



ELASTOMERLERİN DÜŞÜK SICAKLIKLARDA ÇALIŞMA LİMİTLERİNİN BELİRLENMESİ ÜZERİNE ULUSLARARASI ÇALIŞMALAR

Ozan DEVLEN
Seçkin SEMİZ

ÖZET

Elastomer sızdırmazlık elemanları zorlu koşullarda, farklı endüstrilerde, yüksek basınçlar ve geniş sıcaklık aralıklarında kullanılmaktadır. Özellikle sızdırmazlık elemanlarının daha düşük sıcaklıkta çalışması ile ilgili talepler her geçen gün artmaktadır. Sıfırın altında çalışacak sızdırmazlık elemanlarının malzemelerinin tespiti noktasında çalışma performansını yansıtabilecek yeterli bir test metodu bulunmamaktadır. Malzeme niteliklerini anlamak için geliştirilmiş uluslararası test metotları sızdırmazlık elemanlarının gerçek çalışma performanslarını yansıtmaktan uzaktır. Bu nedenle ESA – European Sealing Association (Avrupa Sızdırmazlık Derneği) üyesi firmaların katılımıyla yeni bir test metodunun geliştirilmesi çalışmalarına 2014 yılında başlanmıştır. Bu bildiride çalışmanın detayları ve planlanan adımları aktarılacaktır.

Anahtar Kelimeler: Elastomer, Düşük Sıcaklık, Uluslararası Standart Çalışması, Test Metodu

ABSTRACT

Elastomeric materials become stiffer and lose resilience as the temperature drops and, thus, their sealing ability reduces. There are numerous test methods to investigate elastomer material properties at low temperature, such as torsion modulus, brittleness, compression set and temperature retraction. But these in themselves do not give a direct indication of whether a seal will continue to function. There are also proprietary sealing tests which aim to identify the minimum operating temperature capability; however all of these rely on the seal being energized by the pressure of the test media prior to being subjected to low temperature. This is not necessarily the case as in real applications; if the seal is kept at low temperature prior to being exposed to the pressurizing media it may be too stiff to energize and form a robust seal.

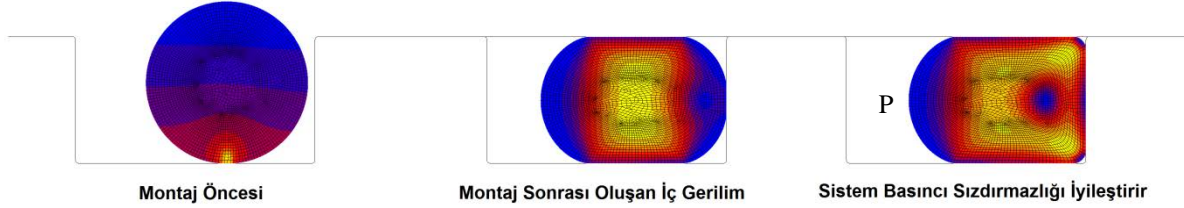
This paper will give details of the test procedure itself and results for a generic elastomer type will be presented and discussed.

Key Words: Elastomers, Low Temperature, International Standardization, Test Methods

1. GİRİŞ

1.1. Sızdırmazlık Mekanizması

Elastomer sızdırmazlık elemanları dinamik, statik ve psödostatik olarak tüm endüstrilerde genellikle baskı altında çalışmaktadır. Dünyada en sık kullanılan sızdırmazlık elemanı olan o-ring kare kesitli bir kanalda önsıkma ile baskı altında deforme olarak sızdırmazlık fonksiyonunu yerine getirmektedir. Şekil 1'de görüldüğü gibi önsıkma altında deforme olan o-ring karşıt kuvvet oluşturur, kanal tasarımıyla birlikte sistemden gelen basınçla birlikte sızdırmazlık kuvveti de artarak sistem basıncının üzerinde bir sızdırmazlık temas basıncı oluşturur, sızdırmazlığı sağlayan bu artık temas basıncıdır.



Şekil 1. O-ring Sızdırmazlık Mekanizması

2. DÜŞÜK SICAKLIK TEST METODLARI

Uluslararası standartlarda belirlenmiş çok sayıda düşük sıcaklık test metodu vardır. Bunlar iki ana kategoride toplanabilir, birinci kategori elastomer malzemenin malzeme özelliklerindeki değişimler için gelişmiş güzel seçilmiş bir sınır değeri belirleyerek düşük sıcaklık çalışma limitini tespit etmeye çalışan testler, ikinci kategori ise sızdırmazlık mekanizması üzerine kurulmaya çalışılsa da gerçek durumun simülasyonu için yeterli değildir.

2.1. Malzeme Testleri

2.1.1. Sıcaklıkla Büzülme (Temperature Retraction (ISO 2921/ASTM D1329/BS ISO2921))

Genel olarak numune elastomer parça %50 oranında uzatılarak alkol banyosu içerisinde -70°C 'ye soğutulur ve ardından serbest bırakılır. Serbest kalan numune sabit bir hızda ısıtılarak uzamanın geri dönüşü takip edilir. Uzama miktarının %10'unun geri döndüğü sıcaklığa TR10 değeri adı verilir, genel kabulde bu değer statik çalışma sıcaklığı olarak değerlendirilmektedir.

2.1.2. Gehman Burulma Modülü (Gehman Torsional Modulus (ISO 1432/ASTM 1053/BS 903 A13))

Küçük elastomer numuneler bir tutucuya yerleştirilerek TR metodunda olduğu gibi soğutulur ardından kalibre edilmiş bir tel ile burularak hesaplama yöntemiyle burulma modülü hesaplanır. Genel kabulde 70 Mpa burulma modülüne denk gelen sıcaklık T70 minimum çalışma sıcaklığı olarak adlandırılır. Farklı tipte elastomerlerin oda sıcaklığındaki burulma modülleri de değişebileceği için bazı hesaplamalarda oda sıcaklığına karşın düşük sıcaklıkta değerler oranlanarak bir hesaplama da yapılabilmektedir.

2.1.3. Dinamik Mekanik Termal Analiz (Dynamic Mechanical Thermal Analysis (DMTA or DMA))

Elastomer numune DMA cihazına bağlanarak modulus ve damping (sönümlenme) gibi karakteristikleri çeşitli sıcaklık ve frekanslarda tespit edilir. Elde edilen Elastik (E') ve Vizkoz (E'') modülleri ve bunların oranı olarak $\tan\delta$ değerleri kayıt altına alınır. Bu kayıtlardan T_g değerinin hesaplanması mümkündür.



2.1.4. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (Differential Scanning Calorimetry (DSC) (ISO 22768/ASTM D7426))

DSC yöntemiyle ısı akısı malzemenin faz değişimleri üzerinden hesaplanır, numune ısıtılırken, soğutulurken veya sabit sıcaklıkta tutulurken elde edilen ısı akısı verileri kullanılarak gelişmiş analiz programlarıyla T_g değeri hesaplanabilmektedir.

2.1.5 Kırılğan Bükme Testi (Bend Brittle Test (DTD 458))

Bu test metodu farklı firmalar ve standartlar tarafından tanımlanmış olmakla birlikte temel prensip olarak numunenin mekanik bir kısıkaç ile tutulması, istenilen test sıcaklığına alkol banyosunda soğutulduktan sonra helisel bir vida ile önceden belirlenen miktarda döndürülmesi sonucunda numunede herhangi bir kırılma veya çatlak olup olmadığına incelenmesi yöntemidir. Sonuçları açısından sızdırmazlık mekanizmasıyla doğrudan ilintili değildir.

2.1.6. Darbeli Kırılğanlık Sıcaklığı (Brittleness Temperature by Impact (ASTM D746, ISO 812))

Bu test metodlarında numuneler öngörülen düşük sıcaklığa indirildikten sonra tanımlı ölçüde bir aparat ile standartta tanımlanan hızda bir darbeye maruz bırakılırlar. Darbe sonucunda üründe herhangi bir çatlak veya kırılma olup olmadığına sıcaklığında incelenerek test sonuçlandırılır. Burada elde edilen test sonuçları elastomer sızdırmazlık elemanının en düşük çalışma sıcaklığını tespit etmekten uzaktır ancak test ile aynı şartlarda mekanik bir darbe oluşan uygulamalar için kullanılabilir bilgi vermektedir.

2.1.7. Mevcut Özel Test Metodları

Yıllar içerisinde çeşitli kurum ve kuruluşlar düşük sıcaklıkta sızdırmazlık elemanlarının davranışlarını anlayabilmek ve referans olarak düşük sıcaklık limitleri belirleyebilmek için kendi iç test izleklerini geliştirmişlerdir. Bu geliştirmelerin öncülerinden DuPont firması geliştirdiği test standardında tipik olarak %10 sıkıştırılmış bir o-ringi oda sıcaklığında basınçlandırdıktan sonra soğutmaya bağlayarak basınçlı azot gazının sızıntı yaptığı sıcaklık tespit edilmektedir. Bu metod ile elde edilen sonuçlar sızdırmazlık elemanı önce basınçlandırılıp sonra soğutulduğu için T_g değerinin 10 – 15 °C altında gelmektedir. Bu çalışma şartı genel uygulamalardakine uygun olmadığı için sonuçları açısından faydalı bir veri oluşturmamaktadır.

Çok sayıda ESA üyesinin de kendi geliştirdiği çeşitli test metodları mevcuttur, her bir test metodu müşteri beklentilerine cevap verebilmek için oluşturulmuş ancak kontrol testleri yapılamadığı için geçerli ve yeterli bir test metodu oluşturulamamıştır.

3. ESA TEST METODU ÇALIŞMALARI [1]

Uluslararası kabul görmüş bir test standardının bulunmaması nedeniyle ESA üyeleri 2014 yılında EPSD (Elastomerik Polimerik Sızdırmazlık Departmanı) çatısı altında ortak bir çalışma grubu kurarak çalışmalarına başlamıştır. Bu bildiri de bu çalışma sonucu gelinen nokta itibarıyla yaratılan taslak standart ve çeşitli sonuç çıktıları bilgi vermek amacıyla paylaşılmaktadır.

3.1 Kapsam

Bu test spesifikasyonu elastomerden üretilmiş o-ringlerin düşük sıcaklıkta basınçlandırılmaları üzerine geliştirilmiştir. Test donanımı, standart test parametreleri ve raporlama kriterleri konularında rehber olarak hazırlanmıştır. Üretici ve müşteri arasında anlaşma yoluyla tespit edilmesi gereken performans ölçütü açısından herhangi bir tespit içermemektedir.

3.2 Tanımlar

Spesifikasyonda verilen tanımlar aşağıdaki gibi açıklanabilir:

3.2.1 Minimum Sızdırmazlık Sıcaklığı

Sızdırmazlık elemanının basıncı sabit tutarak kaçak yaratmadığı en düşük test sıcaklığını belirtmektedir.

3.2.2. Sıfır Sızıntı

Bu test kapsamında sızıntı, su banyosu içerisinde görülebilir baloncuk oluşmaması olarak tanımlanmıştır. API 6A F1.13.6. da tanımlandığı haliyle 20 cm³/saat'ten daha az bir sızıntı olarak belirlenmiştir.

3.2.3. Oda Sıcaklığı

Testin gerçekleştirildiği laboratuvar ortamının sıcaklığı 20±5 °C olarak belirlenmiştir.

3.3. Test Cihazı ve Aparatları

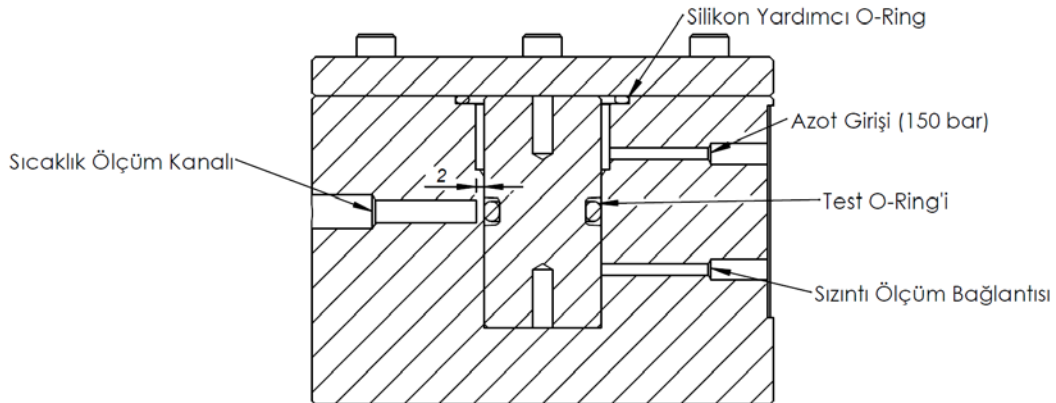
3.3.1 Test Aparatı

Tipik bir test aparatının tasarımı Şekil 2'de verilmiştir. Test aparatı 3 parçadan oluşmaktadır:

- Üzerine dış çaptan ISO 3601-316 o-ring ölçüsüne göre açılmış bir kanalı olan silindirik ve içi dolu bir test rodu.
- Tercihen erişilmesi planlanan test sıcaklığından 20 °C daha düşük sıcaklık dayanımı olan bir o-ring ile kapaktan sızdırmazlık sağlayabilecek olan üzerinde basınçlı hava girişi, kaçak tespit portu ve termokupl girişi için portu bulunan bir kovan.
- Kapaktan sızdırmazlığı sağlayacak cıvatalı bağlantı yapılabilen silindirik bir kapak.

Test aparatında merkezden kaçıklığı önlemek için gerekli önlemler alınmalı, sızdırmazlık elemanlarının montaj esnasında hasar görmesini engellemek için tüm köşeler genel montaj tavsiyelerine uygun olarak açlandırılmalı ve yuvarlatılmalıdır.

Kanal ölçü ve toleransları ile akma boşluğu değerleri ISO 3601-2 standardında verilen değerleri aşmamalıdır.



Şekil 2. Test Aparatı



Resim 1. Tipik Test Düzeneği

3.3.2. Test Hücresi

Test Hücresi aşağıdaki şartları sağlamalıdır:

- Test aparatının kontrollü bir hızda saatte 15 ile 90 °C soğutabilecek bir test kabine sahip olmalıdır
- Test edilen o-ringin 3 ± 0.5 mm yakınından sıcaklık ölçümü yapabilecek bir donanım içermelidir
- Sızıntıyı ölçebilecek şekilde test aparatından çıkan bağlantıyı bir su banyosunda sonlandırarak görülebilir baloncuk oluşumunu izlemeyi sağlayacak bir düzenek bulundurmalıdır
- Test akışkanını test aparatına basınçlı bir şekilde aktarabilecek bir düzeneğe sahip olmalıdır.



Resim 2. Tipik Test Hücresi



3.4. Test Koşulları

3.4.1. Sıcaklık

Test oda sıcaklığından başlayarak öngörülen en düşük sıcaklığın 10 °C altına kadar soğutma yapılmalıdır. Öngörülen minimum çalışma sıcaklığının tespiti için DSC, DMA gibi metotlardan biri kullanılarak T_g değeri hesaplanabilir.

3.4.2. Test Akışkanı

Test akışkanı olarak azot gazı kullanılmalıdır.

3.4.3. Basınç

Test basıncı 15 MPa +5/-0% olarak uygulanmalıdır.

3.5 Test Öncesi Hazırlık

Test öncesinde o-ring ISO 3601-1 standardına göre ölçüsel olarak, ISO 3601-3 standardı N Grade olarak görsel olarak kontrol edilmelidir. Tüm ölçümler raporlama amacıyla not edilmelidir. Test o-ringi herhangi bir şekilde gres ya da montaj yağı kullanılmadan test aparatına takılmalı, herhangi bir hasar olup olmadığı kontrol edilmelidir.

Test aparatı 0.5 MPa/dakika hızında 1.5 MPa basınca oda sıcaklığında getirilerek 2 dakika boyunca basınç altında tutulmalı ve bir sızıntı olup olmadığı kontrol edilmelidir.

3.6. Test Prosedürü

3.6.1. Sıcaklığı beklenen minimum çalışma sıcaklığının 10 °C altına düşürerek 5 dakika boyunca sıcaklığın sabit ($\pm 0.5^\circ\text{C}$) kalmasını bekleyin sıcaklık sabit kaldıktan 1 dakika sonra ikinci aşamaya geçin

3.6.2. Test basıncını uygulayarak sızıntı kontrolü yapın

3.6.2.1. Eğer sızıntı tespit edilirse sıcaklığı 5 °C artırarak basıncın 5 dakika boyunca sabit kalmasını bekleyin, basıncın sabitlenmesinden 1 dakika sonra 3.6.2'den başlayarak testi tekrarlayın

3.6.2.2. Eğer sızıntı yok ise basıncı 5 dakika boyunca uygulamaya devam edin

3.6.3. Eğer sızıntı tespit edilmez ise sıcaklığı 5 °C daha düşürün, sıcaklık 5 dakika boyunca sabit kaldıktan en az 1 dakika sonra alttaki aşamaya geçin

3.6.4. Testi 3.6.2'den başlayarak sızıntı oluşana kadar tekrar edin

3.6.5. Basıncı boşaltın, sıcaklığı 1 °C artırarak 5 dakika boyunca sabit kalmasını sağladıktan 1 dakika sonra basıncı tekrar uygulayın

3.6.5.1. Eğer sızıntı tespit edilirse sıcaklığı 5 °C artırarak basıncın 5 dakika boyunca sabit kalmasını bekleyin, basıncın sabitlenmesinden 1 dakika sonra 3.6.5'den başlayarak testi tekrarlayın

3.6.5.2. Eğer sızıntı yok ise basıncı 5 dakika boyunca uygulamaya devam edin

3.6.6. Teste basıncın uygulanmasından sonra 5 dakika boyunca sızıntının oluşmadığı durum gerçekleşene kadar devam ederek 3.6.5'den itibaren tekrar uygulayın, 5 dakika boyunca basınç altında sızıntının oluşmadığı bu en düşük sıcaklığa, **Minimum Sızdırmazlık Sıcaklığı** denilmektedir.

3.6.7. Tekrar testlerinin başlangıç sıcaklığı bir önce tespit edilen minimum sızdırmazlık sıcaklığından 5 °C daha yüksek olmalıdır

3.6.8 Her bir test edilen malzeme için en az 5 numune test edilerek sonuçların medyan değeri raporlanmalıdır.



SONUÇ

Elastomerlerin Minimum Sızdırmazlık Sıcaklığının tespiti üzerine çalışmalar ESA bünyesinde 2014 yılında 5 ESA üyesi firmanın katılımıyla standart geliştirme çalışmaları başlamıştır. Beş ayrı laboratuvarda aynı lottan üretilmiş numuneler aynı anda test edilerek karşılıklı test çalışması başlatılmıştır.

Test denemeleri boyunca HNBR, FKM, EPDM ve FFKM ürünler test edilmiş oluşan değişkenlikler hem numuneler arası hem de test merkezleri arası belirsizlik açısından değerlendirilmiştir. Yapılan analizler sonucunda test metodunun doğası gereği bazı belirsizlikler içerdiği ancak elde edilen sonuçların kabul edilebilir bir sapma içerisinde uygulamaya yön verebilecek tutarlılıkta veriler sağladığı görülmüştür.

Soğutma hızı, test aparatının termal kütlesi, termokupl yerleşim bölgesi, yüzey pürüzlülüğü, ISO 3601 sınırları içerisinde elastomer o-ringin ölçüsel değişkenliği, üründen ürüne üretim kaynaklı değişkenlik gibi etmenlerin test sonucu üzerinde etkili gözlemlenmiştir. Bu değişkenliklerden azaltılabilecek olanların da standart kapsamında tanımlanması ve belirsizliklerin azaltılmasına yönelik çalışmalar devam etmektedir.

Çalışma sonuçlarına örnek teşkil etmesi açısından deneme yapılan elastomerlerden FFKM o-ring üzerinden elde edilen test sonuçları 3 laboratuvarдан gelen sonuçların karşılaştırılması şeklinde aşağıda verilmiştir.

Tablo 1. FFKM Test Sonuçları

	Numune 1	Numune 2	Numune 3	Numune 4	Numune 5	Medyan
Laboratuvar A	-23 °C	-22 °C	-20 °C	-23 °C	-22 °C	-22 °C
Laboratuvar B	-25 °C	-27 °C	-27 °C	-25 °C	-24 °C	-25 °C
Laboratuvar C	-25 °C	-28 °C	-24 °C	-24 °C	-25 °C	-24 °C

Çalışmaların sonuçlanmasını takiben ESA tarafından oluşturulan taslak standardın Uluslararası bir ISO standardına dönüştürülmesi için ISO TC31 sekreteryasına talepte bulunularak ISO test çalışmalarına başlanması planlanmaktadır.

KAYNAKLAR

- [1] [1] ESA e.V, Specification for a Test Procedure to Determine Low Temperature Sealing Capability of Elastomeric Seals, December 2015

ÖZGEÇMİŞ

Ozan DEVLEN

1982 yılı İzmir doğumlu Ozan Devlen lise öğrenimi İzmir Özel Türk Kolejinde tamamlamıştır. 2005 yılında Ege Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümünü bitirmiştir. Çeşitli firmalarda çalıştıktan sonra, 2008 yılında Ingolstadt University of Applied Sciences'tan Otomotiv Mühendisliği Yüksek Lisans (M.Eng.) derecesini almıştır. Almanya'da ITD ve IAF enstitülerinde çeşitli projelerde çalıştıktan sonra Kastaş Sızdırmazlık Teknolojileri A.Ş.'de görev almıştır.

Ozan Devlen, 2009 yılından beri Kastaş Sızdırmazlık Teknolojileri A.Ş.'de çalışmakta ve Ar-Ge Müdürü olarak görev yapmaktadır.

Seçkin SEMİZ

1989 yılı İzmir doğumludur. 2012 yılında Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makina Mühendisliği Bölümünü bitirmiştir. 2017 yılında Kâtip Çelebi Üniversitesi Malzeme Mühendisliği Bölümünde Yüksek Lisans derecesini almıştır. 2012 yılından beri Kastaş Sızdırmazlık Teknolojileri A.Ş.'de Ar-Ge Yöneticisi olarak görev yapmaktadır.