{maks} ve R_{maks} değerleri sırasıyla 401,2 °C, 442,9 °C, 441,9 °C ve 39,4 %/min olarak belirlenmiştir. Sadece FA ilavesi ile üretilen ABS esaslı kompozit malzemelerin de ham ABS'e benzer şekilde tek basamakta bozunduğu, FA'nın bozunma karakteristiğini dikkate değer şekilde değiştirmedeği tespit edilmiştir. Genel olarak FA ilavesi ile bozunma sıcaklıklarında dikkate değer bir değişim görülmez iken maksimum bozunma hızlarında azalmalar görülmüştür. FA ilaveli numunelerin T_{maks} sıcaklıkları 439,4 °C ile 442,2 °C aralığında değişirken R_{maks} değerleri FA oranı artışıyla düzenli bir şekilde azalmıştır. ABS1, ABS2, ABS3 ve ABS4 malzemelerinin R_{maks} değerleri sırasıyla 34,5 %/min, 32,8 %/min, 30,0 %/min ve 25,8 %/min olarak belirlenmiştir. Ham ABS malzemedeki tek kademeli bir süreçle tamamlanan bozunma sonrası kalan kütle oranı da % 0,8 olmaktadır. FA ilavesi ile kalan kütle oranlarının da artışı tespit edilmiştir. ABS1, ABS2, ABS3 ve ABS4 malzemelerde kalan kütle oranları sırasıyla % 6,4, % 10,2, % 21,6 ve % 31,3 olarak belirlenmiştir. Buradaki FA ilavesine göre fazla kalan madde miktarı oluşumunda ABS polimerin kalan kütle oluşturmalarının etkisi bulunmaktadır (Bonda ve diğ. 2016).

Şekil 6.5'te % 25 oranında sabit FR (APP/AlPi – 1/1) ve % 1 - 5 oranlarında FA içeren malzeme grubunun TGA analizinden elde edilen kütle değişim grafikleri yer almaktadır. Şekil 6.6'da ise kütle değişim hızlarının grafikleri verilmektedir. % 25 FR ilavesiyle malzemedeki erken bozunma meydana geldiği kütle değişimin % 5 oranına ulaştığı sıcaklık değerlerinin daha düşük olmasından anlaşılmaktadır. ABS6 numunede $T_{\%5}$, $T_{\%50}$, T_{maks} ve R_{maks} değerleri sırasıyla 307,2 °C, 442,1 °C, 443,3 °C ve 28,7 %/min olarak belirlenmiştir (Yildiz ve diğ. 2023).



Şekil 6.5: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) kütle değişimleri.



Şekil 6.6: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) kütle değişim hızları.

ABS ve kompozitlerin termogravimetrik analizlerine ilişkin sonuçlar ($T_{\%5}$, $T_{\%50}$, T_{maks} , R_{maks} ve m_{1000}) Tablo 6.2’de verilmiştir. ABS malzemenin büyük oranda ısı bozunmaya uğrayarak 1000 °C’de kalan kütle oranı yaklaşık % 0,80 olmasına rağmen % 25 FR içeren ABS için bu oranın % 5,45’e yükseldiği, FA ilavesi ile kalan kütle

oranlarının düzenli şekilde arttığı tespit edilmiştir. Ayrıca FR ve IFR/FA ilaveleriyle R_{maks} değerinde düşüşler meydana geldiği belirlenmiştir (Realinho ve diğ. 2018).

Tablo 6.2: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) TGA sonuçları.

Numune Adı	$T_{\%5}$ (°C)	$T_{\%50}$ (°C)	T_{maks} (°C)	R_{maks} (%/min)	m_{1000} (%)
ABS	401,2 ± 1	442,9 ± 1	441,9 ± 1	-39,4 ± 0,2	0,80 ± 0,3
ABS6	307,2 ± 1	442,1 ± 1	443,3 ± 1	-28,7 ± 0,2	5,45 ± 0,3
ABS7	308,1 ± 1	442,8 ± 1	443,9 ± 1	-26,9 ± 0,2	7,29 ± 0,3
ABS8	322,6 ± 1	444,0 ± 1	443,3 ± 1	-27,2 ± 0,2	8,92 ± 0,3
ABS9	303,3 ± 1	444,3 ± 1	444,6 ± 1	-27,7 ± 0,2	11,32 ± 0,3
ABS10	305,8 ± 1	444,6 ± 1	444,7 ± 1	-26,8 ± 0,2	12,34 ± 0,3
ABS11	319,4 ± 1	444,1 ± 1	444,2 ± 1	-27,3 ± 0,2	13,65 ± 0,3

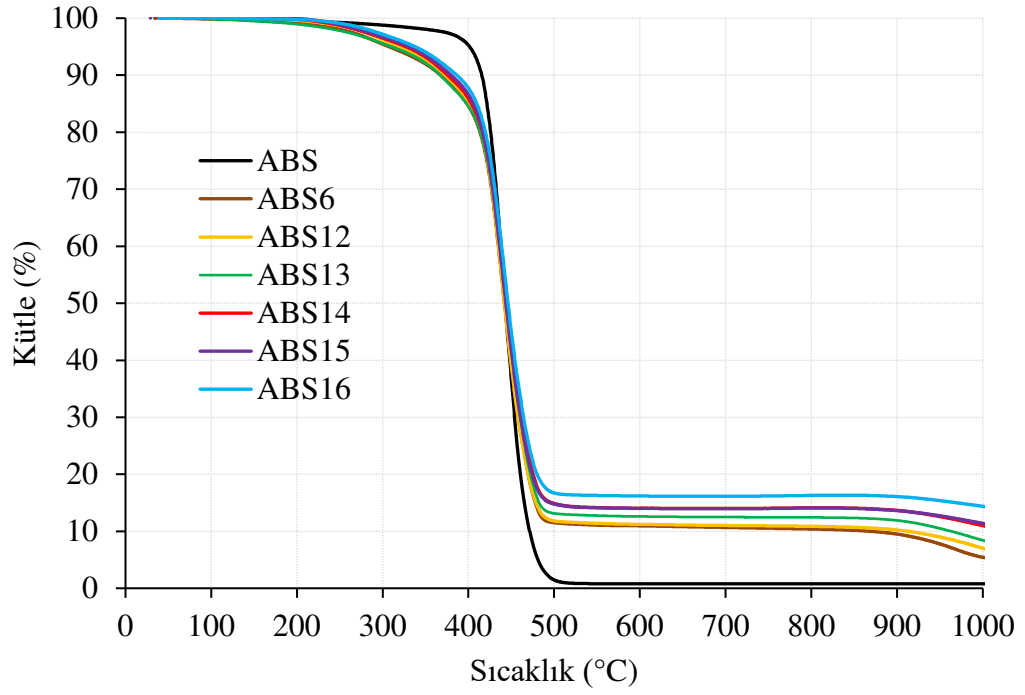
% 25 oranındaki FR eksiltiyle % 1 - 5 oranlarında FA içeren malzeme grubunun termogravimetrik analizlerinde elde edilen $T_{\%5}$, $T_{\%50}$, T_{maks} , R_{maks} ve m_{1000} değerleri Tablo 6.3'te verilmiştir. Zamana bağlı kütle değişim ve kütle değişim hızı grafikleri ise Şekil 6.7 ve Şekil 6.8'de verilmiştir.

Tablo 6.3: ABS ve kompozitlerin (% 20 - 24 FR ve % 1-5 FA) TGA sonuçları.

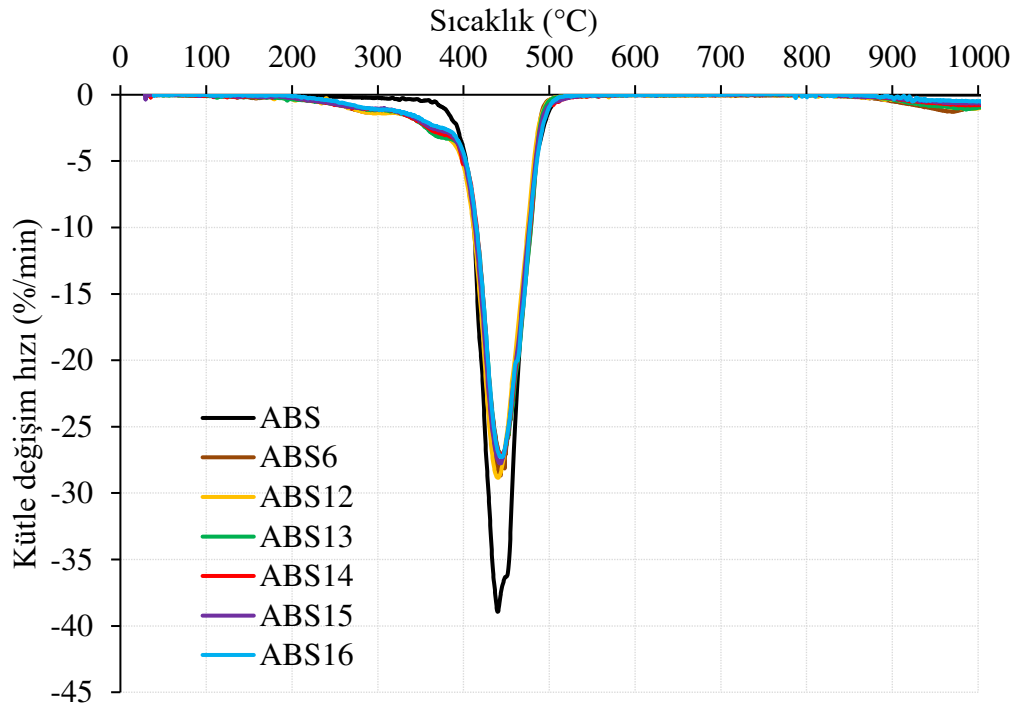
Numune Adı	$T_{\%5}$ (°C)	$T_{\%50}$ (°C)	T_{maks} (°C)	R_{maks} (%/min)	m_{1000} (%)
ABS	401,2 ± 1	442,9 ± 1	441,9 ± 1	-39,4 ± 0,2	0,80 ± 0,3
ABS6	307,2 ± 1	442,1 ± 1	443,3 ± 1	-28,7 ± 0,2	5,45 ± 0,3
ABS12	318,5 ± 1	442,1 ± 1	443,0 ± 1	-28,9 ± 0,2	7,03 ± 0,3
ABS13	310,3 ± 1	443,8 ± 1	443,2 ± 1	-27,1 ± 0,2	8,43 ± 0,3
ABS14	327,2 ± 1	444,7 ± 1	443,8 ± 1	-27,2 ± 0,2	11,00 ± 0,3
ABS15	331,1 ± 1	443,7 ± 1	443,3 ± 1	-27,8 ± 0,2	11,40 ± 0,3
ABS16	337,5 ± 1	446,2 ± 1	443,8 ± 1	-27,3 ± 0,2	14,38 ± 0,3

FR ve FR/FA ilaveleriyle bozunmanın erken başladığı $T_{\%5}$ değerlerindeki düşüşten anlaşılmaktadır. $T_{\%50}$ ve T_{maks} sıcaklıklarında ise artış meydana geldiği görülmektedir. Maksimum bozunma hızı R_{maks} değerlerinde de düşüşler meydana geldiği belirlenmiştir. Kalan kütle miktarı FA ilave oranı ile artmıştır. Testler sonrasında m_{1000} değerinin ham ABS numunede % 0,80 ve ABS6 numunede % 5,45

iken ABS12, ABS13, ABS14, ABS15 ve ABS16 numunelerde sırasıyla % 7,03, % 8,43, % 11,00, % 11,40 ve % 14,38 olduğu belirlenmiştir.



Şekil 6.7: ABS ve kompozitlerin malzemelerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) kütle değişimleri.



Şekil 6.8: ABS ve kompozitlerin malzemelerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) kütle değişim hızları.

6.1.2 Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analiz Sonuçları

ABS yapı itibariyle amorf bir malzeme olduğu için belirgin tek bir maksimum ergime sıcaklığına sahip değildir (Lei ve diğ. 2022, Billah ve diğ. 2019, Owen ve diğ. 2021). Tablo 6.4'te ABS ve % 5-30 oranlarında FA içeren kompozitlerinin (ABS1, ABS2, ABS3 ve ABS4) camsı geçiş sıcaklık (T_g) değerleri karşılaştırılmıştır. Ham ABS malzemede T_g değeri 104,81 °C iken (Lei ve diğ. 2022), FA ilavesi ile T_g değerlerinde az da olsa bir miktar artış görülmekte olup (Bonda ve diğ. 2012) kompozitlerin T_g değerlerinin 105,89 – 106,93 °C aralığında değiştiği tespit edilmiştir.

Tablo 6.4: ABS ve kompozitlerin (% 5 - 40 FA) DSC sonuçları.

Numune No	T_g (°C)
ABS	104,81
ABS1	105,89
ABS2	106,70
ABS3	106,76
ABS4	106,93

ABS ve % 25 FR ve % 1 - 5 FA içeren ABS kompozitlerinin (ABS6, ABS7, ABS8, ABS9, ABS10 ve ABS11) analiz sonuçları Tablo 6.5'te karşılaştırılmıştır. % 25 FR ilavesi ile malzemenin T_g sıcaklığı 104,81 °C'den 99,76 °C'ye düşmüştür (Realinho ve diğ. 2019). FA ilavesi ile az bir miktar düşme (1 - 2 °C) daha görülmektedir.

Tablo 6.5: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1 - 5 FA) DSC sonuçları.

Numune No	T_g (°C)
ABS	104,81
ABS6	99,76
ABS7	98,03
ABS8	98,28
ABS9	97,90
ABS10	98,08
ABS11	97,25

Tablo 6.6’da ise ABS / % 20 - 24 FR/% 1-5 FA içeren kompozitlerin analiz sonuçları karşılaştırılmıştır. T_g değerini birinci derece etkileyen madde FR olarak görülmektedir. % 25 FR ilavesi T_g değerini yaklaşık 5 °C düşürmesine rağmen FR miktarı azaltılarak aynı oranda FA ilavesi ile T_g değeri yaklaşık 1 °C civarında düşüş göstermiştir.

Tablo 6.6: ABS ve kompozitlerin (% 20 - 24 FR ve % 1 - 5 FA) DSC sonuçları.

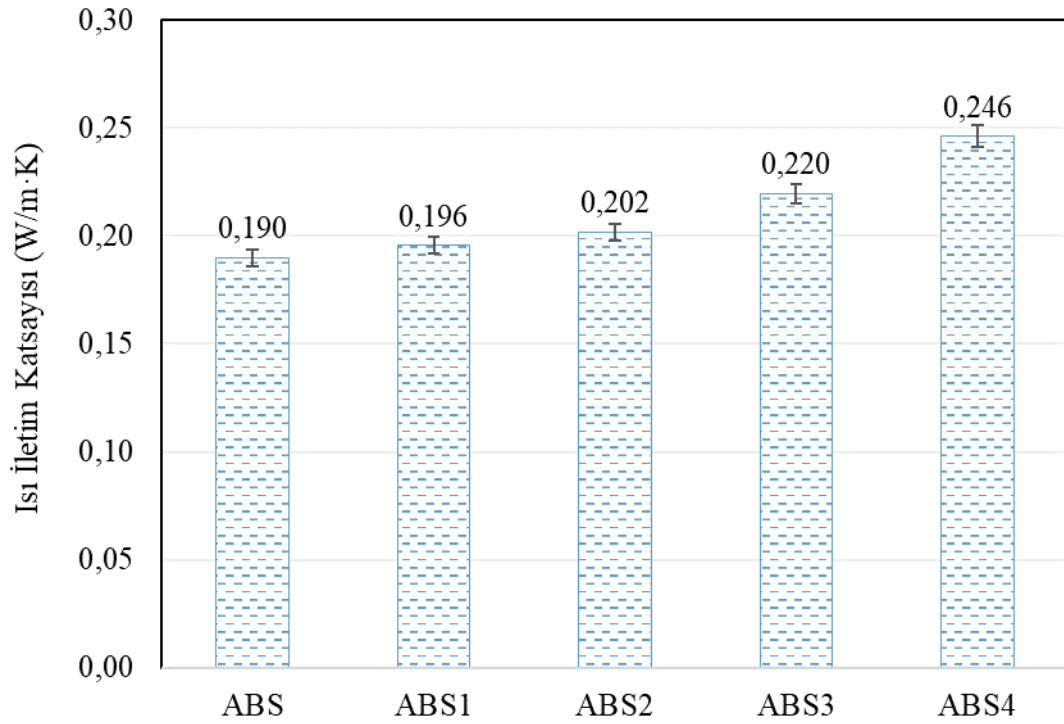
Numune No	T_g (°C)
ABS	104,81
ABS6	99,76
ABS12	98,94
ABS13	98,59
ABS14	99,17
ABS15	98,80
ABS16	99,08

6.1.3 Isı iletim Katsayısı Ölçüm Sonuçları

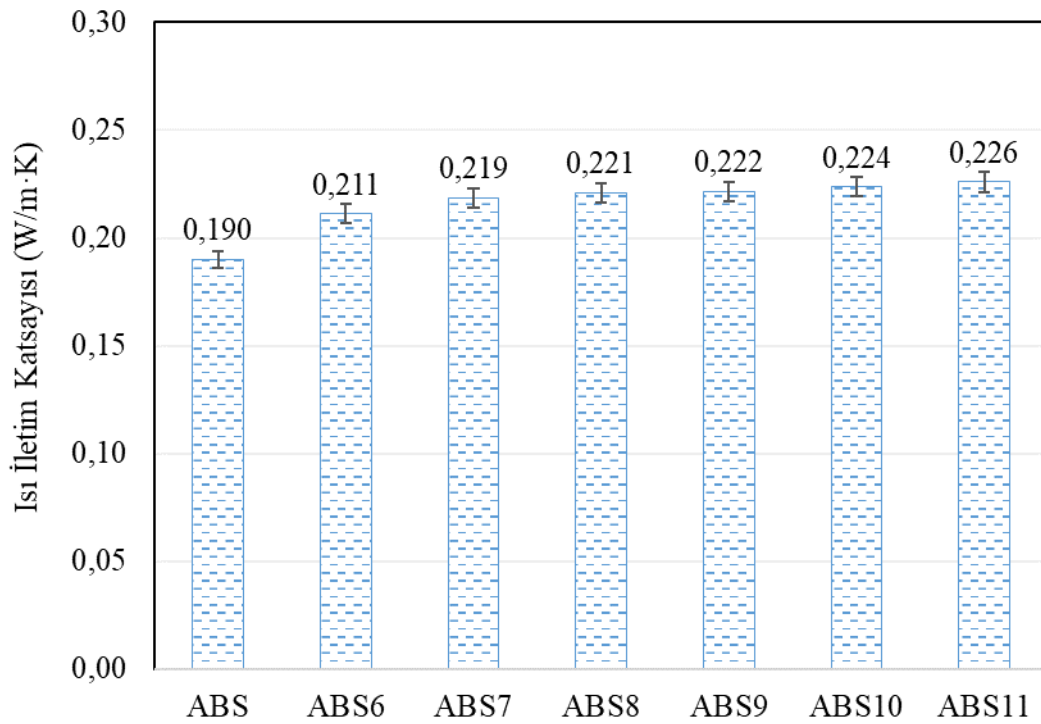
Şekil 6.9’da ABS ve kütlece % 5 ile % 30 FA içeren malzemelerin ısı iletim katsayıları karşılaştırılmıştır. ABS’nin ısı iletim katsayısı 0,190 W/m·K olarak ölçülmüştür. ABS’ye farklı oranlarda FA ilavesiyle ısı iletim katsayılarında artışlar görülmektedir. ABS1 malzemede % 3,2 oranında artarak 0,196 W/m·K ölçülen ısı iletim katsayısı, ABS2, ABS3 ve ABS4 malzemelerde sırasıyla % 6,3, % 15,8, % 29,5 oranlarında artarak 0,202 W/m·K, 0,220 W/m·K ve 0,246 W/m·K değerlerine ulaşmıştır. Bağlari ve diğ. (2011) ve Alshabander ve diğ. (2018) HDPE polimer malzemelere FA ilavesinin ısı iletim katsayısında artışa sebep olduğunu belirtmişlerdir.

ABS ve % 25 FR/% 1 - 5 FA içeren kompozitlerinin belirlenen ısı iletim katsayıları Şekil 6.10’da karşılaştırılmıştır. % 25 FR ilaveli ABS6 malzemenin ısı iletim katsayısı ABS malzemeye göre yaklaşık % 11,1 oranda artışla 0,211 W/m·K olarak belirlenmiştir. % 25 IFR ile birlikte % 1 - 5 FA ilave edilen ABS7, ABS8, ABS9, ABS10 ve ABS11 malzemelerin ısı iletim katsayıları da sırasıyla % 15,3, %

16,3, % 16,8, % 17,9 ve % 18,9 oranlarında artışla sırasıyla 0,219 W/m·K, 0,221 W/m·K, 0,222 W/m·K, 0,224 W/m·K ve 0,226 W/m·K olarak tespit edilmiştir.

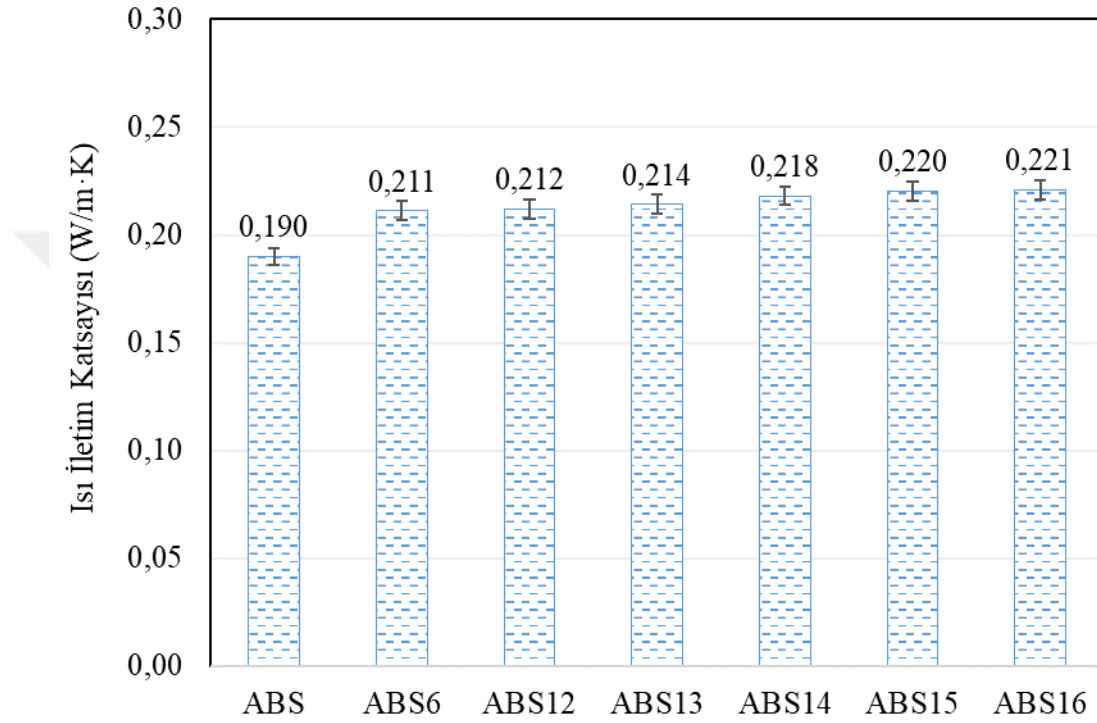


Şekil 6.9: ABS ve kompozitlerin (% 5-30 FA) ısı iletim katsayıları.



Şekil 6.10: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) ısı iletim katsayıları.

ABS ve % 20 - 24 FR/% 1 - 5 oranlarında FA içeren ABS12, ABS13, ABS14, ABS15 ve ABS16 numunelerinin ısı iletim katsayısı değerleri sırasıyla 0,212 W/m·K, 0,214 W/m·K, 0,218 W/m·K, 0,220 W/m·K ve 0,221 W/m·K olarak ölçülmüştür (Şekil 6.11). Ayrıca ABS malzeme ile karşılaştırıldığında numunelerin ısı iletim katsayılarında sırasıyla % 11,6, % 12,6, % 14,7, % 15,8 ve % 16,3 oranlarında artış meydana geldiği belirlenmiştir.



Şekil 6.11: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) ısı iletim katsayıları.

6.2 ABS ve ABS Esaslı Kompozitlerin Yanma Test Sonuçları

6.2.1 UL 94 Dikey Yanma ve Limit Oksijen Endeksi (LOI) Testleri

ABS esaslı malzemeler için gerçekleştirilen UL 94V ve LOI test sonuçları ham ABS ve % 5 - 30 oran aralığında FA içeren malzemeler için Tablo 6.7’de verilmiştir. Gerçekleştirilen UL 94V testlerinde ABS numuneler tamamen yanmıştır (Yıldız ve diğ. 2023). FR içermeyip sadece % 30 orana kadar FA içeren numunelerin tümü de klampa kadar yanarak test sınıflandırmasına girememiştir. Bu numunelerin LOI

testlerinde ise ABS (Yildiz ve diğ. 2023) ve ABS1 numunelerinde % 17,9 oksijen indeksi elde edilirken, % 10, % 20 ve % 30 oranda FA ilavesiyle ABS2, ABS3 ve ABS4 numunelerde % 19 oksijen indeksine ulaşılmıştır. Şekil 6.12’de ABS ve kompozit malzemelerin LOI test sonrası görüntüleri yer almaktadır.

Tablo 6.7: ABS ve kompozitlerin (% 5-30 FA) UL-94V ve LOI yanma test sonuçları.

Numune	UL94-V				LOI (%)
	Sınıflandırma	Damlama	Pamuk tutuşması	t ₁ +t ₂ (s)	
ABS	NR	EVET	EVET	BC	17,9 ± 0,3
ABS1	NR	EVET	EVET	BC	17,9 ± 0,3
ABS2	NR	EVET	EVET	BC	19,0 ± 0,3
ABS3	NR	EVET	EVET	BC	19,0 ± 0,3
ABS4	NR	EVET	EVET	BC	19,0 ± 0,3



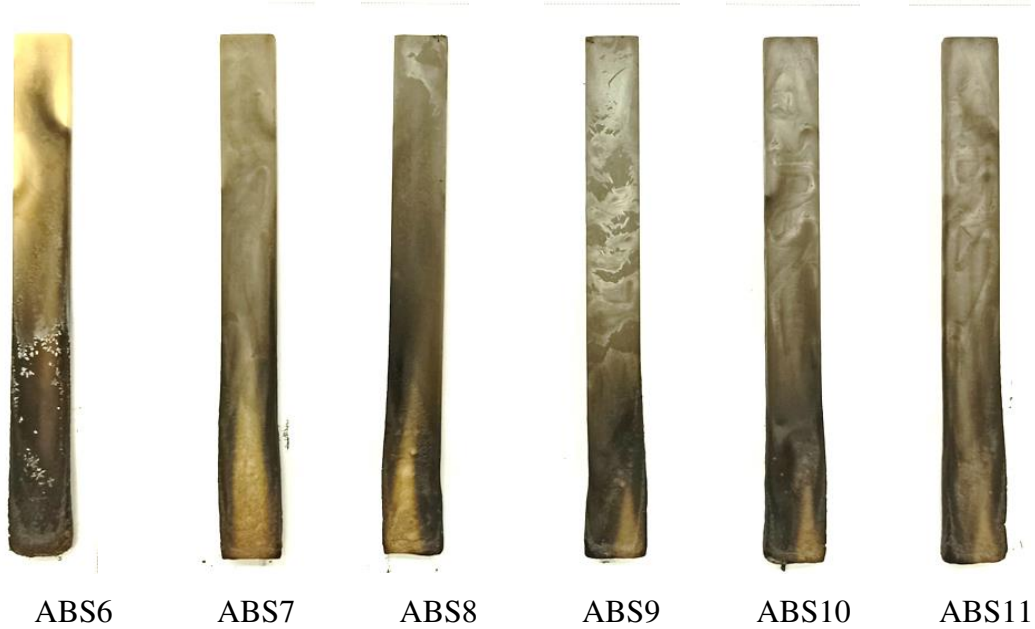
Şekil 6.12: ABS ve kompozitlerin (% 5-40 FA) LOI test sonrası görüntüleri.

ABS ve % 25 FR/% 1-5 FA içeren kompozit malzemelerin UL 94V ve LOI yanma testlerine ait sonuçlar Tablo 6.8’de yer almaktadır. FR oranının % 25 değerinde sabit tutulduğu malzemelerin tümünde UL 94 V yanma testlerinde V-0 yanmazlık derecesi elde edilmiştir (Yildiz ve diğ. 2023, Realinho ve diğ. 2018) ABS6 numunede tutuşma sonrasında toplam yanma süresi 2 s iken ABS7, ABS8 ve ABS9 numunelerde aleve maruziyet sonrasında tutuşma meydana gelmemiştir. ABS10 ve ABS11 numunelerde ise tutuşma sonrası yanma süresi 3 s ve 4 s olarak belirlenmiştir. Numunelerin UL 94 V yanma testi sonrası görüntüleri Şekil 6.13’te yer almaktadır.

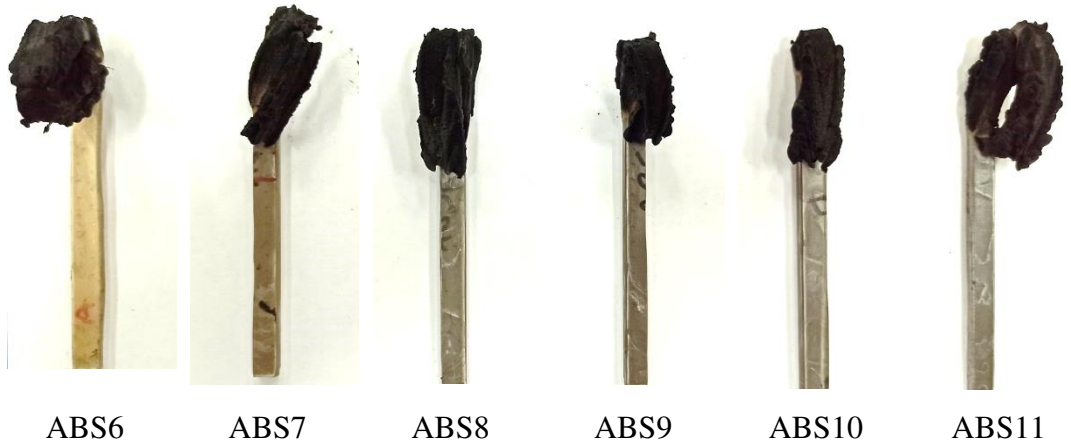
ABS numunesinin % 17,9 olarak belirlenen LOI değeri % 25 FR içeren ABS6 numunesinde % 24,1 değerine yükselmiştir. % 25 FR ve % 1 - 5 FA içeren ABS7, ABS8, ABS9, ABS10 ve ABS11 malzemelerinin tamamının ise % 25 LOI değerine sahip olduğu belirlenmiştir. Numunelerin LOI test sonrası görüntüleri Şekil 6.14'te gösterilmiştir.

Tablo 6.8: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) UL-94V ve LOI yanma test sonuçları.

Numune	Sınıflandırma	Damlama	UL94-V		LOI (%)
			Pamuk tutuşması	t ₁ +t ₂ (s)	
ABS	NR	EVET	EVET	BC	17,9 ± 0,3
ABS6	V-0	HAYIR	HAYIR	2	24,1 ± 0,3
ABS7	V-0	HAYIR	HAYIR	0	25,0 ± 0,3
ABS8	V-0	HAYIR	HAYIR	0	25,0 ± 0,3
ABS9	V-0	HAYIR	HAYIR	0	25,0 ± 0,3
ABS10	V-0	HAYIR	HAYIR	3	25,0 ± 0,3
ABS11	V-0	HAYIR	HAYIR	4	25,0 ± 0,3



Şekil 6.13: ABS kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5FA) UL-94V test sonrası görüntüleri.

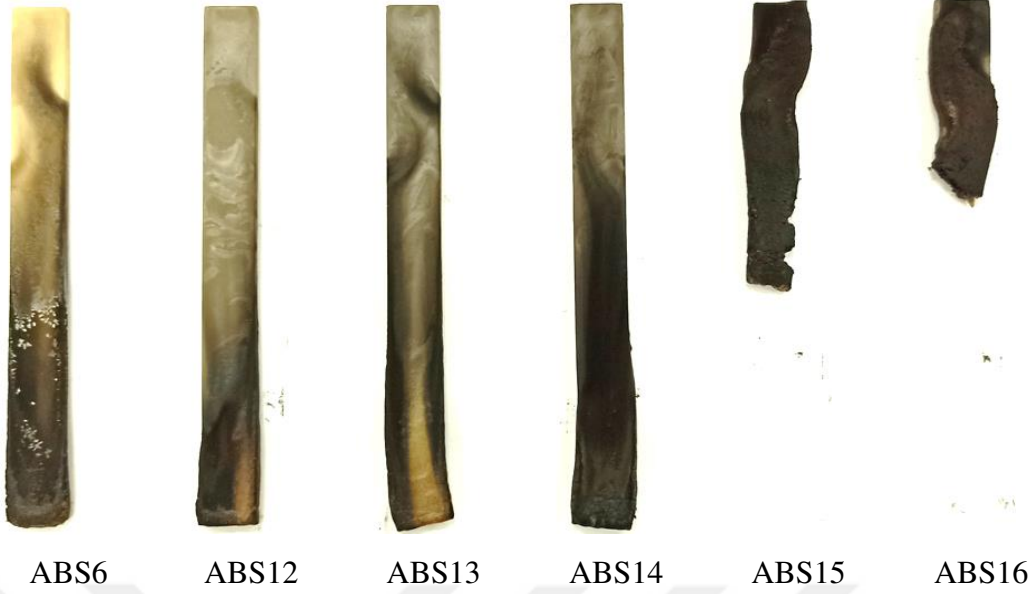


Şekil 6.14: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) LOI test sonrası görüntüleri.

ABS, ABS6 ve % 20- 24 FR/% 1-5 FA içeren kompozit malzemelerin UL 94V ve LOI test sonuçları Tablo 6.9’da karşılaştırılmıştır. FR oranının azaltılarak yerine FA ilave edilen malzeme grubunda ise ABS12 ve ABS13 malzemelerinde V-0 yanmazlık derecesi elde edilirken ABS14 malzemesinde V-1 derecesi elde edilmiştir. FA oranı % 4 ve % 5 olan ABS15 ve ABS16 malzemeler ise tutucuya kadar yandıkları için sınıflandırmaya girememiştir. Şekil 6.15’te numunelerin UL-94V test sonu görüntüleri yer almaktadır.

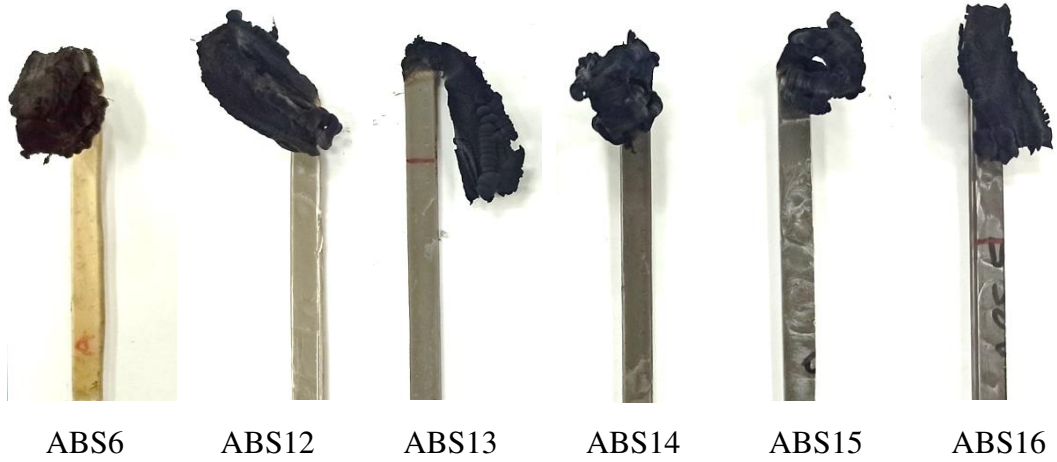
Tablo 6.9: ABS ve kompozitlerin (% 20- 24 FR ve % 1-5 FA) UL-94 V ve LOI yanma test sonuçları.

Numune	UL-94 V				LOI (%)
	Sınıflandırma	Damlama	Pamuk tutuşması	t ₁ +t ₂ (s)	
ABS	NR	EVET	EVET	BC	17,9 ± 0,3
ABS6	V-0	HAYIR	HAYIR	2	24,1 ± 0,3
ABS12	V-0	HAYIR	HAYIR	5	25,0 ± 0,3
ABS13	V-0	HAYIR	HAYIR	9	25,0 ± 0,3
ABS14	V-1	HAYIR	HAYIR	30	24,1 ± 0,3
ABS15	NR	EVET	EVET	BC	24,1 ± 0,3
ABS16	NR	EVET	EVET	BC	24,1 ± 0,3



Şekil 6.15: ABS kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5FA) UL-94V test sonrası görüntüleri.

ABS kompozitlerin (% 20-24FR ve % 1-5FA) LOI testlerinde ABS12 ve ABS13 numunelerin % 25 LOI değerine ulaştığı ABS14, ABS15 ve ABS16 numunelerinin ise % 24,1 LOI değerine sahip olduğu tespit edilmiştir. Şekil 6.16'da ise kompozitlerin LOI yanma test sonu görüntüleri yer almaktadır.



Şekil 6.16: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) LOI test sonrası görüntüleri.

6.2.2 Konik Kalorimetre Test Sonuçları

ABS ve kompozit malzemeleri için konik kalorimetre yanma deneyleri ASTM E-1354-14 (2004) ve ISO-5660-1 (2002) standartlarına uygun olarak orta seviye bir

yangını temsil eden 35 kW/m² ısı akısında gerçekleştirilmiştir. Testler ile ham ve kompozit malzemelerin tutuşma süreleri (TTI), ısı yayılım hızları (HRR), maksimum ısı yayılım hızları (PHRR), toplam ısı yayılım değerleri (THR), kütle kayıp hızları (MLR), kütle değişimleri, CO₂, CO, NO ve is emisyon değişimleri elde edilmiştir.

Ham ABS ve % 10 - 30 oranlarında FA dolgu maddesi içeren kompozit malzemelerin konik kalorimetre yanma test sonuçları (TTI, PHRR, THR ve kalan kütle değerleri) Tablo 6.10'da yer almaktadır.

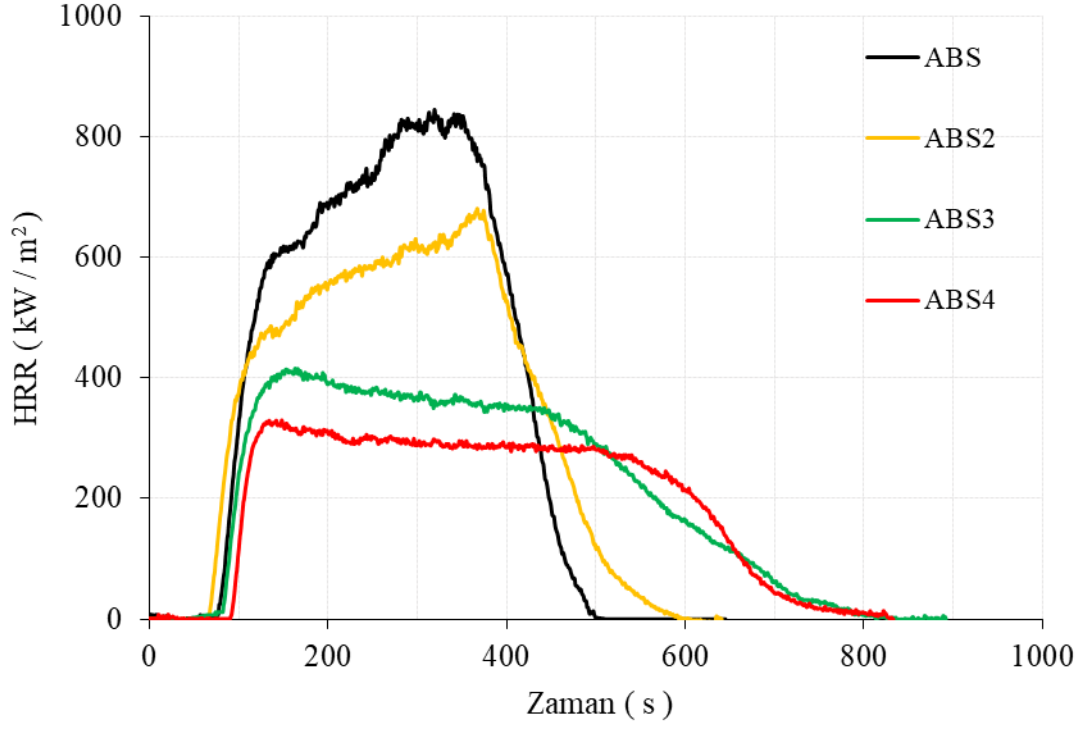
Tablo 6.10: ABS ve kompozitlerin (% 10-30 FA) konik kalorimetre yanma test sonuçları.

Numune	TTI (s)	PHRR (kW/m ²)	THR (MJ/m ²)	Kalan Kütle (%)
ABS	73 ± 1	845 ± 5	237,4 ± 0,2	1,2 ± 0,5
ABS2	62 ± 1	681 ± 5	213,9 ± 0,2	9,3 ± 0,5
ABS3	73 ± 1	416 ± 5	184,4 ± 0,2	21,8 ± 0,5
ABS4	85 ± 1	330 ± 5	158,2 ± 0,2	29,4 ± 0,5

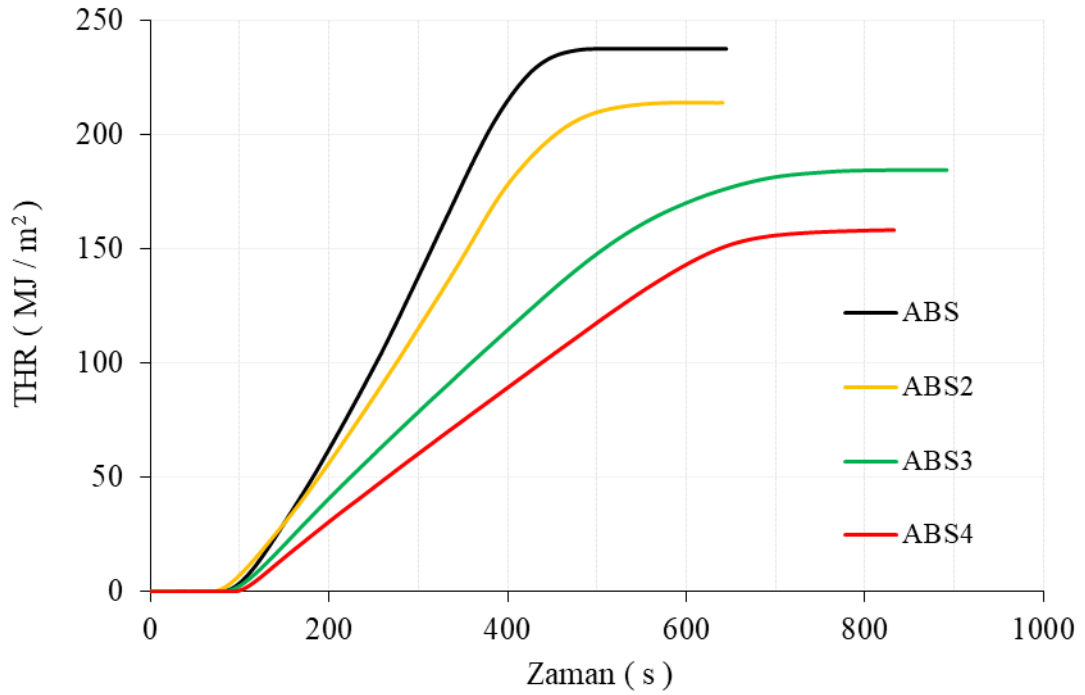
ABS ve FA ilaveli malzemelerin zamana bağlı HRR ve THR değişimleri Şekil 6.17 ve Şekil 6.18'de verilmiştir. Ham ABS 73 s'de tutuşmaya başlamış ve yoğun is çıkararak yanma devam ederken PHRR değeri 845 kW/m²'ye ulaşmıştır. ABS'ye FA ilavesiyle PHRR değerlerinde düşüşler görülmüştür. En düşük PHRR değerine sahip ABS4 malzemesinin değeri yaklaşık % 61 azalarak 330 kW/m² olmuştur. ABS'nin THR değeri 237,4 MJ/m² iken ABS4'ün THR değeri yaklaşık % 33,4 azalarak 158,2 MJ/m² olarak tespit edilmiştir.

MLR ve kütle değişim grafikleri Şekil 6.19 ve Şekil 6.20'de verilmiştir. Ham ABS numunenin neredeyse tamamı yanmış ve sadece % 1,2 oranında kalan kütle olduğu belirlenmiştir. ABS2, ABS3 ve ABS4 malzemelerin yanma sonunda kalan kütle oranları sırasıyla % 9,3, % 21,8 ve % 29,4 olarak ölçülmüştür. ABS'nin maksimum MLR değeri 0,22 g/s olarak ölçülürken, ABS4'ün MLR değeri yaklaşık % 57 azalarak 0,094 g/s olmuştur.

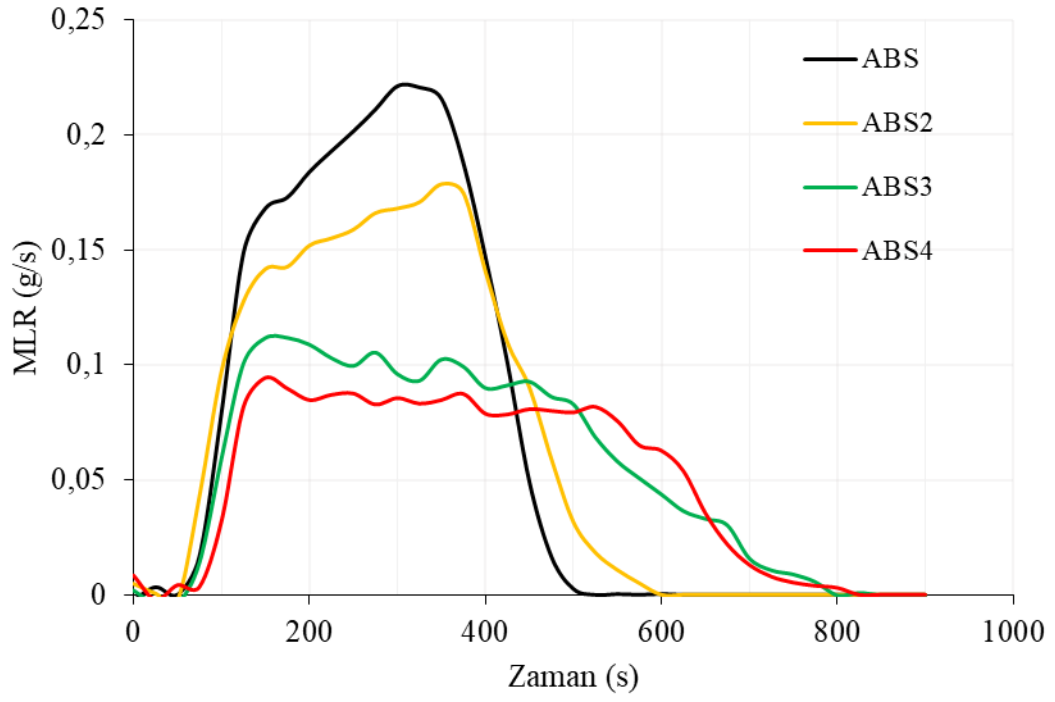
Şekil 6.21'de CO₂ emisyonlarının karşılaştırmaları verilmiştir. CO₂ eğrileri HRR eğrilerine benzer değişim göstermiştir. Bununla birlikte FA ilavesi ile maksimum CO₂ değerlerinde dikkate değer düşüşler tespit edilmiştir. ABS'de maksimum CO₂ değeri % 1,64 iken ABS4'te % 0,57 olarak ölçülmüştür.



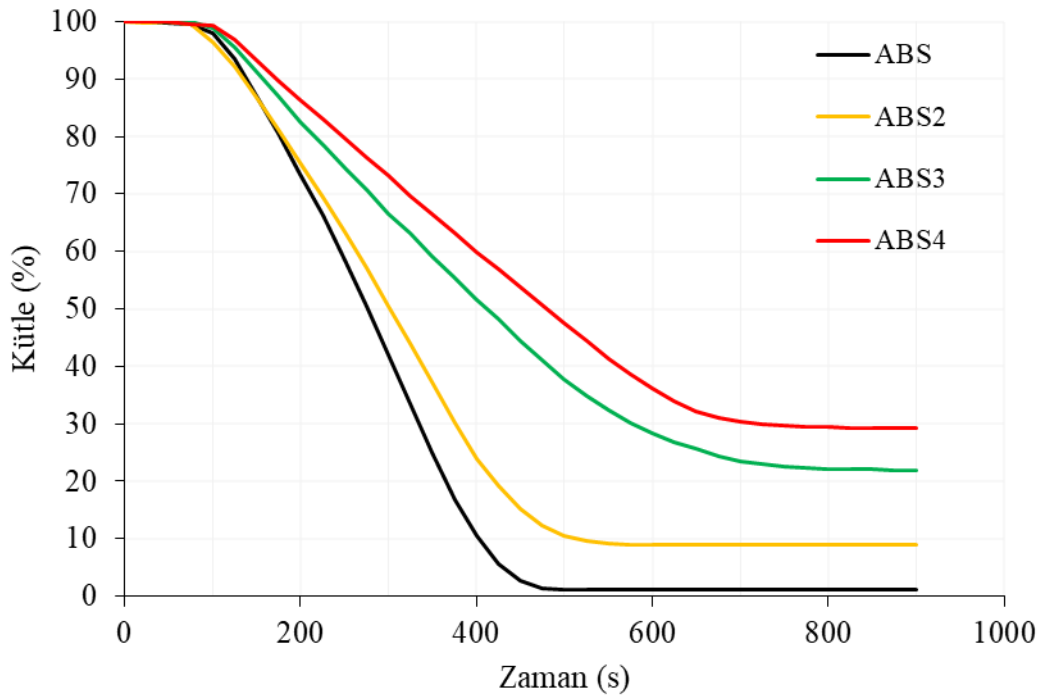
Şekil 6.17: ABS ve kompozitlerin (% 10-30 FA) HRR değişimleri.



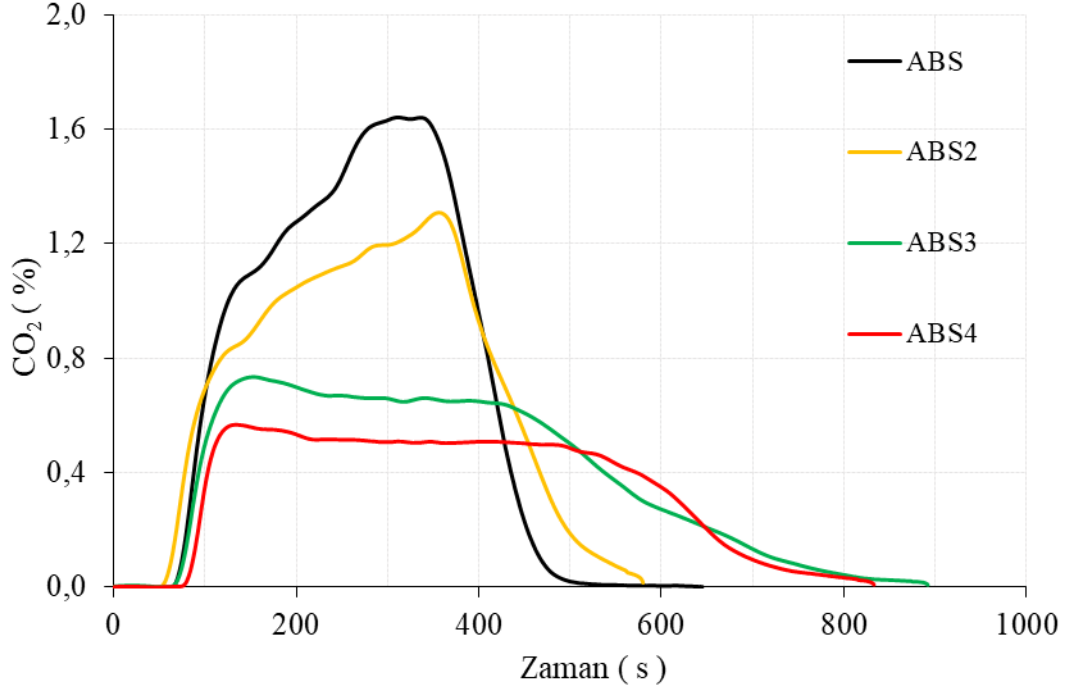
Şekil 6.18: ABS ve kompozitlerin (% 10-30 FA) THR değişimleri.



Şekil 6.19: ABS ve kompozitlerin (% 10-30 FA) MLR değişimleri.



Şekil 6.20: ABS ve kompozitlerin (% 10-30 FA) kütle değişimleri.

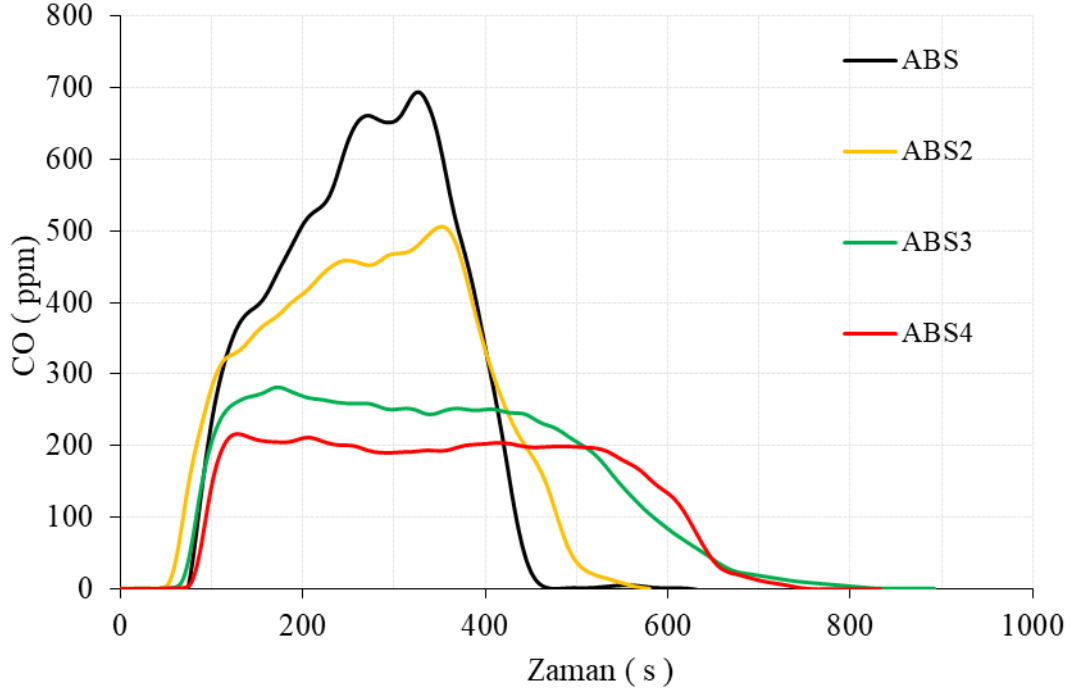


Şekil 6.21: ABS ve kompozitlerin (% 10-30 FA) CO₂ değişimleri.

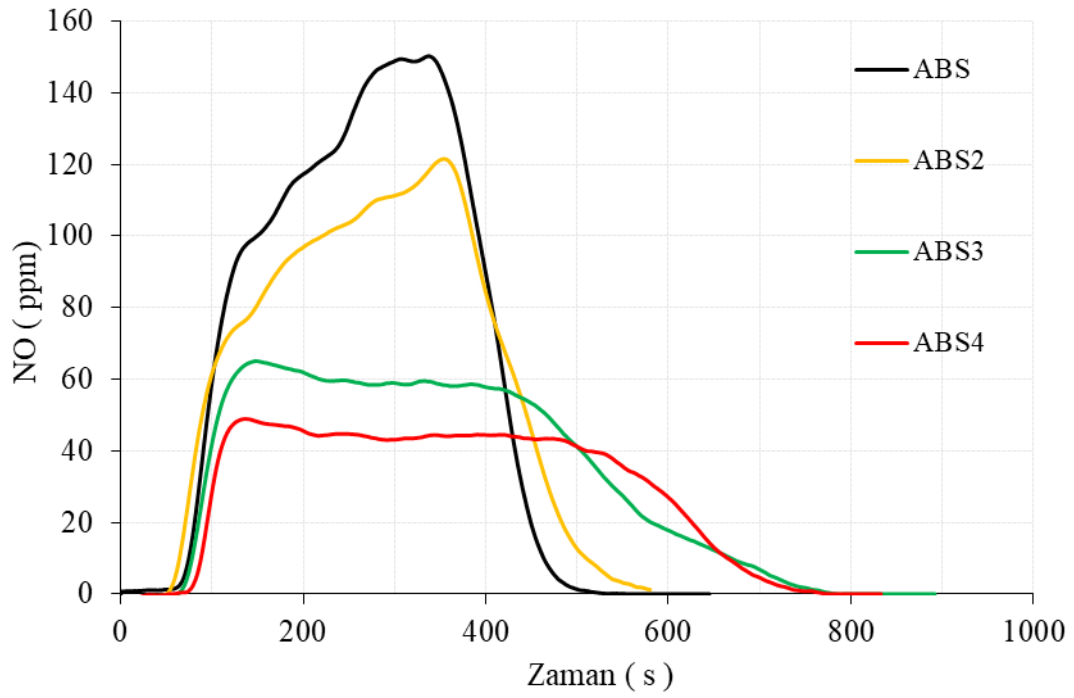
CO, NO ve is emisyonlarının değişimleri Şekil 6.22, Şekil 6.23 ve Şekil 6.24’te gösterilmiştir. Genel olarak FA ilavesi ile CO emisyonlarının azaldığı görülmektedir. ABS’nin maksimum CO emisyonu 694 ppm olarak ölçülürken, ABS4 malzemedeki bu değer 216 ppm seviyesine kadar düşmüştür.

ABS azot içeriği bulunan bir polimer olmasından dolayı yanma sırasında dikkate değer NO oluştuğu tespit edilmiştir. ABS malzemedan azaltılarak FA ilave edilen kompozitlerde NO emisyonunun dikkate değer oranlarda azaldığı görülmektedir. ABS malzemenin maksimum NO emisyonu 150 ppm düzeyine kadar çıkarken, ABS4’te bu değer yaklaşık 49 ppm seviyelerinde düşmüştür.

ABS malzemesi yanma sırasında kısa sürede dikkate değer is oluşumu göstermektedir. FA ilavesi ile yüksek seviyedeki is oluşumları azaltılmaktadır. Bununla birlikte FA içeren kompozitlerin düşük seviyede daha geniş bir zaman aralığında is oluşturdıkları görülmektedir. ABS malzemenin maksimum is değeri 23,7 1/m iken FA ilavesi ile bu değer 10 1/m civarına düşürülmüştür.

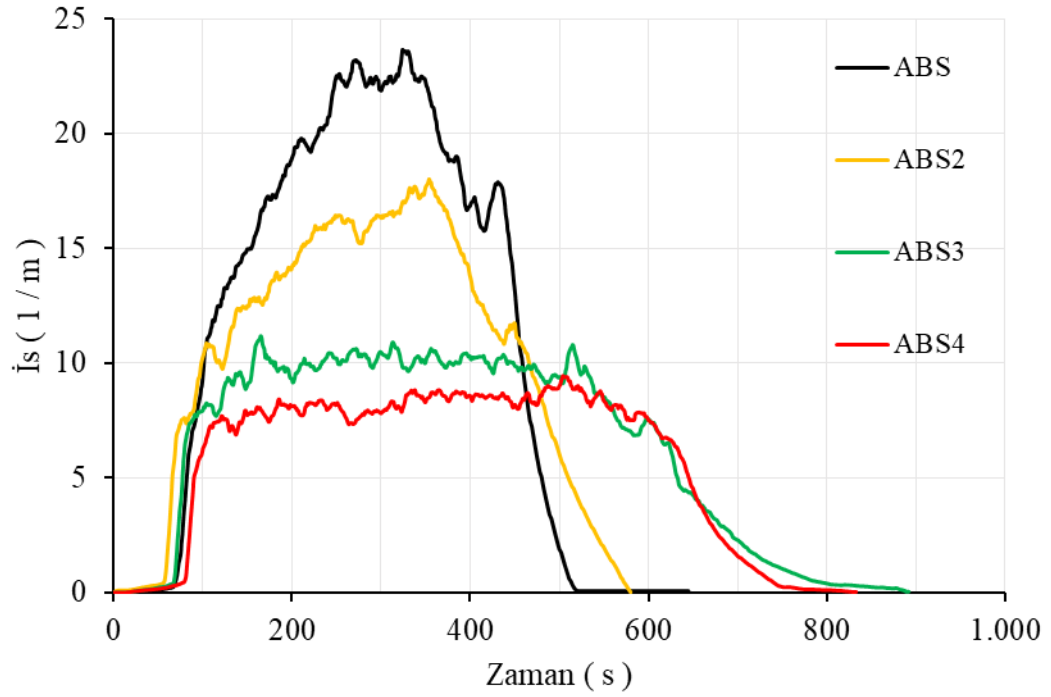


Şekil 6.22: ABS ve kompozitlerin (% 10-30 FA) CO değişimleri.

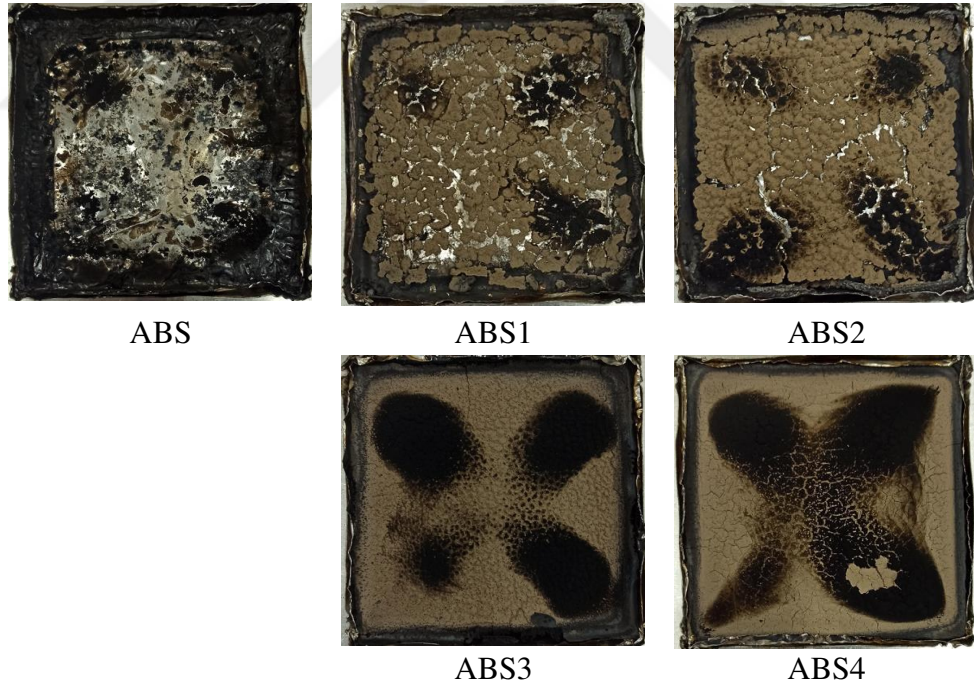


Şekil 6.23: ABS ve kompozitlerin (% 10-30 FA) NO değişimleri.

Malzemelerin konik kalorimetre testleri sonrasındaki görüntüleri Şekil 6.25'te verilmiştir. ABS polimere ilave edilen FA oranının artışıyla birlikte kalan madde miktarındaki artış görülmüştür.



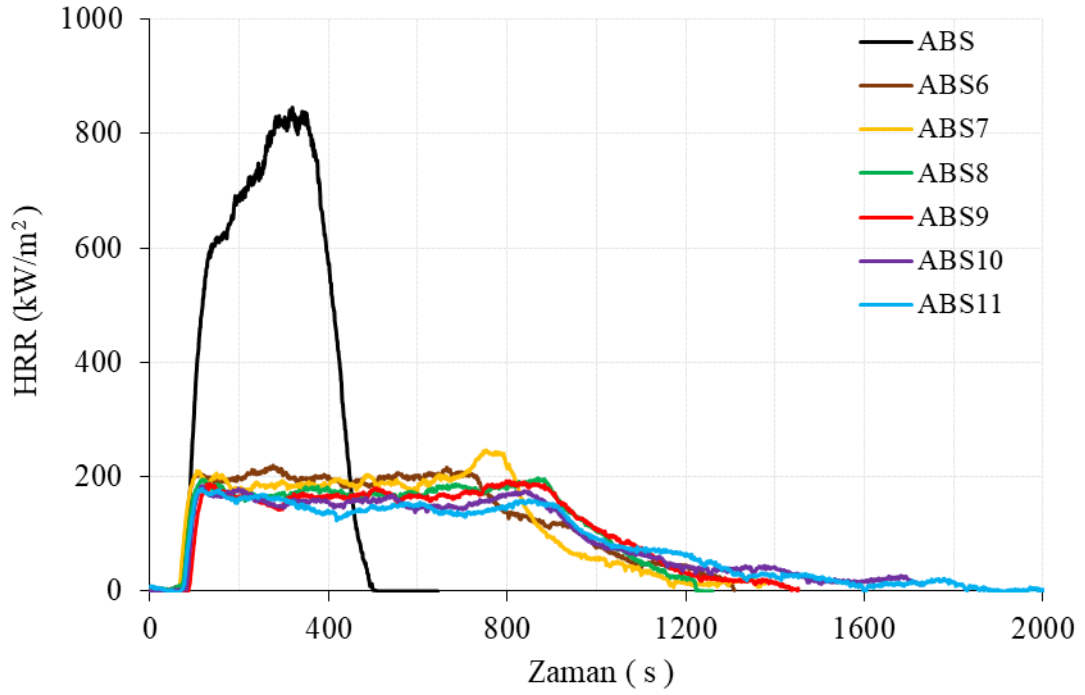
Şekil 6.24: ABS ve kompozitlerin (% 10-30 FA) ısı değişimleri.



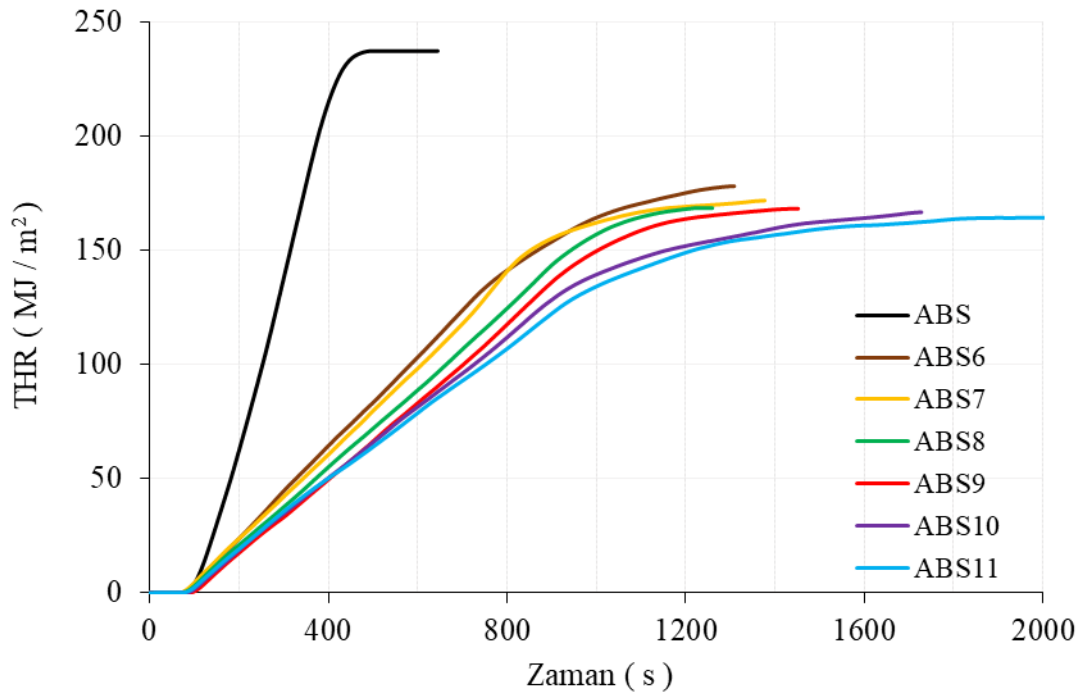
Şekil 6.25: ABS ve kompozitlerin (% 10-30 FA) konik kalorimetre testi sonrası görüntüleri.

ABS ve % 25 FR % 1-5 FA içeren kompozit malzemelerin 35 kW/m^2 ısı akısı altında konik kalorimetre yanma testi ile elde edilen zamana bağlı HRR ve THR değişimleri Şekil 6.26 ve Şekil 6.27’de karşılaştırılmıştır. TTI, PHRR, THR ve kalan kütle değerleri de Tablo 6.11’de verilmiştir. Realinho ve diğ. (2018), ABS polimer

malzemelerde AlPi'nin sadece gaz fazında etki edebildiğini karbonlaşmış tabaka oluşumuna katkı sağlayamadığından tek başına yeterli yanma direnci kazandıramadığını rapor etmişlerdir. Bu sebeple AlPi ile birlikte aynı oranda APP kullanımının daha etkili alev geciktirici özelliğe sahip olacağı bildirilmiştir.



Şekil 6.26: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) HRR değişimleri.



Şekil 6.27: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) THR değişimleri.

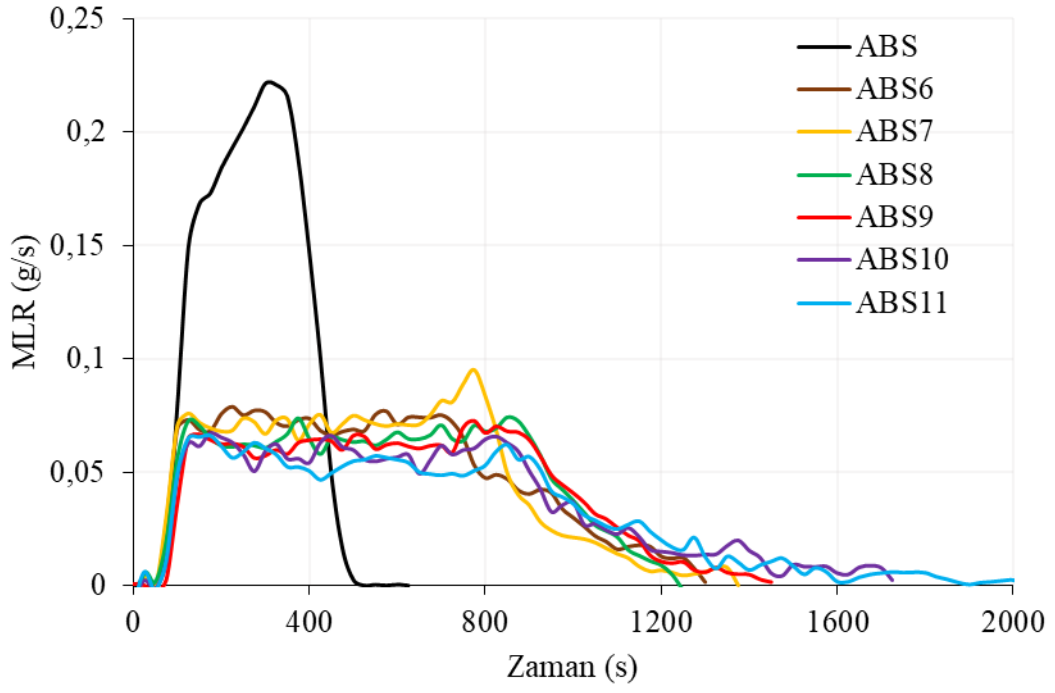
Tablo 6.11: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) konik kalorimetre yanma test sonuçları.

Numune	TTI (s)	PHRR (kW/m ²)	THR (MJ/m ²)	Kalan Kütle (%)
ABS	73 ± 1	845 ± 5	237,4 ± 0,2	1,2 ± 0,5
ABS6	68 ± 1	220 ± 5	178,2 ± 0,2	11,9 ± 0,5
ABS7	69 ± 1	247 ± 5	171,9 ± 0,2	12,8 ± 0,5
ABS8	77 ± 1	198 ± 5	168,6 ± 0,2	14,9 ± 0,5
ABS9	82 ± 1	193 ± 5	168,3 ± 0,2	16,0 ± 0,5
ABS10	79 ± 1	184 ± 5	166,8 ± 0,2	16,4 ± 0,5
ABS11	78 ± 1	179 ± 5	164,5 ± 0,2	18,4 ± 0,5

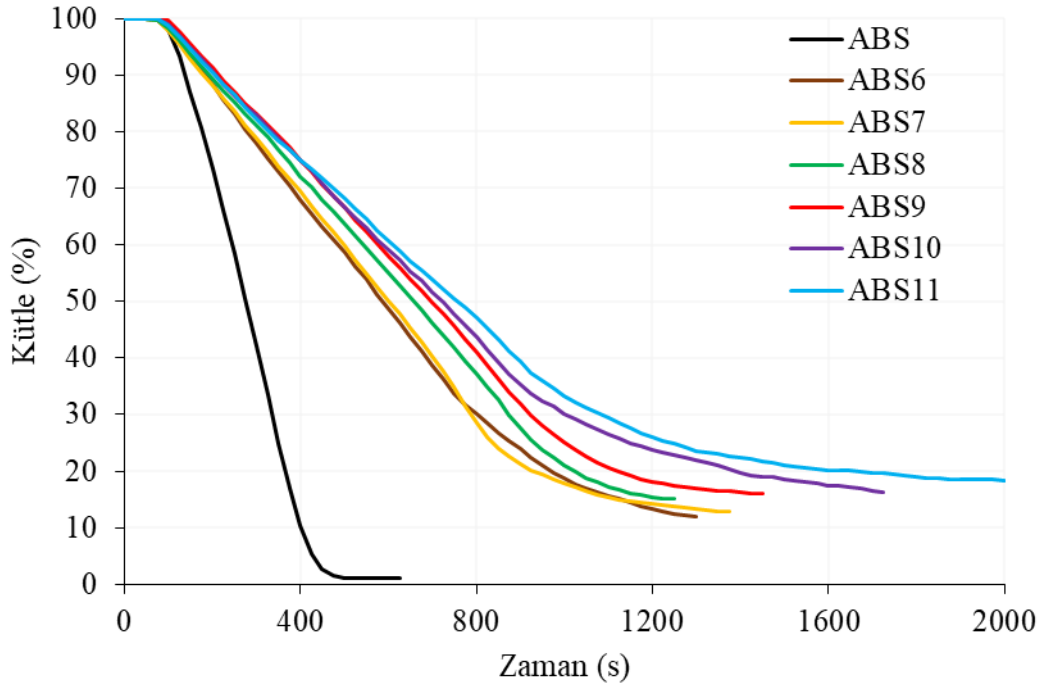
% 25 FR ilavesi ile elde edilen ABS6 malzemesinin PHRR değeri ham ABS'ye göre yaklaşık % 74 azalarak 220 kW/m² ve THR değeri de % 25 azalarak 178,2 MJ/m² değerini aldığı tespit edilmiştir. Ham ABS numunede 73 s olan TTI değeri % 25 FR ilaveli ABS6 numunesinde erken tutuşma etkisiyle 68 s'ye gerilemiştir. FR ile birlikte malzemeye FA ilavesi ile genel olarak malzemelerin tutuşma sürelerinde artış, THR ve PHRR değerlerinde de azalmalar olmuştur. FA ilaveli malzemelerin arasında en düşük PHRR (179 kW/m²) ve THR (164,5 MJ/m²) değeri ABS11 malzemesinde tespit edilmiştir. Ham ABS'ye göre PHRR ve THR değerlerindeki azalma oranları sırasıyla yaklaşık % 78,8 ve % 30,7'ye karşılık gelmektedir.

Şekil 6.28 ve Şekil 6.29'da MLR ve kütle değişim grafikleri verilmiştir. % 25 FR ilaveli ABS6 numunesinin kalan kütle oranı % 11,9 olarak tespit edilmiştir. FR'ye ilave olarak değişen oranlarda FA eklenince yanma sonucu kalan malzeme oranları da artış göstermektedir. En fazla kalan kütle oranı % 18,4 ile ABS11 malzemesinde gerçekleşmiştir. ABS'de 0,22 g/s olan maksimum MLR değeri, ABS6'da yaklaşık % 64 azalarak 0,079 g/s ve ABS11'de yaklaşık % 70 azalarak 0,066 g/s değerlerine düşmüştür.

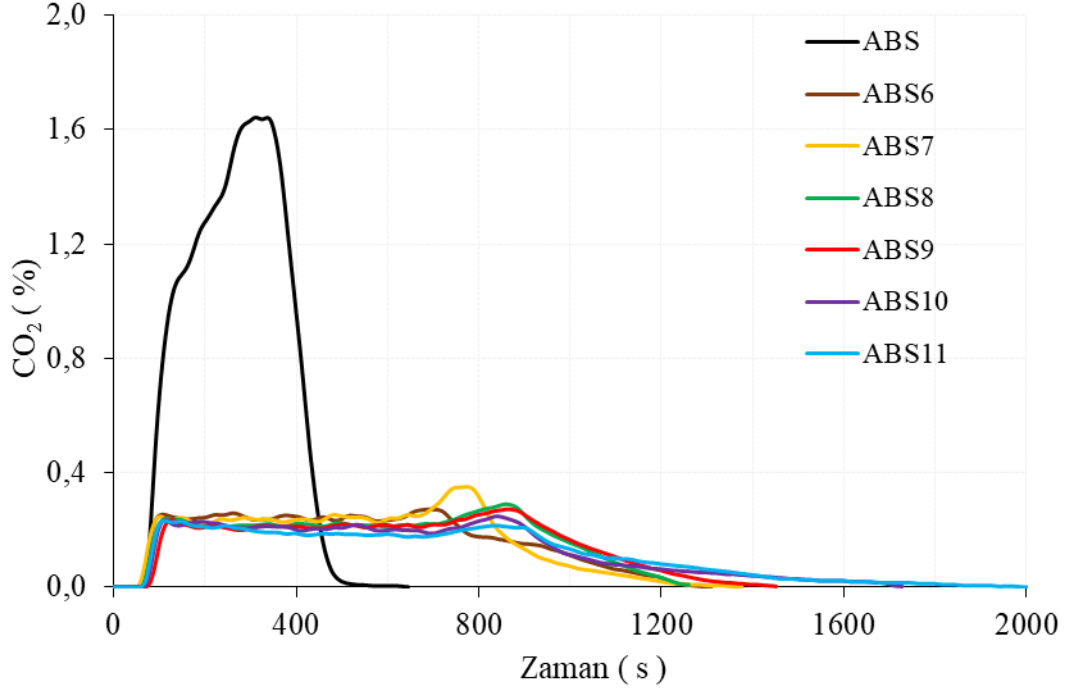
Şekil 6.30'da CO₂ emisyon değişimleri verilmiştir. ABS6 ve ABS11 numunelerinin maksimum CO₂ değerleri ham ABS'ye göre sırasıyla yaklaşık % 84 ve % 86 azalarak % 0,27 ve % 0,23 değerlerine gerilemiştir.



Şekil 6.28: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) MLR değişimleri.



Şekil 6.29: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) kütle değişimleri.

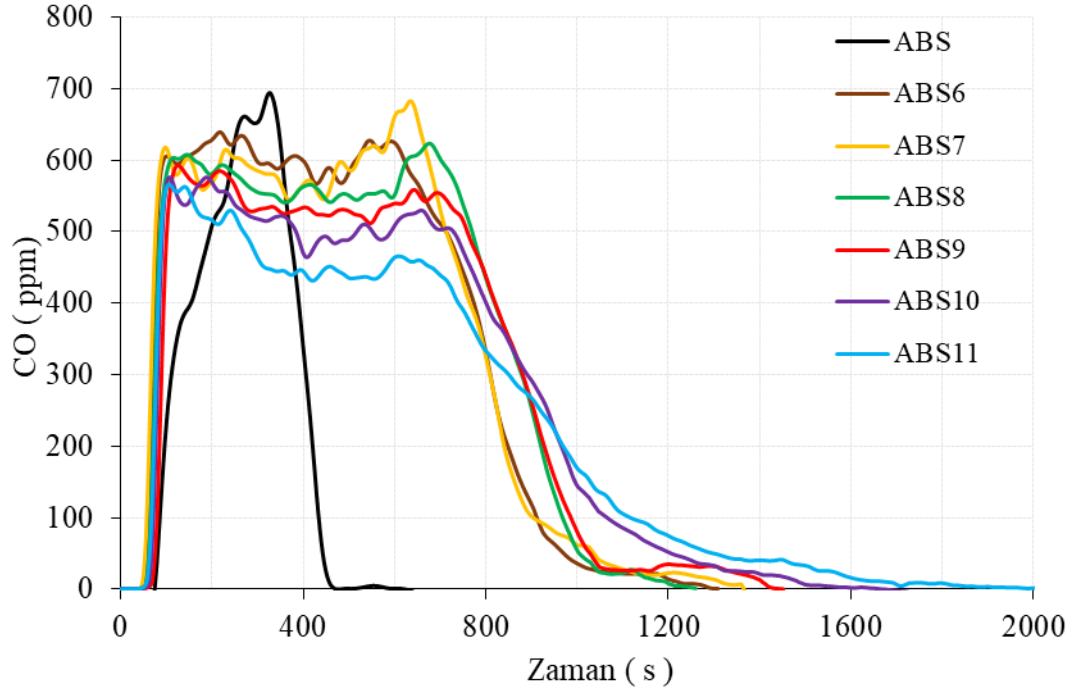


Şekil 6.30: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) CO₂ değişimleri.

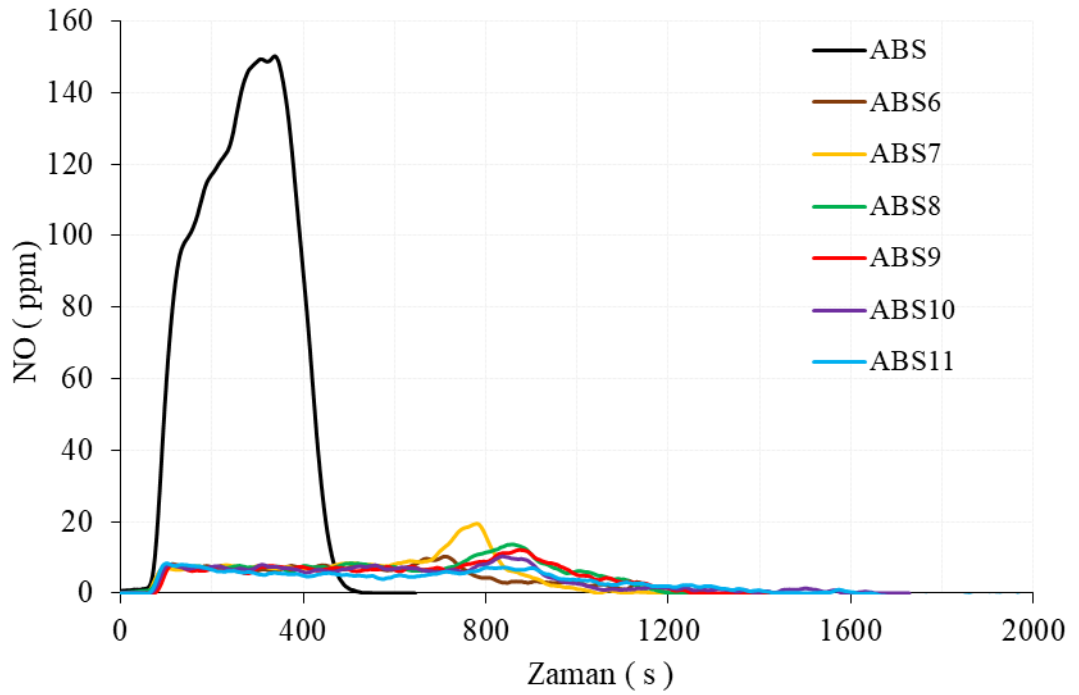
Şekil 6.31, Şekil 6.32 ve Şekil 6.33'te CO, NO ve is emisyon değişimleri verilmiştir. Ham ABS malzemenin 694 ppm olan maksimum CO değeri, ABS6'da 639 ppm ve ABS11'de 566 ppm seviyelerine kadar düşmüştür. FR ve FA ilaveleri ile maksimum CO değerlerinde düşmeler görülse de kompozit malzemelerin daha geniş bir zaman aralığında CO yayılımına sebep olduğu görülmektedir.

ABS'ye FR/FA ilavesiyle NO emisyonlarında ciddi miktarlarda azalma olduğu tespit edilmiştir. ABS malzemedede hızlı bir şekilde artan NO, maksimum değerine (150 ppm civarı) ulaştıktan sonra hızla düşme göstermiştir. Bununla birlikte FR ve FA ilaveleri ile çok daha düşük NO değerlerine (20 ppm altı) ulaşınca uzun bir zaman aralığında bu seviyede NO oluşumu devam ettiği görülmektedir.

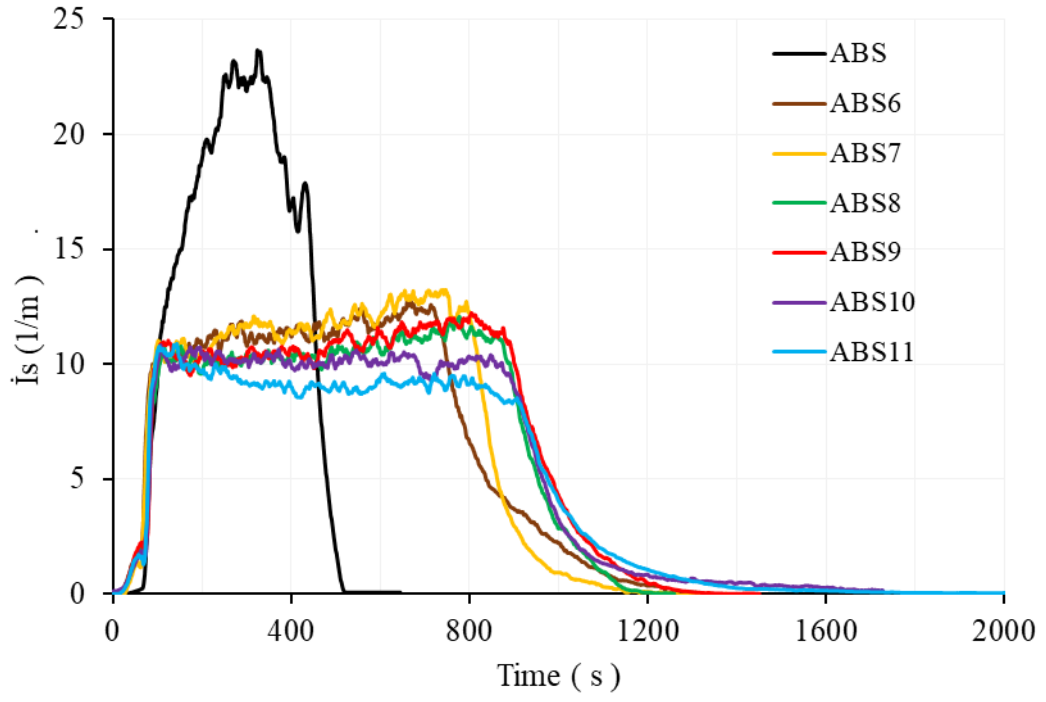
İs emisyonlarındaki değişim CO emisyonlarına benzerlik göstermektedir. FR ve FA ilaveleri ile daha düşük seviyelerde (% 54 civarı) ama daha uzun sürede is emisyonu oluşumu görülmektedir. ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) yanma sonrası görüntüleri Şekil 6.34'te verilmiştir. Ham ABS malzemenin yanma sonu görüntüsü incelendiğinde çok küçük toz halde karbonize kalıntılar görülmektedir (Realinho ve diğ, 2018). Diğer kompozitlerin yanma sonu görüntülerinde ise kalan maddeler itibariyle görüntülerin benzer olduğu tespit edilmiştir.



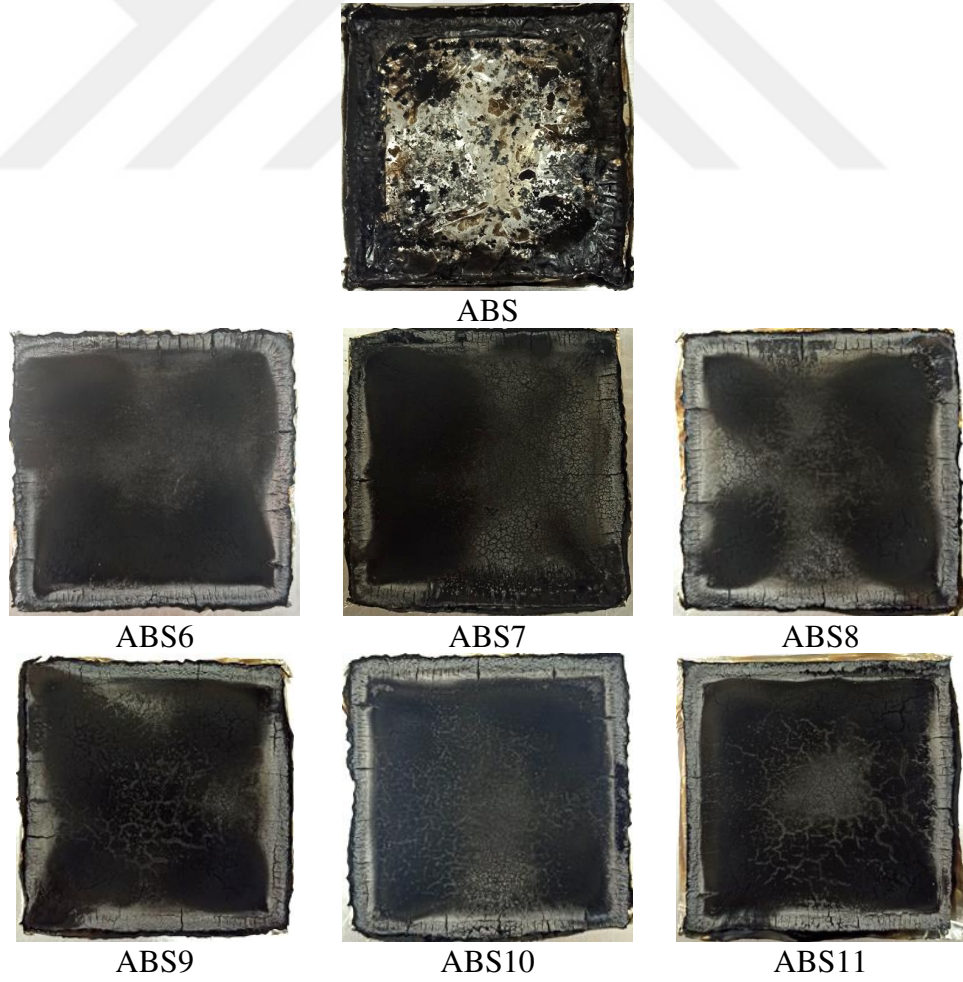
Şekil 6.31: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) CO değişimleri.



Şekil 6.32: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) NO değişimleri.

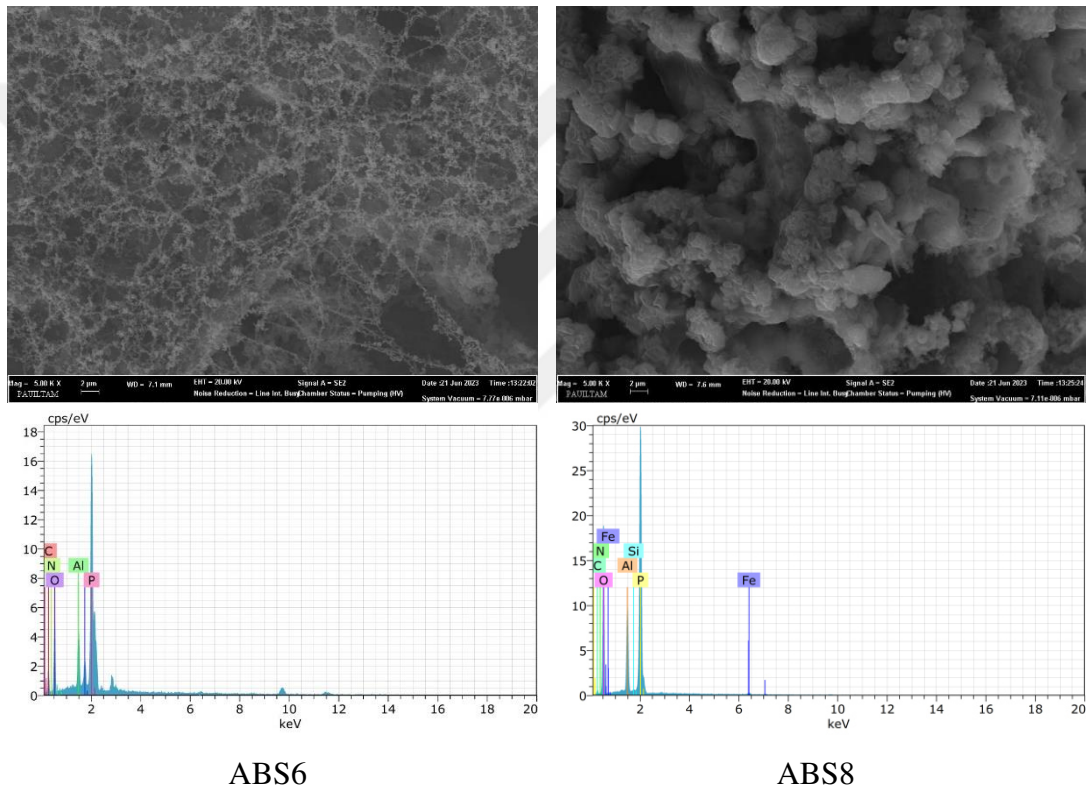


Şekil 6.33: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) is değışimleri.



Şekil 6.34: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) konik kalorimetre testi sonrası görüntüleri.

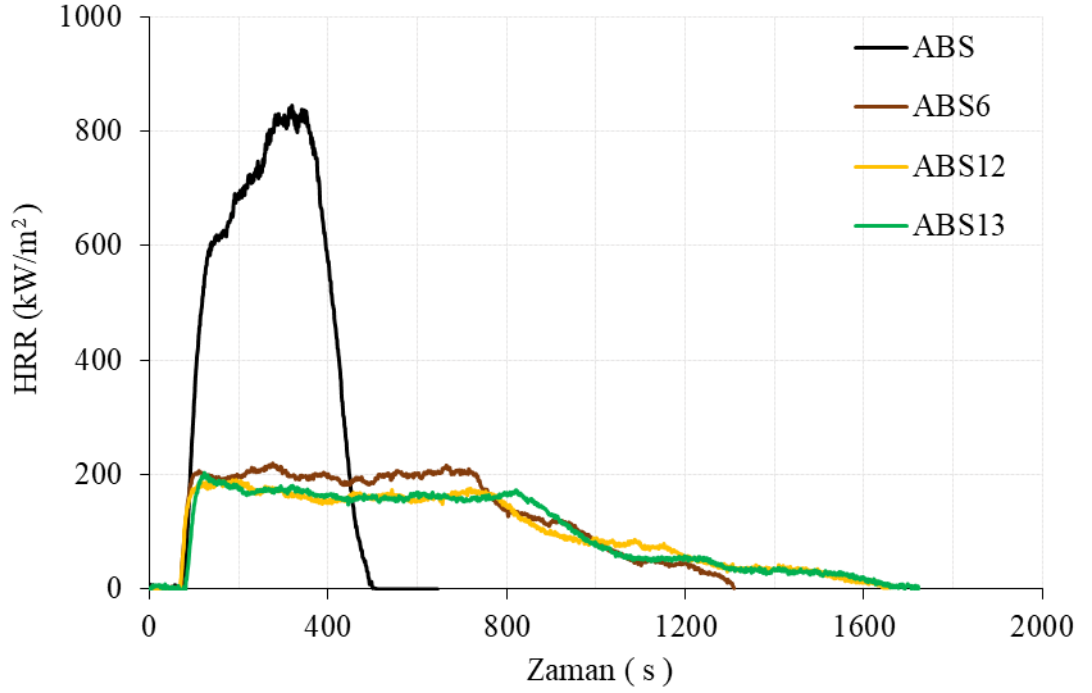
ABS6 ve ABS8 numunesinin konik kalorimetre yanma deney esnasında oluşan karbonlaşmış tabakadan alınan numune yüzeyinde 5000x büyütme düzeyinde gerçekleştirilen SEM/EDX analiz sonuçları Şekil 6.35'te verilmiştir. ABS6 numunesinin EDX analizinde C, N, O, P ve Al elementlerinin varlığı görülmektedir. APP içeren diğer polimerlerden farklı şekilde FR sistem içerisinde yer alan AlPi kaynaklı Al elementini göstermektedir. ABS8 numunesinin yanma sonu örneğiyle gerçekleştirilen EDX analizinde malzeme içerisinde Al dışında FA kaynaklı Si ve Fe gibi elementlerin varlığı da yanma esnasında oluşan karbonlaşmış tabakada uçucu külün yer aldığını göstermektedir.



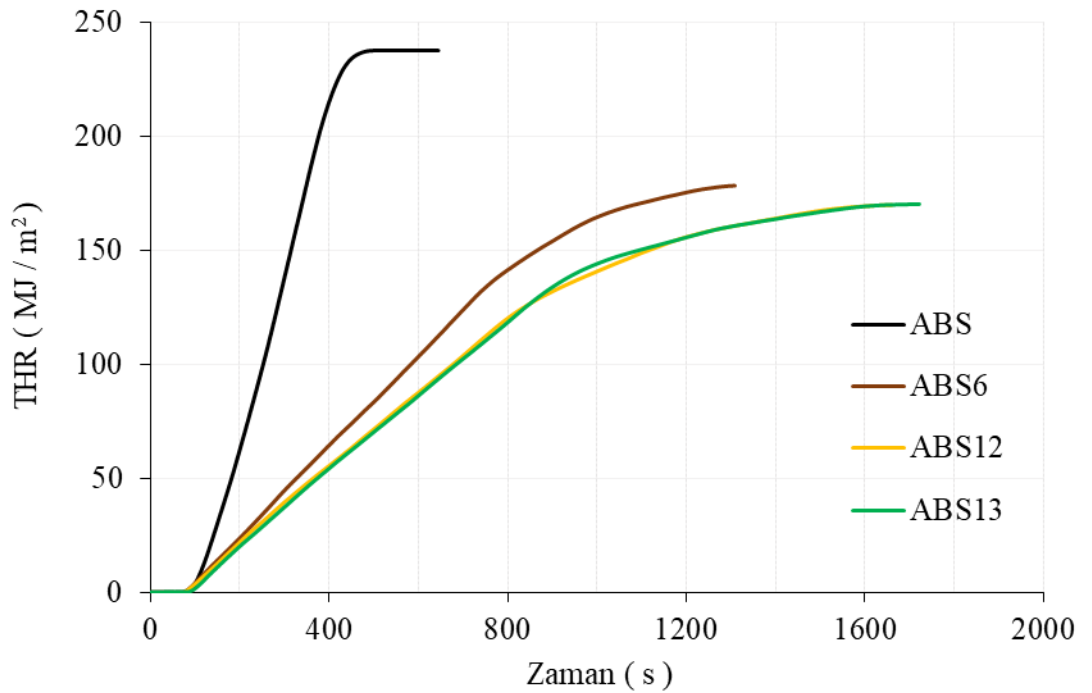
Şekil 6.35: ABS6 ve ABS8 numunelerinin konik kalorimetre yanma testi sonrası SEM/EDX analiz sonucu.

ABS, ABS6 ve UL 94 V testlerinde V-0 derecelendirmesine ulaşan ABS12 ve ABS13 malzemelerinin zamana bağlı HRR ve THR değişimleri Şekil 6.36 ve Şekil 6.37'de karşılaştırılmıştır. TTI, PHRR, THR ve kalan kütle değerleri de Tablo 6.12'de yer almaktadır. Sadece % 25 FR ilavesi ile azalan TTI değeri % 1 ve % 2 FA ilaveleri ile artış göstermiştir. ABS12 ve ABS13 malzemelerin TTI değerleri sırasıyla 80 s ve 87 s olarak belirlenmiştir. ABS12 malzemenin PHRR değeri ham ABS'ye göre

yaklaşık % 77 ve ABS6'ya göre ise yaklaşık % 13 daha düşük olup 191 kW/m^2 olarak tespit edilmiştir. THR değeri ise ABS'ye göre yaklaşık % 29 ve ABS6'ya göre yaklaşık % 5 azalarak $169,7 \text{ MJ/m}^2$ olarak belirlenmiştir. ABS13 malzemesinin PHRR ve THR değerleri ise 204 kW/m^2 ve $170,1 \text{ MJ/m}^2$ olarak tespit edilmiştir.



Şekil 6.36: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) HRR değişimleri.



Şekil 6.37: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) THR değişimleri.

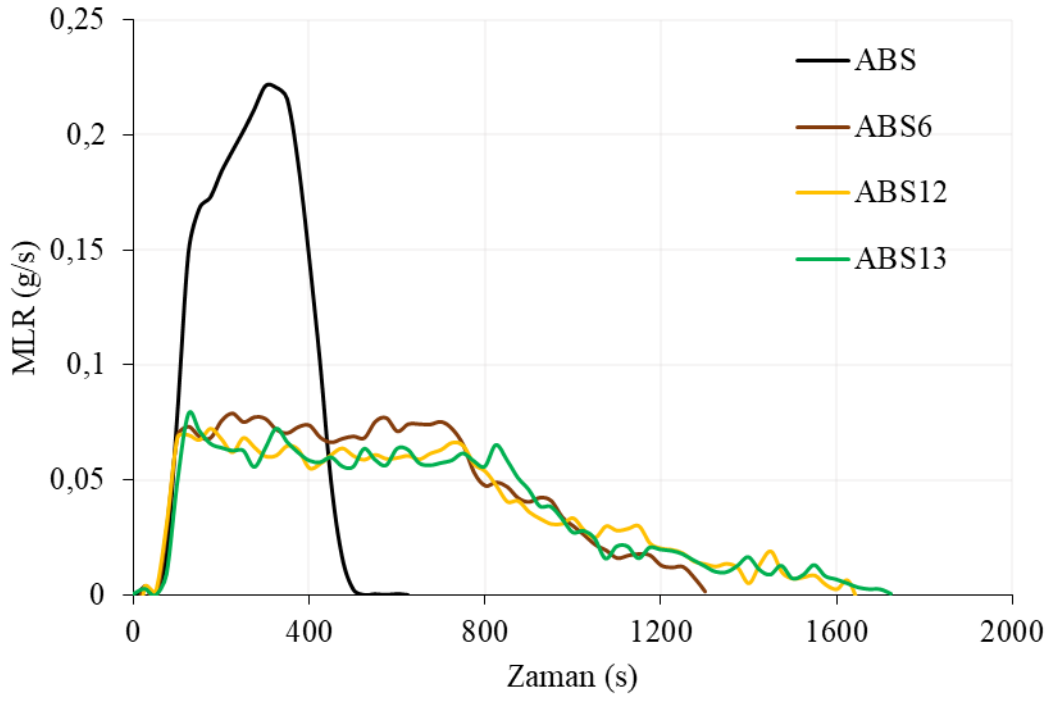
Tablo 6.12: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) konik kalorimetre yanma test sonuçları.

Numune	TTI (s)	PHRR (kW/m ²)	THR (MJ/m ²)	Kalan Kütle (%)
ABS	73 ± 1	845 ± 5	237,4 ± 0,2	1,2 ± 0,5
ABS6	68 ± 1	220 ± 5	178,2 ± 0,2	11,9 ± 0,5
ABS12	80 ± 1	191 ± 5	169,7 ± 0,2	14,5 ± 0,5
ABS13	87 ± 1	204 ± 5	170,1 ± 0,2	15,5 ± 0,5

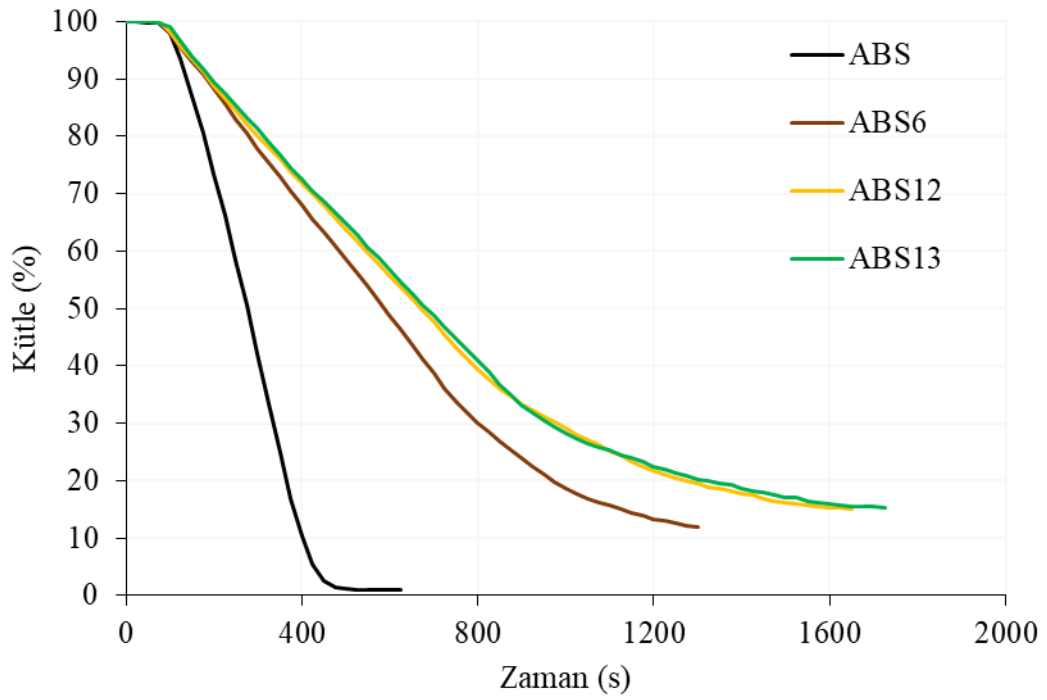
Şekil 6.38 ve Şekil 6.39’da MLR ve kütle değişimleri verilmiştir. Kompozit malzemelerin daha düşük kütle kayıp hızları ile daha uzun sürede yanma karakteristiği gösterdiği görülmektedir. ABS6 ile kalan kütle oranı % 11,9 iken % 1 ve % 2 FA ilaveleri ile bu değer % 14,5 ve % 15,5’lere çıkmıştır. FR ve FR/FA ilaveleri ile maksimum MLR değeri % 65 civarı azalma göstermiştir.

Şekil 6.40 ve Şekil 6.41’de CO₂ ve CO emisyon değişimlerinin grafikleri verilmiştir. % 25 FR ile dikkate değer oranda düşen maksimum CO₂ değeri % 1 ve % 2 FA ilaveleri ile bir miktar daha düşmüştür. ABS6’nın maksimum CO₂ seviyesi % 0,27 iken ABS12’de bu değer % 0,23 seviyesine gerilediği görülmektedir. Kompozit malzemelerin maksimum CO değerleri saf ABS’nin değerinden bir miktar küçük olmasına rağmen daha geniş zaman aralığında CO emisyonun oluşumu devam etmiştir. ABS12 malzemesinin maksimum CO değeri ABS ve ABS6’ya kıyasla sırasıyla 163 ppm ve 108 ppm azalarak 531 ppm seviyesine gerilemiştir.

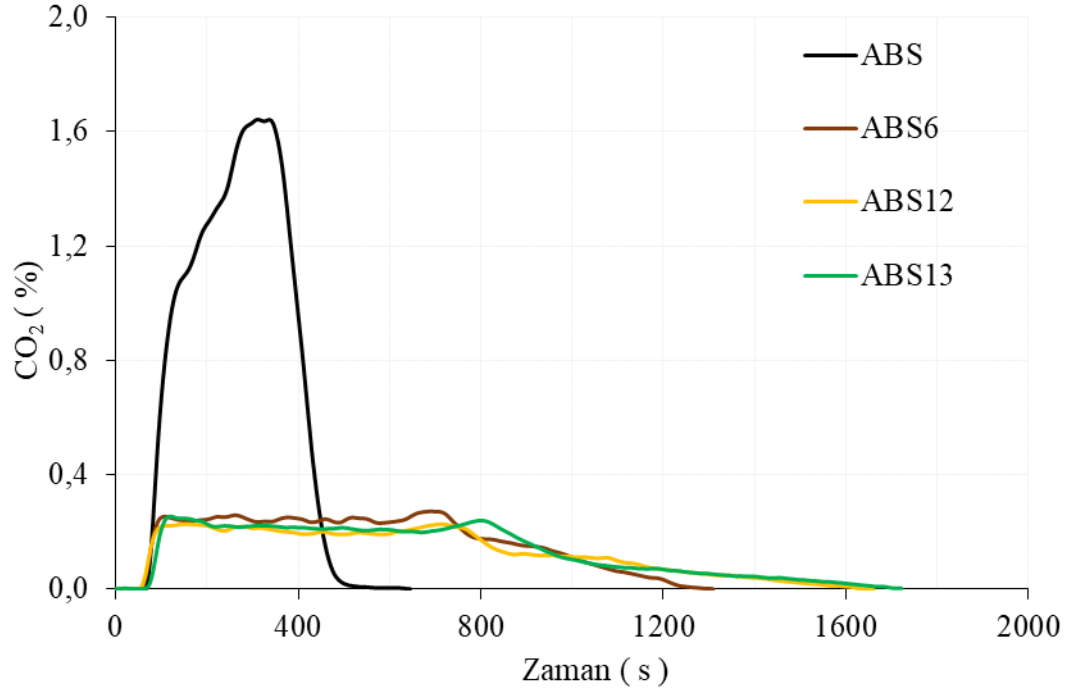
NO ve is emisyonlarının değişim grafikleri ise Şekil 6.42 ve Şekil 6.43’te gösterilmiştir. % 25 oranında FR ilave ile maksimum NO emisyonlarında çok ciddi oranda azalması ile birlikte kompozit malzemelerde % 1 ve % 2 FR azaltılarak yerine aynı oranda FA ilavesi ile benzer şekilde NO emisyonlarında ciddi düşme sağlanmıştır. % 1 ve % 2 oranlarında FA’nın FR ile yer değişimi ile birlikte maksimum is emisyonunda da azalma görülmüştür. Maksimum is değerlerinin düşmesine rağmen daha geniş bir zaman aralığında düşük seviyede is oluşumunun devam ettiği tespit edilmiştir. Şekil 6.44’te numunelerin konik kalorimetre deneyi sonrasındaki görüntüleri verilmiştir. Yine % 25 FR ve % 1-5 FA içeren numunelerdekine benzer kalan kütle yapısı burada ABS12 ve ABS13 numunelerde de görülmüştür. Yüzeyde kabarmış bir kabuk yapısı görülmemektedir.



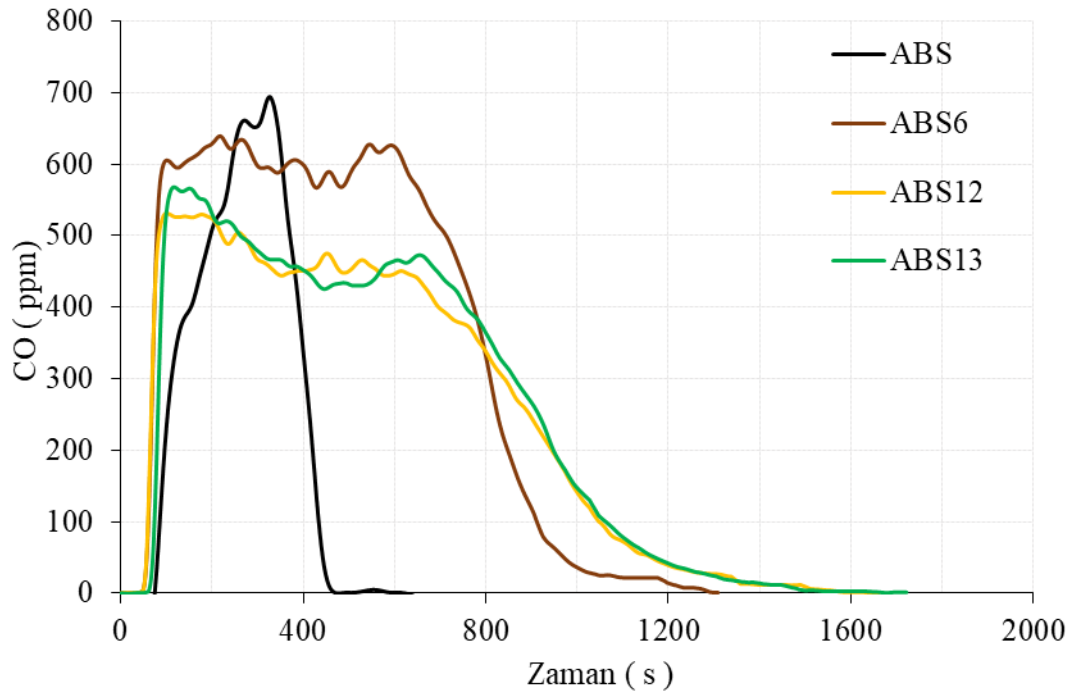
Şekil 6.38: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) MLR değişimleri.



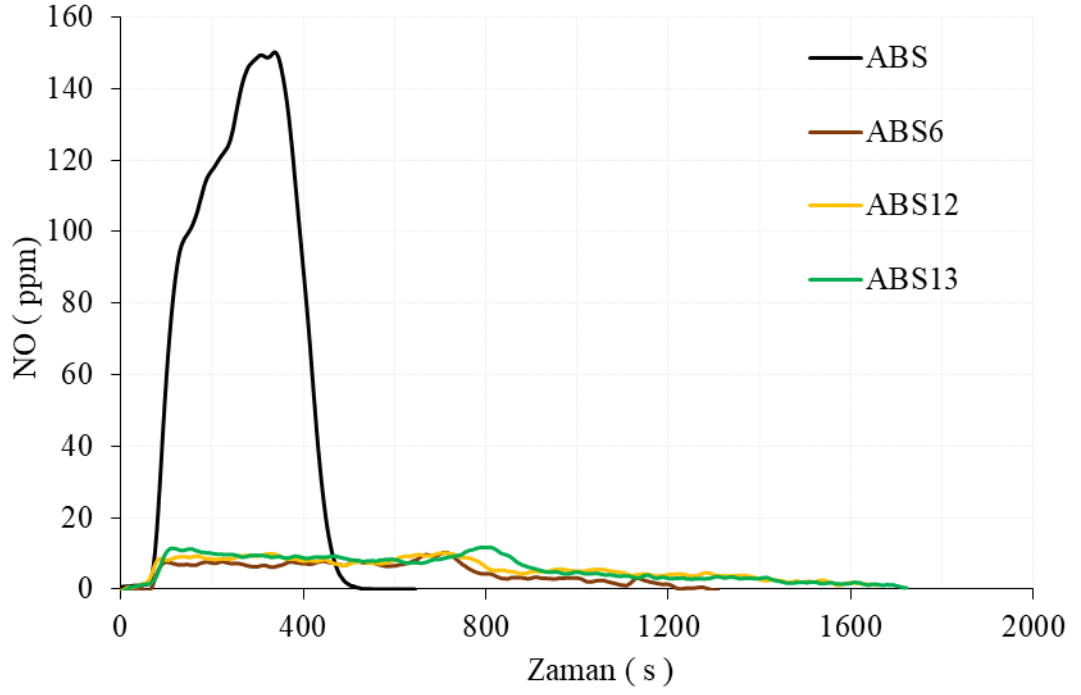
Şekil 6.39: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) kütle değişimleri.



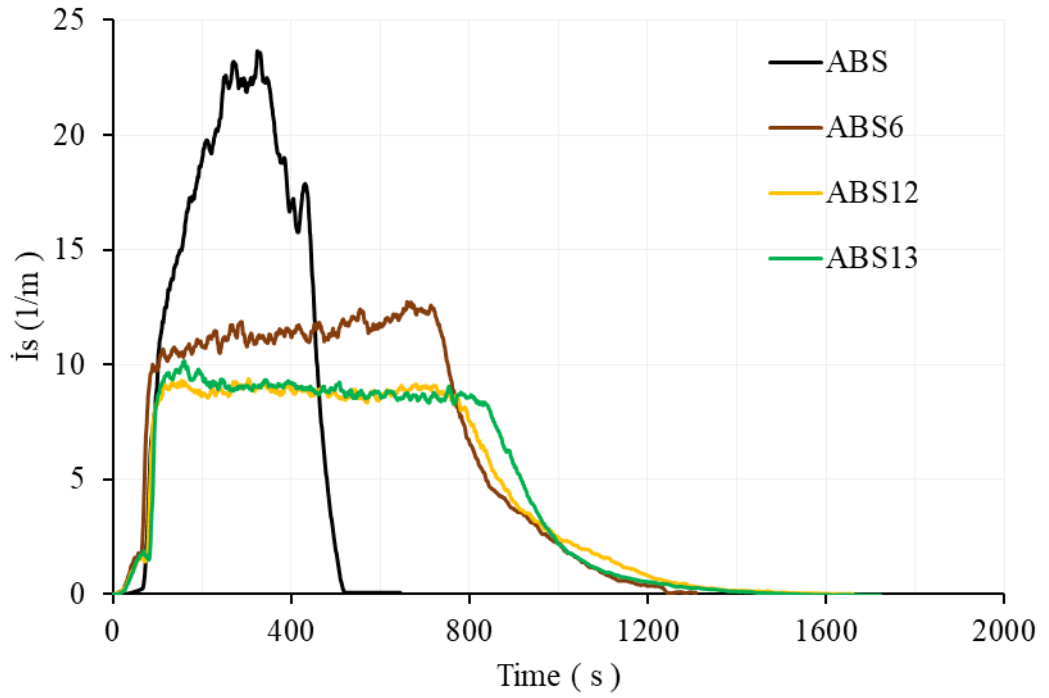
Şekil 6.40: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) CO₂ değişimleri.



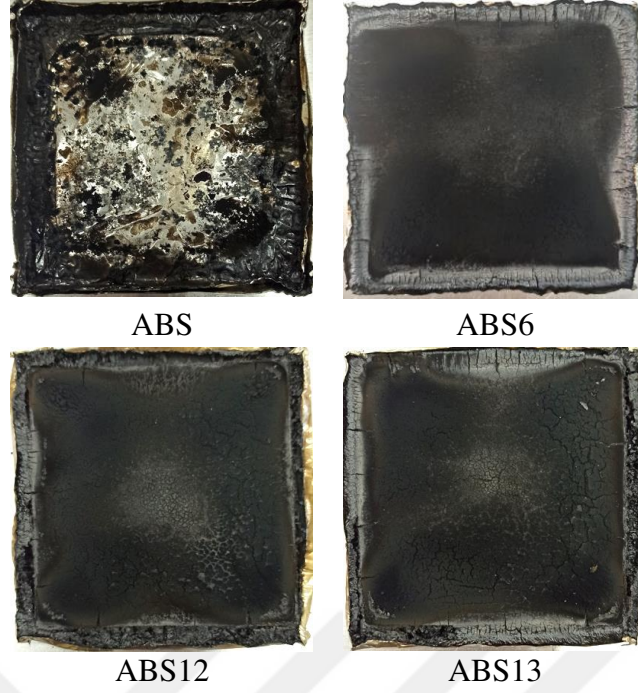
Şekil 6.41: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) CO değişimleri.



Şekil 6.42: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) NO değişimleri.



Şekil 6.43: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) $\dot{I}_s$ değişimleri.



Şekil 6.44: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) konik kalorimetre yanma sonrası görüntüleri.

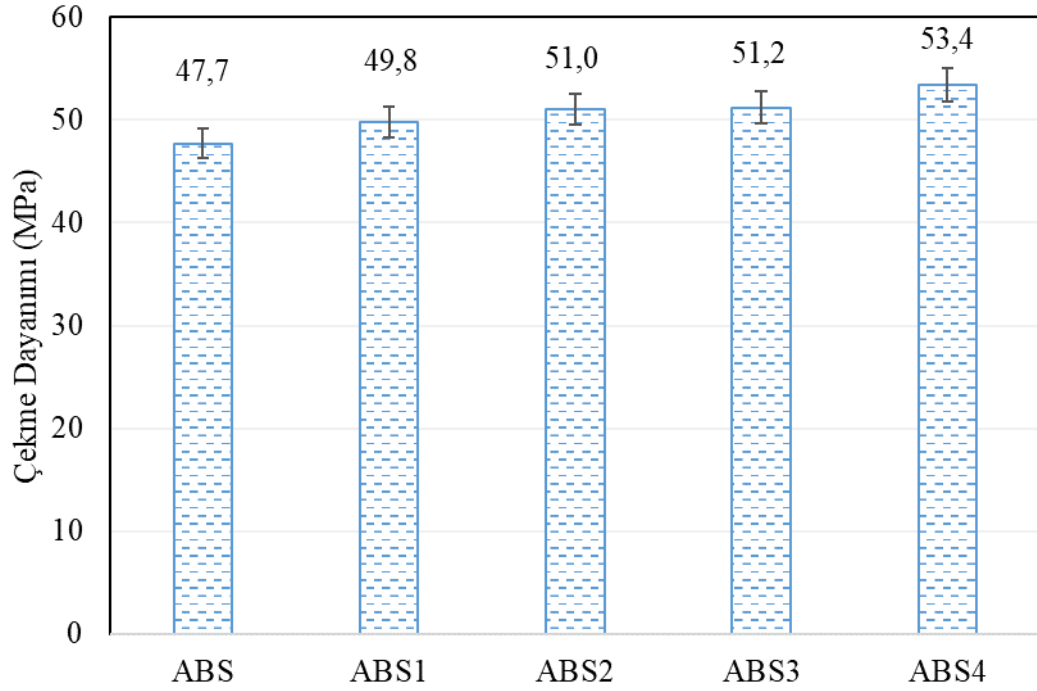
6.3 ABS ve ABS Esaslı Kompozitlerin Mekanik Test Sonuçları

6.3.1 Çekme Test Sonuçları

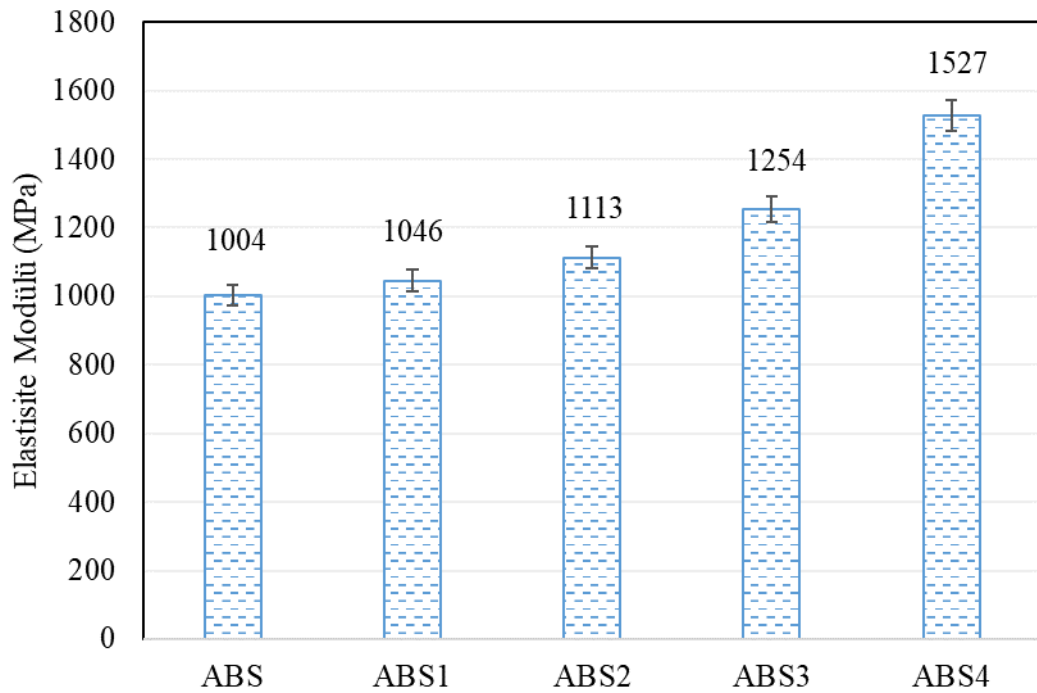
ABS ve % 5-30 FA dolgu maddesi içeren ABS esaslı kompozit malzemelerin çekme deneylerinden elde edilen çekme dayanımı ve elastisite modülü sonuçları Şekil 6.45 ve Şekil 6.46'da verilmiştir. ABS malzemenin çekme dayanımı ve elastisite modülü sırasıyla 47,7 MPa ve 1004 MPa olarak belirlenmiştir. Genel olarak FA ilave miktarı ile orantılı olarak çekme dayanımı ve modülünde düzenli artış tespit edilmiştir (Tambrallimath ve diğ. 2022). En fazla FA içeren ABS4 malzemenin çekme dayanımı ve elastisite modülü değerleri sırasıyla 53,4 MPa ve 1527 MPa olarak tespit edilmiştir.

ABS ve % 25 FR/% 1 - 5 FA kompozit malzemelerin çekme testlerinden elde edilen çekme dayanımı ve elastisite modülü değerleri Şekil 6.47 ve Şekil 6.48'de gösterilmiştir. ABS malzemenin çekme dayanımı ve elastisite modülü sırasıyla 47,7 MPa ve 1004 MPa iken % 25 FR ilavesiyle çekme dayanımı düşmüş ve elastisite modülü artmıştır. ABS6 malzemedede bu değerlerin 33,8 MPa ve 1375 MPa olduğu

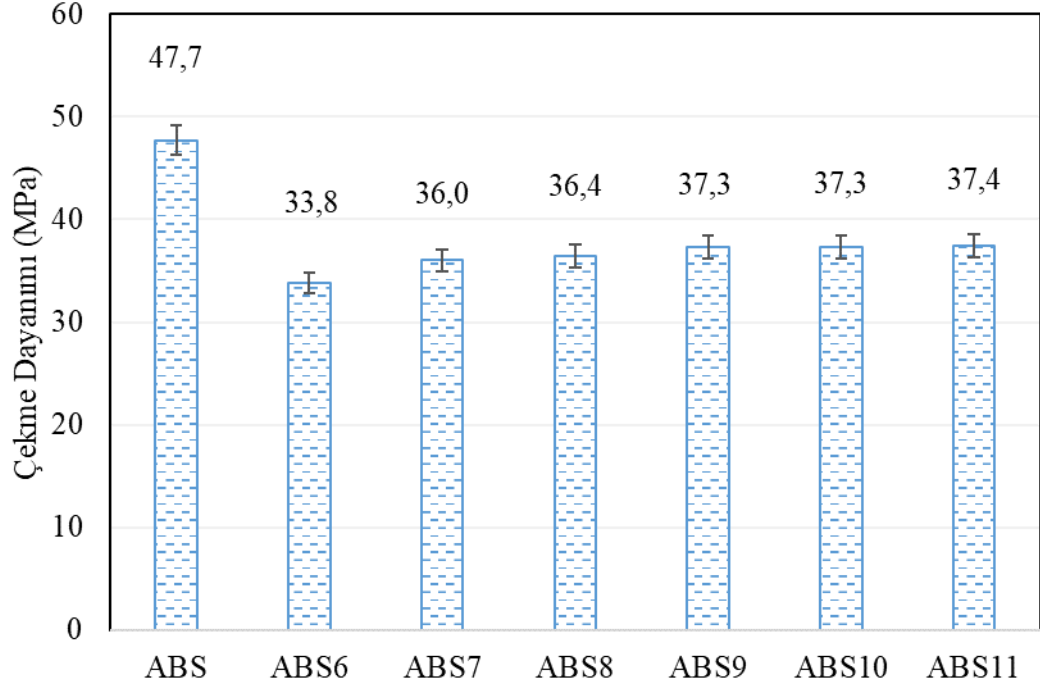
belirlenmiştir. % 25 FR içeren kompozit malzemeye % 1 - 5 oranları arası FA ilavesi ile çekme dayanımında ve elastisite modülünde bir miktar artışlar belirlenmiştir. ABS7, ABS8, ABS9, ABS10 ve ABS11 numunelerin çekme testlerinde 36,0 MPa, 36,4 MPa, 37,3 MPa, 37,3 MPa ve 37,4 MPa dayanım değerleri elde edilmiştir.



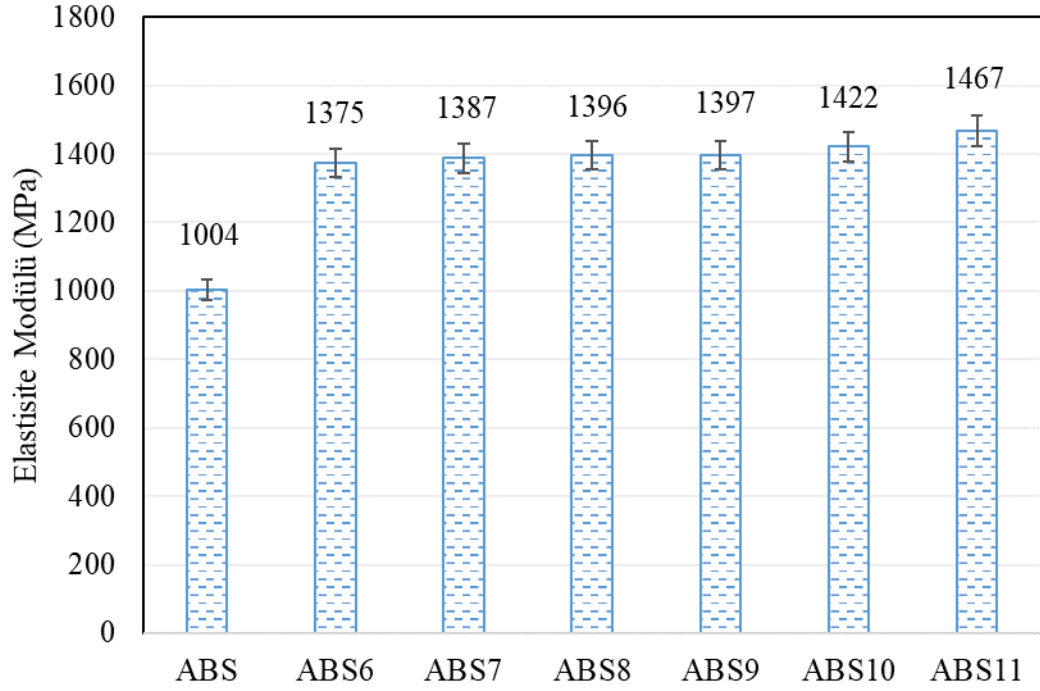
Şekil 6.45: ABS ve kompozitlerin (% 5 – 30 FA) çekme dayanımları.



Şekil 6.46: ABS ve kompozitlerin (% 5 – 30 FA) elastisite modülleri.



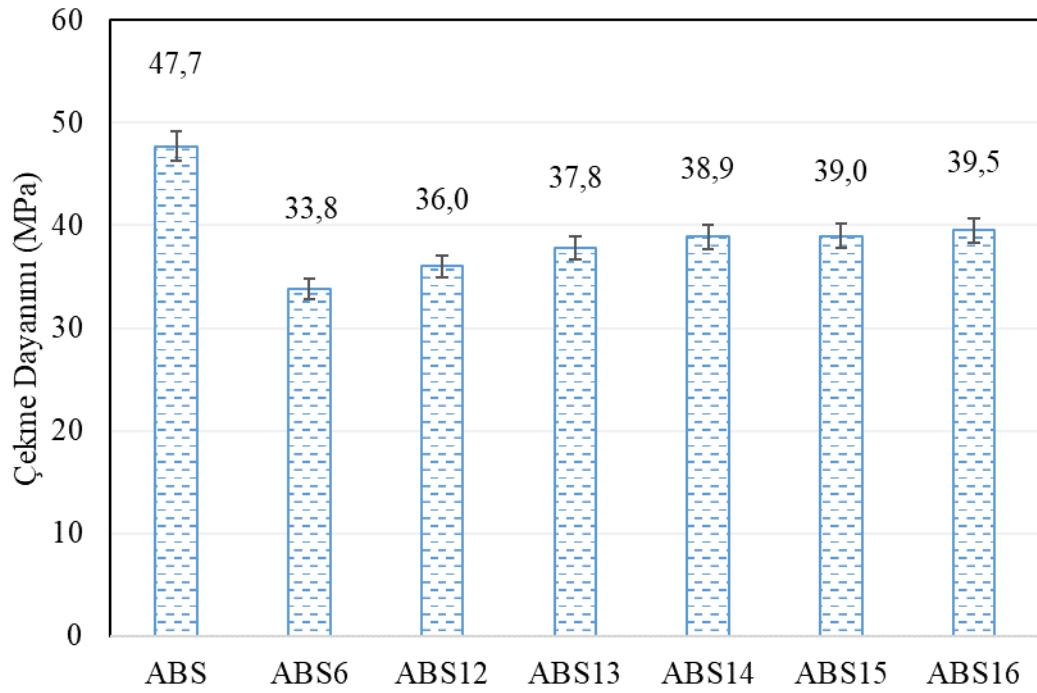
Şekil 6.47: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) çekme dayanımları.



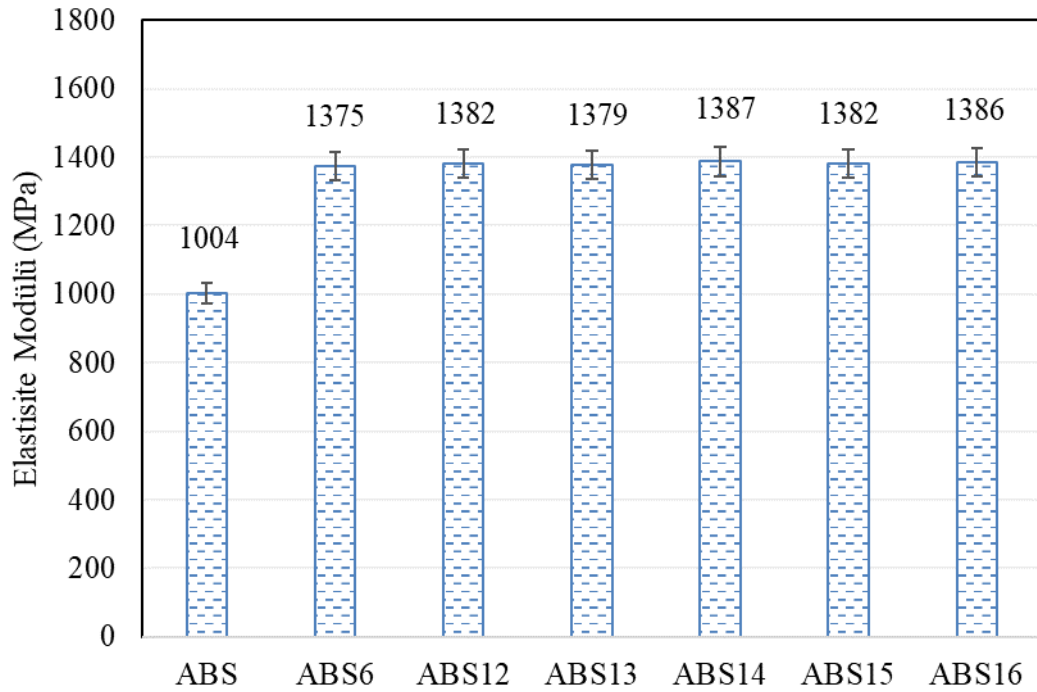
Şekil 6.48: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) elastisite modülleri.

ABS ve % 20 -24 FR/% 1 - 5 FA kompozit malzemelerin çekme testlerinden elde edilen çekme dayanımı ve elastisite modülü değerleri Şekil 6.49 ve Şekil 6.50’de gösterilmiştir. Daha önceki malzemelere benzer şekilde FR yerine FA ilavesi ile hem çekme dayanımının hem de elastisite modülünün arttığı görülmektedir. Kompozitler

içinde en yüksek çekme dayanımı ve elastisite modülü 39,5 MPa ve 1386 MPa değerlerine sahip ABS16 malzemede görülmüştür.



Şekil 6.49: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) çekme dayanımları.

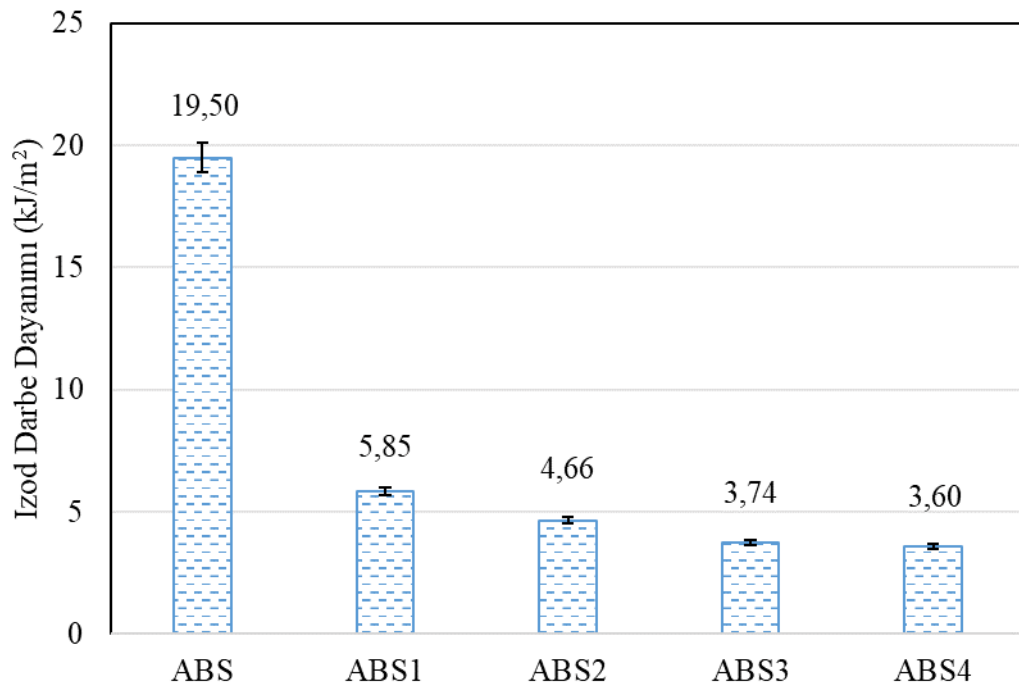


Şekil 6.50: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) elastisite modülleri.

6.3.2 Izod Darbe Deneyleri

Yüksek oranlarda FA dolgu maddesinin ABS malzeme içerisinde değerlendirilebilmesi amacıyla üretilen kompozitlerin (% 5 - 30 FA) çentikli ve çentiksiz numunelerine ait Izod darbe testleri ASTM D256 standartlarına göre 23 °C sıcaklık ve % 50 bağıl nemde en az 24 h şartlandırılmış numunelerle gerçekleştirilmiştir. Testlerde ABS esaslı numunelerin tamamı kırılmıştır.

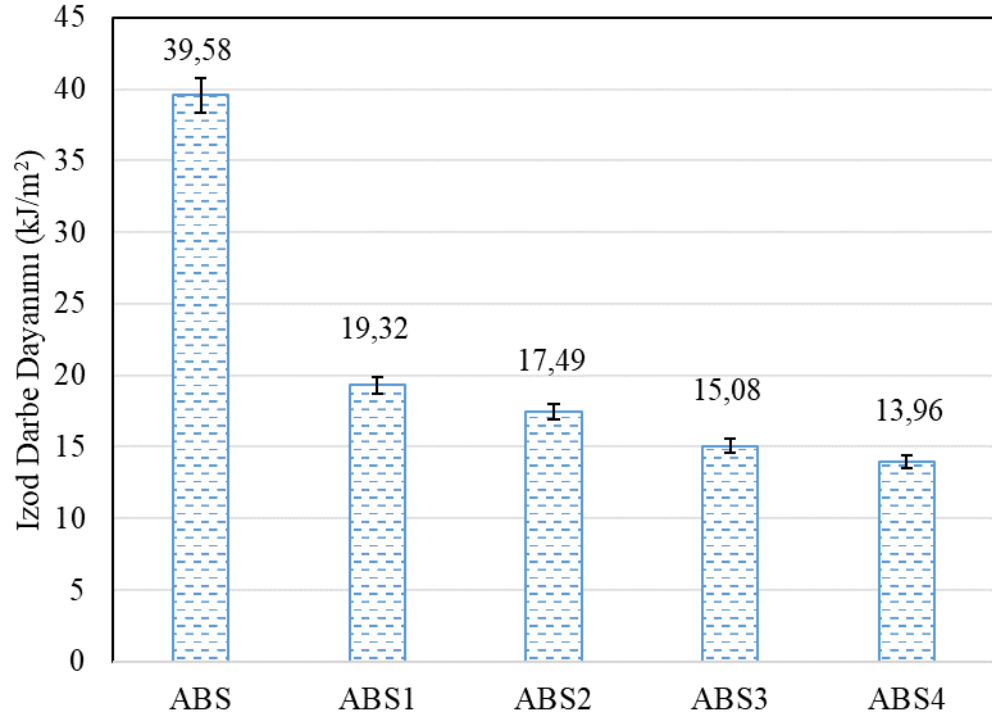
Şekil 6.51’de ABS ve kompozitlerin (% 5 - 30 FA) çentikli numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri yer almaktadır. Ham ABS malzemenin Izod darbe dayanımı değeri yaklaşık 19,5 kJ/m² olarak tespit edilmiştir. ABS1 numunenin darbe dayanımı yaklaşık % 70 oranda azalarak 5,85 kJ/m² değerine düşmektedir. ABS2, ABS3 ve ABS4 numunelerinin Izod darbe dayanımları ise sırasıyla 4,66 kJ/m², 3,74 kJ/m² ve 3,60 kJ/m² olarak belirlenmiştir.



Şekil 6.51: ABS ve kompozitlerin (% 5-30 FA) çentikli numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri.

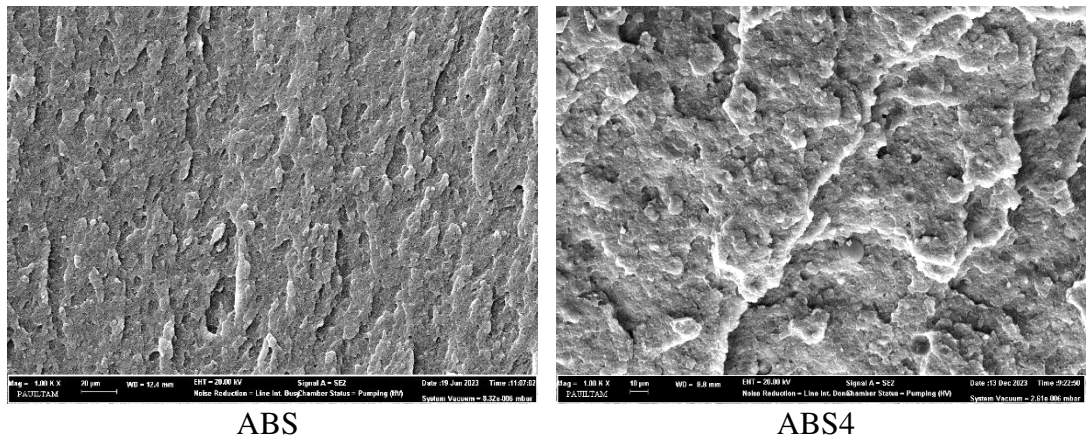
Şekil 6.52’de ABS ve kompozitlerin (% 5 - 30 FA) çentiksiz numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri yer almaktadır. Ham ABS malzemenin Izod darbe dayanımı değeri yaklaşık 39,58 kJ/m² olarak tespit edilmiştir. ABS1 numunenin darbe dayanımı yaklaşık % 51,2 oranda azalarak 19,32 kJ/m² değerine düşmektedir. ABS2,

ABS3 ve ABS4 numunelerinin Izod darbe dayanımları ise sırasıyla 17,49 kJ/m², 15,08 kJ/m² ve 13,96 kJ/m² olarak belirlenmiştir.



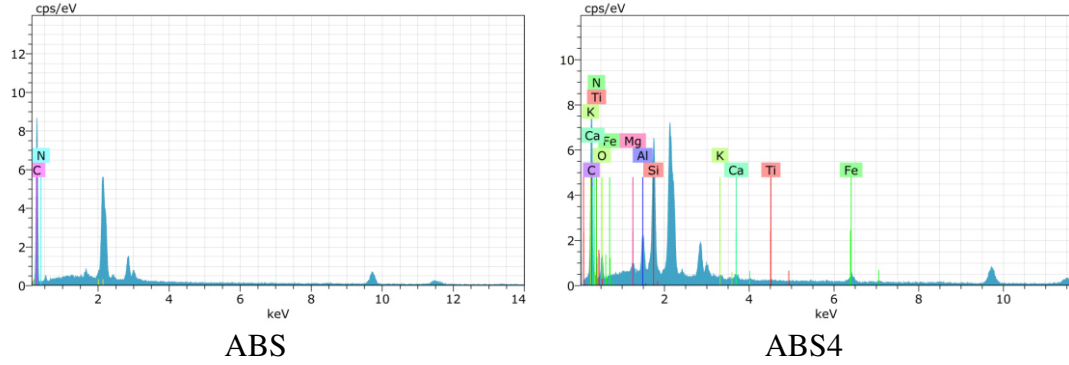
Şekil 6.52: ABS ve kompozitlerin (% 5-30 FA) çentiksiz numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri.

Ham ABS ve % 30 FA içeren ABS4 kompozit malzemenin Izod darbe testi hasar kesiti üzerinde 1000x büyütmedeki SEM görüntüleri Şekil 6.53'te verilmiştir. SEM incelemelerinde matris içinde FA partiküllerinin homojen bir dağılımı görülmektedir.



Şekil 6.53: ABS ve ABS4 kompozitin çentikli numunelerinin Izod darbe testi hasar kesiti SEM görüntüleri.

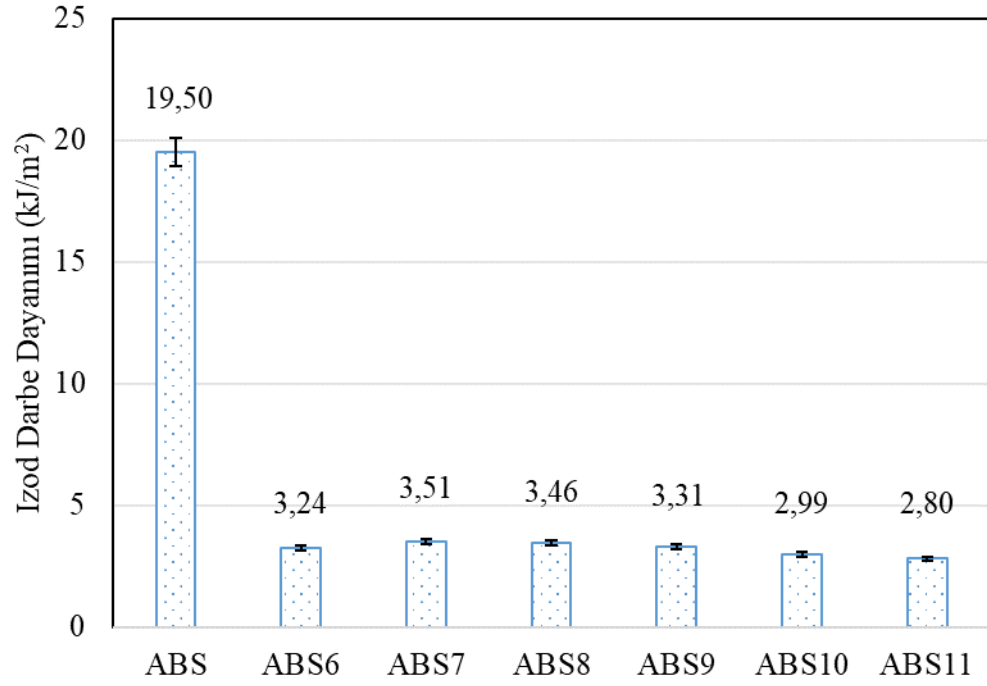
Şekil 6.54'te verilen EDX sonuçlarında ise ABS numunede sadece C ve N atomları görülmektedir. ABS4 numunede ise % 30 orandaki FA içeriği sebebiyle başta Si, Al ve Fe olmak üzere bazı FA kaynaklı elementlerin bulunduğu anlaşılmaktadır.



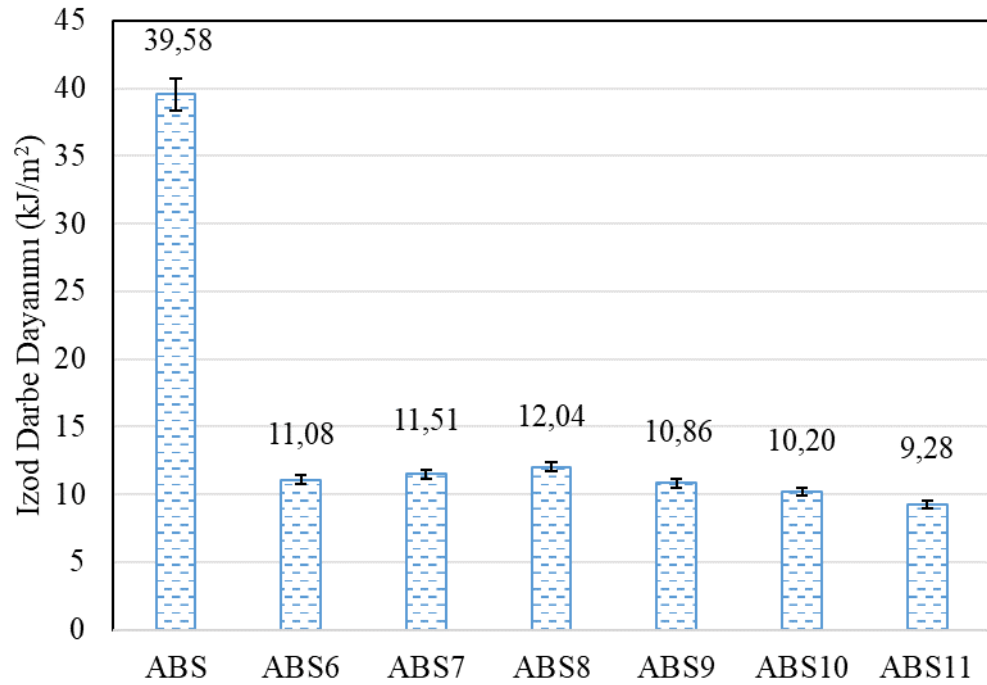
Şekil 6.54: ABS ve ABS4 kompozitin çentikli numunelerinin Izod darbe testi hasar kesiti EDX analiz sonuçları.

ABS ve kompozit malzemelerin (% 25 FR ve % 1 - 5 FA) çentikli numunelerinin Izod darbe dayanımları Şekil 6.55'te karşılaştırılmıştır. % 25 FR ilavesi darbe dayanımında dikkate değer düşüşe sebep olmuştur. ABS6 malzemenin darbe dayanım değeri 3,24 kJ/m² olarak belirlenmiştir (Bachinger ve diğ. 2022, Yıldız ve diğ. 2023). Yine % 1, % 2 ve % 3 FA ilavesi ile ABS7, ABS8 ve ABS9 numunelerde az da olsa darbe dayanımlarında artış meydana gelerek 3,51 kJ/m², 3,46 kJ/m² ve 3,31 kJ/m² görülmektedir. ABS10 ve ABS11 numunelerde ise darbe dayanımları 2,99 kJ/m² ve 2,80 kJ/m² olarak elde edilmiştir.

Şekil 6.56'da ise çentiksiz numunelerin Izod darbe dayanımları verilmiştir. ABS numunede 39,58 kJ/m² darbe dayanımı ölçülmüştür. % 25 FR ilavesiyle ABS6 numunede büyük oranda düşüş meydana gelerek darbe dayanımı 11,08 kJ/m² değerine gerilemiştir. % 1 ve % 2 FA ilavesiyle ABS7 ve ABS8 numunelerde 11,51 kJ/m² ve 12,04 kJ/m² değerleri elde edilmiş daha fazla uçucu kül ilavesiyle ABS9, ABS10 ve ABS11 numunelerde 10,86 kJ/m², 10,20 kJ/m² ve 9,28 kJ/m² değerlerine düşme görülmüştür. Darbe dayanımı % 25 FR yanında ilave edilen % 2 ye kadar FA'dan olumlu etkilenirken FA oranı % 3, % 4 ve % 5 değerlerine yükseldiğinde bir miktar olumsuz etkilenmektedir.

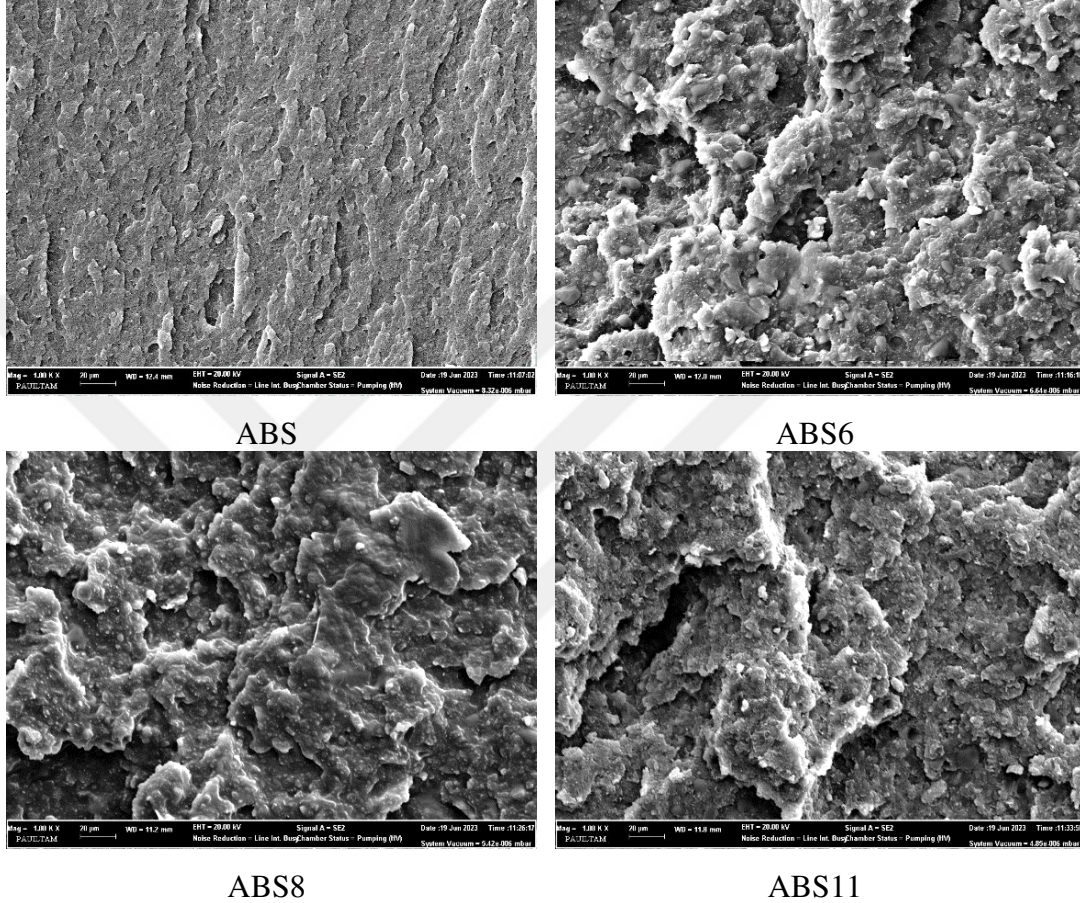


Şekil 6.55: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) çentikli numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri.



Şekil 6.56: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) çentiksiz numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri.

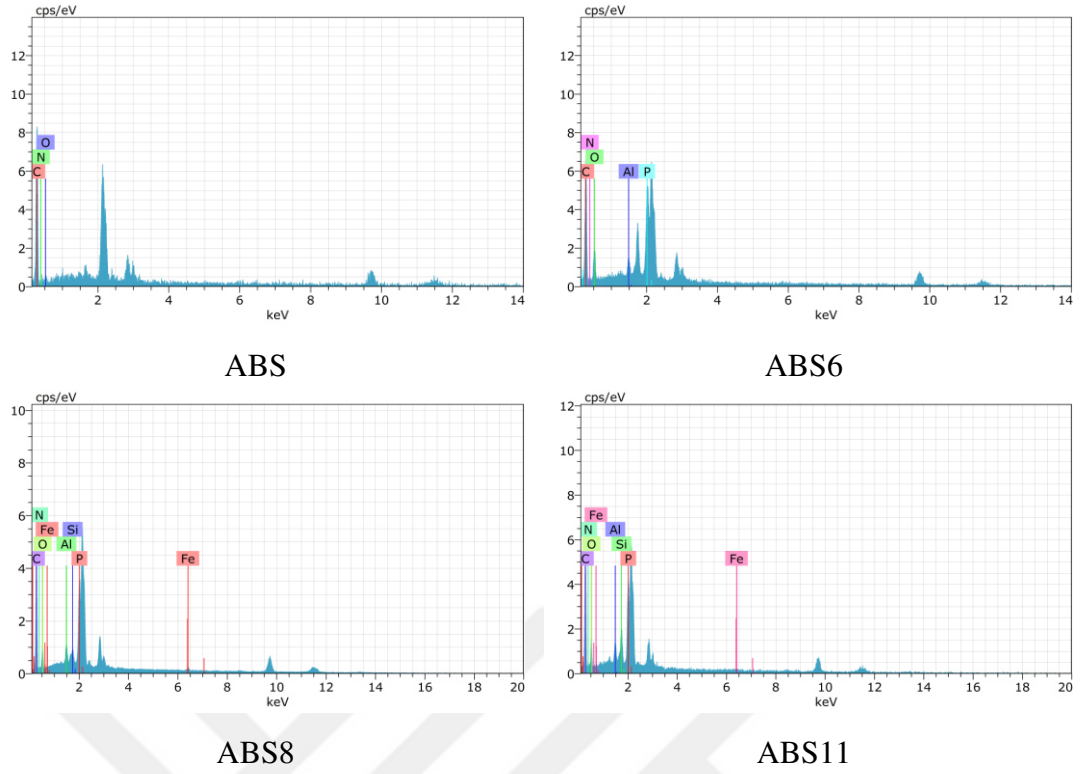
Ham ABS, ABS6, ABS8 ve ABS11 malzemelerin çentikli Izod darbe testi sırasında çekicinin hasar oluşturduğu kesit üzerinden 1000x büyütmede SEM görüntüleri elde edilerek Şekil 6.57’de verilmiştir. SEM incelemelerinde ABS matrisi içinde FR bileşenleri (APP ve AlPi) ve FA partiküllerinin homojen bir dağılıma sahip olduğu görülmektedir.



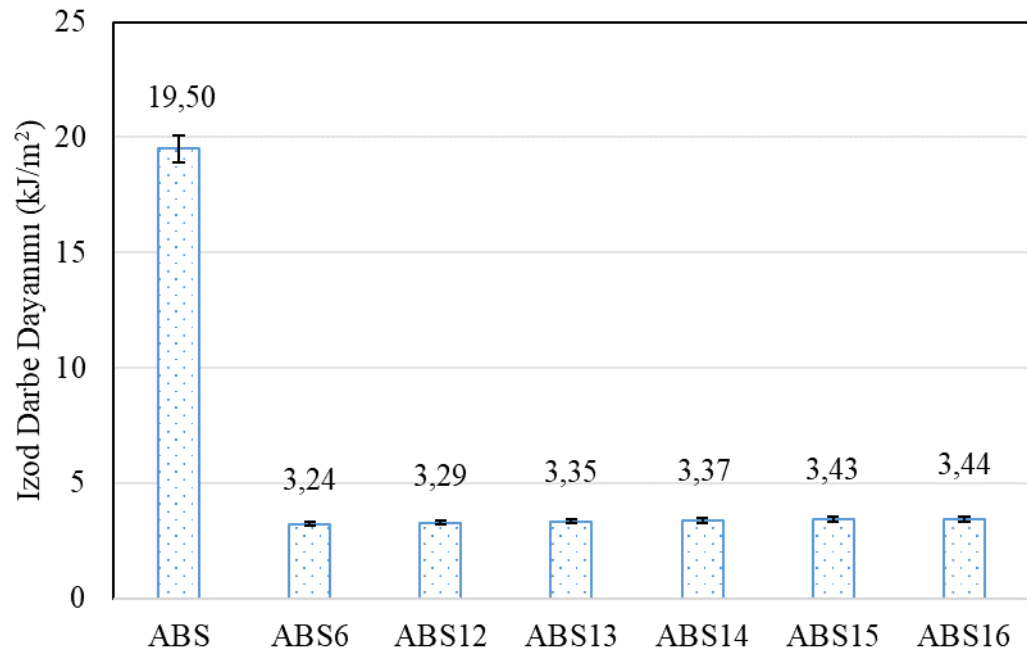
Şekil 6.57: ABS ve ABS6, ABS8 ve ABS11 kompozitlerin çentikli numunelerinin Izod darbe testi hasar kesiti SEM görüntüleri

Şekil 6.58’de verilen EDX sonuçlarından ABS numunede sadece C ve N atomları gözükürken ABS6 numunede ise % 25 orandaki FR içeriği sebebiyle C, N, O, Al ve P elementlerinin de bulunduğu belirlenmiştir. FR/FA içeren numunelerden örnekler olarak ABS8 ve ABS11 numunelerde ise C, N, O, Al ve P elementleri yanında Si, Al ve Fe olmak üzere bazı FA kaynaklı elementlerin de yer aldığı görülmektedir.

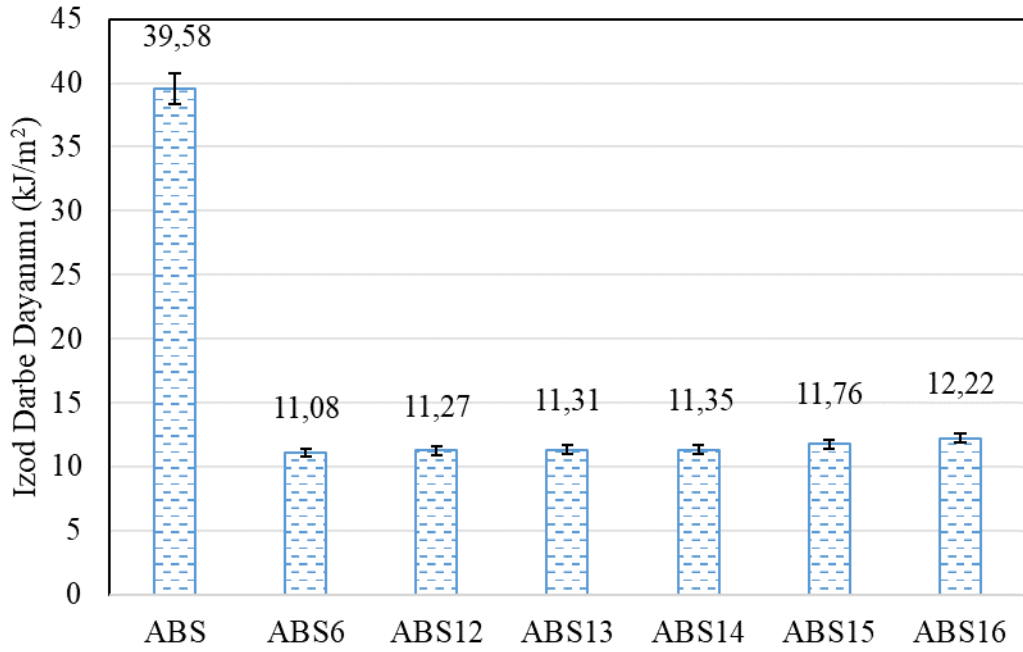
ABS ve % 20- 24 FR/% 1 - 5 FA içeren kompozit malzemelerin çentikli ve çentiksiz numunelerinin Izod darbe dayanımları Şekil 6.59 ve Şekil 6.60’ta karşılaştırılmıştır. Genel olarak FR ilavesi ile düşen değerlerin, FA ilaveleri ile az bir miktar arttığı tespit edilmiştir.



Şekil 6.58: ABS ve ABS6, ABS8 ve ABS11 kompozitlerin çentikli numunelerinin Izod darbe testi hasar kesiti EDX sonuçları.



Şekil 6.59: ABS ve kompozitlerin (% 20 - 24 FR ve % 1 - 5 FA) çentikli numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri.

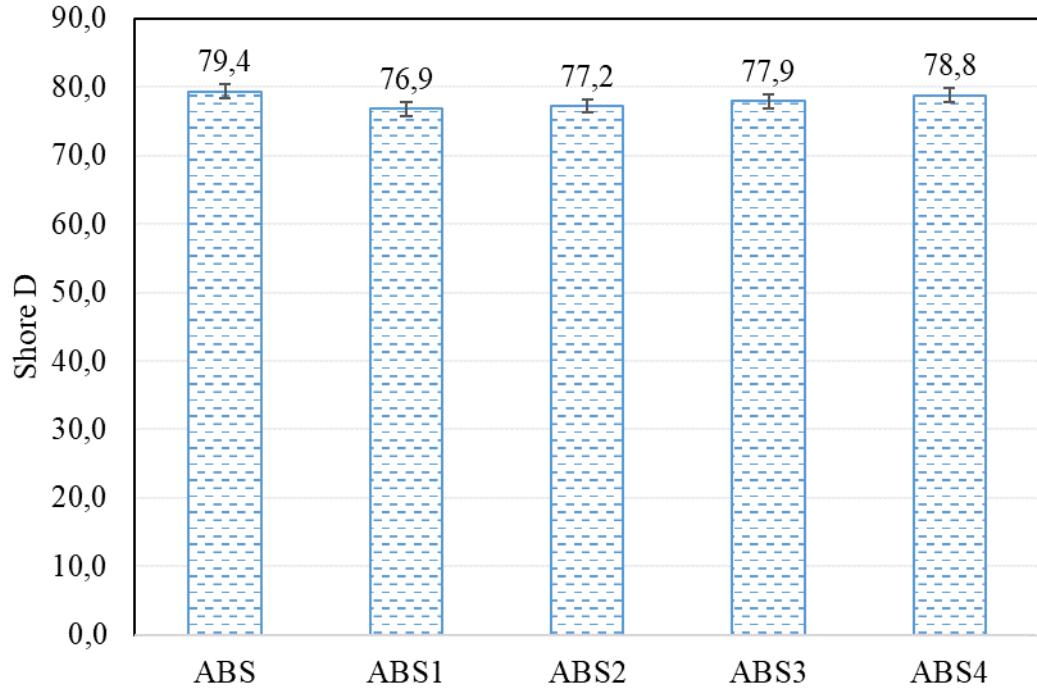


Şekil 6.60: ABS ve kompozitlerin (% 20 - 24 FR ve % 1 - 5 FA) çentiksiz numunelerinin Izod darbe dayanım değerleri.

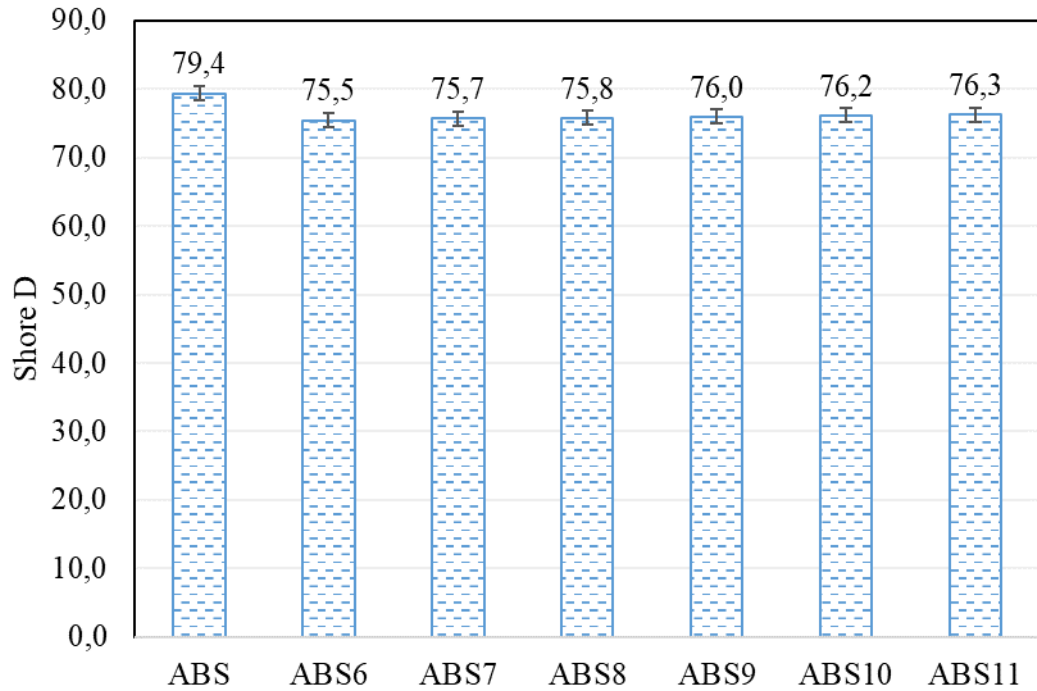
6.3.3 Shore D Sertlik Ölçüm Testleri

ABS ve % 5 - % 30 FA oran aralığında elde edilen kompozit malzemelerin Shore D sertlik değerleri Şekil 6.61’de görülmektedir. Ham ABS numunenin sertlik değeri 79,4 Shore D olarak ölçülmüştür (Madkour ve diğ. 2021). Sadece uçucu kül ilavelerinin malzemelerde sertlik değerlerinde büyük değişikliklere sebep olmadığı görülmüştür. % 5 FA içeren numunede 76,9 değerine düşen sertlik değerinde artan FA dolgu maddesiyle artış meydana geldiği görülmektedir. ABS1, ABS2, ABS3, ABS4 ve ABS5 malzemeler için sırasıyla 76,9, 77,2, 77,9 ve 78,8 olarak ölçülmüştür.

ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1 - 5 FA) Shore D sertlik değerleri Şekil 6.62’de yer almaktadır. ABS içerisine % 25 FR ilavesiyle elde edilen ABS6 malzemenin sertlik değeri 75,5 Shore D değerine gerilemiştir. Ancak % 25 FR ve % 1 – 5 FA ilave edilen malzemelerde ABS6’ya göre % 0,3 ile % 1,1 aralığında küçük oranda artışlar görülmüştür. ABS7, ABS8, ABS9, ABS10 ve ABS11 malzemelerinin sertlik değerleri sırasıyla 75,7, 75,8, 76,0, 76,2 ve 76,3 değerlerine ulaşmaktadır.



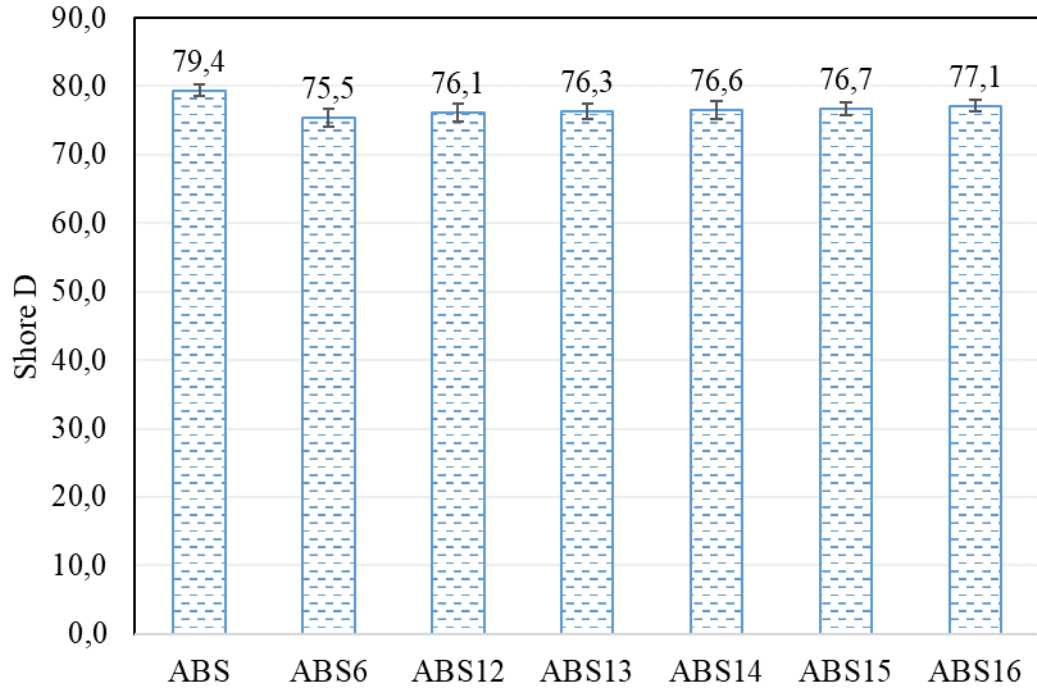
Şekil 6.61: ABS ve kompozitlerin (% 5-30 FA) Shore D sertlik değerleri.



Şekil 6.62: ABS ve kompozitlerin (% 25 FR ve % 1-5 FA) Shore D sertlik değerleri.

ABS ve kompozitlerin (% 20 - 24 FR ve % 1 - 5 FA) Shore D sertlik değerleri ise Şekil 6.63'te verilmiştir. % 25 FR ilavesiyle 75,5 olan ABS6 malzemenin sertlik değeri azalan FR ve ilave edilen FA etkisiyle artış göstermiştir. ABS12, ABS13,

ABS14, ABS15 ve ABS16 malzemelerinin sertlik deęerleri sırasıyla 76,1, 76,3, 76,6, 76,7 ve 77,1 olarak elde edilmiřtir. Sertlik deęerleri ABS6 ile karřılařtırıldıęında sertliklerdeki artıř oranları ise yaklařık % 0,8, % 1,1, % 1,5 ve % 1,6 ve % 2,1 olarak tespit edilmiřtir.



řekil 6.63: ABS ve kompozitlerin (% 20-24 FR ve % 1-5 FA) Shore D sertlik deęerleri.

7. YANMA MODELLEME ÇALIŞMALARI

Malzemelerin belirlenen ısı akıları altında ısıl bozunma ve yanma davranışlarını belirlemek için farklı yanma modelleme programları kullanılmaktadır. Yanma modellemesinde kullanılan yazılım/programlara örnek olarak FDS (Fire Dynamics Simulator), ThermaKin, Gpyro gibi programlar verilebilir (Nakrani ve diğ. 2023, Stoliarov ve diğ. 2010, Lautenberger ve Fernandez-Pello 2009). Bu tez kapsamındaki çalışmalarda ise FDS programı kullanılmıştır.

7.1 FDS (Fire Dynamics Simulator) Programı

FDS, malzemelerin yanma davranışlarını belirlemek için kullanılan hesaplamalı akışkanlar dinamiği programıdır. Fortran programlama dil yapısında geliştirilmiş olan bu program korunum denklemlerini sayısal olarak çözmektedir. Bu program ile HRR, MLR, ısı değerleri ve sıcaklık dağılımları gibi özellikler çıktı olarak alınabilmektedir. Ayrıca FDS sonuçlarının görselleştirilmesinde ilave program olarak “Smokeview” programı kullanılmaktadır. “Smokeview” aracılığı ile simülasyon sonrası malzemenin yanma olayında meydana gelen akışın, ısı çıkışı, HRR ve sıcaklık oluşumu ve dağılımlarının izlenmesi ve belirlenen zaman ölçeği aralığında değişiminin takip edilmesi mümkün olmaktadır (McGrattan ve diğ. 2023^a).

FDS’nin çözüm yaparken kullandığı temel denklemler aşağıda verilmiştir (McGrattan ve diğ. 2023^b).

$$\text{Kütlenin korunumu: } \frac{\partial \rho}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho \mathbf{u}) = 0 \quad (7.1)$$

$$\text{Momentum korunumu: } \rho \frac{\partial \mathbf{u}}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho \mathbf{u} \mathbf{u}) + \nabla p = \rho \mathbf{g} + \mathbf{f}_b + \nabla \cdot \boldsymbol{\tau}_{ij} \quad (7.2)$$

$$\text{Enerjinin korunumu: } \frac{\partial}{\partial t} (\rho h_s) + \nabla \cdot (\rho h_s \mathbf{u}) = \frac{D\bar{p}}{Dt} + \dot{q}''' + \dot{q}_b''' - \nabla \cdot \dot{q}'' \quad (7.3)$$

$$\text{İdeal gaz denklemi: } p = \frac{\rho RT}{M} \quad (7.4)$$

Denklemlerde ρ yoğunluğu, u hızı, p basıncı, g yerçekimi ivmesini, f_b direnç kuvveti, T_{ij} viskoz gerilmeyi, h_s entalpiyi, $\dot{q}'''$ birim hacim için ısı yayılma oranını, $\dot{q}_b'''$ küçük ölçekli damlacıklar ve partiküllere transfer edilen enerjiyi, $\nabla \cdot \dot{q}''$ iletim, difüzyon ve ışıınım yoluyla olan ısı akılarını, R universal gaz sabiti, T sıcaklık ve M ise moleküler kütleyi belirtir (McGrattan ve diğ. 2023^b).

Yanma olayı, yakıt ve oksijenin kimyasal reaksiyonu sonucu oluşmaktadır. FDS, yanma modeli olarak tek basamaklı karışım oranına dayanan model kullanmaktadır. Aşağıda yanma reaksiyonunun basit bir gösterimi verilmiştir (McGrattan ve diğ. 2023^a, McGrattan ve diğ. 2023^b).



FDS Giriş Dosyası Oluştururken Kullanılan Komutlar

“Fire Dynamics Simulator” programı, içerisinde yöntem ve malzeme parametrelerine ilişkin veriler bulunan “.fds” uzantılı bir giriş(input) dosyası ile çalıştırılır. Giriş dosyası hazırlarken kullanılan komutların açıklamaları Tablo 7.1’de verilmiştir.

Tablo 7.1: FDS giriş dosyasındaki komutların açıklamaları.

Giriş Verisi	Değer
HEAD	HEAD CHID='POLIMER', TITLE='75 kW/m²' HEAD CHID: Giriş dosyasının isminin yazıldığı alandır. TITLE: Giriş dosyası hakkında açıklayıcı başlığın yazıldığı alandır.
MESH	MESH IJK=20,20,10, XB=-0.1,0.1,-0.1,0.1,0,0.45 IJK: x, y ve z eksenleri boyunca modelin ölçüleri göz önüne alınarak dikdörtgen prizmatik birimler oluşturacak şekilde tasarlandığı alandır. XB: Parça boyutlarını belirtir.
TIME	TIME T_END=1000./ TIME T_END: Simülasyonun süresini s cinsinden belirtir.

Tablo 7.1: FDS giriş dosyasındaki komutların açıklamaları (devamı).

REAC	REAC FUEL='POLIMER', C=3, H=6, N=1, O=2 SOOT_YIELD=0.024 / REAC: Reaksiyon değişkenlerinin belirtildiği alandır. FUEL: Reaksiyonda yer alan yakıt türlerini belirtmek için kullanılır. C=3., H=6, O=2, N=1: Yakıt türlerinin kimyasal formülünü belirtir. FDS ortamında sadece H, C, N ve O tanımlanabilmektedir. SOOT_YIELD: Yakıtın kütlece is partikülüne dönüştürülen oranını belirtir.
MATL	MATL ID='FOAM' N_REACTIONS=1. A=1.5E+08, E=122.5E+03, EMISSIVITY=0.88, DENSITY=45. SPEC_ID='POLIMER' NU_SPEC=0.50 HEAT_OF_REACTION=775. HEAT_OF_COMBUSTION=26000 CONDUCTIVITY = 0.034 SPECIFIC_HEAT = 1.4 / MATL: Malzemelerin özelliklerini tanımlandığı alandır. N_REACTIONS: Reaksiyon sayısını belirtir. A: Üstel faktör (s⁻¹). TGA analizleriyle elde edilebilir. E: Aktivasyon enerjisi (J/mol). TGA analizleriyle elde edilebilir. EMISSIVITY: Yayıcılık katsayısı DENSITY: Maddenin yoğunluğu (kg/m³). SPEC_ID: Gaz türünü tanımlamak için kullanılır. NU_SPEC: Gazlaşan ürün miktarını belirtir. HEAT_OF_REACTION: Reaksiyon ısısı (kJ/kg). DSC testleriyle elde edilir. HEAT_OF_COMBUSTION: Yanma ısısı (kJ/kg). Mikro ölçekli yanma kalorimetresi (MCC) ve konik kalorimetre testleri sonucu elde edilir. CONDUCTIVITY: Isı iletim katsayısı (W/m·K). SPECIFIC_HEAT: Özgül ısı (kJ/kgK). DSC testleriyle elde edilir.
SURF	SURF ID='SAMPLE' COLOR='BLACK' MATL_ID='FOAM' THICKNESS=0.05 EXTERNAL_FLUX=35. / SURF: Akış alanındaki tüm katı yüzeylerin veya açıklıkların yapısını tanımlamak için kullanılır. THICKNESS: Modelin kalınlığı (m). EXTERNAL_FLUX: Isıl enerji kaynağı tarafından yüzeye uygulanan harici ısı akısı (kW/m²).

Tablo 7.1: FDS giriş dosyasındaki komutların açıklamaları (devamı).

OBST	OBST XB=-0.05,0.05,-0.05,0.05,-0.06,0.00, SURF_IDS='SAMPLE','INERT','INERT' / OBST: Geometrinin boyutları ve yüzey özelliklerini içerir.
VENT	VENT MB='XMIN', SURF_ID='OPEN' / VENT MB='XMAX', SURF_ID='OPEN' / VENT MB='YMIN', SURF_ID='OPEN' / VENT MB='YMAX', SURF_ID='OPEN' / VENT MB='ZMIN', SURF_ID='OPEN' / VENT MB='ZMAX', SURF_ID='OPEN' / VENT: Havalandırma değişkenlerini belirtir. Engellere veya dış cidarlara bitişik düzlemleri tanımlamak için kullanılır. Dış cidar belirtmek için, MB (Mesh Sınırı) kullanılır. Üç eksendeki MB, 'XMAX', 'XMIN', 'YMAX', 'YMIN', 'ZMIN', 'ZMAX' düzlemlerini belirtir. OPEN: Sadece havalandırma, hesaplamalı alanın dış sınırına uygulandığında kullanılır, burada dışa pasif bir açıklık gösterilir.
DUMP	DUMP DT_DEVC=2., SIG_FIGS=4 / DUMP: Çıktı dosyalarının yazılma hızını kontrol eden ve çıktı dosyalarıyla ilişkili diğer genel değişkenleri içerir. DT_DEVC: Çıktı sonuçlarını belirlenen süre aralıklarıyla kaydeder. SIG_FIGS: "Output" dosyadaki sayı hassasiyetini belirlemek için kullanılır.
DEVC	DEVC XB=-0.1,0.1,-0.1,0.1,-0.05,0.45, QUANTITY='HRRPUV', ID='HRR' / DEVC XYZ=0.0,0.0,0.0, IOR=3, QUANTITY='WALL TEMPERATURE', ID='temp' / DEVC XYZ=0.0,0.0,0.0, IOR=3, QUANTITY='BURNING RATE', ID='MLR' / DEVC XYZ=0.0,0.0,0.0, IOR=3, QUANTITY='WALL THICKNESS', ID='thick' / DEVC XYZ=0.0,0.0,0.0, IOR=3, QUANTITY='GAUGE HEAT FLUX', ID='flux' / DEVC XYZ=0.0,0.0,0.0, IOR=3, QUANTITY='NET HEAT FLUX', ID='flux' / DEVC XYZ: Belirli bir noktadaki büyüklüğü belirlemek için kullanılır. IOR=3: Pozitif z yönüne bakan bir cidarın yüzey sıcaklığını belirtir. IOR=1 pozitif x, -1 ise negatif x; 2 olursa pozitif y, -2 olduğunda negatif y yönünde yönelim gösterir.
SLCF	SLCF PBX=0., QUANTITY='TEMPERATURE' / SLCF PBX=0., QUANTITY='HRRPUV' / SLCF: Çeşitli gaz fazı niceliklerini birden fazla noktada kaydetmenizi sağlar.
BNDF	BNDF QUANTITY='WALL TEMPERATURE' / BNDF QUANTITY='GAUGE HEAT FLUX' / BNDF QUANTITY='BURNING RATE' / BNDF QUANTITY='NET HEAT FLUX' / BNDF: Tüm katı engellerde yüzey niceliklerini kaydetmenizi sağlar.
TAIL	TAIL / TAIL: Programın bittiğini belirtir.

7.2 HDPE Polimerin FDS Yanma Modelleme Çalışmaları

HDPE polimer malzemenin konik kalorimetre yanma deneylerinden elde edilen sonuçlar 4. Bölümde sunulmuştur. Bu bölümde HDPE malzemenin konik kalorimetre testindeki yanmasının FDS programı ile modellenenebilmesi için gerekli bilgiler verilmiştir.

HDPE Polimerin FDS Giriş Verileri

FDS programı ile modelleme çalışmalarının sürdürülmesi için malzeme, model ve test verilerin girildiği bir dosyaya ihtiyaç duyulmaktadır. Ham HDPE malzemenin yoğunluk, ısı iletim katsayısı, özgül ısı, reaksiyon ısısı, yanma ısısı, üstel faktör ve aktivasyon enerjisi verileri yapılan deneysel çalışmalarla belirlenmiştir. Giriş parametreleri HDPE polimer malzeme için Tablo 7.2’de ve FA dolgu maddesi için ise Tablo 7.3’te verilmiştir.

Tablo 7.2: HDPE malzeme için giriş parametreleri.

Özellik	Birim	Değer	Kaynak
Yoğunluk	kg/m ³	900 ± 30	Ölçüm sonuçlarına göre
Isı iletim katsayısı	W/m·K	0,451 (sıcaklığa göre değişim)	Ölçüm sonuçlarına göre ve Dos Santos ve diğ. 2013
Özgül ısı	kJ/kgK	2,0 - 27,0 (sıcaklığa göre değişim)	DSC analizleri
Reaksiyon ısısı	kJ/kg	1050 ± 70	TG-DTA analizleri
Yanma ısısı	kJ/kg	44111 ± 300	Konik kalorimetre testi
Reaksiyon	-	1	-
Üstel faktör	1/s	8,75x10 ¹⁶ – 2,05x10 ²¹	TG-DTA analizleri
Aktivasyon enerjisi	kJ/kmol	2,7x10 ⁵ – 3,3x10 ⁵	TG-DTA analizleri
Yayıcılık	-	0,92	Stoliarov ve diğ. 2009
Absorpsiyon katsayısı	1/m	1300	Stoliarov ve diğ. 2009
İs verimi	g/g	0,06	Khan ve diğ. 2016
CO verimi	g/g	0,024	Khan ve diğ. 2016

Ayrıca çözüm için FDS giriş dosyasında bulunması gereken ve sıcaklığa bağlı değişim gösteren özelliklerden ısı iletim katsayısı ve özgül ısı değerleri FDS ile değişken (“Ramp” komutu ile) tanımlanmıştır. Bölüm 7.1 de belirtilen komutlar ve Tablo 7.2 ve Tablo 7.3’teki veriler kullanılarak FDS giriş dosyası hazırlanarak çalışmalar gerçekleştirilmiştir.

Tablo 7.3: FA dolgu maddesi için giriş parametreleri.

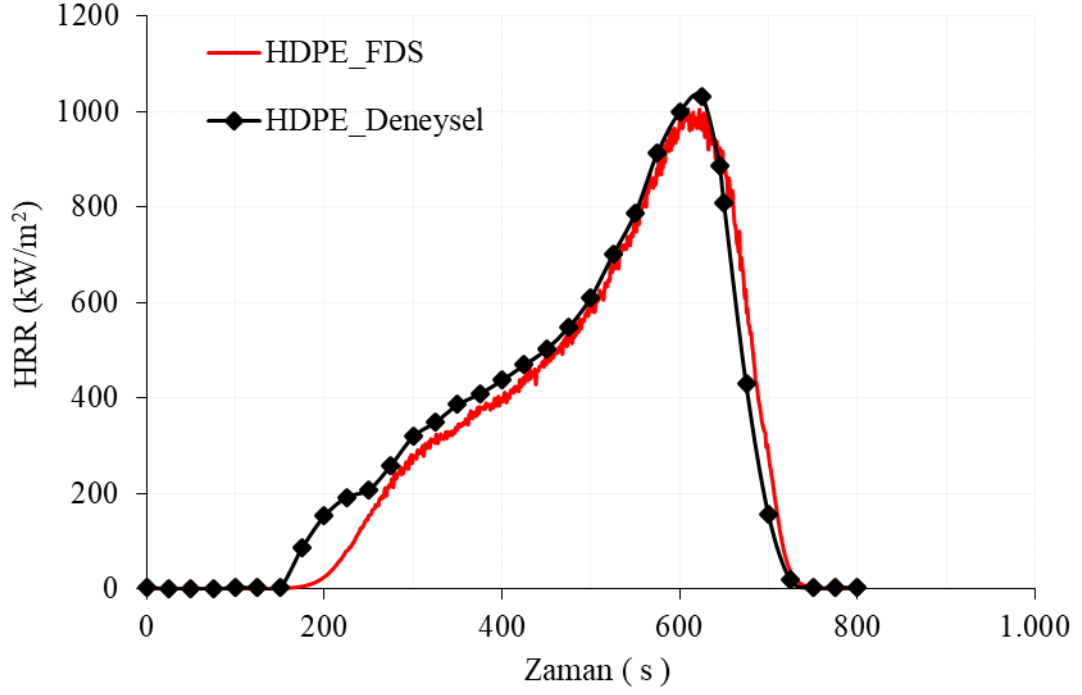
Özellik	Birim	FA
Yoğunluk	kg/m ³	2100 (Bentz ve diğ. 2011)
Isı iletim katsayısı	W/m·K	1,7 (Kanti ve diğ. 2020)
Özgül ısı	kJ/kgK	0,72 (Bentz ve diğ. 2011)
Yayıcılık	-	0,3-0,8 (Jones ve diğ. 2019)

HDPE ve Kompozit Malzemelerin FDS Simülasyonları

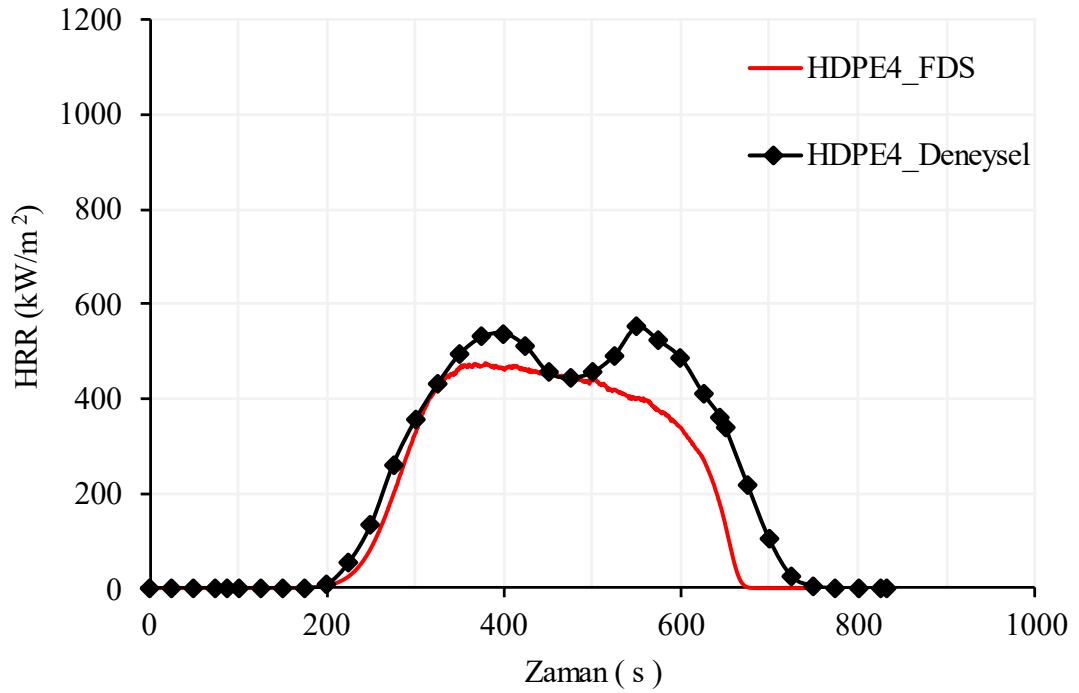
Bu bölümde FDS yazılımı kullanılarak ham HDPE malzeme için 35 kW/m² ısı akısındaki yanma modellenerek HRR ve MLR sonuçları deneysel sonuçlarla karşılaştırılmıştır. Şekil 7.1’de ham HDPE malzemenin deneysel ve modelleme çalışmalarından elde edilen HRR değerlerinin karşılaştırıldığı grafik yer almaktadır.

Deneysel ve FDS simülasyonu sonucunda elde edilen PHRR, yanma sonu ve HRR değişimi değerlerinin çok büyük oranda benzerlik gösterdiği grafikte açıkça görülmektedir. Deneysel sonuçlara göre HDPE malzemenin tutuşma zamanı olan 153 s sonrasında HRR değerinde hızlı bir artış meydana gelmekte ancak FDS yanma simülasyonlarında yine tutuşma zamanı uyuşmakla beraber başlangıçta yavaş ilerleyen bir yanma izlenmiştir. 250 s sonrasında ise yanma simülasyonu deneysel sonuçlarla hemen hemen aynı yolu izleyen bir sonuç ortaya çıkarmıştır.

Şekil 7.2’de % 30 FA içeren HDPE4 malzemenin deneysel ve modelleme çalışmalarıyla elde edilen HRR sonuçları verilmiştir. TTI değeri benzer olmakla birlikte PHRR değerinin modellemede daha düşük olduğu ve yanmanın yaklaşık 100 °C daha erken tamamlandığı görülmektedir.



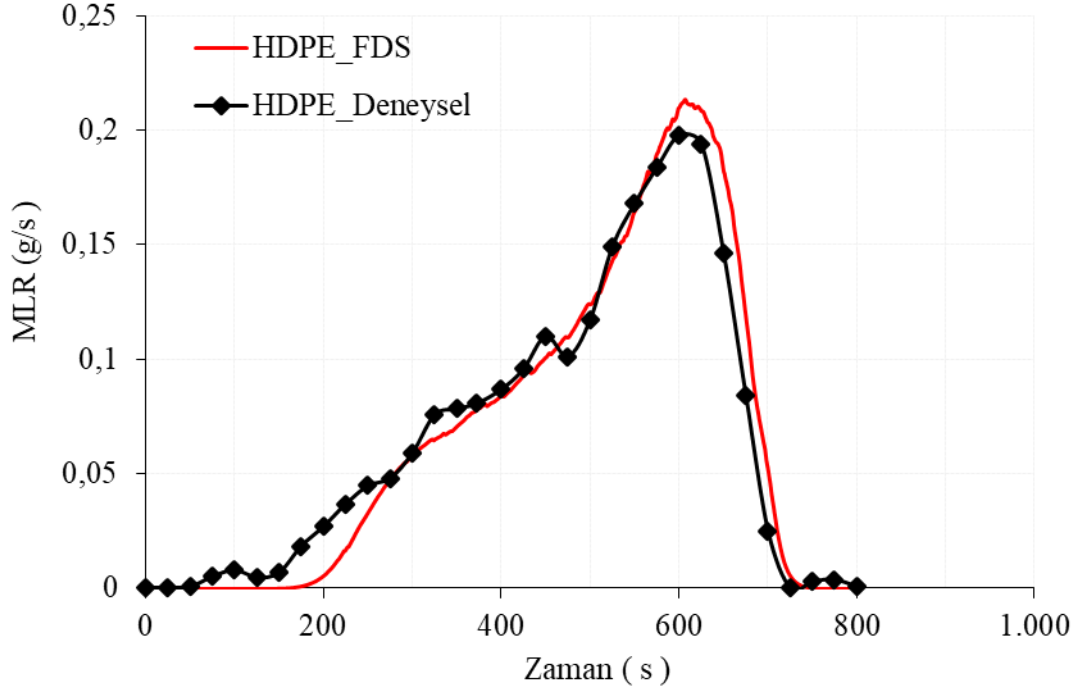
Şekil 7.1: Ham HDPE malzemenin deney ve simülasyon ile elde edilen HRR sonuçları.



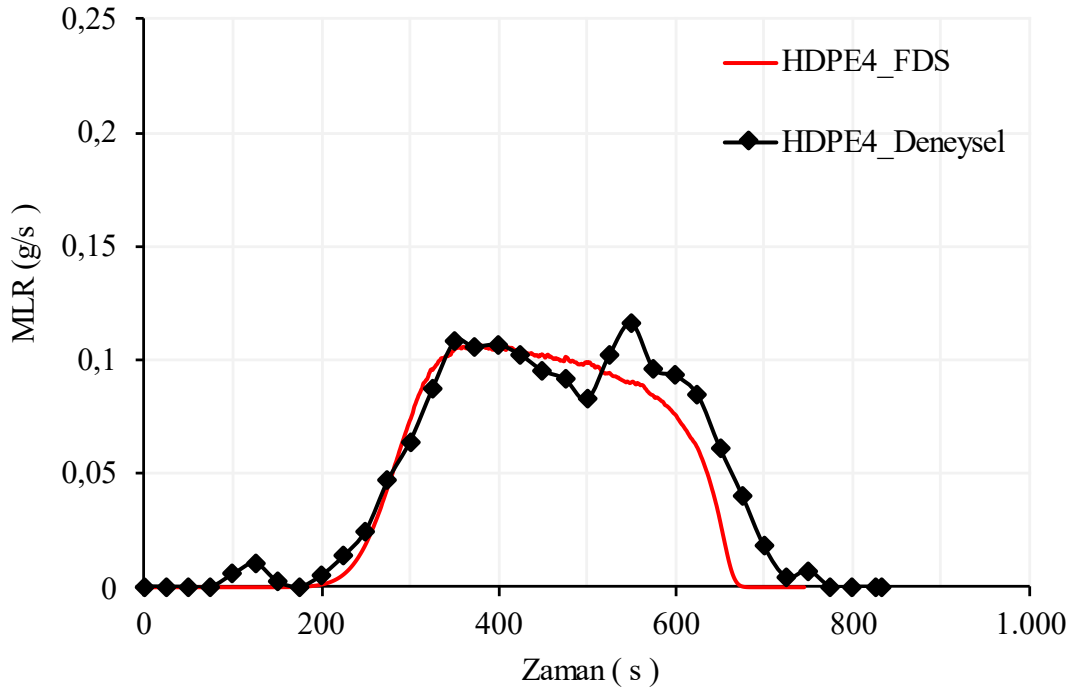
Şekil 7.2: HDPE4 malzemenin deney ve simülasyon ile elde edilen HRR sonuçları.

Ham HDPE malzemenin MLR değerlerinin karşılaştırıldığı grafik Şekil 7.3'te verilmiştir. Deneysel ve FDS simülasyonlarından elde edilen MLR grafikleri karşılaştırıldığında HRR grafiklerinde olduğu gibi büyük benzerlik gösteren sonuçlar ortaya çıkmıştır. Ayrıca Şekil 7.4'te HDPE4 malzemenin MLR değerlerinin deneysel

ve modelleme sonuçları karşılaştırılmıştır. MLR grafiğinde de tutuşma başlangıcı uyumu bulunmakla birlikte simülasyonda yanmanın yaklaşık 100°C erken sona erdiği görülmektedir.



Şekil 7.3: Ham HDPE malzemenin deney ve simülasyon ile elde edilen MLR sonuçları.



Şekil 7.4: HDPE4 malzemenin deney ve simülasyon ile elde edilen MLR sonuçları.

7.3 PP Polimerin FDS Yanma Modelleme Çalışmaları

PP polimer malzemenin konik kalorimetre yanma deneylerinden elde edilen sonuçlar 5. Bölümde sunulan sunulmuştur. Bu bölümde ise PP malzemenin konik kalorimetre testlerinin dinamik yanma modelleme programı olan FDS ortamında modellenmesi ve simülasyonlarının gerçekleştirilerek sonuçlarının deneysel sonuçlarla karşılaştırması yapılmıştır.

PP Polimerin FDS Giriş Verileri

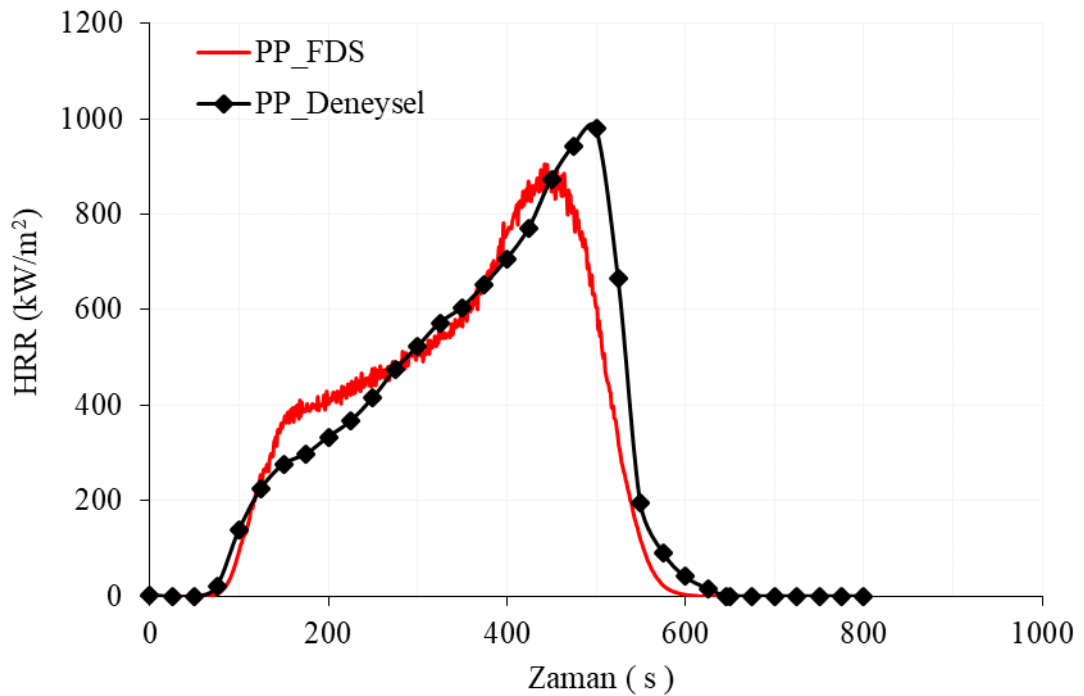
Ham PP malzemenin fds giriş dosyasında malzeme özelliklerini tanımlamak üzere yoğunluk, ısı iletim katsayısı, özgül ısı, reaksiyon ısısı, yanma ısısı, üstel faktör ve aktivasyon enerjisi verileri yapılan deneysel çalışmalarla belirlenmiştir. “Ramp” komutu kullanılarak malzemeye ait sıcaklığa bağlı değişen özgül ısı ve ısı iletim katsayısı değerleri tanımlanmıştır. Giriş parametreleri Tablo 7.4’te verilmiştir.

Tablo 7.4: PP malzeme için giriş parametreleri.

Özellik	Birim	Değer	Kaynak
Yoğunluk	kg/m ³	875 ± 20	Ölçüm sonuçlarına göre
Isı iletim katsayısı	W/m·K	k=0,241 (değişken sıcaklık)	Ölçüm sonuçlarına göre ve Dos Santos ve diğ. 2013
Özgül ısı	kJ/kgK	2,0 - 10,5 (değişken sıcaklık)	DSC analizleri
Reaksiyon ısısı	kJ/kg	1906 ± 80	TG-DTA analizleri
Yanma ısısı	kJ/kg	44940 ± 300	Konik kalorimetre testi
Reaksiyon	-	1	-
Üstel faktör	1/s	2,15x10 ¹⁴ – 8,66x10 ¹⁶	TG-DTA analizleri
Aktivasyon enerjisi	kJ/kmol	2,30x10 ⁵ – 2,55x10 ⁵	TG-DTA analizleri
Yayıcılık	-	0,96	Stoliarov ve diğ. 2009
Soğurma katsayısı	1/m	966	Stoliarov ve diğ. 2009
İs verimi	g/g	0,058	Khan ve diğ. 2016
CO verimi	g/g	0,024	Khan ve diğ. 2016

PP ve Kompozit Malzemelerin FDS Simülasyonları

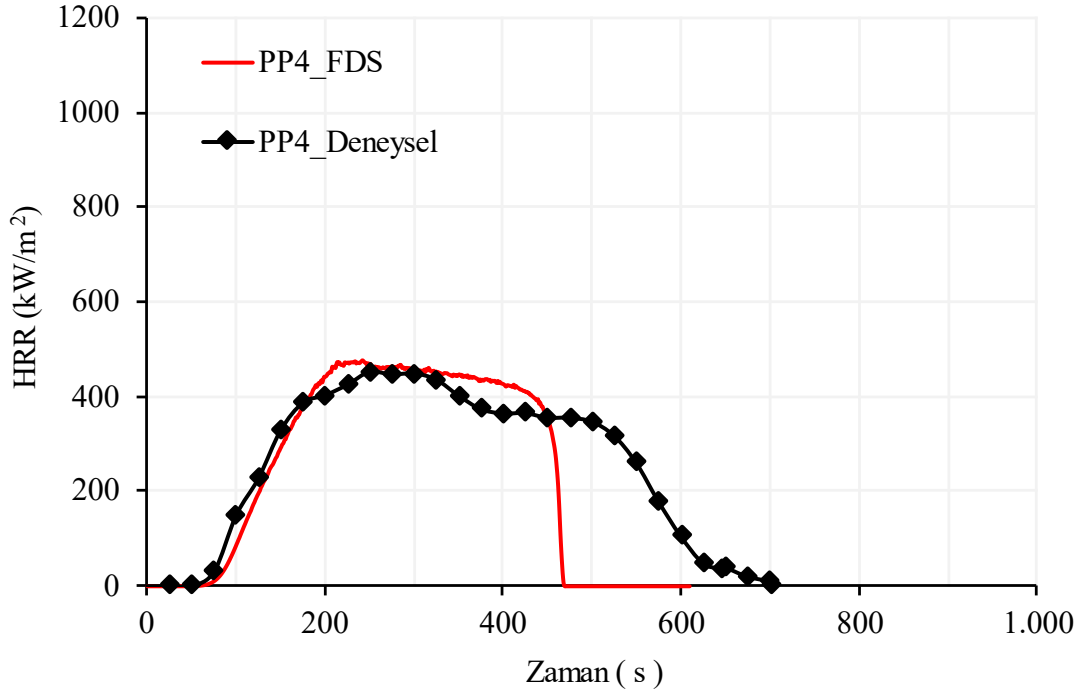
FDS yazılımı kullanılarak ham PP malzeme için 35 kW/m^2 ısı akısındaki konik kalorimetre yanma deneyi modellenerek HRR ve MLR sonuçları deneysel sonuçlarla karşılaştırılmıştır. Şekil 7.5'te ham PP malzemenin deneysel ve FDS simülasyon çalışmalarından elde edilen HRR değerlerinin karşılaştırıldığı grafik yer almaktadır. Deneysel ve FDS simülasyonu sonucunda elde edilen PHRR, yanma sonu ve HRR değişimi değerlerinin büyük oranda benzerlik gösterdiği grafikte açıkça görülmektedir. Ham PP malzemenin deneysel çalışmalarda 70 s sonra tutuşmuştur. FDS modelinde tutuşmanın yine aynı anda başladığı görülmektedir. FDS simülasyonunda tutuşma sonrasında HRR değerinde önce hızlı bir artış meydana geldiği ardından yanmanın yavaşlamasıyla HRR değerinin deneysel HRR değerlerine yaklaştığı ancak tepe noktasına daha erken ulaşarak yanmanın biraz erken tamamlandığı görülmektedir. Şekil 7.6'da ise PP4 malzemenin HRR sonuçları verilmiştir. Bu malzemelerin deneysel ve simülasyon sonuçlarında maksimum değerler yakın olmakla birlikte yanma süresi bakımından farklılıklar bulunmaktadır.



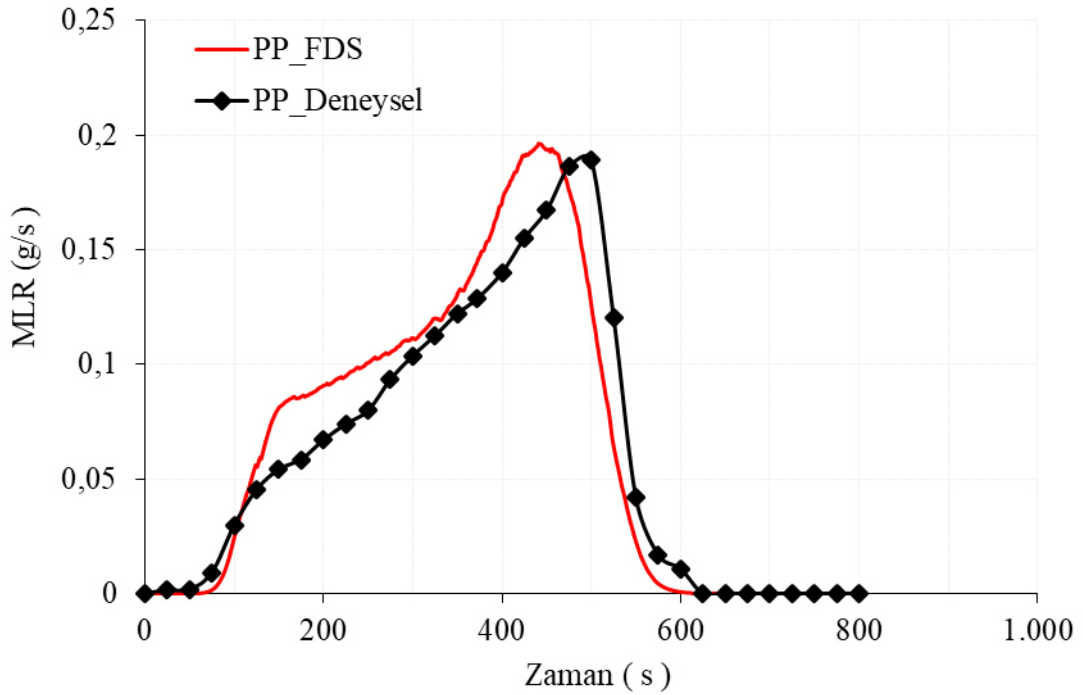
Şekil 7.5: Ham PP malzemenin deney ve simülasyon ile elde edilen HRR sonuçları.

Şekil 7.7'de yer alan ham PP malzemenin MLR grafiğinde de HRR grafiğinde olduğu gibi deneysel ve simülasyonlarından elde edilen sonuçların yakın olduğu görülebilmektedir. Şekil 7.8'de % 30 FA içeren PP4 malzemeye ait MLR sonuçları

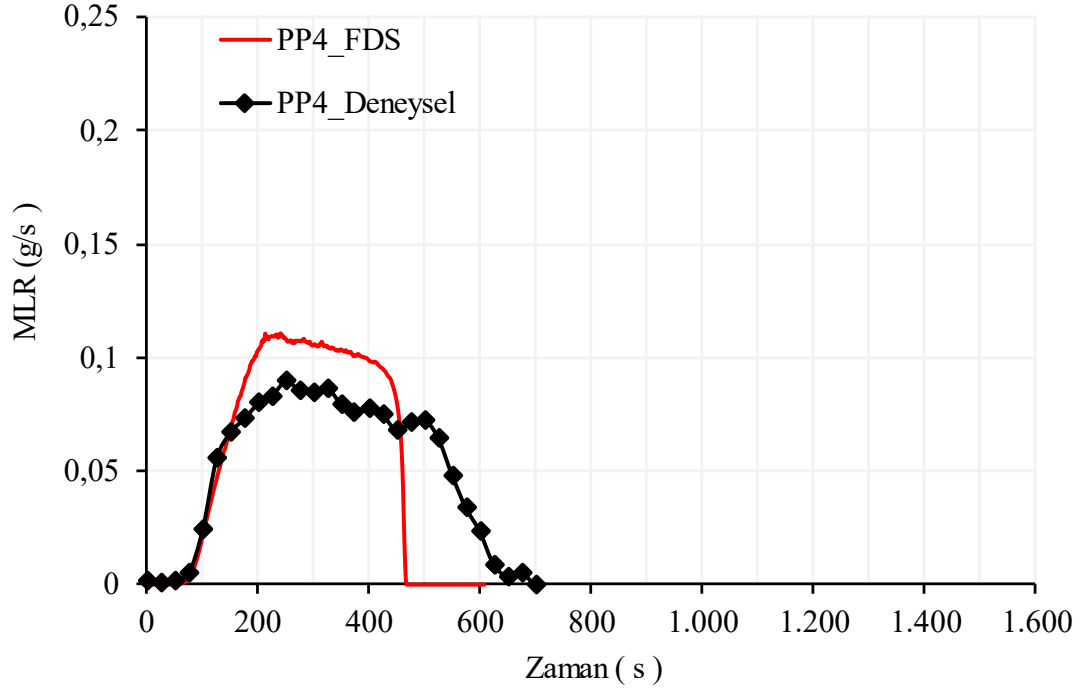
yer almaktadır. Sonuçlarda genel eğilimler benzer olmakla birlikte ilave edilen dolgu maddesinin polimere etkileri ve FDS programının bu maddelerin özelliklerini tam tanımlamaya yetmemesi sebebiyle bir miktar farklılık olduğu görülmüştür.



Şekil 7.6: PP4 malzemenin deney ve simülasyon ile elde edilen HRR sonuçları.



Şekil 7.7: Ham PP malzemenin deney ve simülasyon ile elde edilen MLR sonuçları.



Şekil 7.8: PP4 malzemenin deney ve simülasyon ile elde edilen MLR sonuçları.

7.4 ABS Polimerin FDS Yanma Modelleme Çalışmaları

ABS polimer malzemenin konik kalorimetre yanma deneylerinden elde edilen sonuçlar 6. Bölümde sunulmuştur. Bu bölümde konik kalorimetre testlerinin dinamik yanma modelleme programı olan FDS ortamında modellenmesi için gerekli bilgiler verilmiştir.

ABS Polimerin FDS Giriş Verileri

Ham ABS malzemenin FDS programında gerekli giriş dosyasında yer alması gereken yoğunluk, ısı iletim katsayısı, özgül ısı, reaksiyon ısısı, yanma ısısı, üstel faktör ve aktivasyon enerjisi verileri deneysel çalışmalarla belirlenmiştir. Ayrıca HDPE ve PP malzemelerde de olduğu gibi çözüm için FDS giriş dosyasında bulunması gereken ve sıcaklığa bağlı değişim gösteren özelliklerden ısı iletim katsayısı ve özgül ısı değerleri de diğer malzemelerde uygulandığı gibi “Ramp” komutu kullanılarak tanımlanabilmektedir. FDS giriş parametreleri Tablo 7.5’te yer almaktadır. Ayrıca ABS polimer malzemenin konik kalorimetre deneyleri sonrasında kalan kütle olması

sebebiyle karbonlaşmış kalıntının (CHAR) tanımlanabilmesi için gerekli özellikler Tablo 7.6’da verilmiştir.

Tablo 7.5: ABS malzeme için giriş parametreleri.

Özellik	Birim	Değer	Kaynak
Yoğunluk	kg/m ³	1056 ± 30	Ölçüm sonuçlarına göre
Isı iletim katsayısı	W/m·K	k=0,190 (T=27 °C, k=0,216 T=597 °C, k=0,056)	Ölçüm sonuçlarına göre (Sıcaklığa bağlı değerler Li ve diğ.2015)
Özgül ısı	kJ/kgK	1,46 - 2,0	DSC analizleri
Reaksiyon ısısı	kJ/kg	1374 ± 130	TG-DTA analizleri
Yanma ısısı	kJ/kg	33086 ± 300	Konik kalorimetre testi
Reaksiyon	-	1	-
Üstel faktör	1/s	2,8x10 ¹³ – 1,2x10 ¹⁶	TG-DTA analizleri
Aktivasyon enerjisi	kJ/kmol	2,1 x10 ⁵ – 2,5 x10 ⁵	TG-DTA analizleri
Yayıcılık	-	0,95	Li ve diğ. 2015
Soğurma katsayısı	1/m	1800	Li ve diğ. 2015
İs verimi	g/g	0,105	Khan ve diğ. 2016

Tablo 7.6: ABS karbonlaşmış yapının giriş parametreleri.

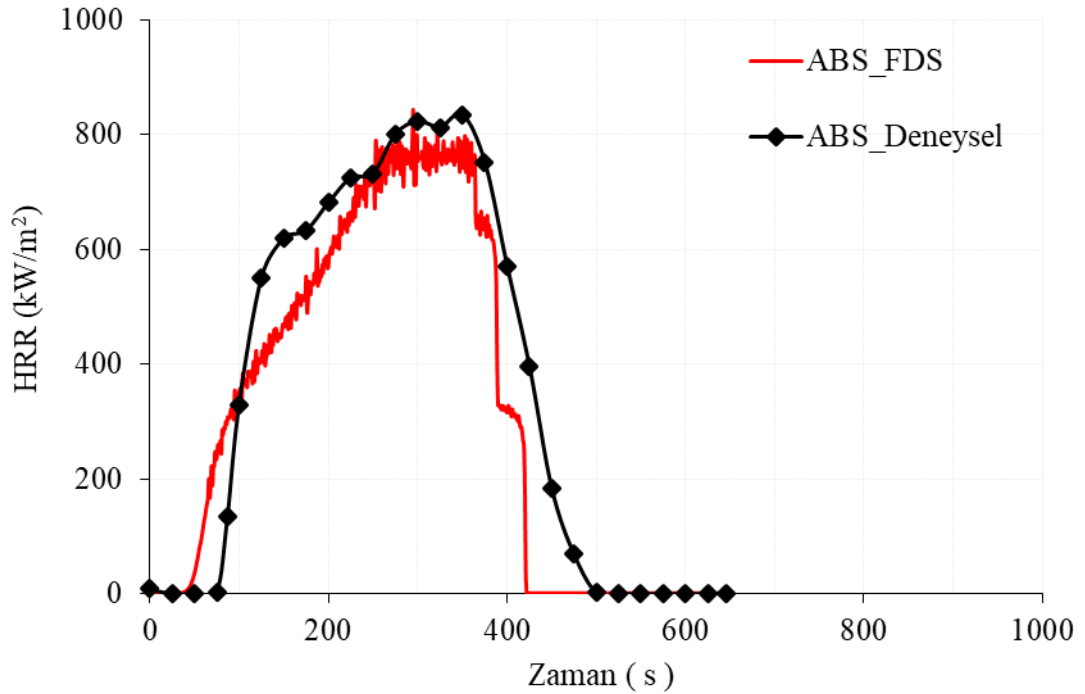
Özellik	Birim	Değer	Kaynak
Yoğunluk	kg/m ³	80 ± 3	Li ve diğ. 2015
Isı iletim katsayısı	W/m·K	T=27 °C k=0,098 T=597 °C, k=2,821	Li ve diğ. 2015
Özgül ısı	kJ/kgK	T=27 °C, k=0,854 T=597 °C, k=0,917	Li ve diğ. 2015
Yayıcılık	-	0,86	Li ve diğ. 2015
Soğurma katsayısı	1/m	2500	Li ve diğ. 2015

ABS ve Kompozit Malzemelerin FDS Simülasyonları

ABS malzeme için 35 kW/m² ısı akısındaki yanma simülasyonu ile elde edilen HRR ve MLR sonuçları deneysel sonuçlarla karşılaştırılmıştır. Şekil 7.9’da ham ABS malzemenin deneysel ve modelleme çalışmalarından elde edilen HRR değerlerinin karşılaştırıldığı grafik yer almaktadır. Bu malzemelerin deneysel ve simülasyon sonuçlarında maksimum değerler yakın olmakla birlikte yanma süresi bakımından farklılıklar bulunmaktadır. Grafik genel hatlarıyla uyumlu sonuçların elde edildiğini

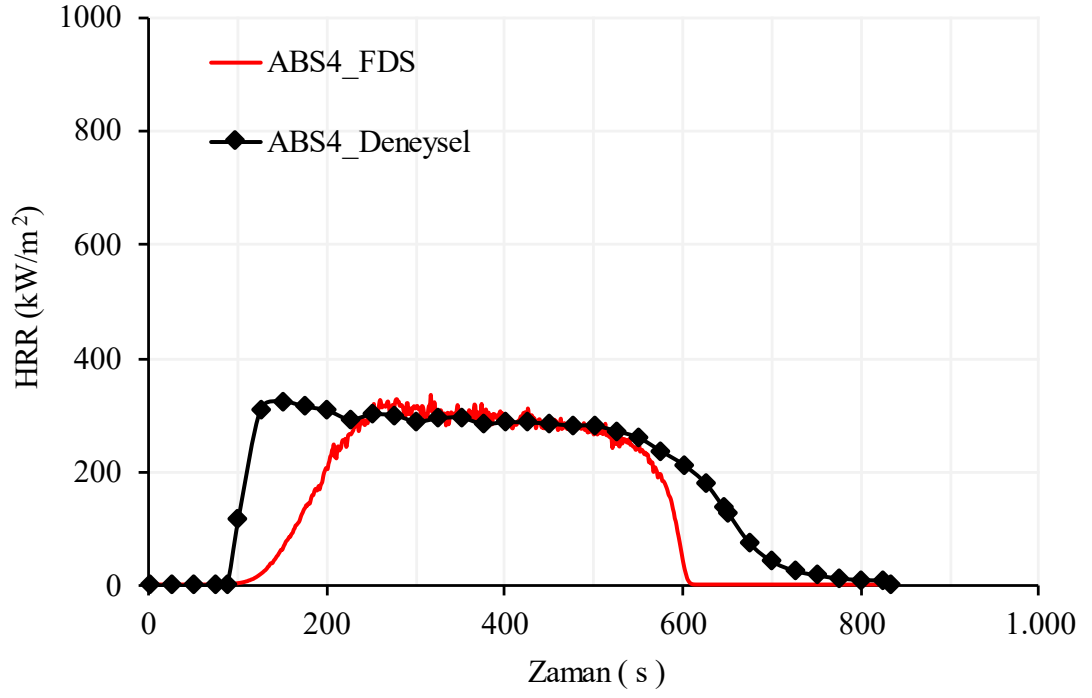
ortaya koymaktadır. HRR değerlerinin maksimum noktaya ulaştığı değerler dikkate alındığında her iki PHRR seviyesinin çok yakın olduğu görülmektedir. Ancak TTI açısından bakıldığında FDS simülasyonunda malzemede tutuşmanın daha erken olduğu ve buna paralel olarak yanma bitişinin de daha önce gerçekleştiği görülmektedir.

ABS4 malzemenin HRR sonuçları ise Şekil 7.10’da verilmiştir. TTI değerleri aynı olmakla birlikte modelde yanmanın daha yavaş ilerlediği ancak PHRR değerlerinin birbirine yakın olduğu belirlenmiştir. Malzemedeki yanma, simülasyonda 600 s civarında deneysel sonuca göre daha erken sona erdiği görülmektedir.

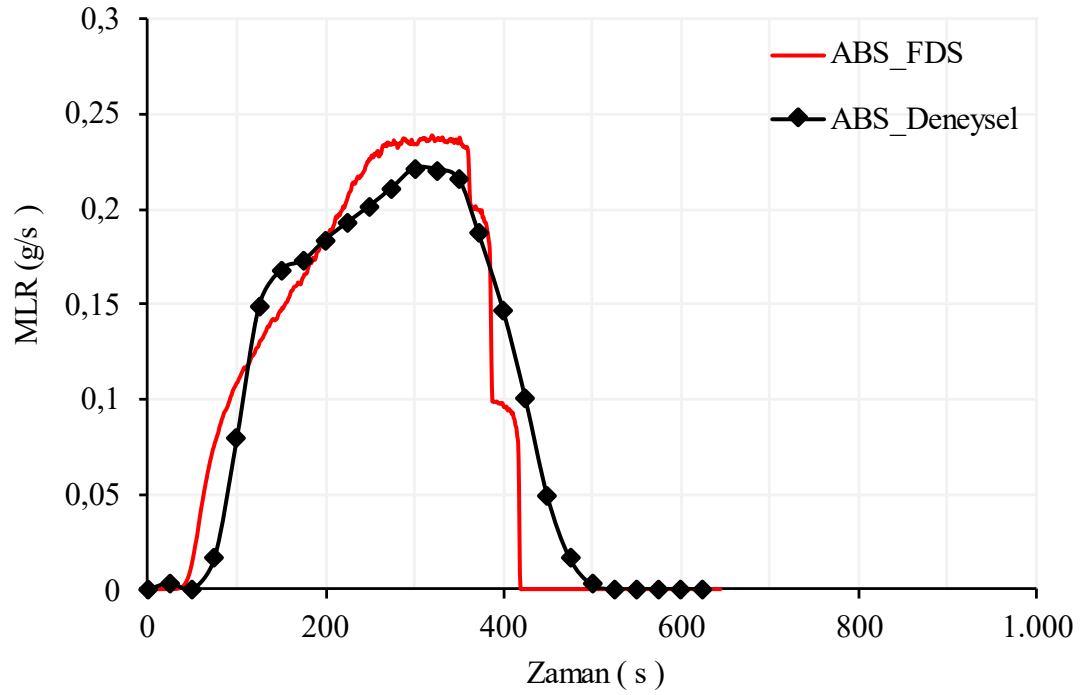


Şekil 7.9: Ham ABS malzemenin deney ve simülasyon ile elde edilen HRR sonuçları.

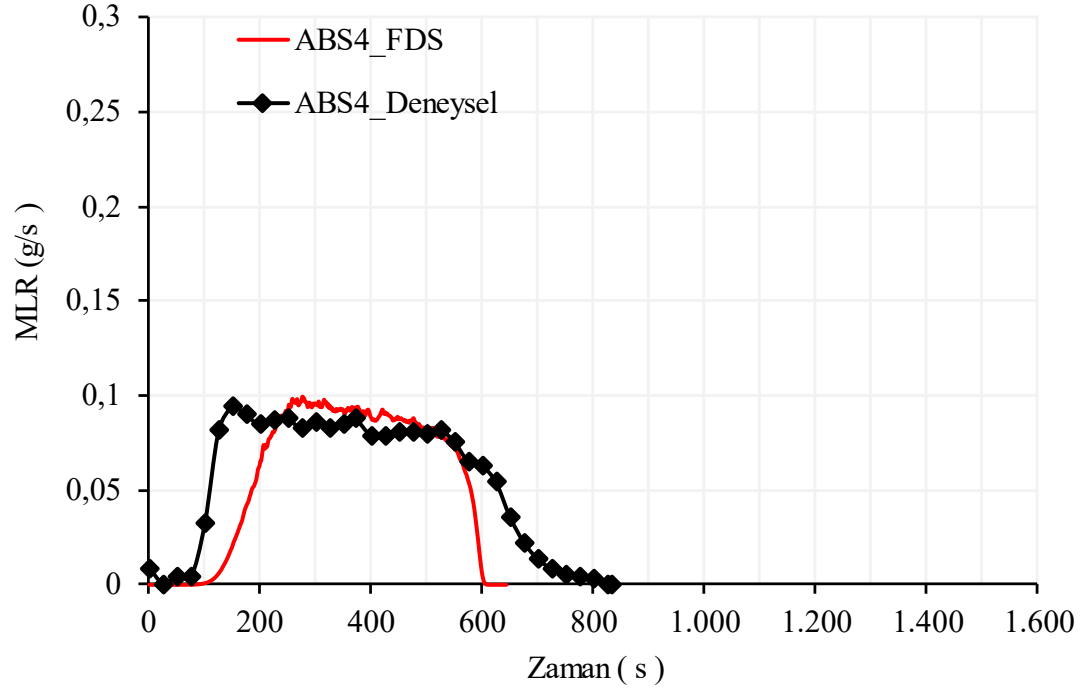
Şekil 7.11’de yer alan ham ABS malzemenin MLR grafiğinde HRR grafiğindeki yapısal benzerlik devam etmekle beraber FDS ile elde edilen maksimum kütle kayıp hızı değerinin deneysel veriye göre az miktarda fazla olduğu görülmektedir. Şekil 7.12’de verilen ABS4 malzemenin MLR grafiğinde, yanma başlangıçlarının aynı olduğu ancak modelde yanmanın yavaş ilerlediği, kütle kayıp hızlarının maksimum değerlerinin benzer olduğu yanmanın sonlanmasıyla 600s civarında kütle kaybının sona erdiği anlaşılmaktadır.



Şekil 7.10: ABS4 malzemenin deney ve simülasyon ile elde edilen HRR sonuçları.



Şekil 7.11: Ham ABS malzemenin deney ve simülasyon ile elde edilen MLR sonuçları.



Şekil 7.12: ABS4 malzemenin deney ve simülasyon ile elde edilen MLR sonuçları.

8. GENEL DEĞERLENDİRME VE SONUÇLAR

Termik santrallerden atık olarak uzaklaştırılan uçucu külün (FA), endüstride geniş kullanım alanına sahip olan yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE), polipropilen (PP), ve akrilonitril bütadien stiren (ABS) termoplastik polimer malzemelerin ısı ve yanma özelliklerine etkilerinin incelenmesi amacıyla çalışmalar gerçekleştirilmiştir. Bu kapsamda Tunçbilek Termik Santraline ait uçucu küller temin edilerek eleme, boyut küçültme ve partikül ile polimer ara yüzeyi temasının desteklenmesi amacıyla silanlama işlemlerine tabi tutulmuştur. Elde edilen küller ile önce % 40'a kadar yüksek oranda dolgu maddesi olarak ve alev geciktiriciler ile sinerjik etki oluşturmaları amacıyla % 5 orana kadar kullanımının kompozit malzemelerin özelliklerine etkileri incelenmiştir. HDPE ve PP esaslı kompozit malzemelerde alev geciktirici olarak APP/PER:3/1 (IFR) içeren kabaran alev geciktirici sistem ve ABS esaslı kompozit malzemelerde ise APP/AlPi:1/1(IFR) alev geciktirici sistem kullanılmıştır.

HDPE Polimer ile Gerçekleştirilen Çalışmalar

HDPE malzemeler ile % 5 - 40 FA içeren, % 25 IFR / % 1 - 5 FA içeren ve % 20 - 24 IFR / % 1 - 5FA içeren üç grup malzemenin üretimleri gerçekleştirilmiştir.

% 5 - 40 FA içeren HDPE kompozitler UL-94V yanma testlerinde tamamen yanarak sınıflandırma dışı kalırken, LOI testlerinde ham HDPE'de % 17,9 olan değer % 19,9 oranına kadar yükseldiği görülmüştür. Konik kalorimetre testlerinde % 40 ile en fazla FA ilave edilen kompozit malzemenin PHRR değeri % 49 ve THR değeri % 41,7 oranda düşüş göstermiştir. FA ilavesiyle yanma sonu kalan madde miktarı artarken, maksimum CO₂, CO, NO ve is emisyonlarında düşüşler meydana gelmiştir. HDPE malzemelere % 5 - 40 FA dolgu maddesi ilavesiyle maksimum ısı bozunmanın meydana geldiği T_{maks} sıcaklıklarında bir miktar artış meydana gelmiş, ısı bozunma hızı azalmış ve kalan kütle miktarlarında FA dolgu maddeleri kaynaklı artış meydana gelmiştir. Malzemelerin kristalizasyon sıcaklıklarında artış olurken ergime sıcaklıkları, ergime entalpileri ve kristalizasyon entalpilerinde düşüş meydana geldiği görülmüştür. FA ilavesiyle ısı iletim katsayılarında artış meydana geldiği belirlenmiştir. Çekme dayanımında % 24,1'e varan oranda artış meydana gelirken, elastisite modülünde % 51,2'ye varan artışlar oluşmuştur. Çentikli Izod darbe

testlerinde yüksek orandaki FA ilavesinin darbe dayanımının bir miktar olumsuz etkilendiği, sertlik değerlerinin ise % 7,3'e kadar arttığı tespit edilmiştir.

% 25 IFR / % 1-5 FA içeren HDPE kompozit malzemelerin UL-94V yanma testlerinde % 25 IFR ve % 5 FA içeren HDPE11 hariç tüm kompozitlerin yanma dayanımı artmıştır. % 25 IFR ilavesiyle V-2 olan yanmazlık değeri, % 25 IFR yanında % 1 FA ilavesiyle V-1, % 2-4 FA ilavesiyle V-0 yanmazlık derecelerine yükselmiştir. LOI testlerinde % 25 IFR ilavesiyle % 17,9'dan % 25'e yükselen oksijen endeksi FA ilavesiyle % 26,6 değerine kadar bir miktar yükselmiştir. Konik kalorimetre testlerinde IFR ilavesiyle düşen PHRR, THR değerleri % 25 IFR yanında ve FA ilave edilmesiyle HDPE10 kompozit malzemede yaklaşık % 81,8 ve % 17,3 oranlarında düşüş göstermiştir. MLR değerlerinde de benzer etki görülürken, kalan kütle miktarı artmıştır. Maksimum CO₂, CO ve is emisyon değerlerinde düşüşler olurken APP ilavesi sebebiyle NO emisyonunda az bir miktar artış görülmüştür. Bu numunelerin TGA sonuçlarına göre bozunma daha erken başlamış ancak maksimum bozunma sıcaklıklarında 3,5 - 5,4 °C arasında artışlar meydana gelmiştir. Bozunma hızlarındaki düşüşler FA ilave edilen durumda daha fazladır. Kalan kütle oranları ise artan FA oranıyla artmıştır. Ergime ve kristalizasyon entalpileri ve ergime sıcaklıklarında düşüşler olmakla birlikte kristalizasyon sıcaklıkları artmıştır. Artan FA ilavesi HDPE malzemede % 25 IFR ilavesiyle artan ısı iletim katsayısını daha da artırmıştır. % 25 IFR dolgu maddesi ilavesiyle düşen çekme dayanımı, elastisite modülü ve Izod darbe dayanımları %3 FA ilavesine kadar bir miktar yükselmiştir. Ancak daha fazla FA ilavesinden olumsuz etkilenmiştir. Malzemelerin Shore D sertlik değerlerinde ise HDPE numuneye göre düşüşler olsa da FA ilave edilmesiyle bir miktar artış görülmektedir.

Alev geciktiriciden eksiltilerek FA ilave edilen HDPE kompozit malzemelerin UL-94V yanma testlerinde % 1 - 3 FA ilave edilen malzemelerde UL-94V yanma dayanımı % 25 IFR içeren HDPE6'ya göre iyileşme göstermiş ve V-1 yanmazlık derecesine ulaşılmıştır. Ancak IFR'nin daha fazla azaltılarak FA eklendiği malzemeler yanarak sınıflandırma dışında kalmıştır. LOI testlerinde yine HDPE6'ya göre fazla bir değişiklik olmamış, % 1 FA ilavesiyle % 26,1 olan değer artan FA oranıyla % 23,1'e kadar gerilemiştir. Bu numunelerin TGA sonuçlarına göre bozunma daha erken başlamış ancak maksimum bozunma sıcaklıklarında 6 °C'ye varan artışlar meydana gelmiştir. Bozunma hızlarında düşüşler meydana gelirken kalan kütle oranları ise artan

FA oranıyla artmıştır. Ergime ve kristalizasyon entalpileri ve ergime sıcaklıklarında düşüşler olmakla birlikte kristalizasyon sıcaklıkları artmıştır. Artan FA ilavesi HDPE malzemede % 25 IFR ilavesiyle artan ısı iletim katsayını % 25 IFR ve % 5'e kadar FA içeren malzemelerde de olduğu gibi daha da artırmıştır. % 20 - 24 IFR ve % 1 - 5 FA içeren numunelerin çentikli Izod darbe testlerinde HDPE12 ve HDPE13 numuneleri, HDPE6'ya göre daha yüksek izod darbe dayanımı sergilerken, daha fazla FA içeren HDPE14, HDPE15 ve HDPE16 numunelerinde darbe dayanımı bir miktar azalmıştır. Çentiksiz numunelerde, HDPE6 numunesindeki dayanım değeri % 2 FA ilavesiyle artarken, HDPE13 numunesinde en yüksek değere ulaşmıştır. HDPE14, HDPE15 ve HDPE16 numunelerinde ise darbe dayanımları artan FA oranına bağlı olarak azalmıştır. % 25 IFR dolgu maddesi ilavesiyle düşen çekme dayanımı, elastisite modülü ve sertlik değerleri FA ilaveleriyle bir miktar yükselmiştir.

PP Polimer ile Gerçekleştirilen Çalışmalar

HDPE malzemede olduğu gibi PP malzeme ile de % 5-40 FA içeren, % 25 IFR / % 1-5 FA içeren ve % 20-24 IFR / % 1-5FA içeren üç grup malzemenin üretimleri gerçekleştirilmiştir.

% 40'a kadar FA içeren malzemelerin tamamı UL-94V yanma testlerinde sınıflandırma dışı kalırken, PP'nin % 17,9 olan LOI değeri FA ilavesi ile % 19'a kadar yükselmiştir. Konik kalorimetre testlerinde % 40'a kadar artan FA ilaveleriyle PHRR, THR, MLR, kütle kaybı ve CO₂, CO, NO ve is emisyonlarında düşüşler meydana gelmiştir. % 5 - 40 FA dolgu maddesi ilavesiyle maksimum ısıl bozunmanın meydana geldiği T_{maks} sıcaklıklarında bir miktar artış meydana gelmiş, ısıl bozunma hızı azalmış ve kalan kütle miktarlarında FA dolgu maddeleri kaynaklı artış meydana gelmiştir. Malzemelerin ergime ve kristalizasyon entalpileri azalırken, ergime ve kristalizasyon sıcaklıkları artırmıştır. Ayrıca FA ilavesiyle ısı iletim katsayılarında artış meydana geldiği belirlenmiştir. Çekme dayanımında % 10 FA ilavesinde en fazla olacak şekilde artışlar görülmüştür. Elastisite modülü ise artan FA oranı ile büyük oranda artmıştır. Çentikli Izod darbe testlerinde FA ilavesinin darbe dayanımda artışlara sebep olduğu ancak FA oranı arttıkça bu etkinin azaldığı belirlenmiştir. Çentiksiz darbe deneylerinde FA ilavesinin olumsuz etkileri görülmüştür. FA ilavesiyle malzemelerin sertliklerinde artışlar görülmüştür.

% 25 IFR / % 1 - 5 FA ilave edilen malzemelerin UL-94V yanma testlerinde, % 25 IFR, % 25IFR ve % 1-2 FA içeren numunelerde V-0 yanmazlık derecesi elde edilirken FA oranı % 3 - 4 olanlarda V-1 ve % 5 FA içeren malzemede V-2 yanmazlık değerleri elde edilmiştir. Buna göre % 25 IFR yanında % 2'den fazla FA ilavesi UL-94V değerlerini olumsuz etkilemiştir. LOI testlerinde ise FA ilavesiyle LOI değerlerinin arttığı tespit edilmiştir. % 25 IFR ilavesiyle % 17,9'dan % 30'a yükselen oksijen indeksi FA ilavesiyle % 37,9'a kadar yükselmiştir. Konik kalorimetre testlerinde IFR ilavesiyle düşen PHRR ve THR değerlerinde FA ilave edilmesiyle daha fazla düşüşler görülmüştür. MLR değerlerinde de benzer etki görülürken, kalan kütle miktarları artmıştır. CO₂, CO ve is emisyon değerlerinin maksimum değerlerinde azalmalar olurken APP yapısında yer alan azot sebebiyle NO emisyonunda artış olmuştur. TGA analizlerinde bozunma daha erken başlamış, ayrıca maksimum bozunma sıcaklıklarında da 10 °C'ye varan azalmalar meydana gelmiştir. Bozunma hızlarında düşüş görülmüş ve kalan kütle oranları artan FA oranıyla artmıştır. Ergime ve kristalizasyon entalpilerinde düşüşler olmakla birlikte kristalizasyon sıcaklıkları artmış, ergime sıcaklıklarında ise dikkate değer bir değişiklik meydana gelmemiştir. % 25 IFR ilavesiyle ısı iletim katsayısındaki artış, artan FA ilavesiyle devam etmiştir. % 25 IFR içeren malzemede düşen çekme dayanımı ve elastisite modülü FA ilavesiyle bir miktar yükselmiştir. Çentikli numunelerin Izod darbe dayanımları IFR ve FA ilaveleri ile artmıştır. Çentiksiz numunelerde ise % 25 IFR ilavesi ile dikkate değer oranda düşen Izod darbe dayanımı FA ilavesi (% 1 - 4) ile bir miktar artmıştır. FA oranı % 5 olduğunda darbe dayanımı PP6'nın biraz altına düşmüştür. Ham PP malzemeye göre Shore D sertlik değerlerinde düşüş olsa da FA ilave edilmesiyle bir miktar artış gerçekleşmiştir.

% 20-24 IFR / % 1 - 5 FA ilave edilen malzemelerin UL-94V yanma testlerinde % 1 - 2 FA içeren PP12 ve PP13 numunelerde V-0 yanmazlık derecesi elde edilirken FA oranı % 3 olan PP14'te V-1 yanmazlık değeri elde edilmiştir. % 4-5 FA içeren PP15 ve PP16 sınıflandırmaya girememiştir. % 25 IFR azaltılırken % 2'den fazla FA ilavesinin UL-94V yanma direncini olumsuz yönde etkilediği belirlenmiştir. % 25 IFR ilavesiyle % 17,9'dan % 30'a yükselen LOI değeri, % 1 FA ilavesiyle % 32,8, % 2 - 4 FA ilavesiyle 34,9'a kadar yükselmiştir. Ancak % 5 FA ilavesiyle LOI değeri % 30'a gerilemiştir. IFR ilavesiyle azalan PHRR değeri PP12 ve PP13 kompozitlerde % 1-2 FA ilavesiyle daha da azalmıştır. THR değerlerinde ise PP6'ya göre az miktarda artış

olmuş ve kalan kütleler de bundan etkilenmiştir. MLR değerlerinde de PHRR değerlerine paralel etki görülürken CO₂, CO ve is emisyon değerlerinin maksimuma ulaştığı değerlerde düşüşler olmuştur. NO emisyonu APP kaynaklı olarak artmıştır. TGA analizlerinde, bozunma daha erken başlamış olup maksimum bozunma sıcaklıklarında bir düşüş gözlemlenmiştir. Bozunma hızlarında azalma yaşanırken, kalan kütle oranları artan FA oranıyla birlikte artmıştır. Ergime ve kristalizasyon entalpilerinde düşüşler olmakla birlikte kristalizasyon sıcaklıkları artmış ancak ergime sıcaklıklarında dikkate değer bir değişiklik bu malzemelerde de oluşmamıştır. IFR miktarının azalması ve FA ilavesiyle, malzemelerin ısı iletim katsayıları PP6 numuneye göre artmıştır. % 25 IFR içeren malzemede çekme dayanımı ve elastisite modülü azalırken, IFR miktarının azalması ve FA miktarının artması sonucunda bu özelliklerin değerleri artmıştır. Çentikli numunelerde IFR/FA ilaveleri ile Izod darbe dayanımlarında artışlar gözlemlenmiştir. Ancak, çentiksiz numunelerde IFR ilavesi ile dikkate değer oranda azalan dayanım FA ilavesi ile bir miktar artmıştır. Ham PP malzemeye göre Shore D sertlik değerlerinde azalma gözlemlenirken, FA ilavesiyle sertlik değerlerinde artışlar kaydedilmiştir.

ABS Polimer ile Gerçekleştirilen Çalışmalar

Üç farklı grupta ABS kompozit malzemelerin üretimi gerçekleştirilmiştir. Bu gruplar sırasıyla % 5 - 30 FA içeren, % 25 FR / % 1 - 5 FA içeren ve % 20-24 FR / % 1 - 5 FA içeren kompozitleri içermektedir. % 5-30 FA içeren ABS kompozitlerin UL-94V yanma testlerinde, tüm malzemelerin yanarak sınıflandırma dışında kaldığı gözlemlenmiştir. LOI değerleri % 17,9'dan % 19'a kadar yükselmiştir. Konik kalorimetre testlerinde PHRR ve THR değerlerinde ciddi oranda düşüşler gözlemlenmiştir. Yanma sonrası kalan madde miktarları FA oranlarıyla uyumlu olarak artmıştır. Ayrıca, CO₂, CO, NO ve is emisyonlarının maksimum değerlerinde de belirgin oranlarda düşüşler yaşanmıştır. ABS malzemeler, % 5-30 FA dolgu maddesi eklenmesiyle birlikte belirli bir gecikme ile bozunmaya başlamış ve maksimum ısı bozunma sıcaklıklarında önemli bir artış gözlenmemiştir. Isıl bozunma hızında azalma gözlemlenirken, kalan kütle miktarları FA dolgu maddeleriyle uyumlu bir şekilde artmıştır. %30'a varan FA ilavesi malzemelerde camsı geçiş sıcaklığında bir miktar artışa sebep olmuştur. Isı iletim katsayılarında ise FA ilave oranı ile orantılı olarak artışlar meydana gelmiştir. Sadece FA ilaveli malzemelerde çekme dayanımı ve

elastisite modüllerinde artış tespit edilirken, çentikli ve çentiksiz darbe dayanımlarında azalma olduğu belirlenmiştir. Shore D sertlik değerlerinde ise dikkate değer değişiklik görülmemiştir.

% 25 FR / % 1 - 5 FA içeren ABS kompozit malzemelerin UL-94V yanma testlerinde % 25 FR içeren ABS6 ve % 25 FR / % 1 - 5 FA içeren tüm kompozitlerin yanma dayanımları artarak V-0 derecesine ulaşmıştır. LOI testlerinde % 25 FR ilavesiyle % 17,9'dan % 24,1'e yükselen LOI değeri % 1 - 5 FA ilave edilmesiyle % 25'e yükselmiştir. Konik kalorimetre testlerinde, FR ilavesiyle PHRR ve THR değerleri azalmış olup, ABS malzemeye göre en fazla azalma oranları ABS11 malzemede sırasıyla % 78,8 ve % 30,7 olarak tespit edilmiştir. MLR değerlerinde benzer bir etki gözlenirken, kalan kütle miktarı, artan FA ilavesiyle birlikte artmıştır. Maksimum CO₂, CO, NO ve is emisyon değerlerinde düşüşler yaşanmıştır. FR alev geciktirici sistemde APP oranının düşük olması ve daha düşük yanma sıcaklıklarının etkisiyle NO emisyonunda belirgin bir azalma gözlenirken, CO emisyonunda daha az bir düşüş gözlenmiştir. TGA sonuçlarına göre, malzemelerde bozunma belirgin bir şekilde erken başlamış olmasına rağmen maksimum bozunma sıcaklıklarında 3 °C'ye varan artışlar gözlemlenmiştir. FA ilavesi yapılan durumlarda bozunma hızlarında daha fazla düşüş meydana gelmiştir. Ayrıca, kalan kütle oranları artan FA oranıyla birlikte artmıştır. % 25 FR ve FA ilavesi bu malzemelerde camsı geçiş sıcaklığının azalmasına yol açmıştır. Isı iletim katsayılarında ise artış görülmektedir. % 25 FR dolgu maddesi eklenmesiyle çekme dayanımında bir düşüş görülmüş, ancak FA ilavesiyle bu düşüş kısmen telafi edilmiştir. Elastisite modülü açısından ise, ham ABS'ye göre bir artış meydana gelmiştir. Izod darbe dayanımları açısından, FR ilavesi ile çentikli ve çentiksiz numunelerde dikkate değer oranlarda düşmeler tespit edilmiştir. % 1 - 2 oranlarında FA ilavesi bu düşmeleri az da olsa telafi etse de artan FA ile dayanımların düşüşü devam etmiştir. Malzemelerin Shore D sertlik değerleri üzerindeki etkiler incelendiğinde, FR ilavesiyle bir düşüş olduğu ancak FA ilavesiyle bir miktar artış meydana geldiği gözlemlenmiştir.

ABS kompozit malzemelere FR ilavesi azaltılarak FA ilavesi yapıldığında, % 1 ve % 2 FA ilavesi yapılan malzemeler UL-94 V yanma testlerinde V-0 yanmazlık derecesine ulaşmıştır. % 3 FA içeren malzemede ise V-1 yanmazlık derecesi elde edilmiştir. Bununla birlikte, daha yüksek FA ilavesiyle malzemeler sınıflandırmaya girememiştir. LOI testleri sonuçlarına göre, ABS6 ile elde edilen % 24,1 LOI değeri

% 1 - 2 FA ilavesiyle % 25'e yükselmiş, fakat artan FA oranı ile LOI değeri tekrar 24,1'e düşmüştür. Konik kalorimetre testlerinde, FR ilavesiyle birlikte düşen PHRR ve THR değerleri, FR azaltılarak % 1 ve % 2 oranlarında FA ilavesiyle bir miktar daha da azalmıştır. ABS malzemeye göre en fazla düşme ABS12 malzemedeki sırasıyla % 77 ve % 29 olarak belirlenmiştir. Yine MLR değerlerinde benzer bir etki gözlenirken, kalan kütle miktarı, artan FA ilavesiyle birlikte artmıştır. Ayrıca, maksimum CO₂, CO, NO ve is emisyon değerlerinde düşüşler olmakla birlikte daha geniş zaman aralığında emisyonların oluşumu devam etmiştir. Bu bağlamda, % 25 FR ve % 1 - 5 FR ilaveli ABS malzemelerde görülen NO emisyonundaki dikkate değer düşme bu kompozitlerde de görülmekle birlikte daha geniş zaman aralığında CO ve is emisyonlarının belirli bir seviyede devam etmesi olumsuzluk olarak değerlendirilmiştir. FR miktarı azaltılarak % 1-5 FA içeren malzemelerin TGA analizi sonuçlarına göre, bozunma erken başlamış ve T_{5%} değerlerinde belirgin bir düşüş görülmüştür. Kompozitlerin T_{maks} sıcaklıklarında ise artış gözlemlenmiştir. Maksimum bozunma hızı (R_{maks}) değerlerinde ise düşüşler tespit edilmiştir. Malzemelerin camsı geçiş sıcaklıklarında ise azalmalar oluşurken ısı iletim katsayılarında artışlar oluşmuştur. % 25 FR dolgu maddesi eklenmesi, çekme dayanımında bir azalmaya yol açmıştır. Bununla birlikte, FA ilavesi bu azalmayı bir miktar telafi etmiştir. Elastisite modülleri, dolgu maddesi eklenen kompozit malzemelerde artış göstermiştir. % 20 - 24 FR ve % 1 - 5 FA içeren numunelerin çentikli ve çentiksiz Izod darbe testlerinde, dolgu maddelerinin etkisiyle düşüşler gözlemlenmiştir. Bununla birlikte, FR azaltılarak FA'nın artırılması düşme miktarını az da olsa azaltmıştır. FR ilavesi ile malzeme sertliğindeki düşme FR azaltılarak FA ilavesi ile bir miktar telafi edilmiştir.

FDS Çalışmaları

Tez kapsamında belirlenen HDPE, PP ve ABS polimer malzemelerin yanma modellerinin hazırlanması ve simülasyonunun gerçekleştirilmesi amacıyla sürdürülen çalışmalarda Bölüm 7'de sunulan giriş verilerinden belirlenme imkanı olanlar deneysel olarak elde edilmiştir. Diğer veriler ise literatür yoluyla elde edilmiş ve deneysel olarak elde edilenlerle beraber anlamlı bütün oluşturacak şekilde hazırlanan giriş dosyaları üzerinden FDS yanma programında çalıştırılmıştır. 35 kW/m² ısı akısında gerçekleşen konik kalorimetre yanma deneyleri modellenmiş, ham polimer

malzemelerin yanma simülasyon sonucunda HRR ve MLR sonuçlarının deneysel sonuçlara büyük benzerlik gösterdiği tespit edilmiştir. Ancak hem yanma olayının karakteristiğinden kaynaklı hem de FDS veri giriş dosyalarının kodlanmasında bulunan sınırlamalar sebebiyle ilave edilen uçucu kül dolgu maddelerin tam olarak tanımlanmasında zorluklar bulunmaktadır. Bu sebeple dolgu maddesi içeren malzemelerde daha detaylı çalışmalarla daha fazla giriş verisinin belirlenmesi ve FDS kaynak kodlarıyla daha esnek programlama yapabilmek için programlama çalışmalarının yapılması gerekmektedir.



9. KAYNAKLAR

Abbas, S., Saleem, M. A., Kazmi, S. M. S., and Munir, M. J., “Production of sustainable clay bricks using waste fly ash: Mechanical and durability properties”, *J. Build. Eng.*, 14, 7–14, <https://doi.org/10.1016/j.job.2017.09.008>, (2017).

Abu-Zahra, N., Khosnoud P., Jamel M., and Gunashekar S., “Enhanced Thermal Properties of Rigid PVC Foams”, *Int. J. Chem. Mol. Nucl. Mater. Metall. Eng.*, 9, 18–24, (2015).

Achilias, D. S., Roupakias, C., Megalokonomos, P., Lappas, A. A., and Antonakou, E. V, “Chemical recycling of plastic wastes made from polyethylene (LDPE and HDPE) and polypropylene (PP)”, *J. Hazard. Mater.*, 149, 536–542, <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2007.06.076>, (2007).

Ahmad, I., and Mahanwar, P. A., “Mechanical Properties of Fly Ash Filled High Density Polyethylene”, *J. Miner. Mater. Charact. Eng.*, 09, 183–198, <https://doi.org/10.4236/jmmce.2010.93016>, (2010).

Ajorloo, M., Ghodrat, M., and Kang, W. H., “Incorporation of Recycled Polypropylene and Fly Ash in Polypropylene-Based Composites for Automotive Applications”, *J. Polym. Environ.*, 29, 1298–1309, <https://doi.org/10.1007/s10924-020-01961-y>, (2021).

Alongi, J., Han, Z., and Bourbigot, S., “Intumescence: Tradition versus novelty. A comprehensive review”, *Prog. Polym. Sci.*, 51, 28–73, <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2015.04.010>, (2015).

Alosime, E. M., and Basfar, A. A., “A Systematic Investigation on the Influence of Intumescent Flame Retardants on the Properties of Ethylene Vinyl Acetate (EVA)/Liner Low Density Polyethylene (LLDPE) Blends”, *Molecules*, 28, 1023, <https://doi.org/10.3390/molecules28031023>, (2023).

Alshabander, B. M., Mohammed, A. A., and Khalil, A. S., “Mechanical Properties and Thermal Conductivity of Coal Ash-Recycled High-Density Polyethylene Composite”, *J. Mol. Eng. Mater.*, 06, 1–6, <https://doi.org/10.1142/S2251237318500028>, (2018).

Antypas, I. R., “The influence of polyethylene processing on the plastic containers blowing”, *J. Phys. Conf. Ser.*, 1515, 042042, <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1515/4/042042>, (2020).

ASTM C1113, “Standard Test Method for Thermal Conductivity of Refractories by Hot Wire (Platinum Resistance Thermometer Technique)”, *ASTM International*, West Conshohocken, PA, U.S.A., (2013)

ASTM D2240-15, “Standard Test Method for Rubber Property—Durometer Hardness” *ASTM International*, West Conshohocken, PA, U.S.A., (2017)

ASTM D256, “Standard test methods for determining the Izod pendulum impact resistance of plastics”, *ASTM International*, U.S.A., (2013).

ASTM D2863, “Standard Test Method for Measuring the Minimum Oxygen Concentration to Support Candle-Like Combustion of Plastics (Oxygen Index)”, *ASTM International*, West Conshohocken, PA, U.S.A., (2017)

ASTM D638, “Standard test method for tensile properties of plastics”, *ASTM International*, U.S.A., (2013).

ASTM E1354-14, “Standard Test Method for Heat and Visible Smoke Release Rates for Materials and Products Using an Oxygen Consumption Calorimeter”, *ASTM International*, West Conshohocken, PA, U. S. A., (2004).

Atikler, U., Basalp, D., and Tihminlioğlu, F., “Mechanical and morphological properties of recycled high-density polyethylene, filled with calcium carbonate and fly ash”, *J. Appl. Polym. Sci.*, 102, 4460–4467, <https://doi.org/10.1002/app.24772>, (2006).

Aydoğan, B., Yurtseven, R., and Usta, N., “Investigation of the combustion, thermal and mechanical characteristics of rigid polyurethane foam added with talc and intumescent flame retardant”, *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, 36, 2789–2814, <https://doi.org/10.1177/08927057221095392>, (2023).

Ba, M., Liang, B., and Wang, C., “Synthesis and characterization of a novel charring agent and its application in intumescent flame retardant polyethylene system”, *Fibers Polym.*, 18, 907–914, <https://doi.org/10.1007/s12221-017-6899-z>, (2017).

Bachinger, A., Sandinge, A., Lindqvist, K. M., Strid, A., and Gong, G., “Systematic evaluation of bromine-free flame-retardant systems in acrylonitrile-butadiene-styrene”, *J. Appl. Polym. Sci.*, 139, 51861, <https://doi.org/10.1002/app.51861>, (2022).

Baglari, S., Kole, M., and Dey, T. K., “Effective thermal conductivity and coefficient of linear thermal expansion of high-density polyethylene - Fly ash composites”, *Indian J. Phys.*, 85, 559–573, <https://doi.org/10.1007/s12648-011-0059-x>, (2011).

Baheti, V., Militky, J., Mishra, R., and Behera, B. K., “Thermomechanical properties of glass fabric/epoxy composites filled with fly ash”, *Compos. Part B Eng.*, 85, 268–276, <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2015.09.049>, (2016).

Batistella, M., Roux, J.-C., Masarra, N.-A., le Saout, G., Xenopoulos, C., and Lopez-Cuesta, J.-M., “Incorporation of Fly Ash in Flame-Retardant Systems of Biopolyesters”, *Polymers*, 15, 2771, <https://doi.org/10.3390/polym15132771>, (2023^a).

Batistella, M., Roux, J. C., le Saout, G., Callone, E., Diré, S., Xenopoulos, C., and Lopez-Cuesta, J. M., “Use of fly ash as synergistic and reactive component of flame

retardant system in polylactide”, *Polym. Degrad. Stab.*, 211, 110314, <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2023.110314>, (2023^b).

Bee, S. T., Lim, K. S., Sin, L. T., Ratnam, C. T., Bee, S. L., and Rahmat, A. R., “Interactive effect of ammonium polyphosphate and montmorillonite on enhancing flame retardancy of polycarbonate/acrylonitrile butadiene styrene composites”, *Iran. Polym. J.*, 27, 899–911, <https://doi.org/10.1007/s13726-018-0664-z>, (2018).

Bensabath, T., Sarazin, J., Jimenez, M., Samyn, F., and Bourbigot, S., “Intumescent polypropylene: Interactions between physical and chemical expansion”, *Fire Mater.*, 45, 387–395, <https://doi.org/10.1002/fam.2790>, (2021).

Bentz, D. P., Peltz, M. A., Durán-Herrera, A., Valdez, P., and Juárez, C. A., “Thermal properties of high-volume fly ash mortars and concretes”, *J. Build. Phys.*, 34, 263–275, <https://doi.org/10.1177/1744259110376613>, (2011).

Besco, S., Brisotto, M., Gianoncelli, A., Depero, L. E., Bontempi, E., Lorenzetti, A., and Modesti, M., “Processing and properties of polypropylene-based composites containing inertized fly ash from municipal solid waste incineration”, *J. Appl. Polym. Sci.*, 130, 4157–4164, <https://doi.org/10.1002/app.39692>, (2013).

Beyler, C. L., and Hirschler, M. M., “Thermal decomposition of polymers”, in *SFPE Handb. Fire Prot. Eng.*, 2, 111–131, (2002).

Billah, K. M. M., Lorenzana, F. A. R., Martinez, N. L., Chacon, S., Wicker, R. B., and Espalin, D., “Thermal analysis of thermoplastic materials filled with chopped fiber for large area 3D printing”, *Solid Freeform Fabrication 2019: Proceedings of the 30th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium - An Additive Manufacturing Conference, SFF 2019*, 892–898, (2019).

Bonda, S., Mohanty, S., and Nayak, S. K., “Viscoelastic, mechanical, and thermal characterization of fly ash-filled ABS composites and comparison of fly ash surface treatments”, *Polym. Compos.*, 33, 22–34, <https://doi.org/10.1002/pc.21242>, (2012).

Bonda, S., Mohanty, S., and Nayak, S. K., “Evaluation of properties of industrial waste filled polymer composites for automobile applications”, *Mater. Sci. Technol.*, 31, 996–1006, <https://doi.org/10.1179/1743284714Y.00000000663>, (2015).

Bonda, S., Mohanty, S., and Nayak, S. K., “Property evaluation of nanostructured fly ash-reinforced acrylonitrile butadiene styrene nanocomposites”, *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, 29, 1611–1626, <https://doi.org/10.1177/0892705715569828>, (2016).

Bora, P. J., Mahanta, B., Kishore, and Ramamurthy, P. C., “Data-driven methodology to realize strong and broadband microwave absorption properties of polymer-fly ash cenosphere composite”, *J. Appl. Polym. Sci.*, 139, 51981, <https://doi.org/10.1002/app.51981>, (2022).

Bourbigot, S., Sarazin, J., Bensabath, T., Samyn, F., and Jimenez, M., “Intumescent polypropylene: Reaction to fire and mechanistic aspects”, *Fire Saf. J.*, 105, 261–269, <https://doi.org/10.1016/j.firesaf.2019.03.007>, (2019).

Bourbigot, S., Sarazin, J., and Bensabath, T., “Intumescent polypropylene in extreme fire conditions”, *Fire Saf. J.*, 120, 103082, <https://doi.org/10.1016/j.firesaf.2020.103082>, (2021).

Bule Možar, K., Miloloža, M., Martinjak, V., Cvetnić, M., Kušić, H., Bolanča, T., Kučić Grgić, D., and Ukić, Š., “Potential of Advanced Oxidation as Pretreatment for Microplastics Biodegradation”, *Separations*, 10, 132, <https://doi.org/10.3390/separations10020132>, (2023).

Cao, X., Yang, Y., Luo, H., and Cai, X., “High efficiency intumescent flame retardancy between Hexakis (4-nitrophenoxy) cyclotriphosphazene and ammonium polyphosphate on ABS”, *Polym. Degrad. Stab.*, 143, 259–265, <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2017.07.022>, (2017).

Chauhan, V., Varis, J., and Kärki, T., “The potential of reusing technical plastics”, *Procedia Manuf.*, 39, 502–508, <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2020.01.407>, (2019).

Chen, C., Zhou, Y., He, W., Gao, C., Chen, X., Guo, J., and Wang, M., “Flammability, thermal stability, and mechanical properties of ethylene-propylene-diene monomer/polypropylene composites filled with intumescent flame retardant and inorganic synergists”, *J. Appl. Polym. Sci.*, 138, 50116, <https://doi.org/10.1002/app.50116>, (2021).

Chen, H., Wang, J., Ni, A., Ding, A., Han, X., and Sun, Z., “The effects of a macromolecular charring agent with gas phase and condense phase synergistic flame retardant capability on the properties of PP/IFR composites”, *Materials*, 11, 111, <https://doi.org/10.3390/ma11010111>, (2018).

Chen, J., Rong, L., Fang, W., Liu, J., and Liu, X., “Highly efficient intumescent flame retardant coating for ABS: Preparation and application”, *J. Appl. Polym. Sci.*, 139, 51860, <https://doi.org/10.1002/app.51860>, (2022).

Chen, J., Wang, J., Ding, A., Ni, A., and Chen, H., “Flame retardancy and mechanical properties of glass fibre reinforced polyethylene composites filled with novel intumescent flame retardant”, *Compos. Part B Eng.*, 179, 107555, <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107555>, (2019^a).

Chen, J., Wang, J., Ni, A., Chen, H., and Shen, P., “Synthesis of a Novel Phosphorous-Nitrogen Based Charring Agent and Its Application in Flame-retardant HDPE/IFR Composites”, *Polymers*, 11, 1062, <https://doi.org/10.3390/polym11061062>, (2019^b).

Chen, L., and Wang, Y. Z., “A review on flame retardant technology in China. Part I: Development of flame retardants”, *Polym. Adv. Technol.*, 21, 1–26, <https://doi.org/10.1002/pat.1550>, (2010).

Coimbra, A., Sarazin, J., Bourbigot, S., Legros, G., and Consalvi, J. L., “A semi-global reaction mechanism for the thermal decomposition of low-density polyethylene blended with ammonium polyphosphate and pentaerythritol”, *Fire Saf. J.*, 133, 103649, <https://doi.org/10.1016/j.firesaf.2022.103649>, (2022).

Çelen, U., Balçık Tamer, Y., and Berber, H., “The potential use of natural expanded perlite as a flame retardant additive for acrylonitrile-butadiene-styrene based composites”, *J. Vinyl Addit. Technol.*, <https://doi.org/10.1002/vnl.22047>, (in press) (2023).

Dagar, A., and Narula, A. K., “Fabrication of thermoplastic composites using fly-ash a coal and hollow glass beads to study their mechanical, thermal, rheological, morphological and flame retradency properties”, *Russ. J. Appl. Chem.*, 90, 1494–1503, <https://doi.org/10.1134/S1070427217090191>, (2017).

Dai, P.-B., Wang, D.-Y., and Wang, Y.-Z., “Thermal Degradation and Combustion Behavior of a Modified Intumescent Flame-retardant ABS Composite”, *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, 23, 473–486, <https://doi.org/10.1177/0892705708103404>, (2010).

Das, D., and Rout, P. K., “A Review of Coal Fly Ash Utilization to Save the Environment”, *Water. Air. Soil Pollut.*, 234, 128, <https://doi.org/10.1007/s11270-023-06143-9>, (2023).

Deepthi, M. V., Sharma, M., Sailaja, R. R. N., Anantha, P., Sampathkumaran, P., and Seetharamu, S., “Mechanical and thermal characteristics of high density polyethylene-fly ash Cenospheres composites”, *Mater. Des.*, 31, 2051–2060, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2009.10.014>, (2010).

de Juan, S., Zhang, J., Acuña, P., Nie, S., Liu, Z., Zhang, W., Luisa Puertas, M., Esteban-Cubillo, A., Santarén, J., and Wang, D. Y., “An efficient approach to improving fire retardancy and smoke suppression for intumescent flame-retardant polypropylene composites via incorporating organo-modified sepiolite”, *Fire Mater.*, 43, 961–970, <https://doi.org/10.1002/fam.2757>, (2019).

Demir, H., Arkış, E., Balköse, D., and Ülkü, S., “Synergistic effect of natural zeolites on flame retardant additives”, *Polym. Degrad. Stab.*, 89, 478–483, <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2005.01.028>, (2005).

Demirhan, Y., Yurtseven, R., and Usta, N., “The effect of boric acid on flame retardancy of intumescent flame retardant polypropylene composites including nanoclay”, *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, 36, 1187–1214, <https://doi.org/10.1177/08927057211052327>, (2023).

Depeng, L., Chixiang, L., Xiulei, J., Tao, L., and Ling, Z., “Synergistic effects of intumescent flame retardant and nano-CaCO₃ on foamability and flame-retardant property of polypropylene composites foams”, *J. Cell. Plast.*, 54, 615–631, <https://doi.org/10.1177/0021955X17720157>, (2018).

Ding, S., Liu, P., Gao, C., Wang, F., Ding, Y., Zhang, S., and Yang, M., “Synergistic effect of cocondensed nanosilica in intumescent flame-retardant polypropylene”, *Polym. Adv. Technol.*, 30, 1116–1125, <https://doi.org/10.1002/pat.4545>, (2019).

Divya, V. C., Ameen Khan, M., Nageshwar Rao, B., and Sailaja, R. R. N., “High density polyethylene/cenosphere composites reinforced with multi-walled carbon nanotubes: Mechanical, thermal and fire retardancy studies”, *Mater. Des.*, 65, 377–386, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.08.076>, (2015).

Divya, V. C., Khan, M. A., Rao, B. N., Sailaja, R. R. N., Vynatheya, S., and Seetharamu, S., “Fire Retardancy Characteristics and Mechanical Properties of High-Density Polyethylene/Ultrafine Fly Ash/MWCNT Nanocomposites”, *Polym. - Plast. Technol. Eng.*, 56, 762–776, <https://doi.org/10.1080/03602559.2016.1233253>, (2017).

Dong, X., Yang, X., Liang, S., Li, J., Wang, K., Liu, J., and Chang, H., “Flame retardancy of polypropylene filled with expandable graphite and magnesium hydroxide: The impact of particle size of expandable graphite and its mechanism”, *J. Vinyl Addit. Technol.*, <https://doi.org/10.1002/vnl.22035>, (in press) (2023).

Dos Santos, W. N., De Sousa, J. A., and Gregorio, R., “Thermal conductivity behaviour of polymers around glass transition and crystalline melting temperatures”, *Polymer Testing*, 32, 987–994, <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2013.05.007>, (2013).

Du, B., Ma, H., and Fang, Z., “How nano-fillers affect thermal stability and flame retardancy of intumescent flame retarded polypropylene”, *Polym. Adv. Technol.*, 22, 1139–1146, <https://doi.org/10.1002/pat.1914>, (2011).

Dupretz, R., Fontaine, G., Duquesne, S., and Bourbigot, S., “Instrumentation of UL-94 test: Understanding of mechanisms involved in fire retardancy of polymers”, *Polym. Adv. Technol.*, 26, 865–873, <https://doi.org/10.1002/pat.3507>, (2015).

Fan, F. Q., Xia, Z. Bin, Li, Q. Y., and Li, Z., “Effects of inorganic fillers on the shear viscosity and fire retardant performance of waterborne intumescent coatings”, *Prog. Org. Coatings*, 76, 844–851, <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2013.02.002>, (2013).

Feng, J., Hao, J., Du, J., and Yang, R., “Using TGA/FTIR TGA/MS and cone calorimetry to understand thermal degradation and flame retardancy mechanism of polycarbonate filled with solid bisphenol A bis(diphenyl phosphate) and montmorillonite”, *Polym. Degrad. Stab.*, 97, 605–614, <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2012.01.011>, (2012).

Gao, S., and Liu, G., “Synthesis of amino trimethylene phosphonic acid melamine salt and its application in flame-retarded polypropylene”, *J. Appl. Polym. Sci.*, 135, 1–9, <https://doi.org/10.1002/app.46274>, (2018).

Ge, L. L., Duan, H. J., Zhang, X. G., Chen, C., Tang, J. H., and Li, Z. M., “Synergistic effect of ammonium polyphosphate and expandable graphite on flame-retardant

properties of acrylonitrile-butadiene-styrene”, *J. Appl. Polym. Sci.*, 126, 1337–1343, <https://doi.org/10.1002/app.36997>, (2012).

Gérard, C., Fontaine, G., Bellayer, S., and Bourbigot, S., “Reaction to fire of an intumescent epoxy resin: Protection mechanisms and synergy”, *Polym. Degrad. Stab.*, 97, 1366–1386, <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2012.05.025>, (2012).

Ghomi, E. R., Khosravi, F., Mossayebi, Z., Ardahaei, A. S., Dehaghi, F. M., Khorasani, M., Neisiany, R. E., Das, O., Marani, A., Mensah, R. A., Jiang, L., Xu, Q., Försth, M., Berto, F., and Ramakrishna, S., “The Flame Retardancy of Polyethylene Composites: From Fundamental Concepts to Nanocomposites”, *Molecules*, 25, 5157, <https://doi.org/10.3390/molecules25215157>, (2020).

Grabias-Blicharz, E., and Franus, W., “A critical review on mechanochemical processing of fly ash and fly ash-derived materials”, *Sci. Total Environ.*, 860, 160529, <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.160529>, (2023).

Green, J., “Mechanisms for flame retardancy and smoke suppression - A review”, *J. Fire Sci.*, 14, 426–442, <https://doi.org/10.1177/073490419601400602>, (1996).

Guo, X., Liu, L., Feng, H., Li, D., Xia, Z., and Yang, R., “Flame Retardancy of Nylon 6 Fibers: A Review”, *Polymers*, 15, 2161, <https://doi.org/10.3390/polym15092161>, (2023).

Hanu, L. G., Simon, G. P., and Cheng, Y.-B., “Thermal stability and flammability of silicone polymer composites”, *Polym. Degrad. Stab.*, 91, 1373–1379, <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2005.07.021>, (2006).

Heikal, M., Amin, M. S., Metwally, A. M., and Ibrahim, S. M., “Improvement of the performance characteristics, fire resistance, anti-bacterial activity, and aggressive attack of polymer-impregnated fired clay bricks-fly ash-composite cements”, *J. Build. Eng.*, 80, 107987, <https://doi.org/10.1016/j.job.2023.107987>, (2023).

Hejna, A., Kopczyńska, M., Kozłowska, U., Klein, M., Kosmela, P., and Piszczyk, Ł., “Foamed polyurethane composites with different types of ash - Morphological, mechanical and thermal behavior assessments”, *Cell. Polym.*, 35, 287–308, <https://doi.org/10.1177/026248931603500601>, (2016).

Hirschler, M. M., “Flame retardants and heat release: Review of traditional studies on products and on groups of polymers”, *Fire Mater.*, 39, 207–231, <https://doi.org/10.1002/fam.2243>, (2015^a).

Hirschler, M. M., “Flame retardants and heat release: Review of data on individual polymers”, *Fire Mater.*, 39, 232–258, <https://doi.org/10.1002/fam.2242>, (2015^b).

Hu, D., Zhou, Q., and Zhou, K., “Combined effects of layered nanofillers and intumescent flame retardant on thermal and fire behavior of ABS resin”, *J. Appl. Polym. Sci.*, 136, 48220, <https://doi.org/10.1002/app.48220>, (2019).

Hu, Y., and Zhang, Y., “Mechanisms and Modes of Action in Flame Retardancy of Polymers”, in *Flame Retardant Polymeric Materials*, Boca Raton, CRC Press, 13–34 <https://doi.org/10.1201/b22345-2>, (2019).

Hu, Z., Zhong, Z. Q., and Gong, X. Di, “Flame retardancy, thermal properties, and combustion behaviors of intumescent flame-retardant polypropylene containing (poly) piperazine pyrophosphate and melamine polyphosphate”, *Polym. Adv. Technol.*, 31, 2701–2710, <https://doi.org/10.1002/pat.4996>, (2020).

Huang, W., Wang, K., Tu, C., Xu, X., Tian, Q., Ma, C., Fu, Q., and Yan, W., “Synergistic Effects of DOPO-Based Derivative and Organo-Montmorillonite on Flame Retardancy, Thermal Stability and Mechanical Properties of Polypropylene”, *Polymers*, 14, 2372, <https://doi.org/10.3390/polym14122372>, (2022).

Huang, Y., Yang, J., and Wang, Z., “Flammability and mechanical properties of poly(styrene–butadiene–styrene) copolymer–containing intumescent flame retardants”, *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, 30, 816–826, <https://doi.org/10.1177/0892705715614061>, (2017).

Huang, Z., Ruan, B., Wu, J., Ma, N., Jiang, T., and Tsai, F. C., “High-efficiency ammonium polyphosphate intumescent encapsulated polypropylene flame retardant”, *J. Appl. Polym. Sci.*, 138, 50413, <https://doi.org/10.1002/app.50413>, (2021).

Idumah, C. I., “Emerging advancements in flame retardancy of polypropylene nanocomposites”, *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, 35, 2665–2704, <https://doi.org/10.1177/0892705720930782>, (2022).

Ilyas, R. A., Sapuan, S. M., Asyraf, M. R. M., Dayana, D. A. Z. N., Amelia, J. J. N., Rani, M. S. A., Norraahim, M. N. F., Nurazzi, N. M., Aisyah, H. A., Sharma, S., Ishak, M. R., Rafidah, M., and Razman, M. R., “Polymer Composites Filled with Metal Derivatives: A Review of Flame Retardants”, *Polymers*, 13, 1701, <https://doi.org/10.3390/polym13111701>, (2021).

Isitman, N. A., Dogan, M., Bayramli, E., and Kaynak, C., “Fire retardant properties of intumescent polypropylene composites filled with calcium carbonate”, *Polym. Eng. Sci.*, 51, 875–883, <https://doi.org/10.1002/pen.21901>, (2011).

ISO 5660-1: Reaction to fire tests heat release, smoke production and mass loss rate, part 1: heat release rate (cone calorimeter method), 2002.

Jain, A., Gupta, R., Gupta, S., and Chaudhary, S., “Evaluation of real time fire performance of eco-efficient fly ash blended self-consolidating concrete including granite waste”, *J. Build. Eng.*, 77, 107553, <https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2023.107553>, (2023).

Jian, R. K., Chen, L., Zhao, B., Yan, Y. W., Li, X. F., and Wang, Y. Z., “Acrylonitrile-butadiene-styrene terpolymer with metal hypophosphites: Flame retardance and mechanism research”, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 53, 2299–2307, <https://doi.org/10.1021/ie403726m>, (2014).

Jiang, L., Gao, M., Xiao, L., Wang, X., and Zhou, W., “Improving the flame retardancy efficiency and mechanical properties of the intumescent flame retarded low-density polyethylene by the dual actions of polyurea microencapsulation and aluminum hypophosphite”, *J. Appl. Polym. Sci.*, 140, e53589, <https://doi.org/10.1002/app.53589>, (2023^a).

Jiang, S., Liu, L., Yang, X., Li, B., and Xu, M., “Nickel-Aluminum Hydrotalcite for Improving Flame Retardancy and Smoke Suppression of Intumescent Flame Retardant Polypropylene: Preparation, Synergy, and Mechanism Study”, *Macromol. Mater. Eng.*, 308, 2200533, <https://doi.org/10.1002/mame.202200533>, (2023^b).

Jiao, C., Wang, H., and Chen, X., “Preparation of modified fly ash hollow glass microspheres using ionic liquids and its flame retardancy in thermoplastic polyurethane”, *J. Therm. Anal. Calorim.*, 133, 1471–1480, <https://doi.org/10.1007/s10973-018-7190-2>, (2018).

Jones, J. M., Mason, P. E., and Williams, A., “A compilation of data on the radiant emissivity of some materials at high temperatures”, *J. Energy Inst.*, Energy Institute, 92, 523–534, <https://doi.org/10.1016/j.joei.2018.04.006>, (2019).

Kabir, I. I., Sorrell, C. C., Mada, M. R., Cholake, S. T., and Bandyopadhyay, S., “General model for comparative tensile mechanical properties of composites fabricated from fly ash and virgin/recycled high-density polyethylene”, *Polym. Eng. Sci.*, 56, 1096–1108, <https://doi.org/10.1002/pen.24342>, (2016).

Kahraman, M., Kızılcan, N., and Oral, M. A., “Influence of mica mineral on flame retardancy and mechanical properties of intumescent flame retardant polypropylene composites”, *Open Chem.*, 19, 904–915, <https://doi.org/10.1515/chem-2021-0072>, (2021).

Kanti, P., Sharma, K. V., Ramachandra, C. G., and Gurumurthy, M., “A CFD Study on fly ash nanofluid heat transfer behavior in a circular tube”, *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, 1013, 012030, <https://doi.org/10.1088/1757-899X/1013/1/012030>, (2020).

Kanzaoui, M. El, Ennawaoui, C., Eladaoui, S., Hajjaji, A., Guenbour, A., and Boussen, R., “Study of the physical behavior of a new composite material based on fly ash from the combustion of coal in an ultra-supercritical thermal power plant”, *J. Compos. Sci.*, 5, 151, <https://doi.org/10.3390/jcs5060151>, (2021).

Kasiri, A., Rezaei, M., and Zandi, F., “The effect of polyethylene graft maleic anhydride compatibilizer on the physical, mechanical, and thermal properties of extruded noncross-linked low-density polyethylene nanocomposite foams”, *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, 28, 1537–1549, <https://doi.org/10.1177/0892705713513293>, (2015).

Kelechi, S. E., Adamu, M., Uche, O. A. U., Okokpujie, I. P., Ibrahim, Y. E., and Obianyo, I. I., “A comprehensive review on coal fly ash and its application in the construction industry”, *Cogent Eng.*, 9, <https://doi.org/10.1080/23311916.2022.2114201>, (2022).

Khan, M. M., Tewarson, A., and Chaos, M., “Combustion characteristics of materials and generation of fire products”, (ed: M. J. Hurley), *SFPE Handbook of Fire Protection Engineering*, New York: Springer, 3437-3476, (2016).

Khan, M. A., and Sailaja, R. R. N., “Mechanical and flammability characteristics of PC/ABS composites loaded with flyash cenospheres and multiwalled carbon nanotubes”, *Polym. Compos.*, 38, 1043–1052, <https://doi.org/10.1002/pc.23667>, (2017).

Khanal, S., Zhang, W., Ahmed, S., Ali, M., and Xu, S., “Effects of intumescent flame retardant system consisting of tris (2-hydroxyethyl) isocyanurate and ammonium polyphosphate on the flame retardant properties of high-density polyethylene composites”, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, 112, 444–451, <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2018.06.030>, (2018).

Khanal, S., Lu, Y., Jin, D., and Xu, S., “Effects of layered double hydroxides on the thermal and flame retardant properties of intumescent flame retardant high density polyethylene composites”, *Fire Mater.*, 46, 107–116, <https://doi.org/10.1002/fam.2951>, (2022^a).

Khanal, S., Lu, Y., Dang, L., and Xu, S., “Improving the flame retardancy of intumescent flame retardant/high-density polyethylene composites using surfactant-modified montmorillonite clay”, *J. Appl. Polym. Sci.*, 139, 51940, <https://doi.org/10.1002/app.51940>, (2022^b).

Khankhaje, E., Kim, T., Jang, H., Kim, C. S., Kim, J., and Rafieizonooz, M., “Properties of pervious concrete incorporating fly ash as partial replacement of cement: A review”, *Dev. Built Environ.*, 14, 100130, <https://doi.org/10.1016/j.dibe.2023.100130>, (2023).

Khoshnoud, P., and Abu-Zahra, N., “Kinetics of thermal decomposition of PVC/fly ash composites”, *Int. J. Polym. Anal. Charact.*, 23, 170–180, <https://doi.org/10.1080/1023666X.2017.1404668>, (2018).

Knuuttila, H., Lehtinen, A., and Nummila-Pakarinen, A., “Advanced polyethylene technologies - Controlled material properties”, (ed. Albertsson, A. C.), in *Long Term Properties of Polyolefins*, Berlin: Springer, 169, 13-28, <https://doi.org/10.1007/b13519>, (2004).

Kruger, H. J., Focke, W. W., Mhike, W., Taute, A., and Roberson, A., “Thermal properties of polyethylene flame retarded with expandable graphite and intumescent fire retardant additives”, *Fire Mater.*, 41, 573–586, <https://doi.org/10.1002/fam.2387>, (2017).

Kulkarni, M. B., Bambole, V. A., and Mahanwar, P. A., “Effect of particle size of fly ash cenospheres on the properties of acrylonitrile butadiene styrene-filled composites”, *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, 27, 251–267, <https://doi.org/10.1177/0892705712443253>, (2014).

Kulkarni, M. B., and Mahanwar, P. A., “Studies on the effect of maleic anhydride-grafted polypropylene with different MFI on mechanical, thermal and morphological properties of fly ash-filled PP composites”, *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, 27, 1679–1700, <https://doi.org/10.1177/0892705712475009>, (2014).

Kulkarni, M. B., and Mahanwar, P. A., “Studies on effect of titanate-coupling agent (0.5, 1.5, and 2.5%) on the mechanical, thermal, and morphological properties of fly ash-filled polypropylene composites”, *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, 29, 344–365, <https://doi.org/10.1177/0892705713518795>, (2016).

Kuźnia, M., Magiera, A., Pielichowska, K., Ziabka, M., Benko, A., Szatkowski, P., and Jerzak, W., “Fluidized bed combustion fly ash as filler in composite polyurethane materials”, *Waste Manag.*, 92, 115–123, <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2019.05.012>, (2019).

Kuźnia, M., Zygmunt-Kowalska, B., Szajding, A., Magiera, A., Stanik, R., and Gude, M., “Comparative Study on Selected Properties of Modified Polyurethane Foam with Fly Ash”, *Int. J. Mol. Sci.*, 23, 9725, <https://doi.org/10.3390/ijms23179725>, (2022).

Lai, X., Zeng, X., Li, H., Liao, F., Yin, C., and Zhang, H., “Synergistic effect of phosphorus-containing montmorillonite with intumescent flame retardant in polypropylene”, *J. Macromol. Sci. Part B Phys.*, 51, 1186–1198, <https://doi.org/10.1080/00222348.2011.625909>, (2012).

Laoutid, F., Bonnaud, L., Alexandre, M., Lopez-Cuesta, J.-M., and Dubois, P., “New prospects in flame retardant polymer materials: From fundamentals to nanocomposites”, *Mater. Sci. Eng. R Reports*, 63, 100–125, <https://doi.org/10.1016/j.mser.2008.09.002>, (2009).

Lautenberger, C., and Fernandez-Pello, C., “Generalized pyrolysis model for combustible solids”, *Fire Saf. J.*, 44, 819–839, <https://doi.org/10.1016/j.firesaf.2009.03.011>, (2009).

Lei, S., Sun, J., Bai, Y., Lv, K., Zhang, S., Liu, F., and Zhang, J., “Plugging performance and mechanism of temperature-responsive adhesive lost circulation material”, *J. Pet. Sci. Eng.*, 217, 110771, <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2022.110771>, (2022).

Li, D. F., Zhao, X., Jia, Y. W., He, L., Wang, X. L., and Wang, Y. Z., “Simultaneously enhance both the flame retardancy and toughness of polylactic acid by the cooperation of intumescent flame retardant and bio-based unsaturated polyester”, *Polym. Degrad. Stab.*, 168, 108961, <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2019.108961>, (2019^a).

Li, H., Ning, N., Zhang, L., Wang, Y., Liang, W., and Tian, M., “Different flame retardancy effects and mechanisms of aluminium phosphinate in PPO, TPU and PP”, *Polym. Degrad. Stab.*, 105, 86–95, <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2014.03.032>, (2014).

Li, J. C., Zheng, L. F., Sha, X. H., and Chen, P., “Microstructural and mechanical characteristics of graphene oxide-fly ash cenosphere hybrid reinforced epoxy resin composites”, *J. Appl. Polym. Sci.*, 137, 47173, <https://doi.org/10.1002/app.47173>, (2020).

Li, J., Gong, J., and Stoliarov, S. I., “Development of pyrolysis models for charring polymers”, *Polym. Degrad. Stab.*, 115, 138–152, <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2015.03.003>, (2015).

Li, J., Zhao, H., Liu, H., Sun, J., Wu, J., Liu, Q., Zheng, Y., and Zheng, P., “Recent advances in metal-family flame retardants: a review”, *RSC Adv.*, 13, 22639–22662, <https://doi.org/10.1039/d3ra03536k>, (2023).

Li, W. X., Liao, D. J., Hu, X. P., Cheng, Z., and Xie, C. Q., “Synergistic improvement of fire retardancy and mechanical properties of ferrocene-based polymer in intumescent polypropylene composite”, *Polym. Adv. Technol.*, 30, 2402–2413, <https://doi.org/10.1002/pat.4687>, (2019^b).

Li, X., Guo, R., and Qian, X., “Study on Flame Retardancy and Mechanism of Talc Composite Foams”, *Front. Mater.*, 8, 661906, <https://doi.org/10.3389/fmats.2021.661906>, (2021).

Li, Y. M., Deng, C., Long, J. W., Huang, S. C., Zhao, Z. Y., and Wang, Y. Z., “Improving fire retardancy of ceramifiable polyolefin system via a hybrid of zinc borate@melamine cyanurate”, *Polym. Degrad. Stab.*, 153, 325–332, <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2018.05.012>, (2018).

Liang, J. Z., “Tensile and flexural properties of polypropylene composites filled with highly effective flame retardant magnesium hydroxide”, *Polym. Test.*, 60, 110–116, <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2017.03.014>, (2017).

Liang, Y., Jian, H., Deng, C., Xu, J., Liu, Y., Park, H., Wen, M., and Sun, Y., “Research and Application of Biomass-Based Wood Flame Retardants: A Review”, *Polymers*, 15, 950 <https://doi.org/10.3390/polym15040950>, (2023).

Lim, K. S., Bee, S. T., Sin, L. T., Tee, T. T., Ratnam, C. T., Hui, D., and Rahmat, A. R., “A review of application of ammonium polyphosphate as intumescent flame retardant in thermoplastic composites”, *Compos. Part B Eng.*, 84, 155–174, <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2015.08.066>, (2016).

Liu, H., Nie, C., Li, H., Xie, G., and Cao, J., “Hydrophobically modified phosphogypsum and its application in polypropylene composites”, *Constr. Build. Mater.*, 347, 128500, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.128500>, (2022).

Liu, H., Zhang, B., and Han, J., “Improving the flame retardancy and smoke suppression properties of polyurethane foams with sio₂ microcapsule and its flame-

retardant mechanism”, *Polym. - Plast. Technol. Eng.*, 57, 1139–1149, <https://doi.org/10.1080/03602559.2017.1373398>, (2018).

Liu, W., Zhang, J., Hong, M., Li, P., Xue, Y., Chen, Q., and Ji, X., “Chain microstructure of two highly impact polypropylene resins with good balance between stiffness and toughness”, *Polymer*, 188, 122146, <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2019.122146>, (2020).

Liu, X., Wang, J. Y., Yang, X. M., Wang, Y. L., and Hao, J. W., “Application of TG/FTIR TG/MS and cone calorimetry to understand flame retardancy and catalytic charring mechanism of boron phosphate in flame-retardant PUR–PIR foams”, *J. Therm. Anal. Calorim.*, 130, 1817–1827, <https://doi.org/10.1007/s10973-017-6564-1>, (2017).

Lu, S. Y., and Hamerton, I., “Recent developments in the chemistry of halogen-free flame retardant polymers”, *Prog. Polym. Sci.*, 27, 1661–1712, [https://doi.org/10.1016/S0079-6700\(02\)00018-7](https://doi.org/10.1016/S0079-6700(02)00018-7), (2002).

Lu, X., Liu, B., Zhang, Q., Wen, Q., Wang, S., Xiao, K., and Zhang, S., “Recycling of Coal Fly Ash in Building Materials: A Review”, *Minerals*, 13, 25 <https://doi.org/10.3390/min13010025>, (2023).

Ma, H., Tong, L., Xu, Z., and Fang, Z., “Intumescent flame retardant-montmorillonite synergism in ABS nanocomposites”, *Appl. Clay Sci.*, 42, 238–245, <https://doi.org/10.1016/j.clay.2007.12.009>, (2008).

Ma, H., Tong, L., Xu, Z., Fang, Z., Jin, Y., and Lu, F., “A novel intumescent flame retardant: Synthesis and application in ABS copolymer”, *Polym. Degrad. Stab.*, 92, 720–726, <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2006.12.009>, (2007).

Maddah, H. A., “Polypropylene as a Promising Plastic: A Review”, *Am. J. Polym. Sci.*, 6, 1–11, <https://doi.org/10.5923/j.ajps.20160601.01>, (2016).

Madkour, S. A., Tirkes, S., and Tayfun, U., “Development of barite-filled acrylonitrile butadiene styrene composites: Mechanical, thermal, melt-flow and morphological characterizations”, *Appl. Surf. Sci. Adv.*, 3, 100042, <https://doi.org/10.1016/j.apsadv.2020.100042>, (2021).

Maqsood, M., and Seide, G., “Biodegradable flame retardants for biodegradable polymer”, *Biomolecules*, 10, 1–23, <https://doi.org/10.3390/biom10071038>, (2020).

Martins, R. C., Rezende, M. J. C., Nascimento, M. A. C., Nascimento, R. S. V., and Ribeiro, S. P. da S., “Synergistic action of montmorillonite with an intumescent formulation: The impact of the nature and the strength of acidic sites on the flame-retardant properties of polypropylene composites”, *Polymers*, 12, 1–20, <https://doi.org/10.3390/polym12122781>, (2020).

Mathapati, M., Amate, K., Durga Prasad, C., Jayavardhana, M. L., and Hemanth Raju, T., “A review on fly ash utilization”, *Mater. Today Proc.*, 50, 1535–1540, <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.09.106>, (2022).

Maurya, A. K., and Manik, G., “Development and characterization of a recycled nylon fiber reinforced and nano-fly ash hybridized high impact performance polypropylene composite for sustainability”, *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, 36, 4042–4065, <https://doi.org/10.1177/08927057221147825>, (2023).

McGrattan, K., Hostikka, S., Floyd, J., McDermott, R., Vanella, M., and Mueller, E., “Fire Dynamics Simulator User ’s Guide (FDS)”, *NIST Spec. Publ. 1019*, Sixth Edit, 402, (2023^a).

McGrattan, K., McDermott, R., Vanella, M., Mueller, E., Hostikka, S. and Floyd, J., “Fire Dynamics Simulator Technical Reference Guide Volume 1: Mathematical Model”, *NIST Special Publication 1018-1*, Sixth Edit, (2023^b).

Meduri, K., Stauffer, C., O’Brien Johnson, G., Longo, P., Tratnyek, P. G., and Jiao, J., “Unique Structural Characteristics of Catalytic Palladium/Gold Nanoparticles on Graphene”, *Microsc. Microanal.*, 25, 80–91, <https://doi.org/10.1017/S1431927618016185>, (2019).

Meng, Z., Liu, Y., Wang, S., Zhang, A., and Li, S., “Application of the PAPP/MCA/APP intumescent flame retardant system in polypropylene”, *Fire Mater.*, 47, 1064–1073, <https://doi.org/10.1002/fam.3152>, (2023).

Mengeloglu, F., and Karakus, K., “Thermal degradation, mechanical properties and morphology of wheat straw flour filled recycled thermoplastic composites”, *Sensors*, 8, 500–519, <https://doi.org/10.3390/s8010500>, (2008).

Mensah, R. A., Shanmugam, V., Narayanan, S., Renner, J. S., Babu, K., Neisiany, R. E., Försth, M., Sas, G., and Das, O., “A review of sustainable and environment-friendly flame retardants used in plastics”, *Polym. Test.*, 108, 107511, <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2022.107511>, (2022).

Mohd Nasir, N. H., Usman, F., Woen, E. L., Ansari, M. N. M., Supian, A. B. M., and Saloma, “Microstructural and Thermal Behaviour of Composite Material from Recycled Polyethylene Terephthalate and Fly Ash”, *Recycling*, 8, 11, <https://doi.org/10.3390/recycling8010011>, (2023).

Mokrzycki, J., Franus, W., Panek, R., Sobczyk, M., Rusiniak, P., Szerement, J., Jarosz, R., Marcińska-Mazur, L., Bajda, T., and Mierzwa-Hersztek, M., “Zeolite Composite Materials from Fly Ash: An Assessment of Physicochemical and Adsorption Properties”, *Materials*, 16, 2142, <https://doi.org/10.3390/ma16062142>, (2023).

Mu, J., Zhou, R., Liu, C., and Su, T., “Synergistic effect of intumescent flame retardant and zinc borate on linear low-density polyethylene”, *Polym. Eng. Sci.*, 61, 2820–2830, <https://doi.org/10.1002/pen.25802>, (2021).

Nabipour, H., Wang, X., Song, L., and Hu, Y., “Metal-organic frameworks for flame retardant polymers application: A critical review”, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, 139, 106113, <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2020.106113>, (2020).

Nakrani, D., Tiwari, M. K., Wani, T., and Srivastava, G., “Characterization of combustion of hardwood and softwood through experimental and computer simulations”, *J. Therm. Anal. Calorim.*, 148, 7727–7745, <https://doi.org/10.1007/s10973-023-12261-7>, (2023).

Nasr, G., Mohamed, T., and Khalil, R., “Dynamic mechanical and dielectric properties of fly ash/(polystyrene/ low-density polyethylene) composites”, *Mater. Perform. Charact.*, 9, 654–664, <https://doi.org/10.1520/MPC20200055>, (2020).

Newbury, D. E., and Ritchie, N. W. M., “Performing elemental microanalysis with high accuracy and high precision by scanning electron microscopy/silicon drift detector energy-dispersive X-ray spectrometry (SEM/SDD-EDS)”, *J. Mater. Sci.*, 50, 493–518, <https://doi.org/10.1007/s10853-014-8685-2>, (2015).

Nguyen, T. A., and Pham, T. M. H., “Study on the Properties of Epoxy Composites Using Fly Ash as an Additive in the Presence of Nanoclay: Mechanical Properties, Flame Retardants, and Dielectric Properties”, *J. Chem.*, 2020, 1–11, <https://doi.org/10.1155/2020/8854515>, (2020).

Nie, S., Qi, S., He, M., and Li, B., “Synergistic effects of zeolites on a novel intumescent flame-retardant low-density polyethylene (LDPE) system”, *J. Therm. Anal. Calorim.*, 114, 581–587, <https://doi.org/10.1007/s10973-013-3011-9>, (2013).

Olivera, S., Muralidhara, H. B., Venkatesh, K., Gopalakrishna, K., and Vivek, C. S., “Plating on acrylonitrile–butadiene–styrene (ABS) plastic: a review”, *J. Mater. Sci.*, 51, 3657–3674, <https://doi.org/10.1007/s10853-015-9668-7>, (2016).

Ou, C. F., “The crystallization characteristics of polypropylene and low ethylene content polypropylene copolymer with copolyesters”, *Eur. Polym. J.*, 38, 467–473, [https://doi.org/10.1016/S0014-3057\(01\)00218-X](https://doi.org/10.1016/S0014-3057(01)00218-X), (2002).

Ou, H., Xu, J., Liu, B., Xue, H., Weng, Y., Jiang, J., and Xu, G., “Study on synergistic expansion and flame retardancy of modified kaolin to low density polyethylene”, *Polymer*, 221, 123586, <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2021.123586>, (2021).

Owen, M. M., Achukwu, E. O., Arukalam, I. O., Muhammad, M., and Romli, A. Z., “Effect of processing temperatures on the thermal and mechanical properties of leather waste-ABS composites”, *Compos. Adv. Mater.*, 30, 263498332110600, <https://doi.org/10.1177/26349833211060056>, (2021).

Özdemir, A. O., Karataş, Ç., ve Yücesu, S., “Elyaf Konfigürasyonunun Termoplastik Kompozit Levhaların Mekanik Özelliklerine Etkisi”, *Politek. Derg.*, 24, 599–607, <https://doi.org/10.2339/politeknik.711855>, (2021).

Pan, Y., Luo, Z., and Wang, B., “Synergistic flame retardant effect of piperazine salt and ammonium polyphosphate as intumescent flame retardant system for polypropylene”, *J. Appl. Polym. Sci.*, 138, 49813, <https://doi.org/10.1002/app.49813>, (2021).

Pan, Y. Q., Guo, Z. H., Ran, S. Y., Fang, Z. P., Gao, D., Cai, Y. F., Shen, H. Y., and He, Y., “Improved flame retardant of intumescent flame retardant flame-retarded high density polyethylene with fullerene decorated by iron compound”, *Express Polym. Lett.*, 13, 835–843, <https://doi.org/10.3144/expresspolymlett.2019.72>, (2019).

Pappalardo, S., Russo, P., Acierno, D., Rabe, S., and Schartel, B., “The synergistic effect of organically modified sepiolite in intumescent flame retardant polypropylene”, *Eur. Polym. J.*, 76, 196–207, <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2016.01.041>, (2016).

Parida, M. R., Mohanty, S., Biswal, M., Nayak, S. K., and Rai, S., “Influence of aluminum trihydrate (ATH) particle size on mechanical, thermal, flame retardancy and combustion behavior of polypropylene composites”, *J. Therm. Anal. Calorim.*, 148, 807–819, <https://doi.org/10.1007/s10973-022-11851-1>, (2023).

Parvaiz, M. R., Mohanty, S., Nayak, S. K., and Mahanwar, P. A., “Effect of surface modification of fly ash on the mechanical, thermal, electrical and morphological properties of polyetheretherketone composites”, *Mater. Sci. Eng. A*, 528, 4277–4286, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.01.026>, (2011).

Patil, A. G., Mahendran, A., and Anandhan, S., “Nanostructured Fly Ash as Reinforcement in a Plastomer-Based Composite: A New Strategy in Value Addition to Thermal Power Station Fly Ash”, *Silicon*, 8, 159–173, <https://doi.org/10.1007/s12633-014-9194-2>, (2016).

Patil, A. G., Mahendran, A., Selvakumar, M., and Anandhan, S., “Ductility and Flame Retardancy Enhancement of PVC by Nanostructured Fly Ash”, *Silicon*, 11, 2241–2251, <https://doi.org/10.1007/s12633-016-9415-y>, (2019).

Peacock, A. J., and Calhoun, A. R., *Polymer Chemistry: Properties and Applications*, Hanser Gardner Publications, Munich, (2006).

Peng, H., and Yang, Q., “Investigation on the effect of supported synergistic catalyst with intumescent flame retardant in polypropylene”, *J. Polym. Eng.*, 41, 281–288, <https://doi.org/10.1515/polyeng-2020-0225>, (2021).

Porabka, A., Jurkowski, K., and Laska, J., “Fly ash used as a reinforcing and flame-retardant filler in low-density polyethylene”, *Polimery*, 60, 251–257, <https://doi.org/10.14314/polimery.2015.251>, (2015).

Pretrel, H., Le Saux, W., and Audouin, L., “Determination of the heat release rate of large scale hydrocarbon pool fires in ventilated compartments”, *Fire Saf. J.*, 62, 192–205, <https://doi.org/10.1016/j.firesaf.2013.01.014>, (2013).

Qi, H., Liu, S., Chen, X., Shen, C., and Gao, S., “The flame retardant and thermal performances of polypropylene with a novel intumescent flame retardant”, *J. Appl. Polym. Sci.*, 137, 49047, <https://doi.org/10.1002/app.49047>, (2020).

Ramani, A., and Dahoe, A. E., “On the performance and mechanism of brominated and halogen free flame retardants in formulations of glass fibre reinforced poly(butylene terephthalate)”, *Polym. Degrad. Stab.*, 104, 71–86, <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2014.03.021>, (2014).

Ramesan, M. T., “Effect of fly ash on thermal stability, flammability, oil resistance and transport properties of chlorinated styrene butadiene rubber composites”, *J. Elastomers Plast.*, 46, 303–324, <https://doi.org/10.1177/0095244312468440>, (2014).

Ramesan, M. T., “Processing characteristics and mechanical and electrical properties of chlorinated styrene–butadiene rubber/fly ash composites”, *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, 28, 1286–1300, <https://doi.org/10.1177/0892705713505611>, (2015).

Ramlan, M. I. S., and Shuaib, N. A., “Environmental assessment and mechanical properties of acrylonitrile butadiene styrene (ABS) reinforced with fly ash filler”, *AIP Conf. Proc.*, 2030, 20018, <https://doi.org/10.1063/1.5066659>, (2018).

Ray, S., and Cooney, R. P., “Thermal Degradation of Polymer and Polymer Composites”, (ed: Kutz M.), in *Handbook of Environmental Degradation of Materials (Third Edition)*, Elsevier, 185–206, <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-52472-8.00009-5>, (2018).

Realinho, V., Haurie, L., Formosa, J., and Velasco, J. I., “Flame retardancy effect of combined ammonium polyphosphate and aluminium diethyl phosphinate in acrylonitrile-butadiene-styrene”, *Polym. Degrad. Stab.*, <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2018.07.022>, (2018).

Realinho, V., Arencón, D., Antunes, M., and Velasco, J. I., “Effects of a phosphorus flame retardant system on the mechanical and fire behavior of microcellular ABS”, *Polymers*, 11, 30, <https://doi.org/10.3390/polym11010030>, (2019).

Rimez, B., Rahier, H., Biesemans, M., Bourbigot, S., and Van Mele, B., “Flame retardancy and degradation mechanism of poly(vinyl acetate) in combination with intumescent flame retardants: I. Ammonium poly(phosphate)”, *Polym. Degrad. Stab.*, 121, 321–330, <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2015.09.024>, (2015).

Rodriguez, A., Herrero, M., Asensio, M., Santiago-Calvo, M., Guerrero, J., Cañibano, E., Fernández, M. T., and Nuñez, K., “Cooperative Effect of Chemical and Physical Processes for Flame Retardant Additives in Recycled ABS”, *Polymers*, 15, 2431, <https://doi.org/10.3390/polym15112431>, (2023).

Saheb, S. M. D. M., Tambe, P., and Malathi, M., “Influence of halloysite nanotubes and intumescent flame retardant on mechanical and thermal properties of 80/20 (Wt/wt) pp/ABS blend and their composites in the presence of dual compatibilizer”, *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, 31, 202–222, <https://doi.org/10.1177/0892705717697775>, (2018).

Saldívar-Guerra, E., and Vivaldo-Lima, E., “Introduction to Polymers and Polymer Types”, (eds: Saldívar-Guerra, E., and Vivaldo-Lima, E.), *Handbook of Polymer Synthesis, Characterization, and Processing*, Wiley, 1–14, <https://doi.org/10.1002/9781118480793.ch1>, (2013).

Samani, P., and van der Meer, Y., “Life cycle assessment (LCA) studies on flame retardants: A systematic review”, *J. Clean. Prod.*, 274, 123259, <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.123259>, (2020).

Sampathkumaran, P., Kishore, Seetharamu, S., Pattanashetti, V. V., Shekhar Kumar, M., and Niranjana, H. B., “Fly ash cenospheres as reinforcement in different polymer composites – a comparative study of physical and mechanical properties”, *Indian J. Eng. Mater. Sci.*, 22, 354–362, (2015).

Satapathy, S., Nag, A., and Nando, G. B., “Effect of electron beam irradiation on the mechanical, thermal, and dynamic mechanical properties of flyash and nanostructured fly ash waste polyethylene hybrid composites”, *Polym. Compos.*, 33, 109–119, <https://doi.org/10.1002/pc.22140>, (2012).

Satapathy, S., Nando, G. B., Nag, A., and Raju, K. V. S. N., “HDPE-fly ash/nano fly ash composites”, *J. Appl. Polym. Sci.*, 130, 4558–4567, <https://doi.org/10.1002/app.39733>, (2013).

Satapathy, S., and Bihari Nando, G., “Mechanical, dynamic mechanical, and thermal characterization of fly ash and nanostructured fly ash-waste polyethylene/high-density polyethylene blend composites”, *Polym. Compos.*, 37, 3256–3268, <https://doi.org/10.1002/pc.23524>, (2016).

Satapathy, S., “Cyclic extrusion of recycled high density polyethylene/banana fiber/fly ash cenosphere biocomposites: Thermal and mechanical retention properties”, *Int. Polym. Process.*, 34, 47–58, <https://doi.org/10.3139/217.3597>, (2019).

Satapathy, S., and Kothapalli, R. V. S., “Influence of fly ash cenospheres on performance of coir fiber-reinforced recycled high-density polyethylene biocomposites”, *J. Appl. Polym. Sci.*, 132, 1–14, <https://doi.org/10.1002/app.42237>, (2015).

Schartel, B., Bartholmai, M., and Knoll, U., “Some comments on the main fire retardancy mechanisms in polymer nanocomposites”, *Polym. Adv. Technol.*, 17, 772–777, <https://doi.org/10.1002/pat.792>, (2006).

Schmidt, R., “Fire: Flame Retardants Overview”, *Ind. Miner.*, Metal bulletin , (1999).

Seidi, F., Movahedifar, E., Naderi, G., Akbari, V., Ducos, F., Shamsi, R., Vahabi, H., and Saeb, M. R., “Flame Retardant Polypropylenes: A Review”, *Polymers*, 12, 1701, <https://doi.org/10.3390/polym12081701>, (2020).

Selvakumar, V., and Manoharan, N., “Thermal properties of polypropylene/montmorillonite nanocomposites”, *Indian J. Sci. Technol.*, 7, 136–139, <https://doi.org/10.17485/ijst/2014/v7sp7.3>, (2014).

Shi, X. H., Li, X. L., Li, Y. M., Li, Z., and Wang, D. Y., “Flame-retardant strategy and mechanism of fiber reinforced polymeric composite: A review”, *Compos. Part B Eng.*, 233, 109663, <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2022.109663>, (2022).

Singla, M., and Chawla, V., “Mechanical Properties of Epoxy Resin – Fly Ash Composite”, *J. Miner. Mater. Charact. Eng.*, 09, 199–210, <https://doi.org/10.4236/jmmce.2010.93017>, (2010).

Song, Y., Zong, X., Shan, X., Zhang, X., Zou, G., Zhao, C., and Li, J., “Synergistic effect of fly ash on hydroxymethylated lignin-containing flame retardant polypropylene: Flame retardancy and thermal stability”, *Polym. Adv. Technol.*, Ltd, 32, 1075–1085, <https://doi.org/10.1002/pat.5155>, (2021).

Soyama, M., Inoue, K., and Iji, M., “Flame retardancy of polycarbonate enhanced by adding fly ash”, *Polym. Adv. Technol.*, 18, 386–391, <https://doi.org/10.1002/pat.900>, (2007).

Sreekanth, M. S., Joseph, S., Mhaske, S. T., Mahanwar, P. A., and Bambole, V. A., “Effects of Mica and Fly Ash Concentration on the Properties of Polyester Thermoplastic Elastomer Composites”, *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, 24, 317–331, <https://doi.org/10.1177/0892705710389293>, (2011).

Stoliarov, S. I., Crowley, S., Walters, R. N., and Lyon, R. E., “Prediction of the burning rates of charring polymers”, *Combust. Flame*, 157, 2024–2034, <https://doi.org/10.1016/j.combustflame.2010.03.011>, (2010).

Stoliarov, S. I., Crowley, S., Lyon, R. E., and Linteris, G. T., “Prediction of the burning rates of non-charring polymers”, *Combust. Flame*, 156, 1068–1083, <https://doi.org/10.1016/j.combustflame.2008.11.010>, (2009).

Tambrallimath, V., Keshavamurthy, R., Davim, P., Pradeep Kumar, G. S., Pignatta, G., Badari, A., Yunus Khan, T. M., and Badruddin, I. A., “Synthesis and characterization of flyash reinforced polymer composites developed by Fused Filament Fabrication”, *J. Mater. Res. Technol.*, 21, 810–826, <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.09.059>, (2022).

Tang, W., Qian, L., Chen, Y., Qiu, Y., and Xu, B., “Intumescent flame retardant behavior of charring agents with different aggregation of piperazine/triazine groups in polypropylene”, *Polym. Degrad. Stab.*, 169, 108982, <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2019.108982>, (2019).

Thakur, S., and Chauhan, S., “Effect of micron and submicron size cenosphere particulate on mechanical and tribological characteristics of vinylester composites”, *Proc. Inst. Mech. Eng. Part J J. Eng. Tribol.*, 228, 415–423, <https://doi.org/10.1177/1350650113513444>, (2014).

Thi, N. H., Doanh, T. C., Dat, D. T., Oanh, H. T., Nguyen, H. T., Van Nguyen, T., Tran, Q. V., and Hoang, M. H., “Investigation of the synergistic effect of red phosphorus and magnesium hydroxide on the thermal degradation behavior and flame resistance of the intumescent fire-retardant polypropylene system”, *Fire Mater.*, <https://doi.org/10.1002/fam.3175>, (in press) (2023).

Tian, X. S., Zhang, Y. F., Li, Y., and Zhong, J. R., “Effect of char-forming agents rich in tertiary carbon on flame retardant properties of polypropylene”, *J. Therm. Anal. Calorim.*, 147, 10391–10401, <https://doi.org/10.1007/s10973-022-11299-3>, (2022).

Trino, A. S. M., Costa, C. S. M. F., Fonseca, A. C., Barata, I., Júlio, E., Serra, A. C., and Coelho, J. F. J., “Novel composites from green unsaturated polyesters and fly ashes: Preparation and characterization”, *React. Funct. Polym.*, 106, 24–31, <https://doi.org/10.1016/j.reactfunctpolym.2016.07.004>, (2016).

Turku, I., Kasala, S., and Kärki, T., “Characterization of Polystyrene Wastes as Potential Extruded Feedstock Filament for 3D Printing”, *Recycling*, 3, 57, <https://doi.org/10.3390/recycling3040057>, (2018).

Türker, P., Erdoğan, B., Katnaş, F., and Yeğinoğlu, A., *Türkiye’deki uçucu küllerin sınıflandırılması ve özellikleri*, Ankara, TÇMB, (2009).

Unlu, S. M., Tayfun, U., Yildirim, B., and Dogan, M., “Effect of boron compounds on fire protection properties of epoxy based intumescent coating”, *Fire Mater.*, 41, 17–28, <https://doi.org/10.1002/fam.2360>, (2017).

UL 94 Standard, Test for Flammability of Plastic Materials for Parts in Devices and Appliances; Underwriters Laboratories Inc.: Northbrook, IL, (1996).

Ullah, S., Ahmad, F., Shariff, A. M., Bustam, M. A., Gonfa, G., and Gillani, Q. F., “Effects of ammonium polyphosphate and boric acid on the thermal degradation of an intumescent fire retardant coating”, *Prog. Org. Coatings*, 109, 70–82, <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2017.04.017>, (2017).

Url-1 < <https://www.sentezkimya.com/pe-polietilen.html/>>, (17 Temmuz 2023).

Url-2 < <https://www.sentezkimya.com/pp-polipropilen.html/>>, (17 Temmuz 2023).

Url-3 < <https://www.sentezkimya.com/abs-akrilonitril-butadien-stiren.html/>>, (17 Temmuz 2023).

Url-4 < <https://app.petkim.com.tr/QDMSFiles/File.ashx?fn=PPU-CST-TDS-0052&l=tr&fl=urunler/>>, (20 Aralık 2023).

Url-5 < <https://app.petkim.com.tr/QDMSFiles/File.ashx?fn=PPU-CST-TDS-0061&l=tr&fl=urunler/>>, (20 Aralık 2023).

Url-6 < https://www.ineos-styrolution.com/Product/Terluran_TERLURAN-GP-22_SKU300600120827_lang_en_GB.html/>, (20 Aralık 2023).

Url-7 < <https://www.ultrakim.com/tr/detay.aspx?Id=123/>>, (20 Aralık 2023).

Url-8 < <https://www.tisan.com.tr/urun-listesi-226/>>, (20 Aralık 2023).

Usta, N., “Investigation of fire behavior of rigid polyurethane foams containing fly ash and intumescent flame retardant by using a cone calorimeter”, *J. Appl. Polym. Sci.*, 124, 3372–3382, <https://doi.org/10.1002/app.35352>, (2012).

Vahidi, G., Bajwa, D. S., Shojaeiarani, J., Stark, N., and Darabi, A., “Advancements in traditional and nanosized flame retardants for polymers—A review”, *J. Appl. Polym. Sci.*, 138, 50050, <https://doi.org/10.1002/app.50050>, (2021).

Vasile, C. and Pascu, M., “Practical Guide to Polyethylene”, *Rapra Technology Ltd*, (2005).

Verma, P., Kumar, A., Chauhan, S. S., Verma, M., Malik, R. S., and Choudhary, V., “Industrially viable technique for the preparation of HDPE/fly ash composites at high loading: Thermal, mechanical, and rheological interpretations”, *J. Appl. Polym. Sci.*, 135, 4–11, <https://doi.org/10.1002/app.45995>, (2018).

Villamil Watson, D. A., and Schiraldi, D. A., “Biomolecules as Flame Retardant Additives for Polymers: A Review”, *Polymers*, 12, 849, <https://doi.org/10.3390/polym12040849>, (2020).

Wang, J., Xue, L., Zhao, B., Lin, G., Jin, X., Liu, D., Zhu, H., Yang, J., and Shang, K., “Flame retardancy, fire behavior, and flame retardant mechanism of intumescent flame retardant EPDM containing ammonium polyphosphate/pentaerythritol and expandable graphite”, *Materials*, 12, 4035, <https://doi.org/10.3390/MA12244035>, (2019).

Wang, X., Yang, G., and Guo, H., “Tannic acid as biobased flame retardants: A review”, *J. Anal. Appl. Pyrolysis*, 174, 106111, <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2023.106111>, (2023^a).

Wang, Y., and Zhao, J., “Effect of graphene on flame retardancy of graphite doped intumescent flame retardant (IFR) coatings: Synergy or antagonism”, *Coatings*, 9, 94, <https://doi.org/10.3390/coatings9020094>, (2019).

Wang, Y., Liu, B., Chen, R., Wang, Y., Han, Z., Wang, C., and Weng, L., “Synergistic Effect of Nano-Silica and Intumescent Flame Retardant on the Fire Reaction Properties of Polypropylene Composites”, *Materials*, 16, 4759, <https://doi.org/10.3390/ma16134759>, (2023^b).

Wasekar, P. A., Kadam, P. G., and Mhaske, S. T., "Preparation of zinc and calcium hydroxide-modified fly ash and its utilization as filler in nylon 6", *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, 29, 913–934, <https://doi.org/10.1177/0892705714551239>, (2016).

Wei, B., Chang, Q., Bao, C., Dai, L., Zhang, G., and Wu, F., "Surface modification of filter medium particles with silane coupling agent KH550", *Colloids Surfaces A Physicochem. Eng. Asp.*, 434, 276–280, <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2013.05.069>, (2013).

Wen, X., Szymańska, K., Chen, X., and Mijowska, E., "Nanosized carbon black as synergist in PP/POE-MA/IFR system for simultaneously improving thermal, electrical and mechanical properties", *J. Therm. Anal. Calorim.*, 139, 1091–1098, <https://doi.org/10.1007/s10973-019-08466-4>, (2020).

Wu, N., and Li, X., "Flame retardancy and synergistic flame retardant mechanisms of acrylonitrile-butadiene-styrene composites based on aluminum hypophosphite", *Polym. Degrad. Stab.*, 105, 265–276, <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2014.04.011>, (2014).

Xia, S., Zhang, Z., Leng, Y., Li, B., and Xu, M., "Synthesis of a novel mono-component intumescent flame retardant and its high efficiency for flame retardant polyethylene", *J. Anal. Appl. Pyrolysis*, 134, 632–640, <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2018.08.017>, (2018).

Xia, Y., Liu, S., Wang, X., Han, Y., Li, J., and Jian, X., "The analysis of synergistic effects of zeolites applied in intumescent halogen-free flame-retardant ABS composites", *Polym. - Plast. Technol. Eng.*, 47, 613–618, <https://doi.org/10.1080/03602550802059733>, (2008).

Xia, Y., Jian, X. gao, Li, J. F., Wang, X. H., and Xu, Y. Y., "Synergistic effect of montmorillonite and intumescent flame retardant on flame retardance enhancement of ABS", *Polym. - Plast. Technol. Eng.*, 46, 227–232, <https://doi.org/10.1080/03602550601152895>, (2007).

Xiang, S., Feng, J., Yang, H., and Feng, X., "Synthesis and Applications of Supramolecular Flame Retardants: A Review", *Molecules*, 28, 5518, <https://doi.org/10.3390/molecules28145518>, (2023).

Xu, B., Wu, X., Qian, L., Qiu, Y., Tang, S., Xi, W., and Fang, Y., "Intumescent flame-retardant poly(1, 4-butylene terephthalate) with ammonium polyphosphate and a hyperbranched triazine charring-foaming agent: Flame retardancy performance and mechanisms", *J. Fire Sci.*, 35, 317–340, <https://doi.org/10.1177/0734904117708529>, (2017).

Xu, J., Ou, H., Shan, X., Liu, B., Jiang, J., and Xu, G., "Investigation of novel intumescent flame retardant low-density polyethylene based on SiO₂@MAPP and double pentaerythritol", *J. Appl. Polym. Sci.*, 137, 49242, <https://doi.org/10.1002/app.49242>, (2020).

Xu, Q., Wu, L., Yan, X., Zhang, S., Dong, L., Su, Z., Zhong, T., Jiang, C., Chen, Y., Jiang, M., and Liu, P., “Halogen-free flame retardant polypropylene fibers with modified intumescent flame retardant: Preparation, characterization, properties and mode of action”, *Polymers*, 13, 2553, <https://doi.org/10.3390/polym13152553>, (2021).

Xu, Y., Zhou, R., Mu, J., Ding, Y., and Jiang, J., “Synergistic flame retardancy of linear low-density polyethylene with surface modified intumescent flame retardant and zinc borate”, *Colloids Surf. A Physicochem. Eng. Asp.*, 640, 128400, <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2022.128400>, (2022).

Xue, B., Bao, J., and Zhang, J., “Ultrafine fly ash as a reinforcing filler in poly(lactic acid) matrix”, *J. Appl. Polym. Sci.*, 133, 43716, <https://doi.org/10.1002/app.43716>, (2016).

Yadav, R., Dwivedi, S. P., Dwivedi, V. K., and Islam, A., “Microstructure and mechanical testing of Al/graphite/Fly-ash metal matrix composite material”, *World J. Eng.*, 20, 306–313, <https://doi.org/10.1108/WJE-07-2021-0408>, (2023).

Yan, J., and Xu, M., “Design, synthesis and application of a highly efficient mono-component intumescent flame retardant for non-charring polyethylene composites”, *Polym. Bull.*, 78, 643–662, <https://doi.org/10.1007/s00289-020-03130-6>, (2021).

Yang, W., Dong, X., Nie, S. bin, Yang, J. nian, Zhang, X. feng, Wu, X. qiang, Fang, C. ye, and Su, H. lin, “Flame-retardant and thermal properties of highly efficient water-resistant intumescent flame-retardant polypropylene composites”, *J. Therm. Anal. Calorim.*, 147, 7323–7336, <https://doi.org/10.1007/s10973-021-11038-0>, (2022).

Yang, X. M., Qiu, S., Yusuf, A., Sun, J., Zhai, Z., Zhao, J., and Yin, G. Z., “Recent advances in flame retardant and mechanical properties of polylactic acid: A review”, *Int. J. Biol. Macromol.*, 243, 125050, <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.125050>, (2023).

Yang, Y., Luo, H., Cao, X., Zhou, F., Kong, W., and Cai, X., “The synergistic effects of a novel intumescent flame-retardant poly-(4-nitrophenoxy)-phosphazene and ammonium polyphosphate on ABS systems”, *J. Therm. Anal. Calorim.*, 137, 65–77, <https://doi.org/10.1007/s10973-018-7934-z>, (2019).

Yao, W., Zhao, Y., Wu, K., Han, L., Cai, H., and Guo, W., “Effect of fly ash on the structure and properties of polyolefin elastomer/fly ash/polypropylene composites”, *Mater. Res. Express*, IOP Publishing, 6, 025308, <https://doi.org/10.1088/2053-1591/aaed18>, (2018).

Yi, J., Liu, Y., and Cai, X., “The synergistic effect of adjuvant on the intumescent flame-retardant ABS with a novel charring agent”, *J. Therm. Anal. Calorim.*, 113, 753–761, <https://doi.org/10.1007/s10973-012-2802-8>, (2013).

Yi, L., Jiangsong, Y., and Xufu, C., “Application of a novel halogen-free intumescent flame retardant for acrylonitrile-butadiene-styrene”, *J. Appl. Polym. Sci.*, 124, 1475–1482, <https://doi.org/10.1002/app.35153>, (2012).

Yildiz, C., Seki, Y., Kizilkan, E., Sarikanat, M., and Altay, L., “Development of Halogen-Free Flame Retardant Acrylonitrile Butadiene Styrene (ABS) Based Composite Materials”, *ChemistrySelect*, 8, e202300989, <https://doi.org/10.1002/slct.202300989>, (2023).

Yuan, B., Fan, A., Yang, M., Chen, X., Hu, Y., Bao, C., Jiang, S., Niu, Y., Zhang, Y., He, S., and Dai, H., “The effects of graphene on the flammability and fire behavior of intumescent flame retardant polypropylene composites at different flame scenarios”, *Polym. Degrad. Stab.*, 143, 42–56, <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2017.06.015>, (2017).

Yuan, J., Wang, H., Wang, Y., Ma, Y., Zhu, Z., and Lin, X., “A novel highly efficient intumescent flame-retardant polypropylene: Thermal degradation, flame retardance and mechanism”, *J. Polym. Res.*, 29, 205, <https://doi.org/10.1007/s10965-022-03064-9>, (2022^a).

Yuan, Y., Yu, B., and Wang, W., “The influence of poorly-/well-dispersed organo-montmorillonite on interfacial compatibility, fire retardancy and smoke suppression of polypropylene/intumescent flame retardant composite system”, *J. Colloid Interface Sci.*, 622, 367–377, <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2022.04.101>, (2022^b).

Yücesoy, A., Balçık Tamer, Y., and Berber, H., “Improvement of flame retardancy and thermal stability of highly loaded low density polyethylene/magnesium hydroxide composites”, *J. Appl. Polym. Sci.*, 140, e54107, <https://doi.org/10.1002/app.54107>, (2023).

Yüçetürk, M., Yüçetürk, B., and Yegane, G., “Investigation of flame retardancy and physical-mechanical properties of mineral-based polyethylene composites”, *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, <https://doi.org/10.1177/08927057231213534>, (in press) (2023).

Zhan, Z., Shi, J., Zhang, Y., Zhang, Y., Zhang, B., and Liu, W., “The study on flame retardancy synergetic mechanism of magnesium oxide for PA66/AlPi composite”, *Mater. Res. Express*, 6, 115317, <https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab4737>, (2019).

Zhang, C., Jiang, Y., Li, S., Huang, Z., Zhan, X. Q., Ma, N., and Tsai, F. C., “Recent trends of phosphorus-containing flame retardants modified polypropylene composites processing”, *Heliyon*, 8, e11225, <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2022.e11225>, (2022^a).

Zhang, J., Fernández-Blázquez, J. P., Li, X. L., Wang, R., Zhang, X., and Wang, D. Y., “A facile technique to investigate the char strength and fire retardant performance towards intumescent epoxy nanocomposites containing different synergists”, *Polym. Degrad. Stab.*, 202, 110000, <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2022.110000>, (2022^b).

Zhang, M., Zhang, W., Chen, Y., and Yang, B., “Preparation of efficiently intumescent-flame-retarded polypropylene composite: synergistic effect of novel phosphorus-containing polyhedral oligomeric silsesquioxane”, *Plast. Rubber Compos.*, 50, 464–476, <https://doi.org/10.1080/14658011.2021.1924480>, (2021).

Zhang, Q., Lu, W., Zhou, L., Zhang, D., Cai, H., and Lin, X., “Tensile and flammability characterizations of corn straw slagging/high-density polyethylene composites”, *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, 33, 1466–1477, <https://doi.org/10.1177/0892705719830459>, (2020^a).

Zhang, S., Tang, W., Li, L., Li, H., Sun, J., Gu, X., Chen, S., Peng, X., and Bourbigot, S., “Fabrication of Fly Ash-Based Mesoporous Aluminosilicate Oxides Loaded with Zinc and its Synergistic Fire Resistancy in Polypropylene”, *J. Vinyl Addit. Technol.*, 26, 135–143, <https://doi.org/10.1002/vnl.21726>, (2020^b).

Zhang, T., Wang, C., Wang, Y., Wang, Y., and Han, Z., “Effects of Modified Layered Double Hydroxides on the Thermal Degradation and Combustion Behaviors of Intumescent Flame Retardant Polyethylene Nanocomposites”, *Polymers*, 14, 1616, <https://doi.org/10.3390/polym14081616>, (2022^c).

Zhang, Y., Li, X., Fang, Z., Hull, T. R., Kellarakis, A., and Stec, A. A., “Mechanism of enhancement of intumescent fire retardancy by metal acetates in polypropylene”, *Polym. Degrad. Stab.*, 136, 139–145, <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2016.12.018>, (2017).

Zhang, Y., Lin, F., Wu, Y., Wang, S., Liu, Z., and Song, L., “Synergistic flame retardant effect of cerium-based DOPO derivative and intumescent flame retardants in polypropylene”, *J. Appl. Polym. Sci.*, 140, e53819, <https://doi.org/10.1002/app.53819>, (2023).

Zhao, W., Kumar Kundu, C., Li, Z., Li, X., and Zhang, Z., “Flame retardant treatments for polypropylene: Strategies and recent advances”, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, 145, 106382, <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2021.106382>, (2021).

Zhi, M., Yang, X., Fan, R., Yue, S., Zheng, L., Liu, Q., and He, Y., “A comprehensive review of reactive flame-retardant epoxy resin: fundamentals, recent developments, and perspectives”, *Polym. Degrad. Stab.*, 201, 109976, <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2022.109976>, (2022).

Zhou, X., Qiu, S., Mu, X., Zhou, M., Cai, W., Song, L., Xing, W., and Hu, Y., “Polyphosphazenes-based flame retardants: A review”, *Compos. Part B Eng.*, 202, 108397, <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2020.108397>, (2020).

Zhou, Y. Bin, Wang, Y. C., Yu, K., Feng, S. Q., Zhang, H. J., and Zhao, J. P., “Synergistic flame retardancy of piperazine pyrophosphate/magnesium hydroxide/fly ash cenospheres-doped rigid polyurethane foams”, *Constr. Build. Mater.*, 408, 133670, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2023.133670>, (2023).