



**Review Paper / Derleme Makalesi**

**EXPERIMENTAL INVESTIGATION OF THE STRESS RELAXATION BEHAVIOURS OF EPDM SYNTHETIC RUBBERS**

**Uğur MAZLUM\*<sup>1</sup>, Vahap VAHAPOĞLU<sup>2</sup>, Sami KARADENİZ<sup>3</sup>**

<sup>1</sup>Gümüşhane Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, GÜMÜŞHANE

<sup>2</sup>Alanya Belediyesi, Fen İşleri Müdürlüğü, Alanya-ANTALYA

<sup>3</sup>Avrasya Üniversitesi, Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, TRABZON

**Received/Geliş: 06.12.2014 Revised/Düzeltilme: 22.02.2015 Accepted/Kabul: 14.05.2015**

**ABSTRACT**

Rubber type materials are preferred because they are suitable for use in many engineering applications besides their elasticity. EPDM rubber show outstanding heat, ozone and weather resistance and has excellent electrical properties. Therefore this rubber as an elastomer is an engineering material that has wide range of applications in industry such as door and window seals, radiator, garden and heating hoses, tubing, washers, belts, electrical insulation, roofing membrane and rubber mechanical goods.

In this works, the stress relaxation behaviour of EPDM rubber at the room temperature were experimentally investigated. Applied to the hardness EPDM samples were subjected to different loading programs. In addition, for the loading programs that were implemented, it is shown that for the EPDM rubbers tested the stress relaxation curves obtained at different stretch ratios may be represented by a single representative curve for the specimens having the same hardnesses.

**Keywords:** Rubber, EPDM rubber, hardness, elastomers, stress relaxation, stretch ratio.

**EPDM SENTETİK KAUCUKLARIN GERİLME GEVŞEMESİ DAVRANIŞLARININ DENEYSEL OLARAK İNCELENMESİ**

**ÖZ**

Kauçuk türü malzemeler elastikiyetlerinin yanında birçok mühendislik uygulamasında kullanılmaya elverişli olmalarından dolayı tercih edilmektedir. EPDM kauçuklar endüstride özellikle kapı-cam fitili, sünger fitil, radyatör ve ısıtma hortumları, beyaz eşya, körük ve contalar, konveyör kayışları, tank ve silindir kapakları gibi çok yaygın uygulama alanı bulan bir mühendislik malzemesidir.

Bu çalışmada Etilen Propilen Dien (EPDM) kauçuğunun oda sıcaklığındaki gerilme gevşemesi davranışı deneysel olarak incelenmiştir. Uygulanan sertlik değerindeki EPDM numuneler farklı yükleme programlarına tabi tutulmuştur. Ayrıca, çalışmada teste tabi tutulan EPDM kauçuklar için, uygulanan yükleme programları için aynı sertlikteki EPDM kauçukların uygulamada karşılaşılabilecek uzama oranları sınırları içindeki gerilme gevşemesi davranışlarının aynı bir eğriyle temsil edilebileceği sonucuna varılmıştır.

**Anahtar Sözcükler:** Kauçuk, EPDM kauçuğu, sertlik, elastomer, gerilme gevşemesi, uzama oranı.

\* Corresponding Author/Sorumlu Yazar: e-mail/e-ileti: ugurmazlum@gumushane.edu.tr, tel: (456) 233 10 68 / 1618

## 1. GİRİŞ

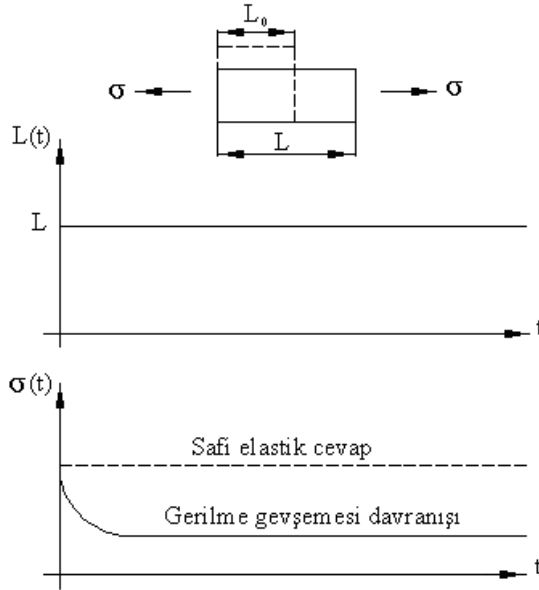
Kauçuk malzemesi günlük yaşamda artan kullanım alanlarıyla pek çok uygulamada kullanılan bir malzemedir. Metallerin kullanılmadığı yerlerde kullanım kolaylığı sağlamasından dolayı pek çok avantajları vardır. Kauçuk malzemesi bazı tropik bitkilerin sütümsü öz suyundan (lâteks) doğal halde veya petrol ve alkolün karıştırılması sonucu suni olarak elde edilen bir malzeme olarak tanımlanabilir. Çalışmada ısıya, oksidasyona ve yaşlanmaya karşı üstün direnci olan EPDM sentetik kauçuk türü kullanılmıştır. EPDM, Etilen, propilen ve Dien monomerlerinin birleşmesinden meydana gelmektedir. Etilen-propilen miktarı eşit olduğunda kauçuk amorf olarak davranmakta, etilen miktarının düşük olması halinde ise EPDM katkı maddeleriyle kolay ve hızlı karışmaktadır.

Gerilme gevşemesi deneyi kauçuk türü malzemelerin mekanik ve termal özelliklerinin belirlenmesinde her geçen gün önemi artan bir deneydir. İlk yıllarda sadece üniversitelerin bilimsel araştırma projelerinde çalışma yapılmasına rağmen günümüzde artık, özellikle o-ring, keçe ve conta imalatının yapıldığı kurumlarda ve otomobil endüstrisinde, standart bir test metodu olma yolundadır [1].

Kauçuk türü malzemelerde sabit deformasyon altında gerilmenin zamanla azaldığı gözlenmiş ve kauçuk türü malzemelerin bu davranışı, literatürde, “Gerilme Gevşemesi” olarak adlandırılmıştır. Literatürde, kauçuğun bu inelastik davranışını modellemek için ilk bilimsel çalışma 1944 yılında Tobolsky [2] tarafından yapılmış olup halen de bu konu üzerinde çalışmalar yapılmaktadır [3-10].

Gerilme gevşemesini meydana getiren proses fiziksel veya kimyasal olabilir. Normal koşullar altında her iki proses çeşidi eş zamanlı olarak gerçekleşir. Ancak normal ve düşük sıcaklıklar veya kısa zamanlarda gerilme gevşemesi fiziksel proses olarak gerçekleşirken yüksek sıcaklıklar veya uzun zamanlarda ise kimyasal proses olarak gerçekleşir [11].

Gerilme gevşemesi testinde numune belirli bir boya kadar belirli bir hızda deforme edilir. Bu deformasyon değerinde maksimum gerilme değerine ulaşmış olan numunede zamanla gerilmedeki düşüşün izlenmesi şeklinde bir prosedür izlenmektedir (Şekil 1). Gerilme gevşemesi davranışına sıcaklık, camsı duruma geçiş, molekül ağırlık, çapraz bağlanma, kristalleşme, uzama ve sertliğin etkileri söz konusudur.



Şekil 1. Gerilme gevşemesi deneyleri

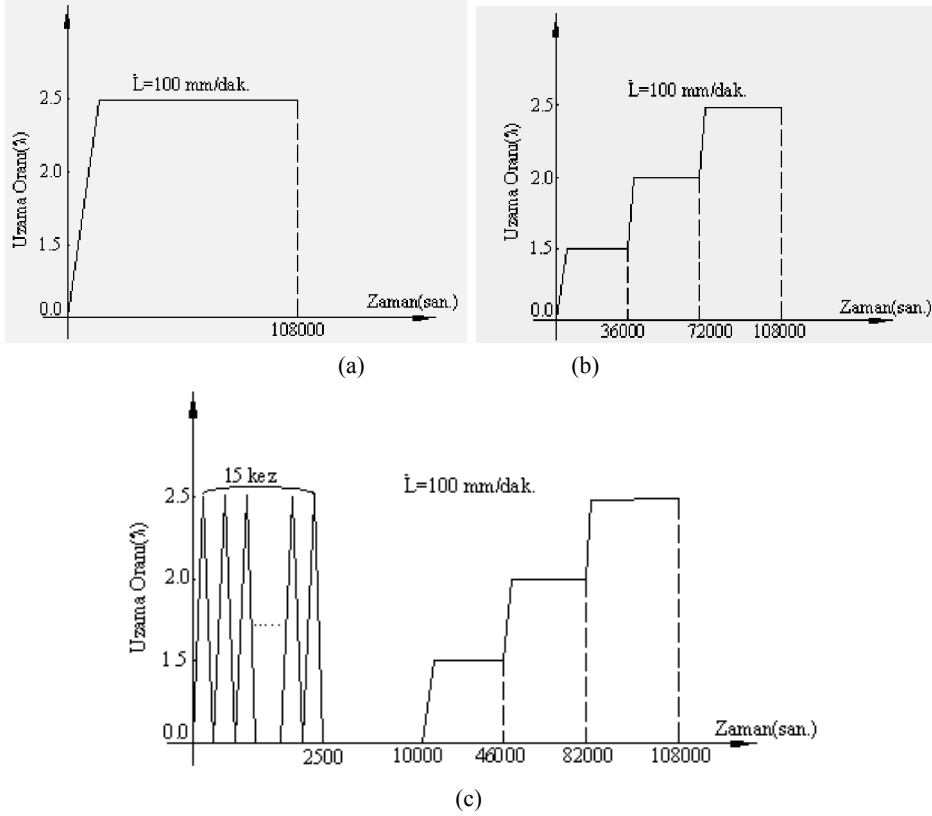
Yapılan çalışmada, Shore A70 sertlik değerindeki EPDM kauçuk numuneler Şekil 2’de verilen farklı yükleme prosedürlerine tabi tutularak gerilme gevşemesi davranışı deneysel olarak incelenmiştir. Farklı uzama oranlarında ön yükleme prosedürü uygulanmadan elde edilen gerilme gevşemesi deneyleriyle ön yükleme prosedürü uygulandıktan sonraki gerilme gevşemesi deneylerinin sonuçları karşılaştırılmıştır. Ayrıca, çalışmada gerçekleştirilen yükleme prosedürleri için aynı sertlikteki EPDM kauçukların uygulamada karşılaşılabilecek uzama oranları sınırları içindeki gerilme gevşemesi davranışlarının aynı bir eğriyle temsil edilip edilemeyeceği araştırılmıştır.

## 2. GERİLME GEVŞEMESİ DENEY PROSEDÜRÜ

Gerilme gevşemesi deney çalışmasında sürekli tip ölçüm sistemi ile deneyler yapılmıştır. Deneyler hava ortamında ve oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Çalışmada bilgisayar kontrollü tek eksenli çekme deney düzeneği kullanılmıştır [12]. Deney düzeneği ile bilgisayarın haberleşmesi NI-LABVIEW yazılımı ile hazırlanmış bilgisayar programı vasıtasıyla gerçekleştirilmiştir [13].

Deney çalışmasında Şekil 2’deki deney prosedürleri yardımıyla numunelerin ömür tayini yapılabilmektedir. Şekil 2-a’daki prosedür, 100 mm/dak numune boyu değişim hızıyla kendi boyunun 2.5 katına kadar deforme edilmiş numunenin yaklaşık 30 saat beklenilmesi sonucunda elde edilmiştir. Şekil 5’ten görüleceği üzere gevşeme grafiğinde 2. Bölge yaklaşık lineerlik göstermektedir. Bundan dolayı eğri yakıştırma yöntemiyle numunenin ne kadar dayanabileceğini tahmin etmek kolaylaşmaktadır. Bu vesileyle zaman skalasının sonuna kadar verilmesine gerek kalmamaktadır. Şekil 2-b’deki prosedürde numunenin boyunun yarısı kadar uzamasında elde edilen gevşeme grafiklerinin dayanıma olumlu veya olumsuz ne gibi etkisi olduğu araştırılmıştır. Şekil 2-c’de ise 15 kez yükleme boşalmaya tabi tutulmuş numuneye Şekil 2-b’deki prosedür uygulandığındaki durum nasıl olmaktadır. Şekil 2’deki deney prosedürleri Shore A70 sertlik değerindeki numunelere uygulanmış ve mühendislik gerilmesi-zaman grafikleri elde edilmiştir. Bu grafiklerin normalize edilmesiyle de normalize edilmiş gerilme-zaman grafikleri elde

edilmiştir. Şekil 2a'daki prosedürde, numune  $\lambda = 2.5$  uzama oranına kadar deforme edildikten sonra yük altında 108000 saniye (30 saat) beklenilmektedir. Böylece elde edilen mühendislik gerilmesi-zaman grafiğinden 30 saat sonunda mühendislik gerilmesinin hangi değere düştüğü görülebilmektedir.

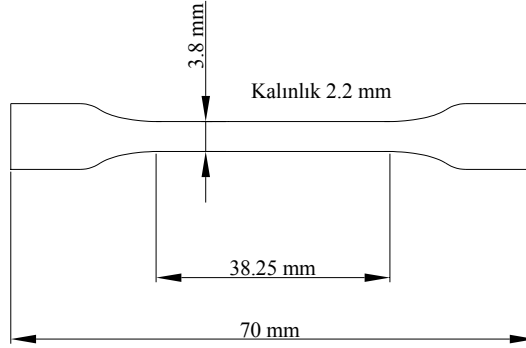


Şekil 2. a) Direkt prosedür, b) Normal prosedür, c) Ön prosedür uygulanmış gerilme gevşemesi deney prosedürleri

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

### 3. DENEYDE KULLANILAN NUMUNELER

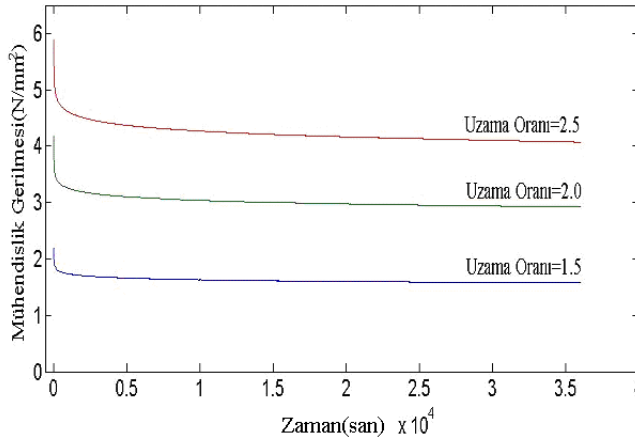
Yapılan çalışmada kristalize olmayan EPDM kauçuğundan hazırlanan Shore A70 sertlik değerindeki numuneler kullanılmıştır. Numuneler dumbbell formunda ve Şekil 3’de gösterildiği boyutlarda özel bir kesme makinasında hassas bir şekilde kesilerek hazırlanmıştır. Ölçüm uzunluğu (yüksüz konumda çeneler arasındaki mesafe) 38.25 mm alınmıştır.



Şekil 3. EPDM numune boyutları

### 4. DENEY BULGULARI

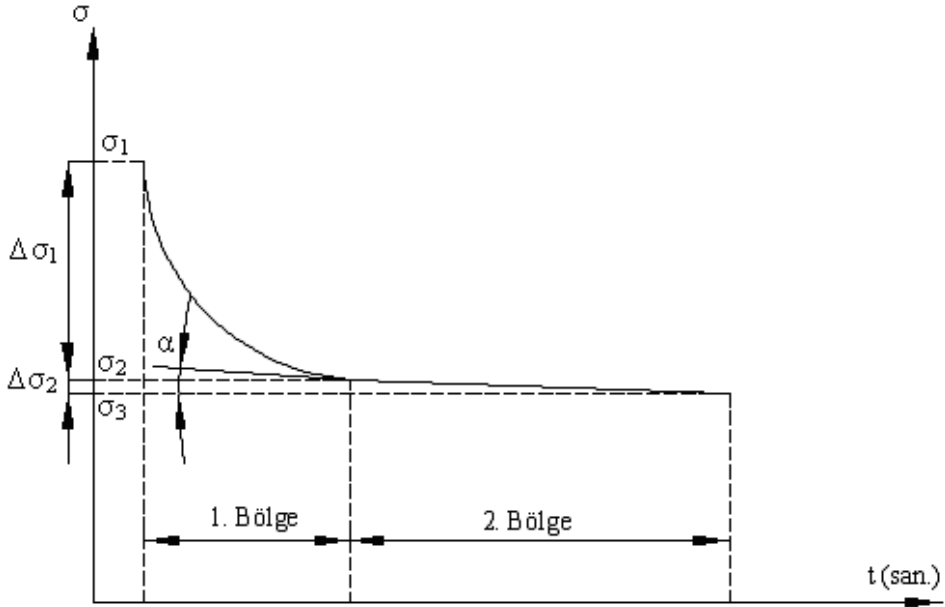
Shore A70 sertlik değerlerindeki kauçuk numunelerin 1.5, 2.0, 2.5 uzama oranlarına kadar deforme edilmesi ve yüklü konumda 10 saat beklenilmesi sonucunda elde edilen mühendislik gerilmesi-zaman grafiği Şekil 4’te görülmektedir.



Şekil 4. Shore A70 sertlik değerinde  $\lambda= 1.5$ ,  $\lambda= 2.0$ ,  $\lambda= 2.5$ ’daki gerilme gevşemesine ait gerilme-zaman eğrileri

Şekil 5’te sabit uzama oranına göre gerilme-zaman verileri tanımlanmıştır. Burada gerilmenin maksimum olduğu  $\sigma_1$  değeri  $t_1$  zamanına karşılık gelmektedir.  $T_2$  zamanı 2 saat sonraki zaman dilimini  $\sigma_2$  ise ekspanansiyelliğin bitip yaklaşık lineerliğin başladığı noktadaki gerilme değerini

vermektedir. Burada  $\sigma_1$  maksimum gerilme değerinden  $\sigma_2$  gerilmesine kadar  $t_1$ - $t_2$  zaman dilimi boyunca azalan bu grafiğin altındaki bölge 1. Bölge olarak ifade edilir. Ayrıca  $\sigma_3$  gerilmesi  $t_3$  zaman dilimi sonunda elde edilen minimum gerilme değeridir. Şekil 5'ten görüldüğü gibi  $\sigma_2$  gerilmesinden  $\sigma_3$  gerilmesine kadar  $t_2$ - $t_3$  zaman dilimleri arasında gerilmede lineere yakın bir azalma söz konusudur. Azalan bu lineere yakın eğri bölgesi ise 2. Bölge olarak ifade edilmiştir. Bu bölgeyi temsil eden eğrinin yatayla yaptığı açı değeri  $\alpha$ , gerilmedeki gevşeme; birinci bölgede  $(\Delta\sigma_1)$ , 2. Bölgede ise  $(\Delta\sigma_2)$  şeklinde ifade edilmişlerdir [14].

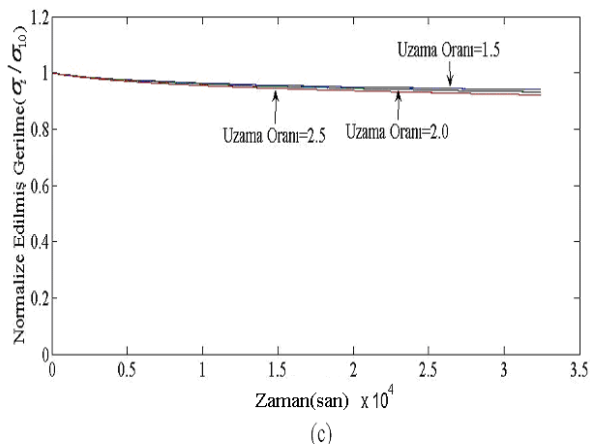
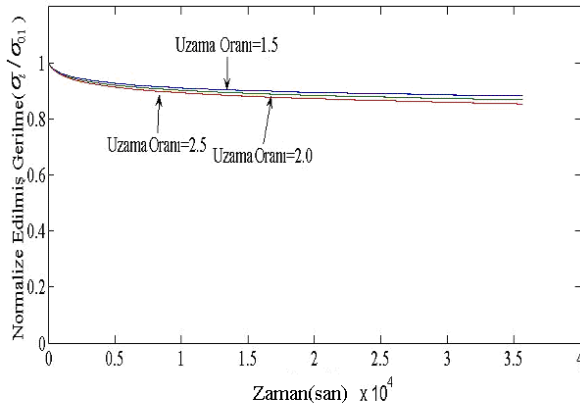
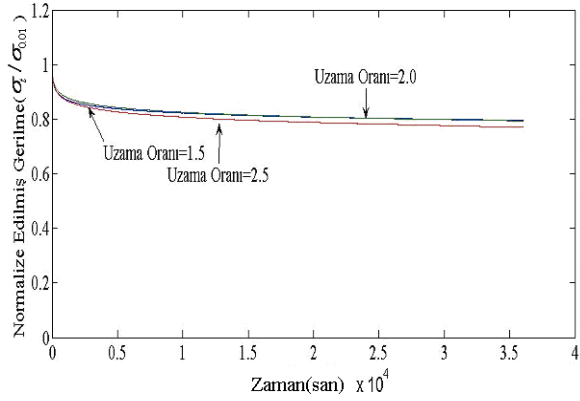


Şekil 5. Sabit uzama oranında gerilme-zaman verileri için tanımlamalar [14].

Gerilme gevşemesi deneyinden elde edilen gerilme-zaman verilerinin farklı uzama oranlarındaki deney sonuçlarını karşılaştırabilmek için deneysel verilerin normalize edilerek grafiklerinin çizilmesi gerekmektedir [15]. Şekil 6a,b,c'de, Şekil 4'deki gerilme gevşemesi deneysel verilerinin 0.01, 0.1, 1.0 saatteki gerilme değerlerine bölünmesiyle elde edilen normalize edilmiş gerilme gevşemesi grafikleri görülmektedir. Çalışmada gerilmenin normalize edilmiş değeri, deneyden okunan gerilme değerinin ( $\sigma_i$ ) 0.01, 0.1, 1.0 saatteki gerilme değerlerine ( $\sigma_{0.01}, \sigma_{0.1}, \sigma_{1.0}$ ) bölünerek elde edilmiş ve grafikler buna göre çizilmiştir.

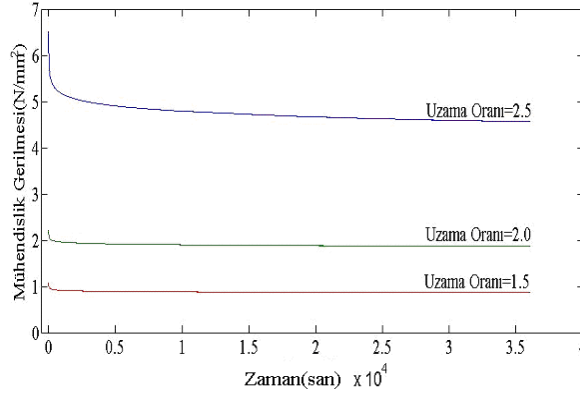
Şekil 6a'da normalize gerilmede en fazla düşüş  $\lambda = 2.5$ 'da olduğu görülmektedir.  $\lambda = 1.5$  ile  $\lambda = 2.0$  uzama oranları arasında gerilme gevşemesi farkı çok az olmaktadır.  $\lambda = 2.5$  uzama oranında 1. bölgede (0-2 saat arası) gerilme düşüşü fazla olmaktadır. 2. Bölgede (2-10 saat arası) ise 1. bölgedeki kadar olmasa da yine de gerilmede doğrusal bir düşüş söz konusudur. Her üç uzama oranında 2. bölgede eğrilerin  $\alpha$  eğim değeri en fazla olan  $\lambda = 2.5$  değerindedir.  $\lambda = 2.0$ 'de eğim değeri  $\lambda = 1.5$ 'dakinden yaklaşık % 14 daha büyüktür.

Şekil 6c'de Shore A70 sertlik değerinde 1.0 saatteki gerilme değeri ile normalize gerilme-zaman eğrisinde 1. bölgede oluşan eksponansiyelliğin azaldığı ve hemen hemen lineere yakın bir eğri elde edildiği görülmektedir.



**Şekil 6.** Shore A70 sertlik değerindeki EPDM kauçuk malzemesinin a) 0.01, b) 0.1 ve c) 1.0. saatteki gerilme değeri ile normalize edilmiş gerilme-zaman grafikleri

Ön prosedür uygulanmış kauçuk numunelerinin 1.5, 2.0 ve 2.5 uzama oranlarına kadar deforme edilmesi sonucu Şekil 7'deki mühendislik gerilmesi-zaman grafiği elde edilmiştir. Şekil 7'deki gerilme gevşemesi eğrilerinin 0.01, 0.1, 1.0 saatteki gerilme değerleriyle normalize edildimesi durumu Şekil 8'de verilmiştir. Şekil 8a'da en fazla gerilme gevşemesi  $\lambda= 2.5$ 'da olduğu görülmektedir.  $\lambda= 1.5$  ile  $\lambda= 2.0$  uzama oranları arasında oluşan gerilme gevşemesi farkı oldukça azdır. Aksine  $\lambda= 2.0$  ile  $\lambda= 2.5$  uzama oranları arası fark fazladır.  $\lambda= 2.5$  uzama oranında 1. bölgede gerilme düşüşü daha fazla olmaktadır. 2. bölgede ise yani lineere yakın bölgede  $\alpha$  eğim değeri diğer uzama oranlarındakinden daha büyüktür.  $\lambda= 1.5$  ve  $2.0$ 'de ise 1. bölgede gerilme düşüşü az, 2. bölgede  $\alpha$  eğimi  $\lambda= 2.5$  uzama oranındakine göre küçük olmaktadır.

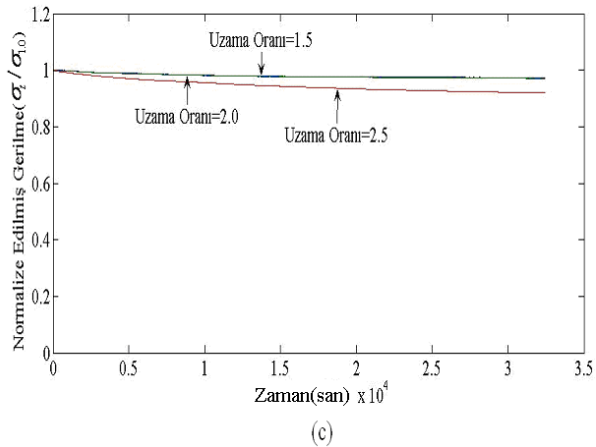
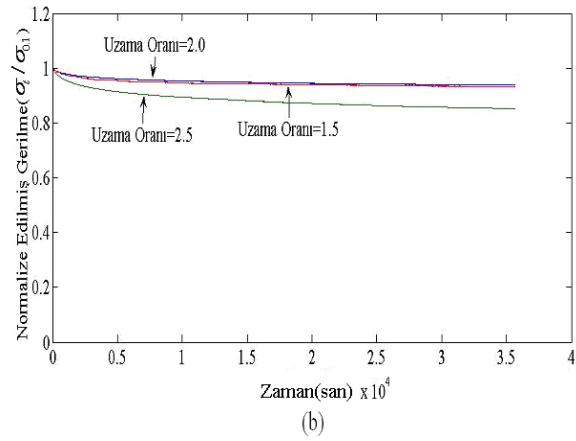
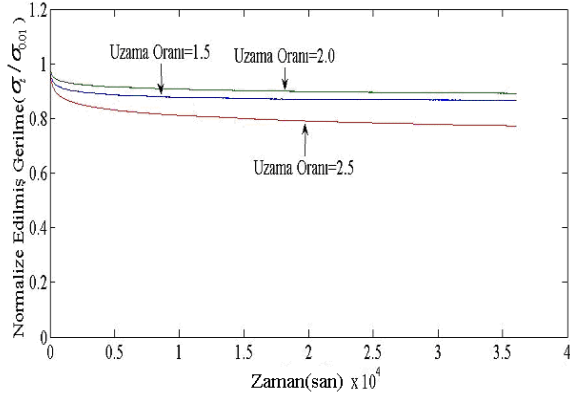


Şekil 7. Ön prosedür uygulanmış Shore A70 sertlik değerinde  $\lambda= 1,5$ ;  $\lambda= 2,0$ ;  $\lambda= 2,5$ 'daki gerilme gevşemesine ait gerilme-zaman eğrileri

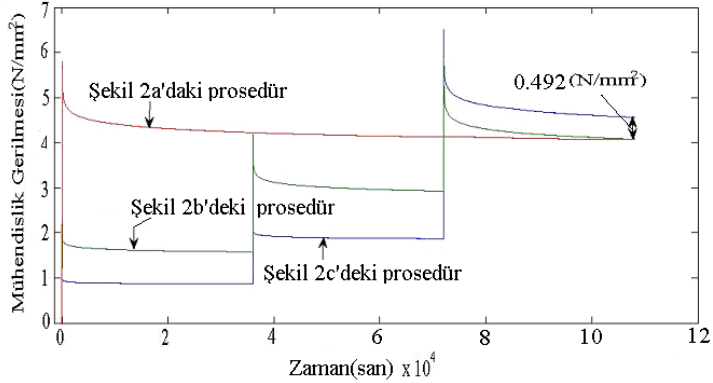
Şekil 8a'da  $\lambda= 2.5$  uzama oranında çok fazla gerilme düşüşü olduğundan Şekil 8c'de elde edilen normalize gerilme değerinde  $\lambda= 1.5$  ve  $\lambda= 2.0$  uzama oranları çakışırken  $\lambda= 2.5$  uzama oranı grafiği daha fazla bir eğime sahiptir.

Şekil 2'deki yükleme prosedürlerinin uygulanması sonucunda elde edilen mühendislik gerilmesi-zaman grafikleri toplu olarak Şekil 9'da görülmektedir.  $\lambda= 2.5$  uzama oranlarında Şekil 2 prosedürlerindeki gerilme gevşemesi grafikleri bir t zamanında çakışmaktadır. Bu grafiklerin eğimleri yardımıyla Şekil 2a ve Şekil 2b'nin  $\lambda= 2.5$  uzama oranındaki gerilme gevşemesi eğrilerinin yaklaşık 36.1 saat sonra çakıştıkları söylenebilir. Bu zaman diliminden sonra Şekil 2b'nin eğiminin fazla olmasından dolayı elde edilen gerilme değerleri Şekil 2a'dakinden az olmaktadır. Aynı şekilde Şekil 2a ve Şekil 2c yükleme prosedürlerinden elde edilen gerilme gevşemesi grafiklerinin çakıştığı zaman ise 46.75 saat olarak elde edilmiştir. Şekil 2c grafiğinin  $\lambda= 2.5$  uzama oranında eğiminin Şekil 2b 'dekenden daha az olmasından dolayı daha büyük bir t zamanında çakışmanın gerçekleşeceği söylenebilir.





**Şekil 8.** Ön yükleme prosedürü uygulanmış Shore 70 Sertlikteki EPDM kauçuk malzemesinin a) 0.01, b) 0.1 ve c) 1.0 saatteki gerilme değerleri ile normalize edilmiş gerilme-zaman grafikleri



Şekil 9. Farklı yükleme prosedürleriyle elde edilen gerilme gevşemesi eğrileri

## 5. SONUÇLAR

- Kauçuk türü malzemelerde uzama oranı arttıkça gerilme değerinin belirgin bir şekilde arttığı gözlemlenmiştir.

- Shore A70 sertlik değerinde 1.0. saatteki gerilme değeri ile normalize gerilme–zaman eğrisinde 1. bölgede (0–2 saat arası) oluşan eksponansiyelliğin azaldığı hemen hemen lineere yakın bir eğri elde edildiği görülmektedir.

- Sertlik ve uzama oranındaki artış neticesinde uygulanan prosedürlere zamanla gerilme gevşemesi miktarının arttığı görülmektedir.

Çalışmada incelenen yükleme programları için aynı sertlikteki EPDM kauçukların uygulamada karşılaşılabilecek uzama oranları sınırları içindeki gerilme gevşemesi davranışlarının aynı bir eğriyle temsil edilebileceği sonucuna varılmıştır.

## REFERENCES / KAYNAKLAR

- [1] Spetz, G., Stress Relaxation. Test Methods, Instruments and Lifetime Estimation, Technical Report, 2000.
- [2] Tobolsky, A.V., Prettyman, I.B., ve Dillon, J.H., Stress Relaxation of Natural and Synthetic Rubber Stocks, *Journal of Applied Physics*, 15, 380-395, 1944.
- [3] Armah, J.C., Birley, A.W., Fernando, K.P., Hepburn, C., ve Tahir, M., Stress Relaxation Measurements on Rubbers in Compression. Equipment and Methodology, *Rubber Chemistry and Technology*, 59, 5, 765-778, 1986.
- [4] Björk, F., ve Stenberg, B., Effects of Air and Oil on Stress Relaxation of Nitrile Rubber, Silicone Rubber and Fluorocarbon Rubber, *Kautschuk and Gummi Kunststoffe*, 41, 1, 44-47, 1988.
- [5] Davies, C.K.L., De, D.K., ve Thomas, A.G., Characterization of the Behavior of Rubber for Engineering Design Purposes: Stress Relaxation Under Repeated Stressing, *Progress in Rubber and Plastics Technology*, 12, 3, 208-220, 1996.
- [6] Kostov, G.K., ve Petrov, P.C., Stress-Relaxation Study of Tetrafluoroethylene–Propylene Rubbers, *Polymer*, 36, 19, 3683-3686, 1995.
- [7] Stenberg, B., Björkman, T., ve Dickman, O., Dynamic Mechanical Relaxation of Compressed Rubber Cylinders, *Polymer Testing*, 3, 63-68, 1982.
- [8] Mackenzie, C.I., ve Scanlan, J., Stress Relaxation in Carbon-Balck-Filled Rubber Vulcanizates at Moderate Strains, *Polymer*, 25, 4, 559-568, 1984.

- [9] Oono, R., Stress Relaxation in Carbon-Black-Filled Styrene-Butadiene Rubber, *Journal of Polymer Science: Polymer Physics Edition*, 12, 1383-1394, 1974.
- [10] Sullivan, J.L., The Relaxation and Deformation Properties of a Carbon-Black Filled Elastomer in Biaxial Tension, *Journal of Polymer Science: Polymer Physics Edition*, 24, 161-173, 1986.
- [11] S.Ronan, T.Alshuth, S. Jerrams, An Approach to the Estimation of Long-Term Stress Relaxation in Elastomers, *Prüfen Und Messen Testing and Measuring*, 2007.
- [12] Vahapoğlu, V., Kauçuk Türü Malzemelerin İnelastik Özelliklerinin Deneysel Olarak İncelenmesi, Doktora Tezi, KTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, 2006.
- [13] İ. Yazıcı, V. Vahapoğlu ve A. Özdemir, Bilgisayar Tabanlı Endüstriyel Amaçlı Çekme Deneysel Cihazı Otomasyonu, III. Otomasyon Sempozyumu ve Sergisi, s111-113, 11-12 Kasım 2005, Denizli.
- [14] V. Vahapoğlu ve S. Karadeniz, Stiren Bütadien Kauçuğunda (SBR) Gerilme Gevşemesinin Deneysel Olarak İncelenmesi, 11th International Materials Symposium, 19-21 Nisan 2006, Denizli.
- [15] Berry, J., Helical Spring Stress Relaxometer, *Rubber Chemistry and Technology*, 30, 889-894, 1957.