

İZMİR KÂTİP ÇELEBİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ENGİNAR SAPI VE PİRİNÇ KABUĞU KATKILI HİBRİT POLİMERİK
KOMPOZİTLERİN ÜRETİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU



YÜKSEK LİSANS TEZİ

Kenan GAMSIZ

MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI

OCAK 2019

İZMİR KATİP ÇELEBİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**ENGİNAR SAPI VE PİRİNÇ KABUĞU KATKILI HİBRİT POLİMERİK
KOMPOZİTLERİN ÜRETİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Kenan GAMSIZ
(600916001)

Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı

Tez Danışmanı: Doç.Dr. Kutlay SEVER

OCAK 2019

İKÇÜ, Fen Bilimleri Enstitüsünün 600916001 numaralı Yüksek Lisans Öğrencisi Kenan Gamsız, ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı “ENGİNAR SAPI VE PİRİNÇ KABUĞU KATKILI HİBRİT POLİMERİK KOMPOZİTLERİN ÜRETİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU” başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

Tez Danışmanı :

Doç. Dr. Kutlay SEVER
İzmir Kâtip Çelebi Üniversitesi

.....

Jüri Üyeleri :

Doç.Dr.Mücahit SÜTÇÜ
İzmir Kâtip Çelebi Üniversitesi

.....

Dr.Öğr.Üyesi Lutfiye ALTAY
Ege Üniversitesi

.....

Teslim Tarihi : 18.03.2019
Savunma Tarihi : 25.01.2019



ÖNSÖZ

Dünyada çeşitli hammadde kaynaklarının hızla tükendiği bilinmektedir. Bu hammadde kaynakların başlıca gelenlerinden biri odun ve madeni kaynaklardır. Endüstriyel gelişmeler ve ihtiyaçlar nedeniyle hammadde kaynaklarımız hızlı bir şekilde azalmaktadır ve alternatif kaynaklara ihtiyaç duyulmaktadır. Ekonomisinde tarımın önemli bir yeri olan ülkelerde, tarımsal ürünlerin hasatı sonrası ve elde edilen tarımsal ürünlerin işlenmesi sırasında budama atıkları, enginar sapı, pirinç kabuğu gibi lignoselülozik esaslı tarımsal atıklar ortaya çıkmaktadır. Elde edilen tarımsal atıklar ile termoplastik malzemeler bir araya getirilerek çevremiz ve endüstri için önemli bir geri kazanım elde edilebilmektedir. Enginar sapı ve pirinç kabuğu ülkemizde bol miktarda bulunan ve ülkemiz kompozit sektöründe henüz kullanılmayan tarımsal atıklardır. Tarımsal atıklardan elde edilebilecek dolgu veya takviye malzemeleri ile polimer matrisli kompozit malzemelerin geliştirilmesi son derece önemlidir. Bu tür tarımsal atıklardan elde edilen partiküller ile üretilmiş polimer matrisli kompozit malzemeleri günümüzde birçok farklı uygulama alanında metal veya ahşap ürünlerine alternatif olarak yaygın olarak kullanılabilir. Bu tez çalışmasında enginar sapı ve pirinç kabuğu atıkları öğütülerek partikül formunda polipropilen içerisine katılmıştır. Üretilen kompozitlerin mekanik ve termal özellikleri incelenmiştir. Bu çalışmayı hazırlarken benden yardımlarını esirgemeyen, kompozit malzeme üretimlerinde ve özelliklerinin belirlenmesinde yardımcı olan Nusret Kaya'ya ve Mesut ÖZER'e, ayrıca manevi desteğini her an yanımda hissettiğim aileme ve arkadaşlarıma, bana bu tez çalışmamı vererek kendimi daha da geliştirmeme katkı sağlayan değerli hocam Doç. Dr. Kutlay SEVER'e teşekkürü bir borç bilirim.

OCAK 2019

KENAN GAMSIZ



İÇİNDEKİLER

Sayfa

| | |
|---|-------------|
| ÖNSÖZ | v |
| İÇİNDEKİLER | vii |
| KISALTMALAR | ix |
| TABLO LİSTESİ | xiii |
| ŞEKİL LİSTESİ | xv |
| 1.GİRİŞ | 1 |
| 1.1 Tezin Amacı..... | 1 |
| 1.1.1 Araştırmanın önemi | 2 |
| 1.2 Kompozit Malzemeler..... | 2 |
| 1.2.1 Kompozit malzeme..... | 2 |
| 1.2.2 Kompozitlerin sınıflandırılması..... | 2 |
| 1.2.3 Plastik malzemelerin sınıflandırılması..... | 2 |
| 1.2.3.1 Termoplastikler..... | 3 |
| 1.2.3.2 Termosetler..... | 4 |
| 1.3 Kompozit Malzemelerin Avantajları..... | 4 |
| 1.4 Kompozit Malzemelerin Dezavantajları..... | 5 |
| 1.5 Kompozit Malzeme Uygulama Alanları..... | 5 |
| 1.6 Hibrit Kompozitler..... | 6 |
| 2.LİTERATÜR BİLGİSİ | 7 |
| 3.MALZEMELER ve YÖNTEMLER | 13 |
| 3.1 Malzemeler..... | 13 |
| 3.1.1 Enginar Sapı..... | 13 |
| 3.1.2 Pirinç Kabuğu..... | 13 |
| 3.2 Yöntemler..... | 13 |
| 3.2.1 Enginar sapı ve pirinç kabuğu atıkların öğütülmesi ve elenmesi..... | 13 |
| 3.2.2 Polimerik kompozit malzeme üretimi..... | 13 |
| 3.2.3 Kullanılan test ve analizler..... | 14 |
| 3.2.3.1 Parçalık boyut analizi..... | 14 |
| 3.2.3.2 Mekanik testler..... | 14 |
| 3.2.3.3 Dinamik mekanik testler (DMA)..... | 15 |
| 3.2.3.4 Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC)..... | 15 |
| 3.2.3.5 Termogravimetrik analizler (TGA)..... | 15 |
| 3.2.3.6 Fourier dönüşümlü infrared spektroskopisi (FT-IR)..... | 15 |
| 3.2.3.7 X ışını difraktometresi (XRD) analizleri..... | 15 |
| 3.2.3.8 Taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelemeleri..... | 16 |
| 4. BULGULAR ve TARTIŞMA | 17 |
| 4.1. Parçacık Boyut Analizi..... | 17 |
| 4.2. Mekanik Test Sonuçları..... | 18 |
| 4.2.1 Çekme deneyi..... | 18 |

| | |
|--|-----------|
| 4.2.2 Üç nokta eğilme deneyi..... | 22 |
| 4.3 Dinamik Mekanik Analizi (DMA)..... | 27 |
| 4.4 Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC)..... | 31 |
| 4.5 Termogravimetrik Analiz(TGA)..... | 34 |
| 4.6 Fourier Dönüşümlü İnfrared Spektroskopisi (FT-IR)..... | 37 |
| 4.7 X Işını Difraktometresi (XRD) Analizi..... | 38 |
| 4.8 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İncelemeleri..... | 39 |
| 5. SONUÇ..... | 43 |
| KAYNAKLAR..... | 46 |
| ÖZGEÇMİŞ..... | 52 |



KISALTMALAR

| | |
|-------------------|--|
| ES | :Enginar sapı |
| PK | :Pirinç kabuğu |
| PP | :Polipropilen |
| 5ES-PP | :%5 enginar sapı partikülü dolgulu polipropilen matrisli kompozit |
| 10ES-PP | :%10 enginar sapı partikülü dolgulu polipropilen matrisli kompozit |
| 15ES-PP | :%15 enginar sapı partikülü dolgulu polipropilen matrisli kompozit |
| 20ES-PP | :%20 enginar sapı partikülü dolgulu polipropilen matrisli kompozit |
| 30ES-PP | :%30 enginar sapı partikülü dolgulu polipropilen matrisli kompozit |
| 9ES-1PK-PP | :%9 enginar sapı partikülü ve %1 pirinç kabuğu partikülü dolgulu polipropilen matrisli hibrit kompozit |
| 7ES-3PK-PP | :%7 enginar sapı partikülü ve %3 pirinç kabuğu partikülü dolgulu polipropilen matrisli hibrit kompozit |
| 5ES-5PK-PP | :%5 enginar sapı partikülü ve %5 pirinç kabuğu partikülü dolgulu polipropilen matrisli hibrit kompozit |
| 3ES-7PK-PP | :%3 enginar sapı partikülü ve %7 pirinç kabuğu partikülü dolgulu polipropilen matrisli hibrit kompozit |

SEMBOLLER

XRD: X Işını Difraktometresi

TGA: Termogravimetrik Analiz

SEM: Taramalı Elektron Mikroskobu

FT-IR: Fourier Dönüştümlü Kızılötesi Spektroskopisi

DSC: Diferansiyel Taramalı Kalorimetre

DMA: Dinamik Mekanik Analiz



TABLO LİSTESİ

Sayfa

| | |
|--|----|
| Tablo 2.1: Türkiye'nin yıllık biyokütle potansiyeli | 11 |
| Tablo 2.2: Ülkemizde Bulunan Tarımsal Atık Potansiyeli | 11 |
| Tablo 3.1: Kompozit numune kodları ve herbir kompozitteki PP, ES ve PK oranları | 14 |
| Tablo 4.1: ES-PP ve ES-PK-PP kompozit numunelerinin çekme dayanımı ve elastisite modülü değerleri | 18 |
| Tablo 4.2: ES-PP ve ES-PK-PP kompozit numunelerinin eğilme dayanımı ve eğilme modülü değerleri | 23 |
| Tablo 4.3: PP ve kompozit numunelerin sıcaklığın bir fonksiyonu olarak depolama modülü değerleri | 29 |
| Tablo 4.4: PP, ES-PP ve PK-ES-PP kompozitlerin DSC analiz sonuçları | 31 |
| Tablo 4.5: PP, ES-PP ve PK-ES-PP kompozitlerin TGA analiz sonuçları | 34 |



ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

| | |
|--|----|
| Şekil 1.1: Kompozitlerin sınıflandırılması | 3 |
| Şekil 2.1: Kompozitlerin yapılarına göre sınıflandırılması | 8 |
| Şekil 4.1.a: Enginar sapının tozunun parçacık boyut dağılımı..... | 17 |
| Şekil 4.1.b: Pirinç kabuğu tozunun parçacık boyut dağılımı | 17 |
| Şekil 4.1: ES/PP kompozitlerinin çekme dayanımındaki değişimler | 19 |
| Şekil 4.2: ES/PP kompozitlerinin elastisite modülündeki değişimler | 20 |
| Şekil 4.3: ES-PK/PP hibrit kompozitlerinin çekme dayanımındaki değişimler | 21 |
| Şekil 4.4: ES-PK/PP hibrit kompozitlerin çekme modülündeki değişimler..... | 22 |
| Şekil 4.5: ES-PP kompozitlerinin eğilme dayanımındaki değişimler | 24 |
| Şekil 4.6: ES-PP kompozitlerinin eğilme modülündeki değişimler | 25 |
| Şekil 4.7: PK-ES-PP hibrit kompozitlerinin eğilme dayanımındaki değişimler | 26 |
| Şekil 4.8: PK-ES-PP hibrit kompozitlerinin eğilme modülündeki değişimler | 27 |
| Şekil 4.9: PP ve ES-PP numunelerinin sıcaklığa bağlı olarak fonksiyonel değerleri. a) Depolama Modülü b) Kayıp Modülü c) Tan Delta..... | 28 |
| Şekil 4.10: PP ve ES-PK-PP numunelerinin sıcaklığa bağlı olarak fonksiyonel değerleri. a) Depolama Modülü (E') b) Kayıp Modülü(E'') c) Tan Delta..... | 30 |
| Şekil 4.11: ES/PP kompozitlerin DSC eğrileri | 33 |
| Şekil 4.12: ES/PK/PP hibrit kompozitlerin DSC eğrileri..... | 33 |
| Şekil 4.13: PP ve ES-PP kompozitlerin TG eğrileri | 36 |
| Şekil 4.14: PP, 10ES-PP ve PK-ES-PP hibrit kompozitlerin TG eğrileri | 37 |
| Şekil 4.15: PP ve ES-PP kompozitlerin FTIR spektrumları | 38 |
| Şekil 4.16: PP, 10ES-PP ve PK-ES-PP hibrit kompozitlerin FTIR spektrumları | 38 |
| Şekil 4.17: PP ve ES-PP kompozitlerin XRD grafikleri..... | 39 |
| Şekil 4.18: PP, 10ES-PP ve PK-ES-PP hibrit kompozitlerin XRD grafikleri..... | 39 |
| Şekil 4.19: a) ES ve b) PK partiküllerinin SEM görüntüleri | 40 |

Şekil 4.20: a) 5ES-PP b) 10ES-PP c) 15ES-PP d) 20ES-PP ve e) 30ES-PP
kompozitlerinin SEM görüntüleri. 41

Şekil 4.21: a) 3ES-7PK-PP, b) 5ES-5PK-PP, c) 7ES-3PK-PP d) 9ES-1PK-PP
kompozitlerinin SEM görüntüleri. 42



ENGİNAR SAPI VE PİRİNÇ KABUĞU KATKILI HİBRİT POLİMERİK KOMPOZİTLERİN ÜRETİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU

ÖZET

Ekonomisi büyük ölçekte tarıma dayalı ülkelerde, tarımsal ürünlerin hasatı sonrası ve elde edilen tarımsal ürünlerin işlenmesi sırasında tarımsal atıklar ortaya çıkmaktadır. Enginar sapı, pirinç kabuğu gibi lignoselülozik esaslı atıklar, tarımsal atıklar sınıfına girmektedir. Tarımsal atıklardan elde edilen partiküller ile termoplastik malzemeler bir araya getirilerek çevremiz ve endüstri için önemli bir geri kazanım elde edilebilmektedir. Enginar sapı ve pirinç kabuğu ülkemizde bol miktarda bulunan ve kompozit sektöründe henüz kullanılmayan tarımsal atıklardır. Kompozit malzemeleri günümüzde birçok farklı uygulama alanında (otomotiv iç aksam parçaları, bina cephe kaplamaları gibi) metal veya ahşap ürünlerine alternatif olarak kullanılmaktadır. Bu çalışma kapsamında öncelikle enginar sapı (ES) 100 mikron altına öğütülmüş ve polipropilen (PP) matris malzemesi içerisine ağırlıkça %5-%30 oranları arasında katılmıştır. 10ES-PP kompoziti referans alınarak enginar sapı ve pirinç kabukları kullanılarak hibrit kompozitler üretilmiştir. Üretilen kompozitlerin X ışını difraktometresi (XRD) analizleri, termogravimetrik analizleri (TGA), diferansiyel taramalı kalorimetre analizleri (DSC), taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelemeleri, Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopi analizleri (FT-IR), dinamik mekanik analizleri (DMA), çekme ve üç nokta eğilme testleri yapılmıştır.



PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF HYBRID POLYMERIC COMPOSITES WITH ARTICHOKE STEM AND RICE HUSK

ABSTRACT

In countries that have an important place in the economy of agriculture, after the harvest of and the production of agricultural products obtained during the pruning waste arises. Lignocellulosic based wastes such as artichoke stem and rice husk are classified as agricultural wastes. Agricultural wastes and thermoplastic materials can be brought together to obtain a significant recovery for our environment and industry. Artichoke stem and rice husk are abundant in our country and are not used in the composite sector. Composite materials today are used in many different applications (such as automotive interior parts) as an alternative to metal or wood products.

In this study, the artichoke stem (ES) was first milled under 100 microns and added in to the PP matrix material in between 5% and 30%. Hybrid composites were produced by using artichoke stem and rice husk with reference to 10ES-PP composite. X-ray diffractometry (XRD) analysis, thermogravimetric analysis (TGA), differential scanning calorimeter analysis (DSC), scanning electron microscope (SEM) analysis, Fourier transform infrared spectroscopy analysis (FT-IR), dynamic mechanical analysis (DMA), tensile and three point bending tests were performed.





1. GİRİŞ

Ülkemiz ekonomisinde tarım önemli bir yer almaktadır. Tarımsal ürünlerin hasatı sonrası veya tarımsal ürünlerin işlenmesi sırasında birçok lignoselülozik esaslı tarımsal atık ortaya çıkmaktadır. Ülkemizde özellikle çeşitli bölgelerde enginar ve pirinç üretim alanları sıkça bulunmaktadır. Bu bölgelerde üretilen bu tarımsal ürünlerden bol miktarda enginar sapı ve pirinç kabuğu tarımsal atık olarak ortaya çıkmaktadır. Dünya genelinde olduğu gibi ülkemizin de birçok doğal kaynakları azalmaktadır. Başlıca doğal kaynaklarımızdan orman alanlarımızın hızla azalması kereste fiyatlarının artmasına neden olmuş ve bunların yanı sıra orman kesimine karşı çevresel baskıların oluşması nedeniyle ahşap harici alternatif kaynakların bulunması önemli bir ihtiyaç haline gelmiştir. Tedarik ve maliyeti bakımından uygun olabilecek alternatif doğal kaynakların kullanımı ile endüstride uzun süreli sürdürülebilirlik sağlanabilir. Tarımsal atıkların termoplastik içerisine takviye edilmesi ile yapısal olmayan birçok farklı uygulama alanlarında (otomotiv iç aksam parçaları, bina cephe kaplamaları, yer kaplamaları gibi) tarımsal atıkların katma değerli kompozit ürünlere dönüştürülmesi sağlanabilir.

Bu tez çalışması kapsamında 100 mikronun altına öğütülmüş tarımsal atıklar (enginar sapı ve pirinç kabuğu) farklı oranlarda polipropilen (PP) matris içerisine katılmıştır ve malzeme karakterizasyonları (XRD, TGA, DSC, FTIR analizleri, çekme ve eğilme testleri) yapılmıştır. Ayrıca kompoziterin kırılma yüzeyleri SEM ile incelenmiştir.

1.1. Tezin Amacı

Bu çalışmada tarım sektöründe atık olarak değerlendirilen enginar sapı ve pirinç kabuğu tarımsal atıklarının öğütülerek polimer kompozit sektöründe dolgu malzemesi olarak değerlendirilmesi amaçlanmıştır. Ayrıca tarımsal atık olan enginar sapı ve pirinç kabuğu partikülleri kullanılarak hibrit dolgulu PP matrisli kompozit malzemelerin geliştirilmesi amaçlanmıştır.

1.1.1 Arařtırmanın önemi

Tarımsal atık olan enginar sapının ve pirinç kabuğunun polimer kompozit endüstrisinde değerlendirilmesi ile bu atıklara ekonomik değer kazandırılması ve doğal kaynakların korunması bakımından önem kazanmaktadır. Mekanik işlemler neticesinde öğütülerek belirli partikül boyutlarına indirilen bu tarımsal atıkların PP içerisine katılması polimer maliyetini azaltmak için son derece önemlidir. Arařtırmada enginar sapı ve pirinç kabuğunun birlikte kullanılması ile hibrit kompozit malzemelerin geliştirilmesi ilk defa literatürde sunulacağından dolayı bilimsel açıdan önem arz etmektedir.

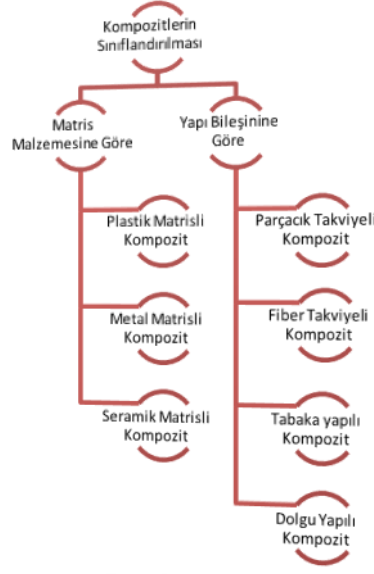
1.2. Kompozit Malzemeler

1.2.1. Kompozit Malzeme

Kompozit; iki ya da daha fazla miktardaki malzemenin uygun ve en iyi olan özelliklerini tek bir malzemedeki toplamak veya yeni bir özellik oluşturmak amacıyla makro düzeyde birleştirilmesi sonucu meydana getirilen malzemedir [1].

1.2.2. Kompozitlerin Sınıflandırılması

Kompozit malzemeleri matris malzemesine ve yapı bileşinine göre iki gruba ayırarak sınıflandırabiliriz (Şekil 1.1). Matris malzemesine göre kompozitler metal matrisli, seramik matrisli ve polimer matrisli kompozitler olarak, yapı bileşinine göre kompozitler parçacık takviyeli, fiber takviyeli, tabakalı, dolgulu kompozitler olarak sınıflandırılabilir.



Şekil 1.1: Kompozitlerin sınıflandırılması [1].

1.2.3 Plastiklerin Sınıflandırılması

Plastikler üç sınıfa ayrılabilir;

- Termoplastikler
- Termosetler
- Elastomerler

Plastikleri şekillendirirken öncelikle polimer malzemenin yumuşak veya akışkan halde olması gerekmektedir. Akabinde ısıtılarak yumuşayan polimer karışım soğutulularak tekrar katı hale sahip olabilmektedir. Isıtılıp sonrasında kalıp içerisinde soğutulularak tekrar şekil verilebilen plastiklere termoplastik malzemeler denilmektedir. Tercihen en fazla kullanılan plastikler polipropilen, polietilen, polivinil klorürdür. Diğer polimer grubunu oluşturan termosetler ise ısı ile bir kez şekil alabilirler ve tekrar ısıtıldığında bozunma oluşmaktadır. Bu nedenle termoset malzemeler ısıtılıp soğutulduğunda tekrar şekillendirilemez bir malzeme türüdür [1].

1.2.3.1 Termoplastikler

Termoplastikler oda sıcaklığında katı halde bulunmaktadır. Isıtıldıklarında yumuşak bir hal alırlar ve daha sonra soğutulduklarında tekrar sertleşmektedirler. Yapısal bu özellikleri nedeniyle kolaylıkla şekillendirilebilmektedir. Yapıları incelendiğinde çizgisel bir şekle sahiptir. Bunun yanı sıra rijit yapıya sahip değildirler. Bu nedenle termoplastik malzemeler termosetlere nazaran daha

ekonomik diyebiliriz. Ayrıca geri dönüşüm yolu ile tekrar tekrar kullanılabilme olanakları vardır. Termoplastikler iç yapılarından dolayı şekillendirme esnasında hiçbir şekilde kimyasal değişikliğe uğramazlar. Bozunma süreleri değişiklik göstermektedir [2].

1.2.3.2 Termosetler

Yapıları gereği geri kazanılamaz olmaları termosetlerin en belirgin özelliği olarak tanımlanabiliriz. İşlenebilirlik bakımından rahatlıkla istenilen kalıbı alabilir ve ağırlık bakımından diğer ürünlere nazaran daha hafif olmaları sebebiyle kolaylıkla işlenebilir bir özelliğe sahiptir. Yapılarını incelediğimizde sert ve amorf özelliğe sahip olması nedeniyle kırılğan bir yapıya sahiptir. Korozyona karşı mukavemeti iyi olmasına karşın rutubete karşı hassastırlar. Termoset zincirlerde bağların yapıları termoplastiklere nazaran kısadır. Bağlar arası daha sıkı olması nedeniyle sünek bir yapıya sahip değildir. Ayrıca sıkı yapıları nedeniyle dayanımları yüksektir ve tek sefer ısıtılıp soğutulabilirler [3].

1.3. Kompozit Malzemelerin Avantajları

Metallere nazaran kompozit malzemelerin özgül çekme ve eğilme dayanımları daha yüksektir. Kompozit malzemelerin içerisine dolgu malzemesi kullanılarak üretim maliyetleri bakımından tasarruf sağlanabilir. Aynı zamanda kompozit malzemeler kullanılarak ucuz ve hafif ürünler elde edilebilir. Kompozit malzemenin kullanılmasıyla elde edilen büyük ve karmaşık olan parçalar, tek bir işlemle birlikte bir bütün halinde kalıplanılarak, malzeme ve işçilikten tasarruf sağlanabilir. İhtiyaca göre seçilen malzemeler sayesinde, üstün elektriksel özellikli ve çok avantajlı özelliklere sahip olan kompozit malzemeler elde edilebilir. Bir takım özel katkı maddeleri ile kompozit malzemenin ısı dayanımı artırılabilir. Kompozit malzemeler yapısındaki süneklikten dolayı titreşim sönümlenme özelliklerine sahip olmakla birlikte hava koşullarından ve korozyondan etkilenmezler. Kalıplama yapılırken reçineye ek olarak ilave edilen pigmentler ile birlikte istenilen renk özelliğine sahip malzemeler elde edilebilir [4].

1.4. Kompozit Malzemelerin Dezavantajları

Kompozit malzemenin imalatında kullanılan hammaddeler genel itibari ile pahalıdırlar. Lamine edilmiş olan kompozitlerin özellikleri her zaman uygun özellik göstermedikleri için lamine edilen katlar düşük kesme dayanımına sahiptirler. Üretimi yapılacak olan malzemenin ürün kalitesi üretim yöntemine bağlı olarak değişmektedir. Yani ürün kalitesi üretim şekli ve yöntemine doğrudan bağlıdır. Kompozit malzemeler çok çeşitli yapıda olabildikleri için mekanik olarak dayanımları çok fazla değişebilmektedir. Bu da malzemelerin gevrek ve kırılğan yapıda olmasına sebep olabilmektedir [4].

1.5. Kompozit Malzeme Uygulama Alanları

Günümüzde polimer kompozitlerin kullanım alanları aşağıda verilmiştir [5-6].

Elektrik endüstrisi; paneller, kollektörler, yalıtım malzemeleri, elektriksel anahtarlar gibi.

Kimya endüstrisi; kimyasal depolama tankları, basınçlı kaplar, basınçlı tanklar, borular, pompa gövdeleri ve valfler gibi.

Otomotiv endüstrisi; iç/dış aksam gövde panelleri, balata, yaprak yayları, tahrik mili gibi.

Denizcilik endüstrisi; tekne iç/dış kaplama, tekne gövdeleri, kanolar, kayıklar gibi.

Uzay ve havacılık sektörü; uçak veya uzay araçlarının iç komponentleri, uçak gövdeleri, uydu sistem parçaları, pervaneler gibi.

Silah ve savunma sanayi; Silah, mühimmat, koruma/muhafaza ekipmanları gibi.

Biyomedikal endüstrisi; Serum ekipmanları, steril eldivenler, endoskopi ekipmanları, laboratuvar ekipmanları, biyomedikal implantlar ve ortopedik alterler gibi.

Spor endüstrisinde; Krampon, yay, kask, dizlik, paten, kayak, olta kamışları, raketler vb.

1.6. Hibrit Kompozitler

Hibrit kompozitler günümüzde AR-GE çalışmaları devam etmekte olan en yeni ve son kompozit türüdür. Hibrit kompozit malzeme türü; matris bir malzeme ile başka bir matris malzemenin karışımıyla oluşturulabildiği gibi, birçok takviye/dolgu malzemesinin matris içerisine dahil edilmesiyle oluşturulabilen bir malzeme türüdür. Kullanılan malzemelerin özelliklerine bağlı olarak malzemede yeni özellikler oluşturulabilir. Hibrit kompozitler diğer kompozit çeşitlerine göre oldukça kısıtlı kullanım alanlarına sahip olsalarda, özellikle yapısal uygulamalarda sağlamış olduğu avantajlar göz önüne alındığında, gelecekte kullanımlarının daha hızla artacağı tahmin edilmektedir [7].

Gerçekleştirilen tez çalışmasında enginar sapı katkılı PP polimer matrisli kompozit malzemesine pirinç kabuğu eklenerek hibrit kompozit bir malzeme elde edilmiştir. Birden fazla dolgu malzemesi ile yapılan kompozit hibrit olma özelliği taşımaktadır.

2. LİTERATÜR BİLGİSİ

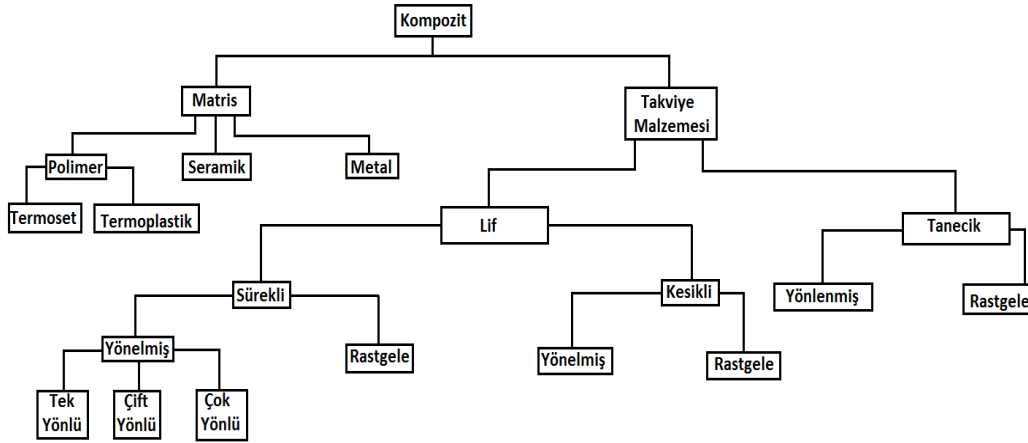
Kompozit kelimesinin anlamı iki veya ikiden daha fazla birbirinden farklı ve aralarında kimyasal etkileşim bulunmayan malzemeyi kendi aralarındaki zayıf kalan yanlarını iyileştirerek kabul gören özellikler elde etme gayesiyle optimum seviyede istenilen düzende bir araya getirilmesiyle oluşturulan malzemelerdir [8].

İnşaat sektörü kompozit ürünlerin kullanıldığı alan olarak bilinmektedir. Ahşap, çamur ve saman gibi malzemelerin karışımı ile elde edilen kompozit malzemeler, yapı malzemelerinin ilk kompozit malzemesi olarak bilinmektedir. 1950'li yıllarda kompozit malzemelerin kullanım alanları genişlemeye başlamıştır. Başta otomotiv sektöründe araç gövdelerinde kullanılmaya başlanmıştır. 1960'lı yıllara geldiğimizde teknolojik sorunları çözmek amacıyla kompozit malzemelerden yararlanılmıştır. Polimer kompozitlerin kullanımının artmasıyla birlikte çeşitli mühendislik uygulamalarında kullanımı yaygınlaşmaya başlamışlardır. Kompozitler yapıları gereği çelik, alüminyum vb. gibi malzemelerle benzer dayanım ve özelliklere sahip olmalarının yanı sıra yapılan uygulamalarda başarılı performans göstermeleri sebebiyle tercih edilebilirliğinde hızlı bir artış göstermişlerdir. Günümüzde de yapılan mühendislik uygulamalarında kompozit malzemelerin kullanımı neticesinde enerji tüketimi bakımından önemli bir tasarruf sağlanmaktadır [9].

Kompozitlerin yapıları, takviye edici ve matris malzemesinden meydana gelmektedir. Takviye malzemeleri kompozit malzemeler üzerinde yük taşıma ve mukavemet özelliklerini sağlamaktadır. Kompozit malzemenin kopma halini geciktirmek amacıyla matris malzeme kullanılmaktadır. Lifleri yükün etkisi altında bir araya getirir. Aynı zamanda mevcut yükü lifler arasında eşit olarak dağıtır [10]. Bunların yanı sıra kompozit malzemeye şekil verildiğinde oluşan ürünün yapısal görünümünü korur ve çevresel faktörlerin oluşturabileceği muhtemel fiziksel ve kimyasal etkenlere karşı kompozit malzemeyi korur. Liflerin çevresi matris malzeme ile sarılır. Dolayısıyla dış etkenlerden doğrudan ilk temas halinde olacak olan matris malzemeleridir. Bu nedenle kompozit malzemelerin bazı yapısal özelliklerini belirlemede matris malzeme önemli rol oynar. Örneğin sıcaklık dayanımları ve ısı yalıtımları birbirinden çok farklı iki malzeme bir kompozit malzeme oluşturulabilir [11]. Kompozit yapılarda matris malzemesi takviyelerin işlevselliğini yerine getirmesi bakımından çok önemli bir role sahiptir. Matris malzeme diğer

malzemeleri kendi bünyesinde bir arada tutar [12-13]. İçinde matris malzemesi dahil edilmemiş olan lif demeti düşünüldüğünde taşınan yük tek bir lif veya birkaç lif üzerinde yük barındıracaktır. Yapısında barındırdığı tüm liflere eşit yük dağılımı yapılabilmesi adına matris malzemesi tercih edilmektedir. Matris malzemesi ile lifler arasında bütünsellik açısından iyi yapışma gerçekleşmelidir. Matrisin yüksek kayma dayanım özellikleri kayma dayanımı için gereklidir. Lif yönlenmelerine dik doğrultudaki dayanım, matrisin mekanik özelliklerine ve lif ile matris arasındaki bağ kuvvetlerine bağlı olup, kompozit yapının dayanımını belirler. Matris malzemesinin, life göre daha zayıf ve esnek olma özelliği kompozit yapıların tasarımında iyi çalışılması gereken önemli bir husustur [14].

Kompozit malzemelerde matris yapılarına göre; seramik esaslı, polimer esaslı ve metal esaslı kompozitler olarak üç ana gruba ayrılır. Takviye malzemeleri için sınıflandırıldığı zaman lif takviyeli ve tanecik takviyeli kompozitler biçiminde ikiye gruba ayrılır. Kompozitlerin yapılarına göre sınıflandırılması Şekil.2.1 de görülmektedir.



Şekil 2.1: Kompozitlerin yapılarına göre sınıflandırılması [15].

Son zamanlarda yaygın bir şekilde kullanılan polimerik kompozitlerde takviye ve dolgu malzemesi olarak özellikle bitkisel kaynaklı fiberler kullanım alanı bulmaktadırlar. Kompozit malzeme üretimi esnasında katkı malzemesi olarak kullanılan ligno-selülozik malzemeler genellikle yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE), polipropilen (PP) matrisleri ve polivinil klorür (PVC) tercih edilmektedir [16-17]. Biyokompozit malzemeler inşaat, otomotiv, peyzaj, sağlık sektörü gibi birçok farklı uygulama alanlarında kullanılmaktadır. Örneklendirecek olursak; yer

döşemeleri, kapı ve pencere pervazları, mutfak doğramaları, peyzaj ürünleri, otomotiv iç aksam parçaları gibi, kullanılmaktadır. Buna karşın selüloz-polimer kompozitleri selüloz fiberlerinin dayanımına ve plastiklerin çevresel koşullara olan dayanıklılığına sahiptir. Bu kompozitler olumsuz hava şartlarına ve neme maruz yapısal olmayan uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır.

Global dünyanın hızlı ve değişken ekonomik gereksinimlerinin yanısıra çevreyi korumaya yönelik başta sivil toplum örgütlerinin baskıları orman endüstrisi üzerinde artan bir baskı yaratmaktadır. Bunun anlamı odun lif kaynaklarının korunup ve verimli kullanılmasıdır. Gün geçtikçe azalan kaynaklardan lif üretilmesi ve çevreye daha duyarlı üretim yöntemleri tercih edilmelidir. Üretim teknolojisinin geliştirilmesinin yanısıra odun menşeli olmayan alternatif oluşturabilecek diğer lignoselülozik lifler birçok farklı endüstriyel ürün için de kullanılabilir [18].

Doğal takviyeli/PP matrisli kompozit malzemenin mekanik dayanımları incelenmiştir. Doğal takviye malzemesi olarak pamuk lifi ile odun lifleri belirli oranlarda karıştırılarak oluşturulan kompozit malzeme üzerindeki etkileri karşılaştırılmıştır. Kompozit malzeme içerisindeki odun lif oranı arttıkça malzemenin çekme dayanımında düşüş gözlemlenmiştir. Pamuk lif miktarı arttırıldıkça çekme dayanımında artış gözlemlenmiştir. Bunun nedeni olarak pamuk lifleri odun liflerine göre kendi içerisinde dolanmış ve karmaşık bir yapıda olması gösterilmiştir [19-20].

Gowda ve arkadaşlarının doğal lifli kompozitlerle ilgili yapmış oldukları çalışmada, kompozitlere darbe, eğilme, çekme ve basma testleri yanında sertlik ölçümleri de uygulanmıştır. Yapılan testler neticesinde elde edilen verilere bakıldığında, odun lif takviyeli kompozitlerin bazı plastik kompozitlere iyi bir alternatif olabileceği ancak cam takviyeli kompozitlerle karşılaştırıldığında ise bu kompozitlerin alternatif olamayacağı belirtilmiştir. Dış alan uygulamaları için atmosfer koşullarına dayanımının incelenmesi gerektiği belirtilmiştir [21]. Isıl stabilite, yapışma ve ıslanabilirliğin azalması özellikleri doğrudan etkilemektedir [22-23].

Asma çubuğu veya benzer odunsu partiküller polimer matrise sertlik özellikleri katmakta ve mekanik özellikleri iyileştirmektedir [24]. Essabir ve ark. polipropilen matrise belirli oranlarda badem kabuğu ekleyerek polimerin ısıl bozunma sıcaklığında ve mekanik özelliklerde artış gözlemlenmişlerdir [25]. Pirina atığı ve odun talaşı kullanarak polipropilen matrisli kompozit malzemeler üreterek, bunların

çevresel yararlarından ve ekonomiğe olumlu etkisinden bahsetmişlerdir. Pirina ve uyumlaştırıcı ajan maleik anhidrit grafit edilmiş polipropilen karışımından elde edilen kompozitlerin eğilme özelliklerinde ve su direncinde önemli bir değişik olmadığı belirtilmiştir [26]. Bitkisel fiber takviyeli polimer kompozitlerin özellikleri; hacimsel oranı, kesit oranı, kullanılan fiberin şekli, kimyasal ve mekanik özellikleri, boyutu, tipi, vb. özelliklerine bağlı olarak değişkenlik göstermektedir. Özellikle fiber boyutları göz önüne alındığında polimer matris içerisinde kısa ve ince fiberlerin kullanılması, fiberlerin homojen dağılması ve fiber yüzey alanının artması ile bu tip kompozitlerde daha yüksek mekanik sonuçlar elde edilmektedir [27].

Odun tozu ile dolgulı plastik kompozitler, kendilerini meydana getiren odun ve plastiğe kıyasla daha üstün özelliklere sahip olması nedeniyle dünya genelinde geniş kullanım alanları sahip olmuştur. Malzemenin özellikleri arasında plastik malzemelerden daha düşük maliyetli olması ve doğa içerisinde kolay bozularak çevre dostu olmalarıdır. Ağaç malzemelere nazaran daha iyi boyutsal stabiliteye sahip olmaları, istenilen şekli ve boyutta, farklı doku ve renkte üretilebilir olması, haşere, çatlama vb. karşı dayanımlı olmaları ve yenilenebilir atık malzemelerden üretilebilmelerini sayabiliriz [28].

Odun lifi dolgulı polimer kompozitler üretilecek ürünün kullanım koşulları doğrultusunda matrister odun tozu yüzdesi % 5 ile % 70 arasında farklılık gösterebilmektedir. Odun parçacıkları güçlendirici eleman veya dolgu malzemesi olarak kullanılabilir. Odun lifli plastik kompozitler; plastik işleme endüstrisinde tercih edilen ekstrüzyon, enjeksiyonlu kalıp, sıcaklıkla şekillenme, pres ve perdahlama gibi plastik işleme teknolojisiyle işlem görmektedir [29].

Dünya geneline bakıldığında plastik tüketimini biçimlendiren Japonya, Kuzey Amerika ve Batı Avrupa ülkeleri plastik malzeme üretiminde önemli bir paya sahiptir. Bu ülkeler dışında Güney Doğu Asya ülkeleri de plastik malzeme üretiminde ciddi bir orana sahiptir. 2012 yılına ait verilere göre 241 milyon ton plastik üretimi gerçekleşmiştir. Gerçekleşen plastik üretiminin; %23.9'u Çin, %20.4'ü AB ülkeleri, %19.9'u Kuzey Amerika ülkeleri, %15.8'i Asya kıtasının diğer ülkeleri, % 7.2'si Ortadoğu ve Afrika, %4.9'i Latin Amerika, %4.9'u Japonya ve %3'ü Bağımsız Devletler tarafından gerçekleştirilmiştir [30].

Biyokütle, kimyasal içerik bakımından yaklaşık olarak %90-99 oranında ve üç doğal polimer lignin, selüloz ve hemiselülozlardan meydana gelmektedir ve %1-10 oranında organik bazı renk, inorganik (kül) ve koku vb. ekstraktif türü maddeler de yer almaktadır. Ülkemizde orman ve tarım alanlarının % 34.9'unu orman, % 27.9'unu ekili tarım alanları bulunmaktadır. Yine, %7'sini nadas alanları oluşturmaktadır. Geriye kalan alanların büyük bir çoğunluğunu; mera arazileri, çayır, meyve ve sebze bahçeleri oluşturmaktadır[31]. Arazilerden önemli miktarda biyokütle elde edilmektedir. Bu ürünlerin kullanılmasının ardından önemli miktarda odun veya tarımsal atıklar oluşmaktadır. Türkiye'nin yıllara göre biyokütle ve tarımsal atık potansiyeli sırasıyla Tablo 2.1 ve Tablo 2.2'de verilmiştir.

Tablo 2.1: Türkiye'nin yıllık biyokütle potansiyeli [32].

| Biyokütle | Yıllık Biyokütle (Milyon Ton) |
|---------------------------|--|
| Yıllık Bitkiler | 55 |
| Çok Yıllık Bitkiler | 16 |
| Orman Atıkları | 18 |
| Tarım Endüstrisi Atıkları | 10 |
| Odun Endüstrisi Atıkları | 6 |
| Diğer | 7 |
| Toplam | 112 |

Tablo 2.2: Ülkemizde bulunan tarımsal atık potansiyeli [32].

| Türkiye'nin Lif Kaynakları | Türkiye'de Yıllık Bitki Sapı (Milyon Ton) |
|-----------------------------------|--|
| Buğday Samanı | 26.4 |
| Arpa Samanı | 13.5 |
| Mısır Sapı | 4.2 |
| Pamuk Çiçeği Kabuğu | 2.9 |
| Ayçiçeği Kabuğu | 2.7 |
| Şeker Kamışı Atığı | 2.3 |
| Fındık Kabuğu | 0.8 |
| Yulaf Samanı | 0.5 |
| Çavdar samanı | 0.4 |
| Pirinç Kabuğu | 0.1 |
| Asma Çubuğu | 0.6 |
| Toplam | 55 |

Enginar üretim miktarı ise 2000 ile 2011 yılları arasında 24500 tondan 33460 tona ulaşarak üretiminde % 36.57 oranında artış gerçekleşmiştir. Üretilen enginar verimi 2000 ile 2011 yılları arasında % 22.38 oranında artış göstermiştir [33]. Bu nedenle

her yıl hasat ve işlem sonrası tonlarca enginar sapı ve pirinç kabuğu elde edilmektedir.



3.MALZEMELER VE YÖNTEMLER

3.1 Malzemeler

Polimer matris malzemesi olarak homopolipropilen (PP) (Petkim Petoplen MH 418) kullanılmıştır. Tarımsal atık olarak enginar sapları 2017 yılı Kasım ayında Ege bölgesi İzmir ili Çiğli ilçesi Balatçık Mahallesiindeki bir enginar tarlasından toplanılmıştır. Pirinç kabukları İzmir Essay A.Ş. firmasından tedarik edilmiştir.

3.2 Yöntemler

3.2.1 Enginar Sapı ve Pirinç Kabuğu Atıklarının Öğütülmesi ve Elenmesi

Enginar sapı ve pirinç kabuğu atıkları mekanik öğütme işleminden önce $60\pm 2^{\circ}\text{C}$ 'deki bir etüv (Binder ED53) içerisine konularak 48 saat süre boyunca kurutma işlemine tabi tutulmuştur. Mekanik öğütme işlemlerinden önce enginar sapları yaklaşık 1-2 cm arasındaki boyutlara indirgenmiştir. Enginar sapı ve pirinç kabuğu atıklarının öğütülmesinde bıçaklı öğütücü (Mertest LB160 laboratuvar tipi bıçalı öğütücü) kullanılmıştır. Öğütme işlemi sonrasında elde edilen enginar ve pirinç kabuğu partikülleri toz formundadır. Öğütülen enginar sapları ve pirinç kabuğu partikülleri elek sarsma cihazı ile 100 mikron altına elenmiştir.

3.2.2. Polimerik Kompozit Malzeme Üretimleri

Kompozit malzeme üretimlerinde enginar sapı (ES) ve pirinç kabuğu (PK) partikülleri ile PP kullanılmıştır. Kompozit üretimleri yüksek hızlı termokinetik mikser (Gülner laboratuvar tipi gelimat mikser) kullanılarak farklı partikül/termoplastik oranlarında (%0-30 ağırlıkça) gerçekleştirilmiştir. Yüksek hızlı termokinetik mikserin çalışma prensibi mekanik sürtünme etkisiyle polimerin erimesine dayanmaktadır. Tablo 3.1'de kompozit numune kodları ve her bir kompozit karışımında bulunan PP, ES ve PK oranları gösterilmiştir. Kompozit üretimi şu şekilde gerçekleştirilmiştir. Karışım oranları belirlenmiş polimer ve partiküller mikserin karışım haznesine yerleştirdikten sonra mikser karışım haznesi güvenli bir şekilde kapatılmış ve polimerin eriyip jel haline gelmesi sağlanıncaya kadar mikserin tam devirde çalışmasına izin verilmiştir. Cihazın çektiği akım şiddetinin değişmesiyle karışımın jel haline geldiği anlaşılmış ve cihaz kapatılmıştır. Jel haline gelen kompozit karışım mikserin karışım haznesinden çıkarıldıktan sonra ısıtma ve

soğutma haznesi bulunan bir hidrolik pres (Gülner Isıtma-soğutma üniteli laboratuvar tipi hidrolik press) yardımı ile 1 mm kalınlığında 15 cm x 15 cm ölçülerinde bir kalıp kullanılarak plaka haline getirilmiştir.

Tablo 3.1: Kompozit numune kodları ve herbir kompozitteki PP, ES ve PK oranları.

| Kompozit | PP (%) | ES (%) | PK (%) |
|--------------------|---------------|---------------|---------------|
| Numune Kodu | | | |
| 5 ES-PP | 95 | 5 | 0 |
| 10 ES-PP | 90 | 10 | 0 |
| 15 ES-PP | 85 | 15 | 0 |
| 20 ES-PP | 80 | 20 | 0 |
| 30 ES-PP | 70 | 30 | 0 |
| 9 ES-1 PK-PP | 90 | 9 | 1 |
| 7 ES-3 PK-PP | 90 | 7 | 3 |
| 5 ES-5 PK-PP | 90 | 5 | 5 |
| 3 ES-7 PK-PP | 90 | 3 | 7 |

3.2.3 Kullanılan Test ve Analizler

3.2.3.1 Parçacık Boyut Analizi

Mikron boyutuna sahip partiküllerin ortalama boyutlarının saptanmasında Malvern Mastersizer 3000 cihazı kullanılmıştır. Partiküllerin disperse edilmesinde kuru dispersiyonyöntemi kullanılmıştır.

3.2.3.2 Mekanik Testler

Üretilen kompozitlerin mekanik özelliklerini tespit etmek için 5 kN yük hücresine sahip bir universal test cihazı (Shimadzu AG-IC) kullanılmıştır. Çekme testleri ASTM D638 ve eğilme testleri ASTM D790 standartlarına göre gerçekleştirilmiştir. Çekme testlerinde çene hareket hızı 50 mm/dakika ve eğilme testlerinde çene hareket hızı 1 mm/dakika'dır. Mekanik testler sonucunda üretilen kompozit malzemelerin eğilme modülü, eğilme dayanımı, elastisite modülü ve çekme dayanımı gibi mekanik özellikleri tespit edilmiştir. Üretilen her bir kompozit malzeme için testler beş kez tekrar edilmiştir. Yapılan testlerin neticesinde ortaya çıkan değerlerin ortalaması ve standart sapmaları elde edilmiştir.

3.2.3.3. Dinamik Mekanik Analizleri (DMA)

Dinamik mekanik analiz (DMA) cihazı (DMA Q800, TA instruments) ile üretilen kompozit malzemelerin depolama (storage) ve kayıp (loss) modülleri, ve tan delta özellikleri tespit edilmiştir. Cihazda analizler single cantilever (tek noktalı tutucu) ile 40-140°C sıcaklık aralığında ve 3 °C/dakika ısıtma hızında gerçekleştirilmiştir.

3.2.3.4 Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analizleri

Kompozitlerin erime sıcaklığı, kristalizasyon sıcaklığı, erime entalpisi, kristalizasyon entalpisi gibi termal özelliklerini belirlemek için azot gazı atmosferinde DSC analiz cihazı (TA Instruments, DSC Q2000) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Numunelerin termal geçmişini silmek için, numuneler 20 °C'den 200 ° C'ye 10° C / dk ısıtma hızında ısıtılmış ve bu sıcaklıkta 3 dakika kadar beklenilmiştir. Daha sonra numuneler 10 °C /dk soğutma hızında 20 ° C'ye soğutulmuş ve tekrar 20 °C'den 200 ° C'ye 10° C / dk ısıtma hızında ısıtılmıştır ve DSC data elde edilmiştir.

3.2.3.5 Termogravimetrik Analizler (TGA)

Üretilen kompozitlerin termal bozunma sıcaklıklarını tespit etmek için TGA analizleri yapılmıştır. TGA analizlerinde üniversitemizin Merkezi Araştırma Laboratuvarında mevcut bulunan STA cihazı (TA Instruments, SDT Q600) kullanılmıştır. TGA analizleri numunelerin azot gazı atmosferinde 30°C'den 600°C'ye sıcaklığa 10°C/dakika ısıtma hızında ısıtılması ile gerçekleştirilmiştir.

3.2.3.6 Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopi (FT-IR) Analizleri

Kompozitlerin FT-IR analizleri ATR-FT-IR cihazı (Thermo Scientific Nicolet iS50 FT-IR Spektrometre) ile gerçekleştirilmiştir. IR spektrumlar 400-4000 cm⁻¹ aralığında 2 cm⁻¹ çözünürlükte 25 tarama yapılarak elde edilmiştir.

3.2.3.7 X Işını Difraktometresi (XRD) Analizleri

Kompozitlerin XRD analizleri üniversitemizin Merkezi Araştırma Laboratuvarında mevcut bulunan LynxEye detektöre sahip Panalytical Empyrean XRD cihazı ile CuK α radyasyon ile 2 θ tarama modunda (45 kV ve 40 mA) gerçekleştirilmiştir. Tarama dedektörü 2 θ =5° ve 80° arasında veri toplamıştır

3.2.3.8 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İncelemeleri

Enginar sapı ve pirinç kabuğunun öğütülmesi ile elde edilen partiküllerin morfolojik özellikleri ve çekme testleri sonucunda elde edilen test numunelerin kırılma yüzeyleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) (Carl Zeiss 300VP) ile incelenmiştir. SEM incelemelerinden önce, plazma kaplama cihazı ile (QUORUM Q150 RES) numunelerin yüzeyleri homojen şekilde altın kaplanılmıştır.

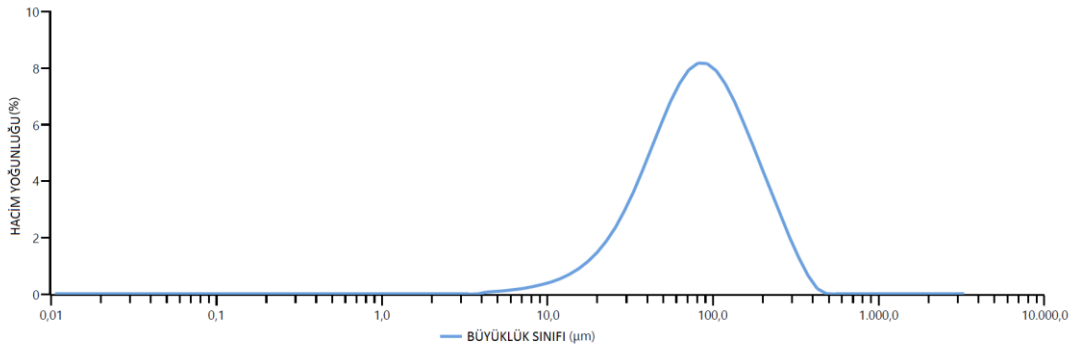


4.BULGULAR ve TARTIŞMA

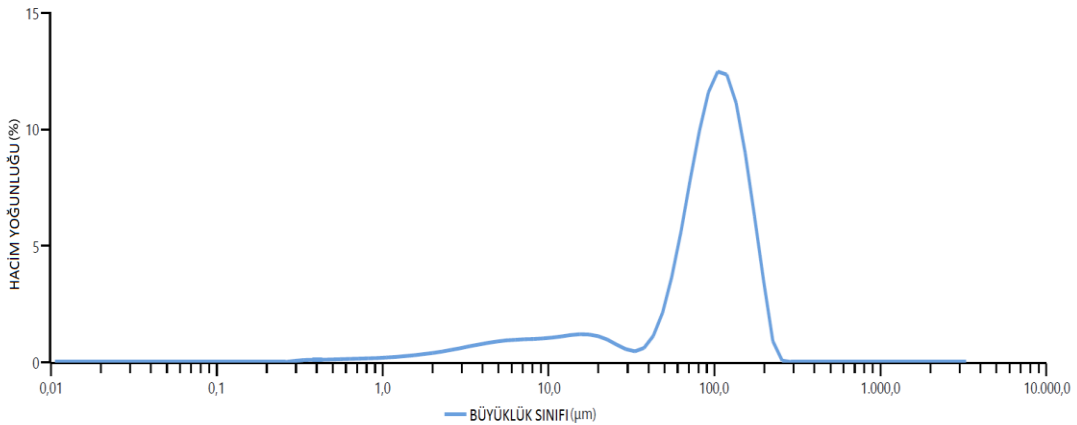
4.1. Parçacık Boyut Analizi

İmal edilen kompozitlerin mekanik özellikleri bakımından partikül boyutu önemli olması nedeniyle, enginar sapı ve pirinç kabukları önce mekanik öğütme işlemlerine tabi tutulmuştur. Bu işlem sonrasında 100 mikron altına eleme işlemleri gerçekleştirilmiştir. Eleme işleminin ardından elde edilen partiküllerin partikül boyut dağılımlarını tespit etmek için parçacık boyut cihazı kullanılmıştır. Numune üzerine gönderilen lazer ışığının numune içerisindeki parçacıklardan kırılması veya yansması neticesinde elde edilen ışığın saçılma açısına ve şiddetine bakılarak parçacık boyutları belirlenmiştir.

Öğütülen ve elenen enginar sapı ve pirinç kabuğu tozunun partikül boyut dağılımı Şekil 4.1.a ve 4.1.b’de gösterilmiştir. Enginar sapı tozunun D50 partikül boyutu 82.0 mikrometredir. Ayrıca, enginar sapının D10 ve D90 partikül boyutları sırasıyla 29.0 ve 202 mikrometredir. Pirinç kabuğu tozunun D50 partikül boyutu 93.7 mikrometredir. Ayrıca, pirinç kabuğu tozunun D10 ve D90 partikül boyutları sırasıyla 9.39 ve 160 mikrometredir.



Şekil 4.1.a: Enginar sapının tozunun parçacık boyut dağılımı.



Şekil 4.1.b: Pirinç kabuğu tozunun parçacık boyut dağılımı.

4.2. Mekanik Test Sonuçları

PP, enginar sapı/PP kompozitleri ve enginar sapı/pirinç kabuğu/PP hibrit kompozitlerin çekme dayanımı, elastisite modülü (çekme modülü), eğilme dayanımı ve eğilme modülü gibi mekanik özellikleri belirlenmiştir.

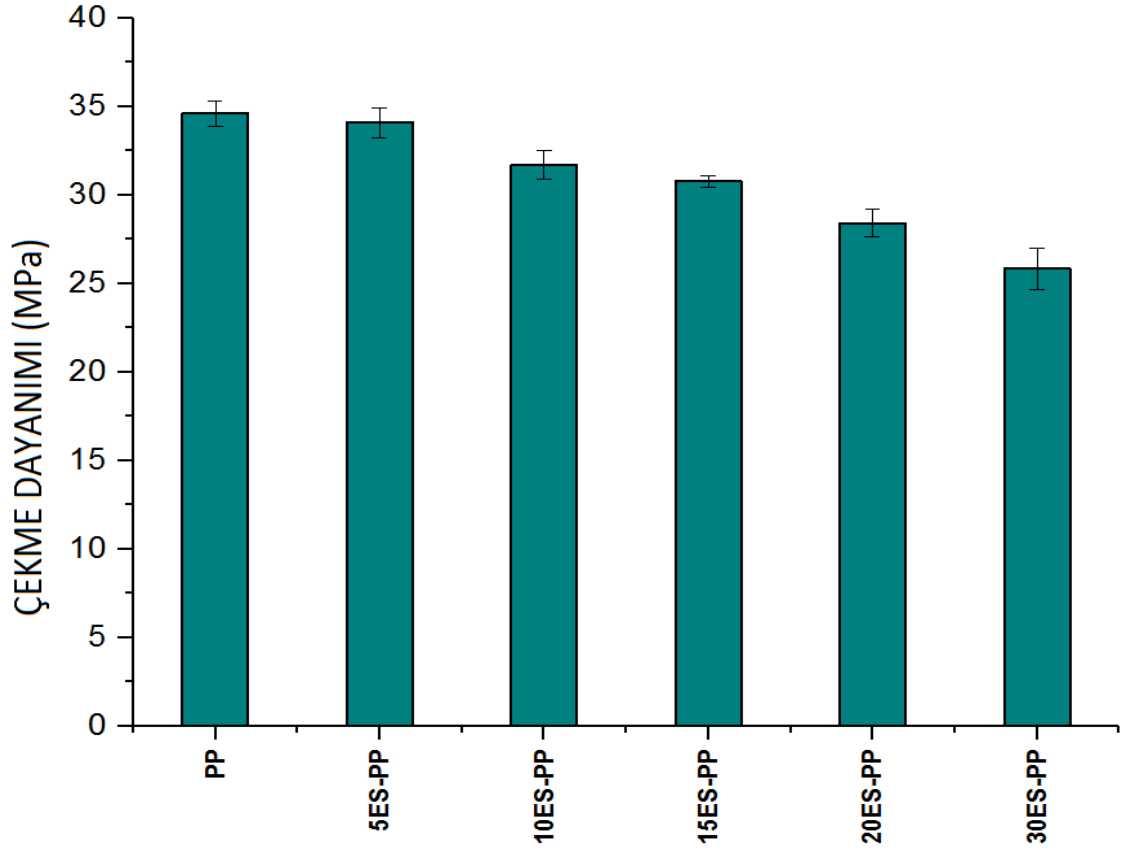
4.2.1 Çekme Deneyi

Çekme deneyi sonrasında elde edilen mekanik sonuçlar Tablo 4.1’de verilmiştir. Ayrıca kompozitlerin çekme dayanımı ve elastisite modülündeki değişimler Şekil 4.1-4.4’de gösterilmiştir.

Tablo 4.1: ES-PP ve ES-PK-PP kompozit numunelerinin çekme dayanımı ve elastisite modülü değerleri.

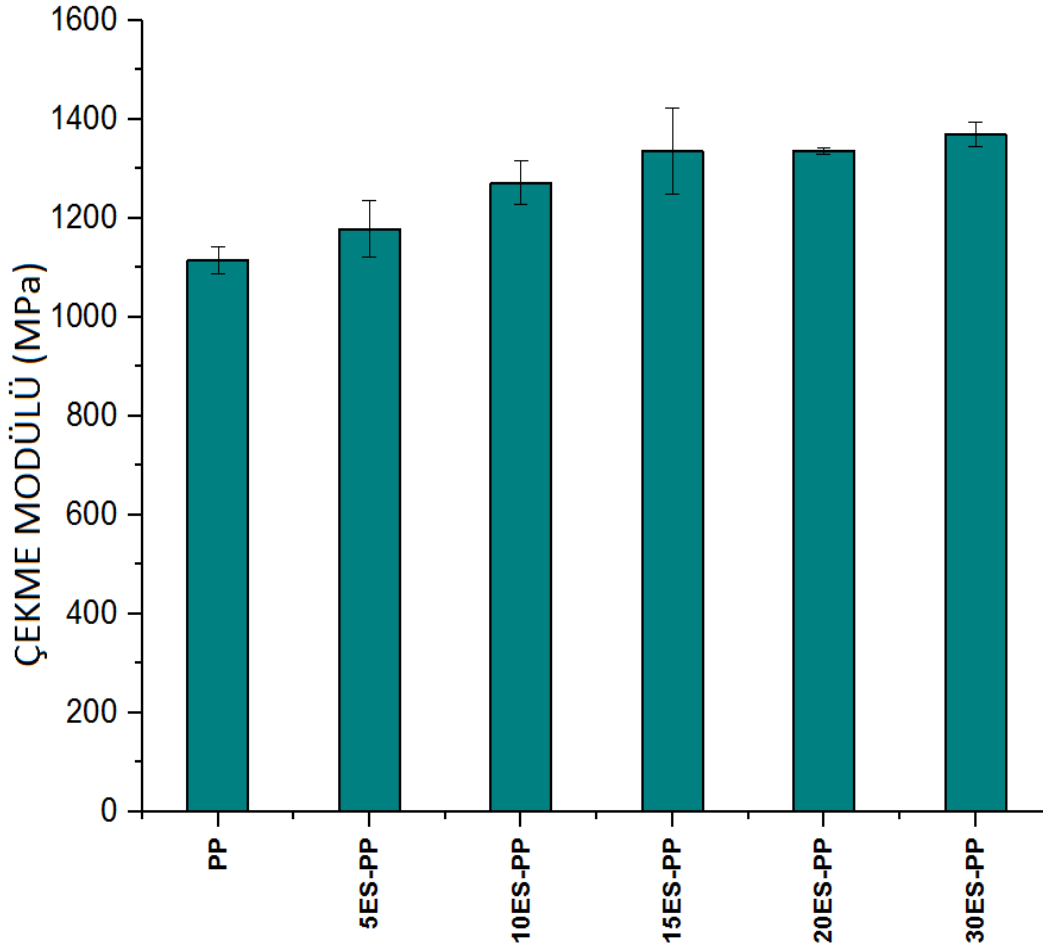
| Numune Adı | Çekme Dayanımı (MPa) | Elastisite Modülü (MPa) |
|--------------|----------------------|-------------------------|
| PP | 34.59±0.72 | 1115.10±26.42 |
| 5ES-PP | 34.09±0.85 | 1178.30±56.32 |
| 10ES-PP | 31.70±0.79 | 1271.58±43.86 |
| 15ES-PP | 30.78±0.33 | 1334.65±86.84 |
| 20ES-PP | 28.42±0.77 | 1336.03±7.16 |
| 30ES-PP | 25.85±1.18 | 1368.71±24.56 |
| 9 ES-1 PK-PP | 32.24±0.44 | 1091.85±18.65 |
| 7 ES-3 PK-PP | 32.47±1.54 | 1108.86±27.63 |
| 5 ES-5 PK-PP | 33.14±1.18 | 1139.44±54.22 |
| 3 ES-7 PK-PP | 33.28±1.47 | 1152.46±35.92 |

Şekil 4.1’de görüldüğü gibi, PP içerisine %5 ES katılması ile birlikte PP’nin çekme dayanımında azalma başladığı görülmektedir. PP içerisine katılan ES miktarının artması ile çekme dayanımındaki azalış devam etmektedir. PP matrisi içerisine %30 ES katıldıktan sonra PP’nin çekme dayanımının 34.59 MPa dan 25.85 MPa azaldığı tespit edilmiştir. Kompozitin çekme dayanımının; ES partiküllerinin PP matrisi ile yeterli ıslatılamaması, ES partiküllerin matris içerisinde homojen dağılmaması ve ES partikülleri ile PP matris arasında arayüzey yapışmasının zayıf olması nedenleri ile azaldığı düşünülmektedir. Ayrıca, çekme dayanımındaki azalma, partikül yüklemesi ile arayüzeySEL yüzey alanının artması ile ilişkilendirilebilir [34]. Şöyleki ES partikülleri çok küçük olduğundan, ES oranının PP matris içerisinde artması ile bu polar partiküller ile polar olmayan matris arasında arayüzeySEL alanı artmaktadır. Bu arayüzeySEL bağın daha da kötüleşmesine neden olabilir.



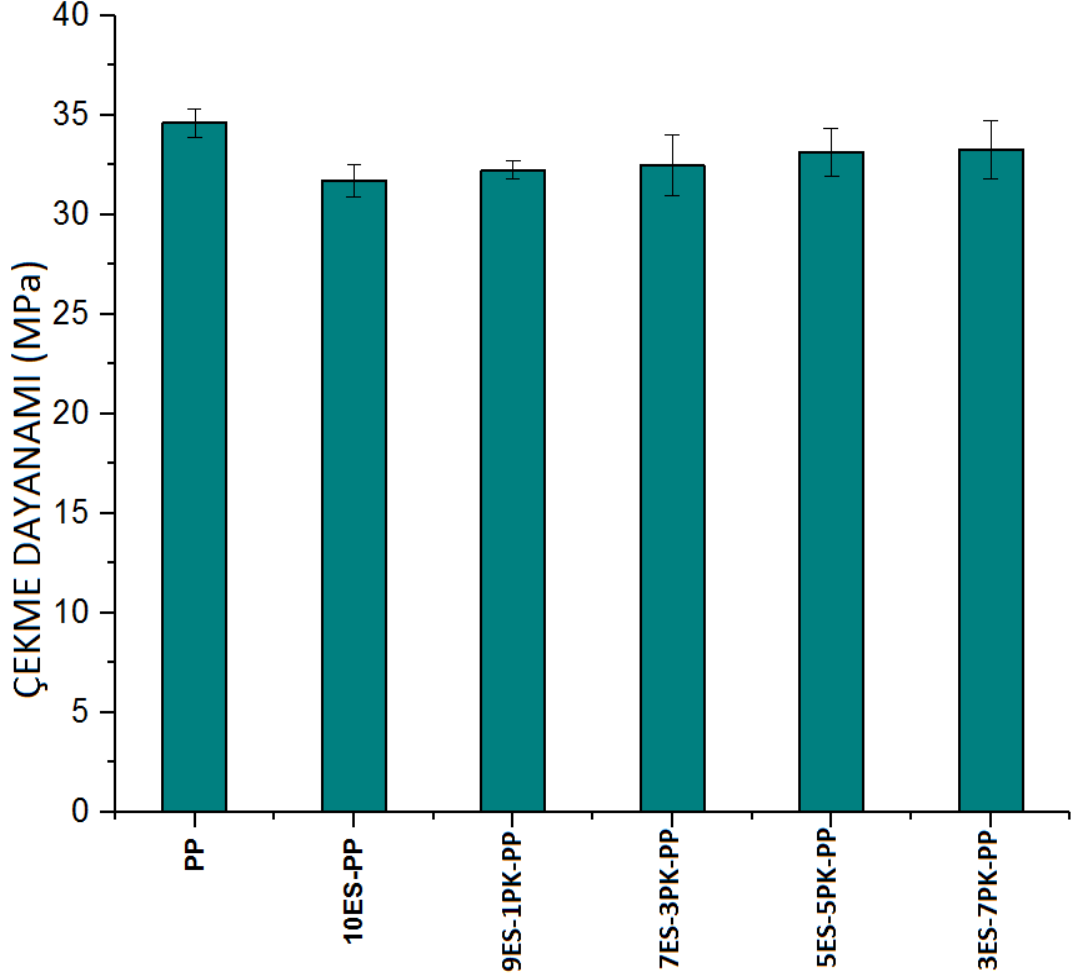
Şekil 4.1: ES/PP kompozitlerinin çekme dayanımındaki değişimler.

ES/PP kompozitlerin elastisite modülündeki değişimler Şekil 4.2’de gösterilmiştir. PP’nin elastisite modülü 1115.10 MPa’dır. PP matris içerisine %5 oranında ES katılmasıyla birlikte elastisite modülünde artış gerçekleşmiştir. PP’nin elastisite modülündeki artış %30 ES oranına kadar düzenli olarak devam etmiştir. ES/PP kompozitler arasında en yüksek elastisite modülü 30ES-PP kompozitinde tespit edilmiştir. 30ES-PP kompozitinin elastisite modülü, 1368.71 MPa’dır. 30ES-PP kompozitin elastisite modülü, PP ‘nin elastisite modülüne göre %22.74 oranında artmıştır. Bu artışın sebebi, selüloz esaslı partiküllerinin elastisite modüllerinin polimer matrisinkine göre çok daha yüksek olmasından kaynaklanabilir [35].



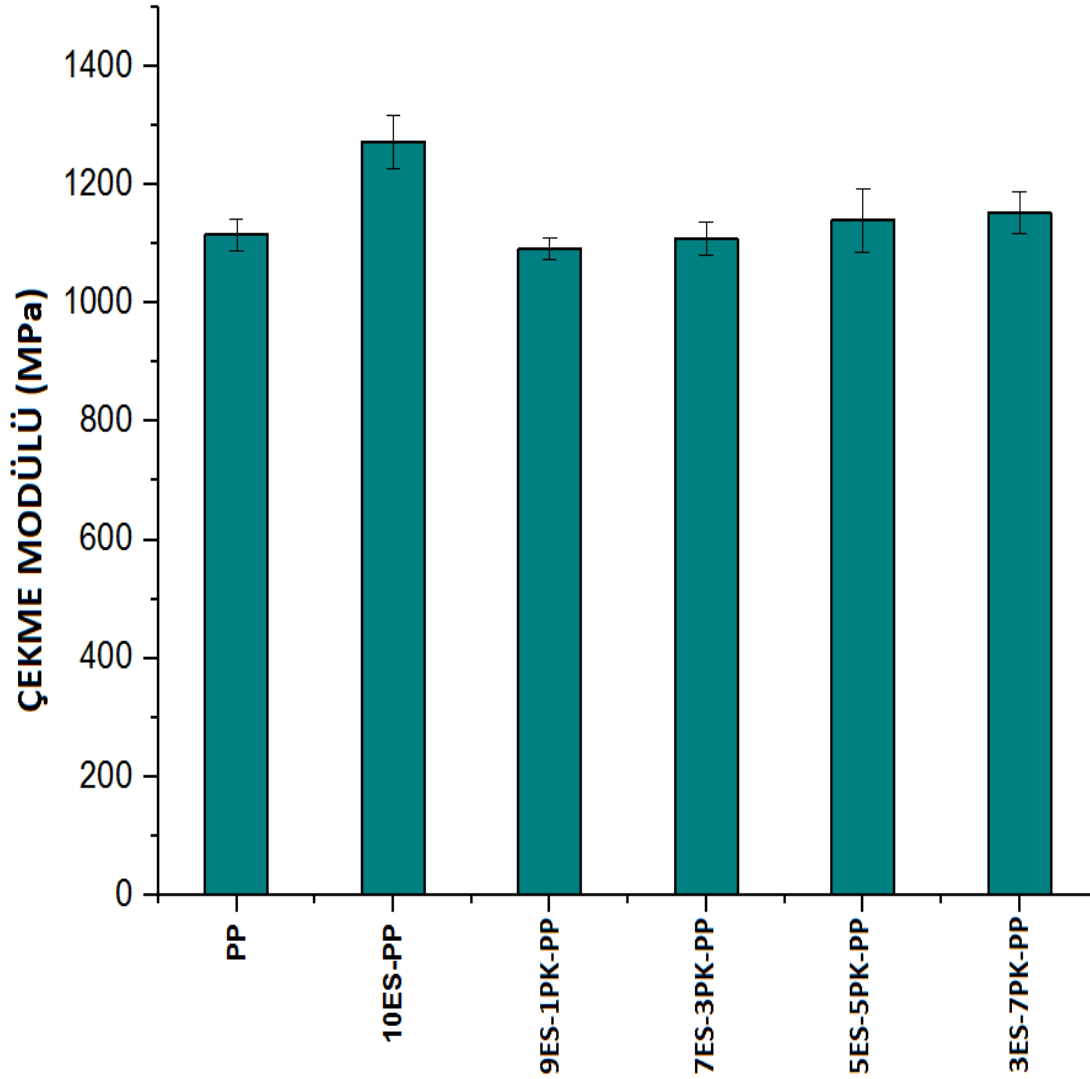
Şekil 4.2.:ES/PP kompozitlerin elastisite modülündeki değişimler.

Şekil 4.3’de görüldüğü gibi, PK/ES hibrit kompozitlerin çekme dayanımları 10ES-PP kompozitinkinden daha yüksektir. PK/ES hibrit PP kompozit malzeme üretimlerinde bu iki tarımsal atığın beraber kullanımının mekanik özellikleri kötüleştirmediği, aksine bir miktar arttırdığı görülmüştür. Hibrit kompozitler arasında en yüksek çekme dayanımı 7PK-3ES-PP kompozitinde elde edilmiştir ve bu kompozitin çekme dayanımı 10ES-PP kompozitine göre %5 daha yüksektir. Bununla birlikte, PP matrise göre hibrit kompozitlerin çekme dayanımı daha düşüktür ve bunun nedenleri partiküllerin matris ile yeterli ıslatılmaması, partiküllerin matris içerisinde dağılımlarının zayıf olması ve partiküller ile matris arayüzey yapışmasının zayıf olması olabilir [36-38].



Şekil 4.3: ES-PK/PP Hibrit kompozitlerinin çekme dayanımındaki değişimler.

ES-PK/PP hibrit kompozitlerin elastisite modülündeki değişimler Şekil 4.4'te gösterilmiştir. PP'nin ve 10ES-PP kompozitin elastisite modülleri sırasıyla 1115.10 ve 1271.58 MPa'dır. ES-PP içerisine pirinç kabuğu katılmasıyla birlikte kompozitlerin elastisite modülünde düşüş gerçekleşmiştir. ES-PP kompoziti içerisine PK partiküllerinin eklenmesiyle, PP hibrid kompozitlerin 10ES-PP' e göre daha az rijitliğe sahip olduğu söylenebilir. Hibrit kompozitlerin elastisite modülündeki azalışın sebebi, pirinç kabuğu partiküllerinin enginar sapından elde edilen partiküllere göre daha düşük elastisite modülü özelliklerine sahip olmasından kaynaklanabilir.



Şekil 4.4: ES-PK/PP hibrit kompozitlerin çekme modülündeki değişimler.

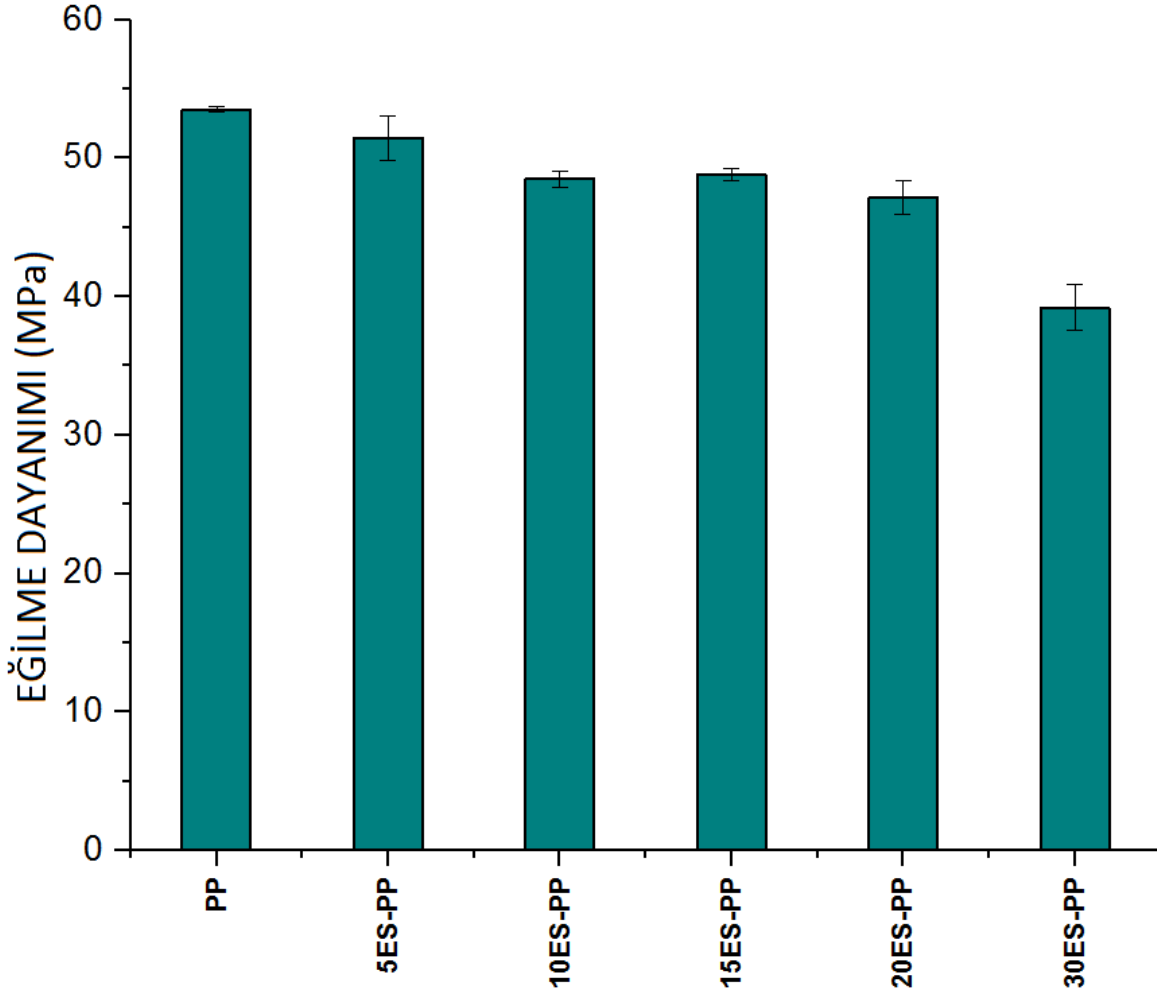
4.2.2 Üç Nokta Eğilme Deneyi

PP, ES/PP ve ES/PK/PP kompozitlerin eğilme dayanımı ve eğilme modülü değerleri Tablo 4.1’de verilmiştir. Şekil 4.5-4.8’de PP ve üretilen kompozitlerinin eğilme dayanımı ve eğilme modülünde meydana gelen değişimler gösterilmiştir. Şekil 4.5’den görüleceği üzere ES-PP kompozitlerin eğilme dayanımları PP’nin eğilme dayanımından daha düşüktür. Tablo 4.1’den PP’nin eğilme dayanımının 53.51 MPa olduğu görülmektedir. PP matris içerisine ağırlıkça % 5 ES katıldığında PP’nin eğilme dayanımında azalma başladığı gözlemlenmiştir. Enginar sapı katkılı PP kompozitler arasında PP 'ye en yakın eğilme dayanımı 5ES-PP kompozitinde görülmüştür. Matris içerisine katılan ES oranı arttıkça genel olarak azalma devam etmiştir. En düşük eğilme dayanımı 30ES-PP kompozitinde tespit edilmiştir. Eğilme

dayanımındaki azalışın nedenleri olarak partiküller ile matrisin yeterli ıslatılmaması, partiküllerinin matris içerisinde dağılımlarının zayıf olması, partiküller ile matris arasındaki arayüzey yapışmanın zayıf olması ve topaklanmaların varlığı düşünülebilir [36-38]. Zayıf arayüzey bağlanması, kuvvet yüklenildiğinde gerilim yayılmasını engelleyen dolgu ve matris arasında mikro boşluklara neden olabilir. Bu mikroboşluklar yükleme sırasında çatlakları başlatmak için gerilim konsantrasyonu noktaları olarak hareket edecektir [39].

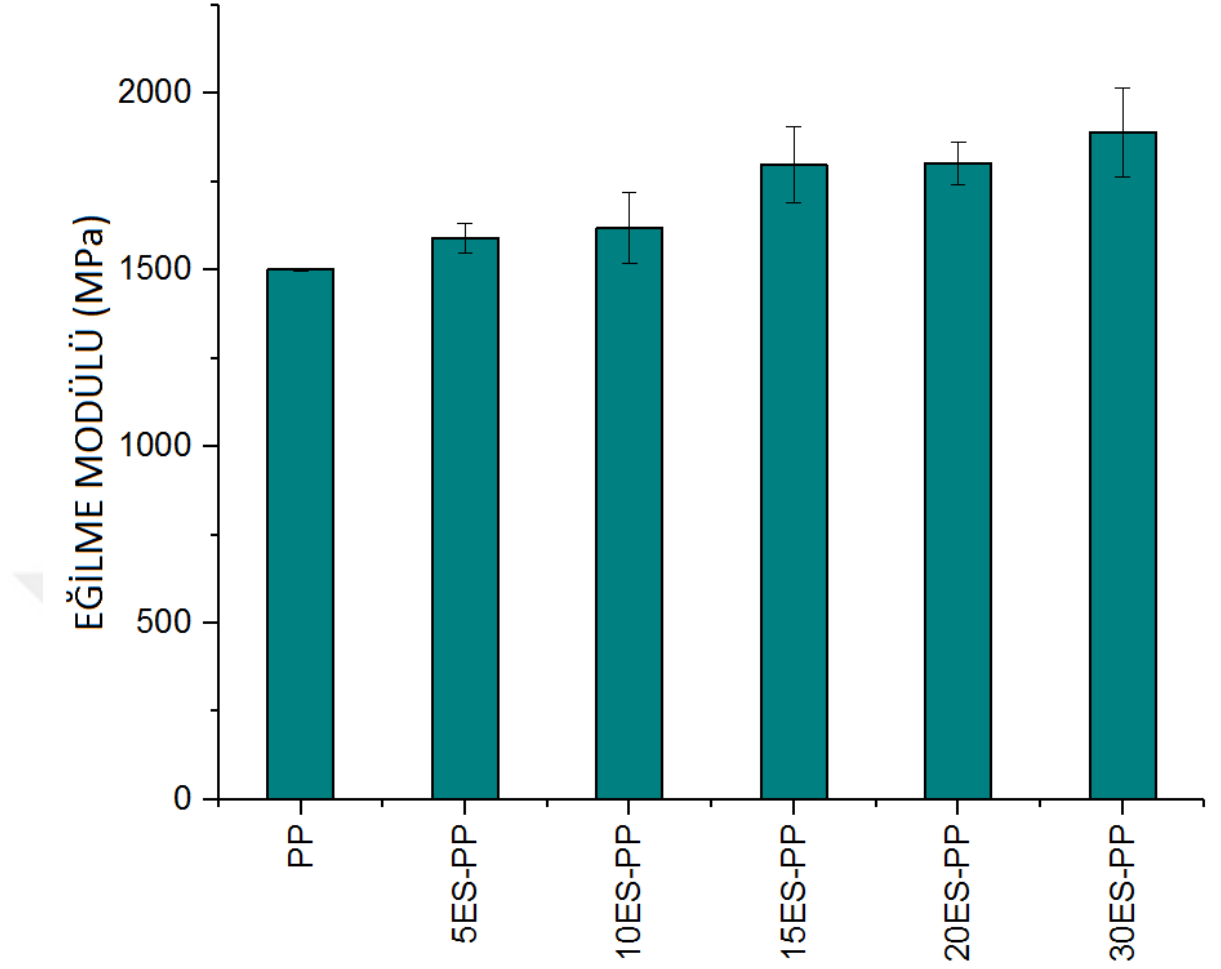
Tablo 4.2: ES-PP ve ES-PK-PP kompozit numunelerinin eğilme dayanımı ve eğilme modülü değerleri.

| Numune Adı | Eğilme Dayanımı (MPa) | Eğilme Modülü (MPa) |
|------------|-----------------------|---------------------|
| PP | 53.51±0.18 | 1501.44±3.38 |
| 5ES-PP | 51.45±1.61 | 1588.72±42.29 |
| 10ES-PP | 48.48±0.62 | 1618.26±101.58 |
| 15ES-PP | 48.84±0.42 | 1797.90±109.38 |
| 20ES-PP | 47.15±1.19 | 1802.00±61.38 |
| 30ES-PP | 39.19±1.65 | 1890.37±126.24 |
| 9ES-1PK-PP | 47.60±1.48 | 1586.03±13.85 |
| 7ES-3PK-PP | 45.51±1.80 | 1575.24±31.72 |
| 5ES-5PK-PP | 48.02±0.43 | 1607.74±19.92 |
| 3ES-7PK-PP | 47.71±1.04 | 1540.30±92.85 |



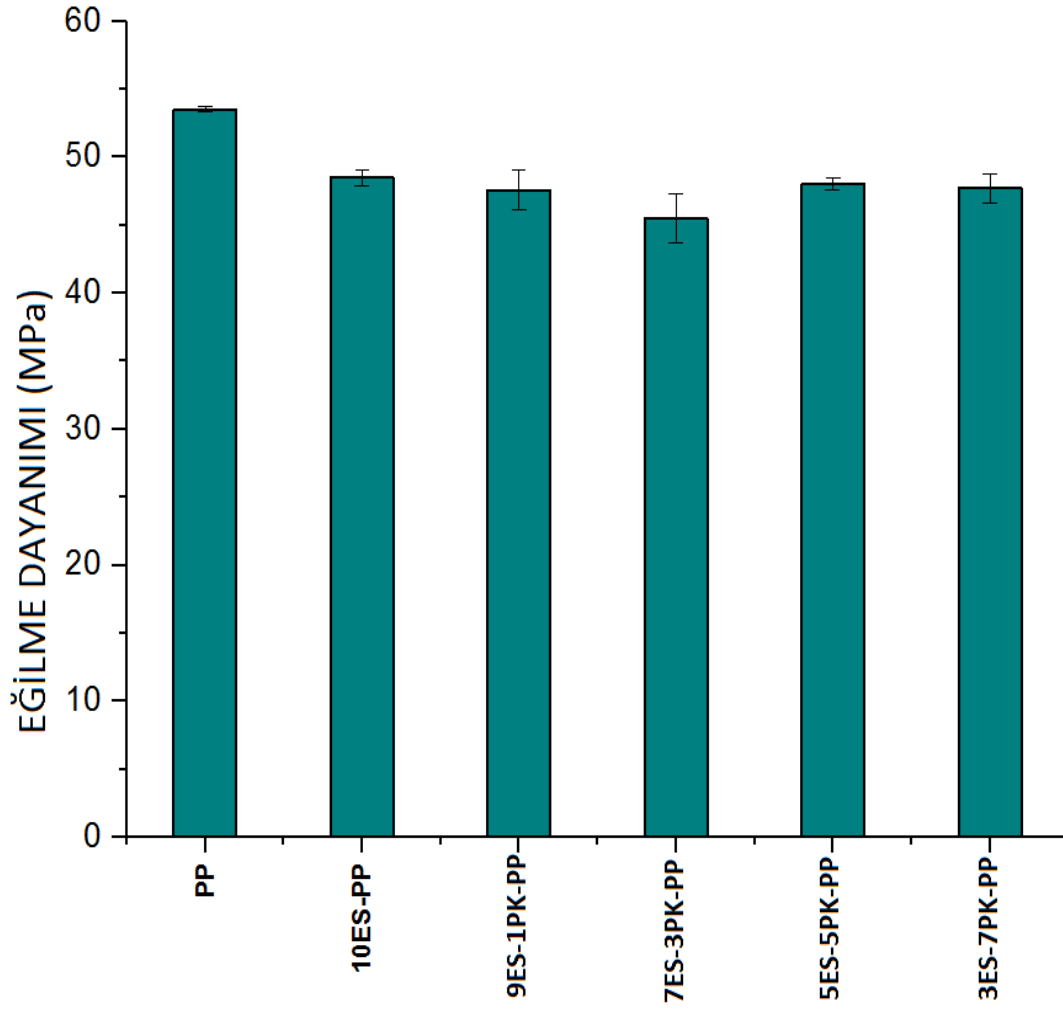
Şekil 4.5: ES-PP kompozitlerinin eğilme dayanımındaki değişimler.

ES/PP kompozitlerin eğilme modülündeki değişim Şekil 4.6’da gösterilmiştir. PP’nin eğilme modülü 1501.44 MPa’dır. PP içerisine ES partiküllerinin katılmasıyla birlikte eğilme modülünde artış gerçekleşmiştir. En yüksek eğilme modülüne sahip kompozit 30ES-PP kompozitidir. 30ES-PP kompozitinin eğilme modülü değeri 1890.37 MPa’dır. Bu kompozitin eğilme modülü PP ‘nin eğilme modülüne göre %25.90 oranında artmıştır. Bu artışın sebebi, ES partiküllerinin PP matrise göre daha rijit olmasından kaynaklanabilir. Bitkisel kaynaklı partiküllerinin modülleri polimer matrisinkine göre çok daha yüksektir [35]. Sert dolgu malzemelerinin termoplastiklere dahil edilmesi ile eğilme modülünün artması beklenen bir sonuçtur [40].



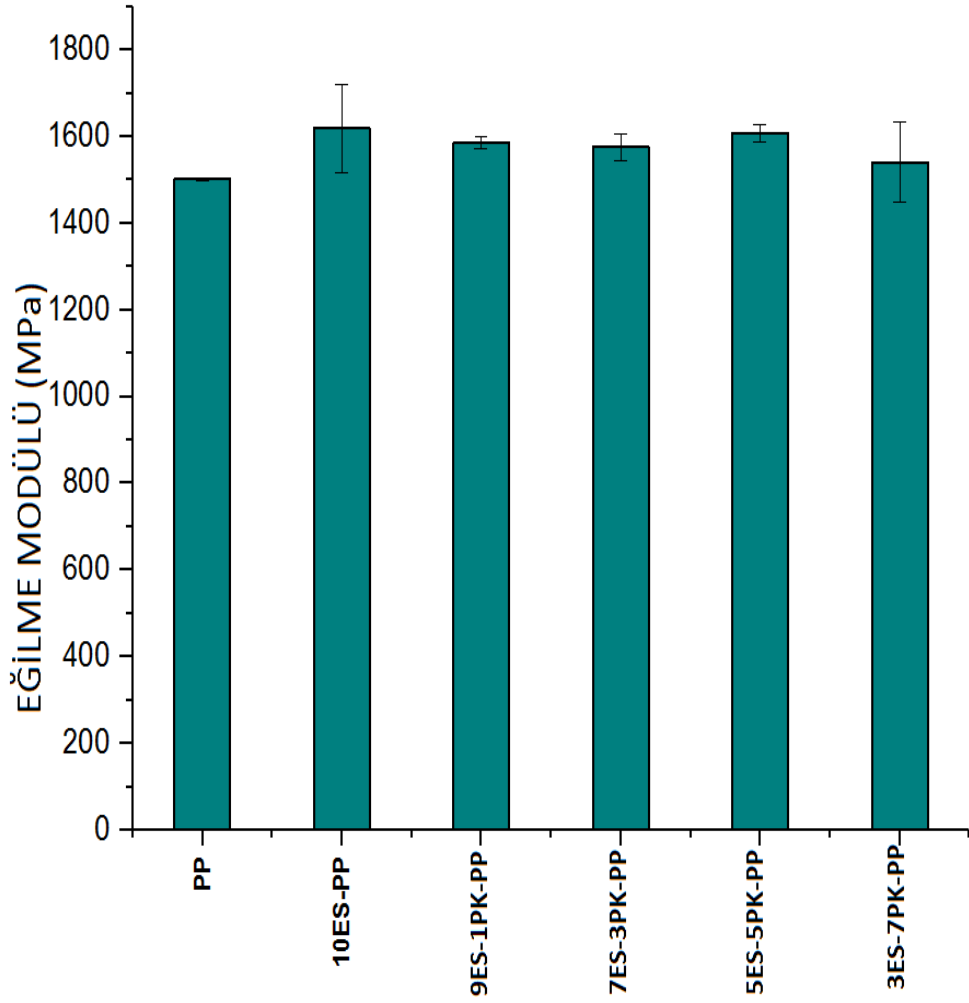
Şekil 4.6: ES-PP kompozitlerinin eğilme modülündeki değişimler.

Şekil 4.7’de ES-PK-PP kompozitlerin eğilme dayanımları gösterilmiştir. Hibrit kompozitler arasında 10ES-PP'nin eğilme dayanımına en yakın 5ES-5PK-PP kompozitidir. Hibrit kompozitler arasında en düşük eğilme dayanımı 7ES-3PK-PP kompozitinde tespit edilmiştir. Genel olarak, ES-PK-PP kompozitlerin eğilme dayanımları 10ES-PP ve PP'nin eğilme dayanımından daha düşüktür. Eğilme dayanımdaki düşüşün nedenleri PK partiküllerinin PP matris içerisinde dağılımının homojen olmaması ve partiküllerin topaklanmasından kaynaklandığı yönündedir. Selüloz liflerinin sentetik polimer içerisine dahil edilmesinden sonra lif dağılımının homojen olmaması nedeniyle liflerin topaklanması ve kümelenmesi gelişebilir. Bunlar yükleme sırasında çatlakları başlatmak için gerilim konsantrasyonu noktaları olarak hareket edecektir [39]. Bu, partikül / matris sınır bölgesinde gerilim konsantrasyonuna yol açarak, partikül / matrisin zayıflığına neden olur [41]. Bunlar eğilme dayanımını olumsuz etkileyecektir.



Şekil 4.7: PK-ES-PP hibrit kompozitlerinin eğilme dayanımındaki değişimler.

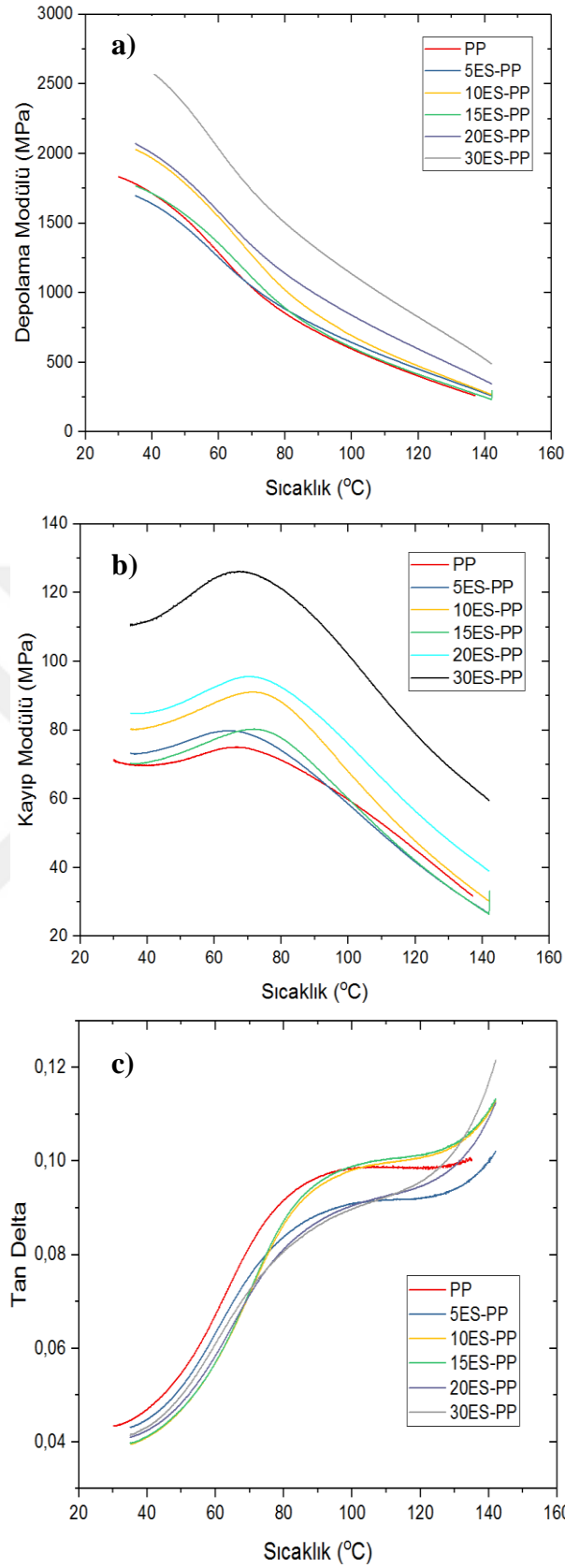
ES-PK/PP hibrit kompozitlerin eğilme modülündeki değişimler Şekil 4.8’de gösterilmiştir. ES-PP içerisine PK partiküllerinin katılmasıyla birlikte eğilme modülünde bir miktar azalma tespit edilmiştir. PK partiküllerin modül değerinin ES partiküllerinkinden daha düşük olduğu düşünülmektedir. PP’nin eğilme modülü ile karşılaştırıldığında ise hibrit kompozitlerin eğilme dayanımları daha yüksektir. Bitkisel kaynaklı partiküllerinin modülleri polimer matrisinkine göre daha yüksek olduğundan polimere katıldıklarında polimerin modülünü arttırmaları [35]. Ayrıca, dolgu malzemesi deformasyon sırasında zincir hareketini etkili bir şekilde engeller [41].



Şekil 4.8: PK-ES-PP hibrit kompozitlerinin eğilme modülündeki değişimler.

4.3 Dinamik Mekanik Analizi (DMA)

PP ve tarımsal atık partikül (ES, PK) ile güçlendirilmiş PP kompozitlerin viskoelastik davranışını anlamak için dinamik mekanik analizler gerçekleştirilmiştir. ES-PK ve ES-PK-PP kompozitlerinin sıcaklığın bir fonksiyonu olarak depolama modülü, kayıp modülü, Tan delta değerlerindeki değişimler Şekil 4.9 ve 4.10'da gösterilmektedir.



Şekil 4.9: PP ve ES-PP kompozitlerin sıcaklığa bağlı olarak. a) Depolama Modülü b) Kayıp Modülü c) Tan Delta değişimleri.

Tablo 4.3: PP ve kompozit numunelerin sıcaklığın bir fonksiyonu olarak depolama modülü değerleri.

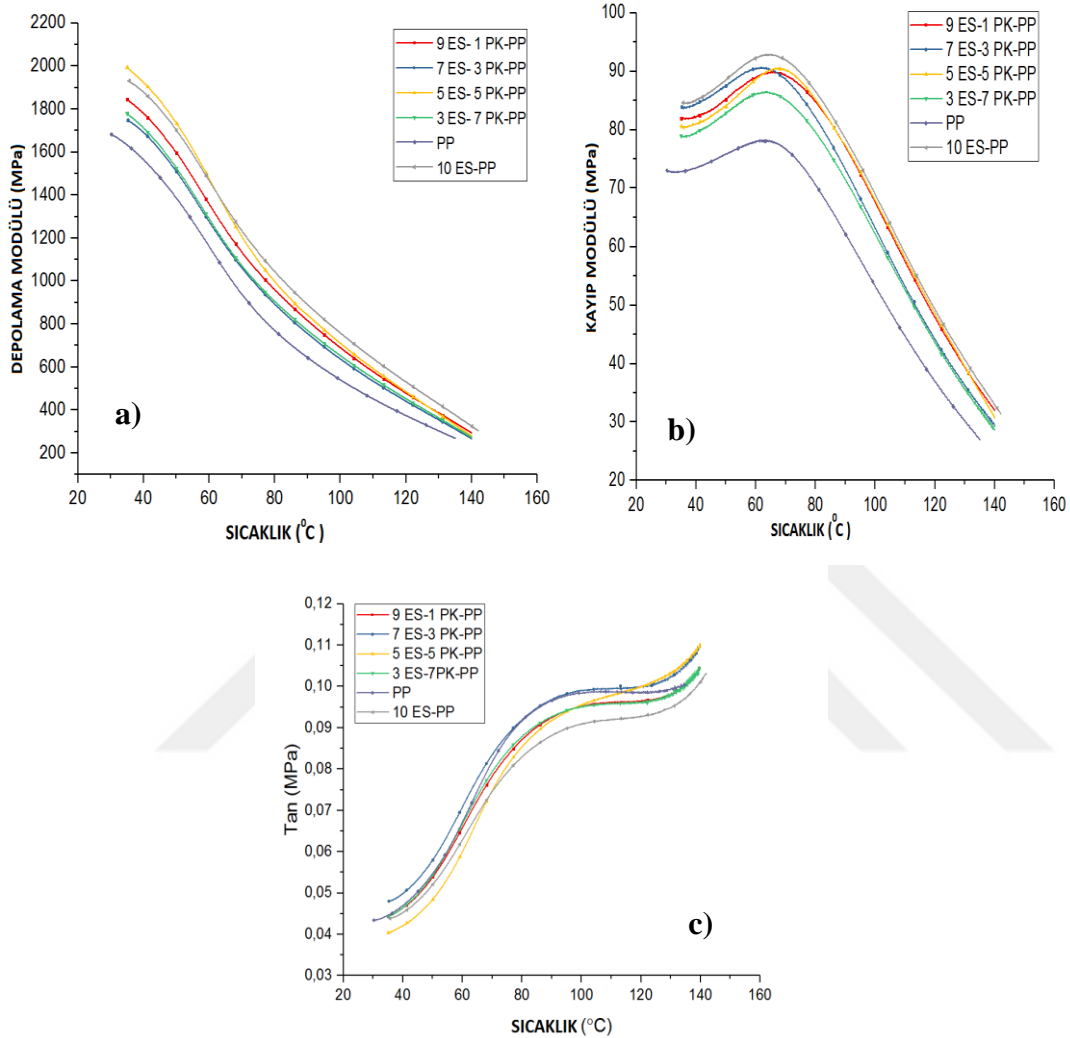
| Numune Adı | Depolama Modülü (MPa) | | | | | SM ₁₃₅ / SM ₃₅ |
|-------------------|-----------------------|---------|---------|---------|--------|---|
| | 35°C | 50°C | 75°C | 100°C | 135°C | |
| PP | 1781.59 | 1530.50 | 937.25 | 595.93 | 277.57 | 0.155 |
| 5ES-PP | 1697.90 | 1472.88 | 957.09 | 643.14 | 321.12 | 0.189 |
| 10ES-PP | 2031.68 | 1781.02 | 1134.62 | 691.77 | 333.08 | 0.163 |
| 15ES-PP | 1767.92 | 1560.50 | 990.78 | 606.96 | 290.01 | 0.164 |
| 20ES-PP | 2074.08 | 1815.91 | 1230.08 | 839.14 | 426.62 | 0.205 |
| 30ES-PP | 2667.37 | 2347.33 | 1608.75 | 1134.85 | 601.18 | 0.225 |
| 9ES-1PK-PP | 1845.20 | 1596.04 | 1041.39 | 689.33 | 340.56 | 0.184 |
| 7ES-3PK-PP | 1747.47 | 1508.87 | 969.57 | 637.31 | 311.59 | 0.178 |
| 5ES-5PK-PP | 1993.75 | 1732.47 | 1091.66 | 709.10 | 330.46 | 0.165 |
| 3ES-7PK-PP | 1778.83 | 1525.71 | 981.11 | 652.97 | 319.38 | 0.179 |

ES-PP kompozitlerin depolama modülü değerleri (5ES-PP ve 15ES-PP haricinde), tüm sıcaklık ölçeğinde PP'den daha yüksektir. 35- 135°C sıcaklık aralığında en yüksek depolama modülü 30ES-PP kompozitinde elde edilmiştir. 35° C'de, 30ES-PP kompozitinin depolama modülü PP'nin depolama modülüne göre %49.72 daha yüksektir. Depolama modülündeki artışın nedeni dolgu miktarının artması ile polimerde oluşan mekaniksel sınırlanmalardır [38]. N.Kaya ve arkadaşları prina/PP kompozit numunelerin depolama modülü değişimlerini sıcaklığın bir fonksiyonu olarak incelemişlerdir. 35-135°C aralığında ES-PP ve ES-PK-PP kompozitlerinin depolama modülü değerinin prina-PP kompozitinkine göre daha yüksektir [42].

SM₁₃₅/SM₃₅ oranını 135° C'de depolama modülünün 35° C'deki depolama modülüne oranı olarak tanımlayabiliriz. Tablo 4.3'de PP ve üretilen kompozitlerin SM₁₃₅/SM₃₅ oranları verilmiştir. PP, 5ES-PP, 10ES-PP, 15ES-PP, 20ES-PP ve 30ES-PP için SM₁₃₅/SM₃₅ oranları sırasıyla 0.155, 0.189, 0.163, 0.164, 0.205 ve 0.225 'dir. ES-PP kompozitlerin SM₁₃₅/SM₃₅ oranı PP'ninkine göre daha yüksektir. ES-PP kompozitlerinin yüksek sıcaklıklarda PP'ye göre daha gelişmiş mekanik özelliklere sahip olduğu söylenebilir [38].

5ES-5PK-PP haricinde ES-PK-PP kompozitlerin depolama modülü değerleri, tüm sıcaklık ölçeğinde 10ES-PP'den daha düşük elde edilmiştir. Hibrit kompozitler arasında, 5ES-5PK-PP kompozitinin 10ES-PP'nin depolama modülü değerlerine en yakın kompozit olduğu görülmektedir. PP, 10ES-PP, 9ES-1PK-PP, 7ES-3PK-PP, 5ES-5PK-PP ve 3ES-7PK-PP için SM₁₃₅/SM₃₅ oranları sırasıyla 0.155, 0.163, 0.184, 0.178, 0.165 ve 0.179 tespit edilmiştir.

Şekil 4.9.a ve 4.10.a'dan görülebileceği gibi, sıcaklığın artması ile tüm kompozitlerin depolama modülü değerleri gevşeme prosesinin (relaxation process) başlaması ve matrisin yumuşaması ile azalmaktadır [43].



Şekil 4.10: PP ve ES-PK-PP numunelerinin sıcaklığa bağlı olarak a) Depolama Modülü (E') b) Kayıp Modülü(E'') c) Tan Delta değişimleri.

Şekil 4.9.b ve 4.10.b, PP ve kompozitlerinin kayıp modülü değişimlerini göstermektedir. ES-PP ve ES-PK-PP kompozitlerinin kayıp modülü değerleri genel olarak PP'den daha yüksektir. En yüksek kayıp modülü 30ES-PP kompozitinde incelenmiştir. Kayıp modülündeki artış, enerji emilimindeki azalmaya bağlanabilir [44]. Ayrıca, ES-PK-PP kompozitlerin kayıp modülü değerleri genel olarak tüm sıcaklık aralığında 10ES-PP'den daha düşüktür. Tüm kompozitler için tan delta eğrileri, Şekil 4.9.c ve 4.10.c'de gösterilmektedir. Tan delta, dolgu maddesi ve polimer matrisi arasındaki ara yüz özellikleri ile ilişkilendirilebilir. Parçacık dolgulu

polimerik malzemeye gerilme uygulanırsa, enerji dağılımı polimer matrisinde ve dolgu maddesi ile matris arasındaki arayüzeyde gerçekleşir [45]. Nispeten daha güçlü bir arayüzey, daha az enerji tüketimi ve tan delta pikinin düşük yoğunluğu ile tanımlanabilir [46-47]. Tan delta pik yüksekliği arayüzeydeki moleküler zincirlerin hareketliliği azaldığından, ES ve PK yüklemesinden sonra daha düşüktür [48]. Şekil 4.10.c'den görüleceği üzere, hibrit kompozitler ile 10ES-PP kompoziti karşılaştırıldığında, PK parçacıkları Tan delta değişiminde daha az etkilidir.

4.4 Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC)

Saf PP, ES-PP ve PK-ES-PP kompozitlerin DSC eğrileri Şekil 4.11-12'te görülmektedir. Ayrıca; PP ve PP matrisli kompozitlerinin erime sıcaklığı (T_m), kristalizasyon sıcaklığı (T_c), erime entalpisi (ΔH_m), kristalizasyon entalpisi (ΔH_c), kristalite derecesi (X_c) değerleri Tablo 4.4'te verilmiştir.

Tablo 4.4: PP, ES-PP ve ES-PK-PP kompozitlerin DSC analiz sonuçları.

| Numune Adı | T_m (°C) | T_c (°C) | ΔH_c (j/g) | ΔH_m (j/g) | X_c (%) |
|------------|------------|------------|--------------------|--------------------|-----------|
| PP | 165.80 | 117.25 | 100.60 | 86.60 | 41.44 |
| 5ES-PP | 166.56 | 125.75 | 97.73 | 102.20 | 51.47 |
| 10ES-PP | 165.27 | 127.26 | 94.21 | 100.50 | 53.42 |
| 15ES-PP | 164.86 | 126.34 | 89.65 | 95.48 | 53.75 |
| 20ES-PP | 164.86 | 125.33 | 86.93 | 91.71 | 54.85 |
| 30ES-PP | 163.35 | 124.36 | 73.35 | 70.50 | 48.19 |
| 9ES-1PK-PP | 166.10 | 123.50 | 92.46 | 79.08 | 42.04 |
| 7ES-3PK-PP | 165.53 | 123.40 | 95.61 | 89.60 | 47.63 |
| 5ES-5PK-PP | 165.87 | 124.29 | 94.92 | 89.33 | 47.49 |
| 3ES-7PK-PP | 165.21 | 123.38 | 97.85 | 88.89 | 47.26 |

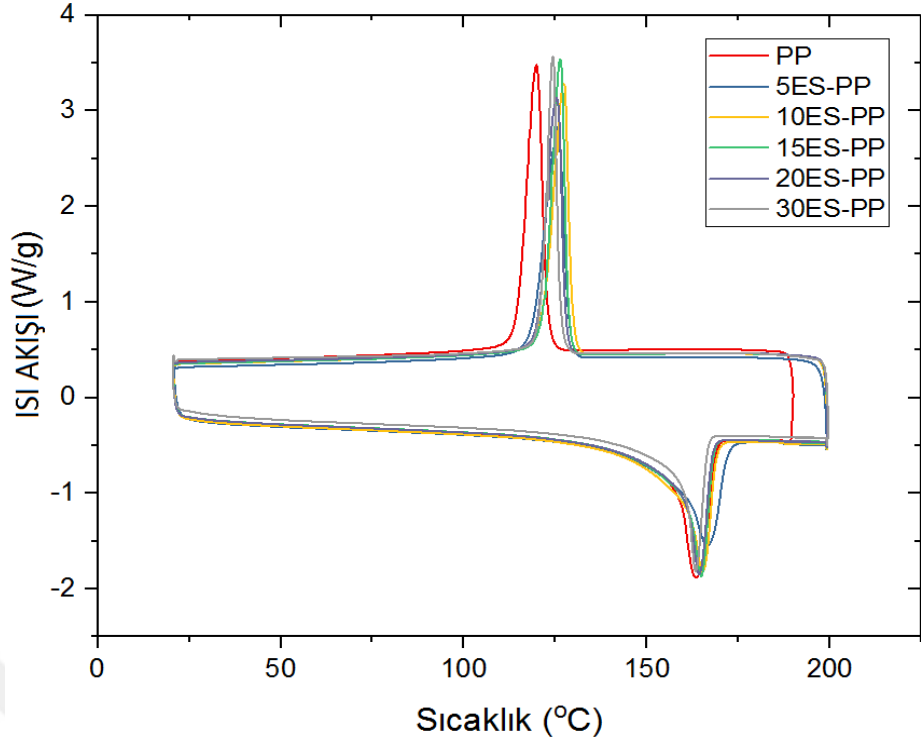
PP ve kompozitlerinin kristalite derecesi aşağıdaki denklem yardımıyla hesaplanmıştır.

$$X_c(\%) = \frac{\Delta H_m / \phi_{pp}}{\Delta H^{\circ}_m} \times 100 \quad (4.1)$$

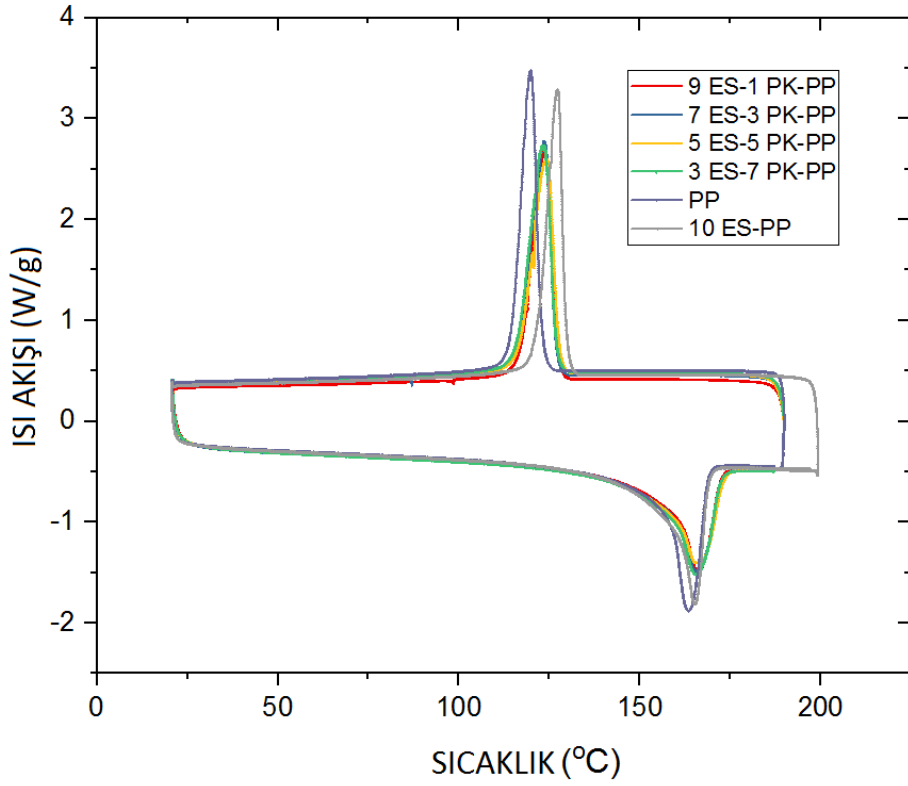
Burada $\Delta H^{\circ}_m = \%100$ kristal PP'nin erime entalpisi, ϕ_{PP} =Kompozitteki PP'nin ağırlıkça yüzdesidir. X_c hesaplamasında $\%100$ kristal PP'nin erime entalpisi 209 J/g olarak alınmıştır [38].

Tablo 4.4'ten görüleceği üzere PP'nin erime sıcaklığının ES partiküllerinin PP matrisine katılmasından sonra az miktarda değiştiği görülmektedir. Bu PP'nin kristal boyutunun önemli derecede değişmediğini göstermektedir [38]. ES-PP kompozitlerin kristalizasyon sıcaklıkları PP'ninkinden daha yüksektir. Tablo 4.4'ten PP'nin kristalizasyon sıcaklığının PP matrisi içerisine ES partiküllerinin katılmasıyla yaklaşık 7-10 °C arasında arttığı görülmektedir. T_c değerindeki artış, çekirdeklenme etkisi ile açıklanabilir [49-50]. Tarımsal atık lignoselülozik partiküllerin PP matris içerisine katılması, PP'nin kristalizasyonuna çekirdeklenme etkisi olarak etki etmiştir. Doğal lifler, heterojen çekirdeklenmeye direk etki eder ve böylece matris malzemesinin kristalleşmesine neden olur [49]. Ayrıca, özellikle % 5 oranında ES partiküllerinin PP matris içerisine katılması ile PP'nin kristalite derecesinin yaklaşık % 10 arttığı tespit edilmiştir. ES-PP kompozitleri arasında en yüksek kristalite derecesi 20ES-PP kompozitinde tespit edilmiştir. % 5 oranında ES partiküllerinin PP matris içerisine katılması ile PP'nin ΔH_m değeri artmış, ΔH_c değeri azalmıştır. %5'den daha fazla ES partiküllerinin PP matris içerisine katılması ve ES oranında artması ile 5ES-PP'e göre entalpilerde sürekli bir azalma gözlemlenmiştir.

Tablo 4.4'ten görüleceği üzere, hibrit ES-PK-PP kompozitlerin erime sıcaklığı 10ES-PP kompozitinkine ile karşılaştırıldığında, PP'nin erime sıcaklığının değişiminde PK partiküllerinin etkisinin çok az olduğu görülmektedir. PK'nın da matris polimerin kristal boyutunu değiştirmedini göstermektedir [38]. ES-PK-PP hibrit kompozitlerin kristalizasyon sıcaklıkları PP'ninkinden daha yüksektir. Bununla birlikte, 10ES-PP'nin kristalizasyon sıcaklığından daha düşüktür. Tablo 4.4'ten PP'nin kristalizasyonunun PP matrisi içerisine ES ve PK partiküllerinin birlikte katılmasıyla yaklaşık 6-7 °C arasında arttığı görülmektedir. T_c değerindeki artış, selülozik partiküllerin heterojen çekirdeklenme etkisi yaratması ile açıklanabilir [49-50]. Ayrıca, 7ES-3PK-PP hibrit kompozitinde %3 oranında PK ile hibritlenmesi ile PP'nin kristalite derecesinin yaklaşık % 6 arttığı tespit edilmiştir. Ancak, 10ES-PP kompozitinkinden daha düşüktür. PK partiküllerinin ES partikülleri kadar PP'nin kristalite derecesini arttırmak için etkili olmadığı sonucuna varılmıştır.



Şekil 4.11: ES/PP kompozitlerin DSC eğrileri.



Şekil 4.12: ES/PK/PP hibrit kompozitlerin DSC eğrileri.

4.5 Termogravimetrik Analiz(TGA)

PP, PK, ES, ES-PP ve PK-ES-PP kompozitlerin termal bozunma davranışlarını belirlemek için TGA analizleri yapılmıştır. Bozunma sıcaklığı polimer tabanlı malzemelerin termal stabilitesini karakterize etmek için önemli bir parametredir. Başlangıç bozunma sıcaklığı, maksimum bozunma sıcaklığı ve bozunma bitiş sıcaklığı TGA eğrilerinden elde edilmiştir.

Şekil 4.13-14'de PP, ES-PP ve PK-ES-PP kompozitlerin termal bozunma grafikleri gösterilmiştir. Ayrıca, Tablo 4.5'de PP ve PP matrisli kompozitlerin bozunma başlama sıcaklığı (°C), bozunma bitiş sıcaklığı (°C), maksimum bozunma sıcaklığı (°C), ve bozunma miktarı (%) verilmiştir. Üretilen kompozitlerin bozunma başlangıç sıcaklıkları tespit edilirken kompozitlerin toplam kütle kaybının % 5'indeki sıcaklık termal başlangıç bozunma sıcaklığı olarak kabul edilmiştir.

Tablo 4.5: PP, ES-PP ve PK-ES-PP kompozitlerin TGA analiz sonuçları.

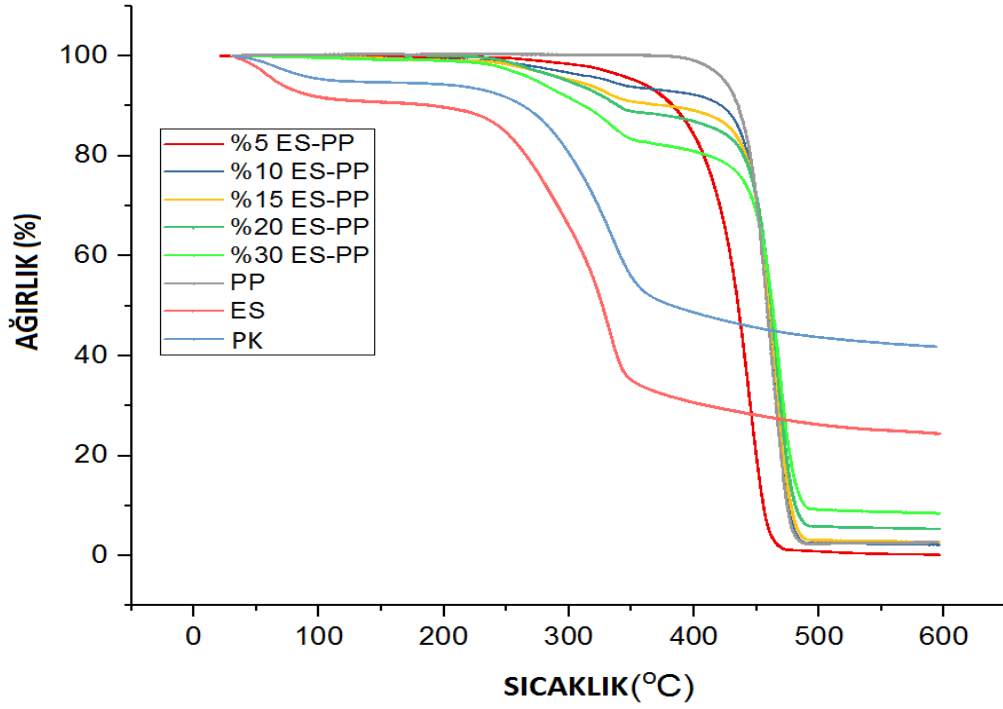
| Numune Adı | Bozunma Başlangıç Sıcaklığı (°C) | Maks.Bozunma Sıcaklığı (°C) | Bozunma Bitiş Sıcaklığı (°C) | Bozunma Miktarı (%) |
|------------|----------------------------------|-----------------------------|------------------------------|---------------------|
| PP | 424.34 | 460.44 | 485.90 | 97.67 |
| ES | 214.85 | 331.87 | 357.76 | 85.97 |
| PK | 234.71 | 334.12 | 372.57 | 56.40 |
| 5ES-PP | 395.55 | 459.58 | 487.09 | 98.87 |
| 10ES-PP | 331.39 | 463.37 | 487.35 | 97.86 |
| 15ES-PP | 303.10 | 465.25 | 489.71 | 97.34 |
| 20ES-PP | 298.74 | 466.21 | 489.91 | 94.60 |
| 30 ES-PP | 273.90 | 467.81 | 491.00 | 91.54 |
| 1PK-9ES-PP | 342.51 | 462.81 | 487.95 | 96.83 |
| 3PK-7ES-PP | 342.16 | 460.78 | 487.13 | 97.02 |
| 5PK-5ES-PP | 342.67 | 462.93 | 487.40 | 96.64 |
| 7PK-3ES-PP | 356.47 | 464.38 | 487.96 | 97.60 |

ES ve PK partiküllerinin termal bozunma başlangıç sıcaklıkları sırasıyla 214.85 ve 234.71 °C olarak belirlenmiştir. Ayrıca, ES ve PK partiküllerinin termal bozunma bitiş sıcaklıkları sırasıyla 357.76 ve 372.57 °C'dir. Saf PP tek basamaklı bozunma

prosesi gerçekleştirirken, ES-PP ve PK-ES-PP kompozitleri iki basamaklı bozunma davranışı sergilemektedir. Kompozitlerin ilk kütle kaybı, C-O ve C-C bağlarının transglikozilasyonu ve glikozidik bağlarının termal olarak bölünmesinden kaynaklanmaktadır [30]. Lignoselülozik malzemeler, termal olarak 150 °C ve 500 °C arasında bozunurken, PP'nin esas olarak bozunması 300 °C ve 500 °C arasındadır. Lignoselülozik malzeme yapısında bulunan hemiselüloz, selüloz ve ligninin termal bozunması, sırasıyla 150-350 ° C, 275-350 ° C ve 250-500 ° C arasında meydana gelmektedir [52- 53]. Kompozitlerin ikinci adımdaki kütle kaybının, PP ve ligninin termal olarak bozunmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

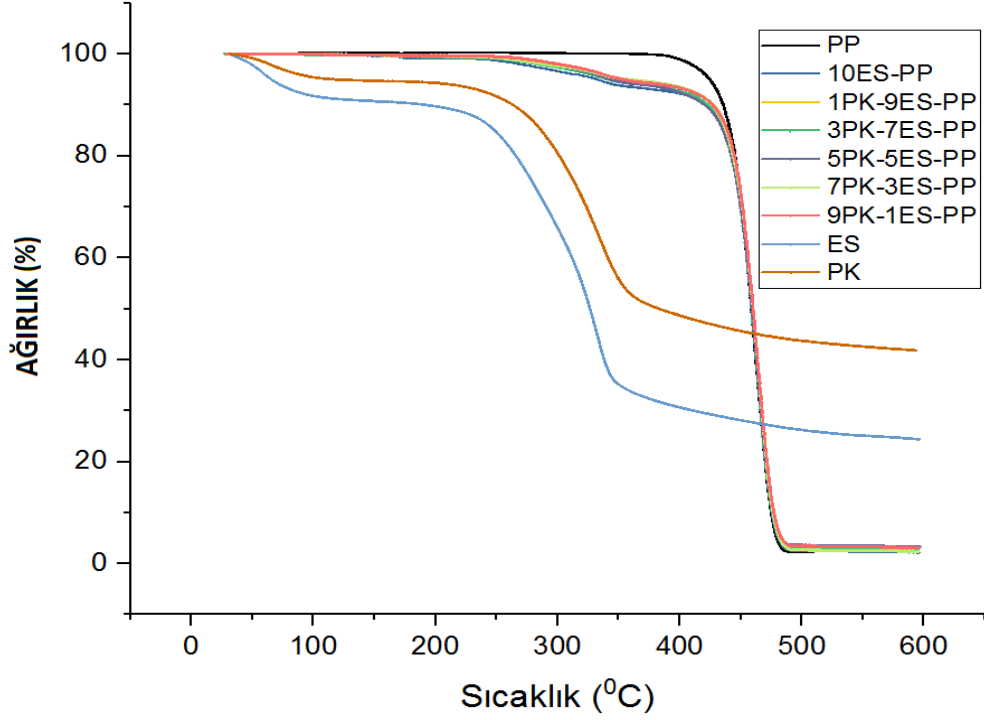
Saf PP 424.34 °C'de termal olarak bozunmaya başlamaktadır. ES-PP kompozitler içerisinde en yüksek bozunma başlangıç sıcaklığı 5ES-PP kompozitinde ve en düşük bozunma başlangıç sıcaklığı 30ES-PP kompozitinde tespit edilmiştir. PP içerisine katılan ES partiküllerinin kütsel oranı arttıkça kompozitlerin bozunma başlangıç sıcaklığı azalmıştır. Saf PP ile karşılaştırıldığında 5ES-PP, 10ES-PP, 15ES-PP, 20ES-PP ve 30ES-PP kompozitlerinin bozunma başlangıç sıcaklıklarında sırasıyla 28.79°C, 92.95°C, 121.24°C, 125.6°C ve 150.44°C azalış görülmektedir.

Saf PP'nin maksimum bozunma sıcaklığı 460.44°C'dir. PP matrisi içerisine katılan ES miktarı oranı arttıkça (5ES-PP haricinde), saf PP'ninkine göre ES-PP kompozitlerin maksimum bozunma sıcaklığı artmıştır. ES-PP kompozitleri arasında ise en yüksek termal bozunma sıcaklığı 30ES-PP kompozitinde incelenmiş olup, 467.81 °C'dir. PP, 5ES-PP, 10ES-PP, 15ES-PP, 20ES-PP ve 30 ES-PP kompozitlerin 30-600 °C sıcaklık aralığında % kütle kayıpları sırasıyla, %97.86, %98.87, %97.67, %97.34, %94.60 ve %91.54'tür. PP, 5ES-PP, 10ES-PP, 15ES-PP, 20ES-PP ve 30 ES-PP kompozitlerin kömürleşmiş miktarları ise sırasıyla %2.14, %1.13, %2.33, %2.66, %5.40 ve %8.46'dır. ES partiküllerinin PP içerisine dahil edilmesi ile PP'nin ayrışması kömürleşen tabaka ile gecikir. Selülozik liflerin termal bozunmasından üretilen karbonlu tabaka PP'nin termal stabilitesini artırabilir [51]. Bu tabakanın PP'yi termal bozunmadan koruduğu ve böylece PP'nin termal bozunma sıcaklığını arttırdığı sonucuna varılabilir [27].



Şekil 4.13: PP ve ES-PP kompozitlerin TG eğrileri.

ES-PP içerisine katılan PK partikülleri ile hibrit üretilen kompozitlerin bozunma başlangıç sıcaklığı 10ES-PP kompozitinki ile karşılaştırıldığında artmıştır. 10ES-PP ile karşılaştırıldığında 9ES-1PK-PP, 7ES-3PK-PP, 5ES-5PK-PP, 3ES-7PK-PP kompozitlerinin bozunma başlangıç sıcaklığında sırasıyla 11.12°C, 10.77°C, 11.28°C ve 25.08°C artış olduğu tespit edilmiştir. PK-ES-PP hibrit kompozitler içerisinde en yüksek başlangıç bozunma sıcaklığı 3ES-7PK-PP kompozinde incelenmiştir. Hibrit kompozitlerdeki PK miktarı oranı arttıkça (3ES-7PK-PP haricinde), 10ES-PP kompozitinkine göre hibrit kompozitlerin maksimum bozunma sıcaklığı azalmıştır. Hibrit kompozitleri arasında ise en yüksek termal bozunma sıcaklığı 3ES-7PK-PP kompozitinde incelenmiş olup, 464.38°C'dir. PP, 10ES-PP, 9ES-1PK-PP, 7ES-3PK-PP, 5ES-5PK-PP, 3ES-7PK-PP kompozitlerin 30-600 °C sıcaklık aralığında % kütle kayıpları sırasıyla, 97.67, 97.86, 96.83, 97.02, 96.64, 97.60'dır. ES-PP içerisine eklenen PK ile % kütle kaybı 10ES-PP'ye göre bir miktar artmıştır.

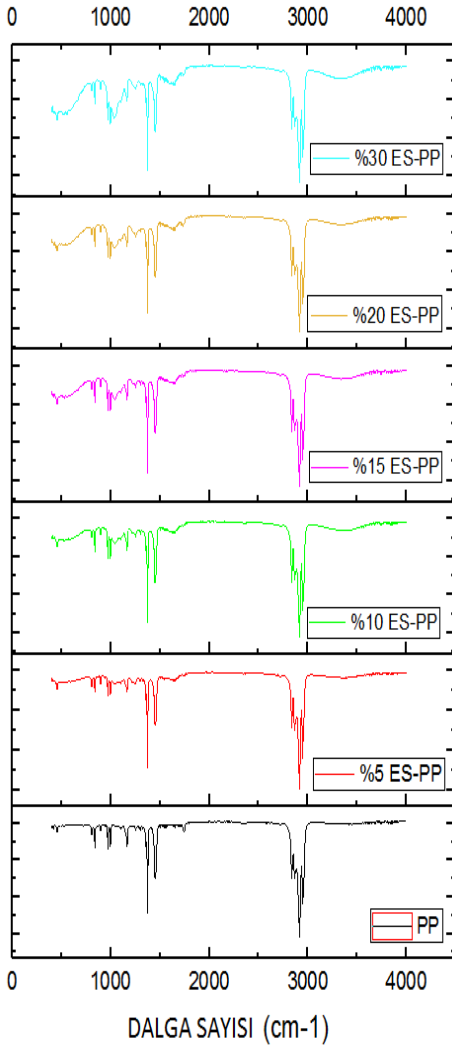


Şekil 4.14: PP, 10ES-PP ve PK-ES-PP hibrit kompozitlerin TG eğrileri.

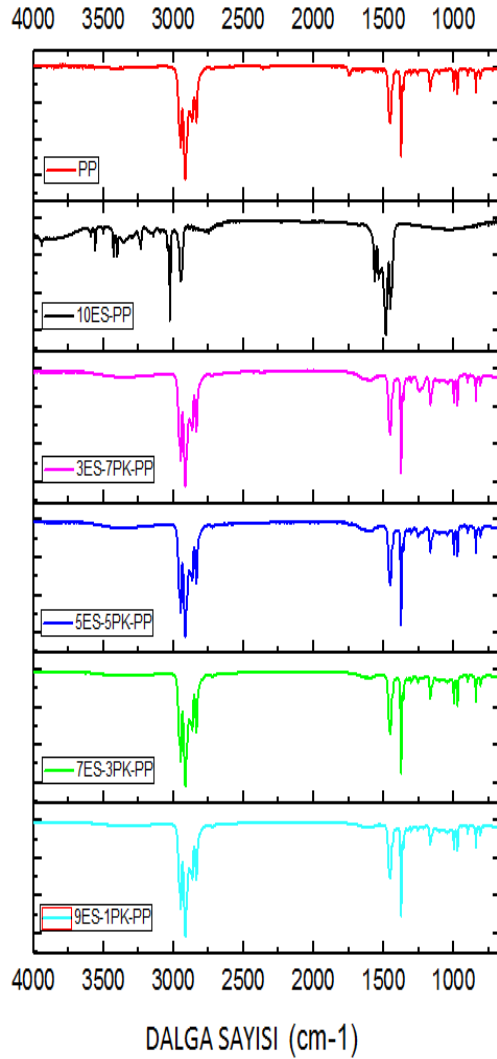
4.6 Fourier Dönüştümlü İnfrared Spektroskopisi (FT-IR)

Yapılarında selüloz, hemiselüloz ve lignin bulunduran lignoselülozik malzemeler bazı oksijen esaslı fonksiyonel gruplar (ester, keton ve alkol) içerirler [54-56]. Şekil 4.15-16'da PP ve üretilen kompozitlerin FTIR spektrumları gösterilmiştir. Şekil 4.15 ve 4.16'da 3000-3700 cm^{-1} aralığında selüloza ait OH gerilme titreşimi belirgin olarak görülmemektedir [27]. 2900 cm^{-1} civarında görülen geniş pik CH gerilme titreşimine ait bir pik olabilir. Saha ve arkadaşları (2010) 2910 cm^{-1} deki absorbans pikinin selüloz ve hemiselülozdaki metil ve metilen grupları nedeniyle CH gerilme titreşimlerine ait olduğunu belirtmişlerdir [56]. Oh ve arkadaşları (2005), 2926 cm^{-1} deki bandın ve yaklaşık 2850 cm^{-1} deki omuzun selüloz ve hemiselülozdaki CH ve CH_2 den gelen CH gerilme titreşimlerine uygun olduklarını vurgulamışlardır [34]. 1300-1500 cm^{-1} arasında görülen 2 pik CH_2 ve CH_3 eğilme titreşimlerine ait olduğu düşünülmektedir. Karim ve arkadaşları (2017) kenaf fiberin 1455 cm^{-1} de CH_2 ve 1376 cm^{-1} de CH_3 eğilme titreşimlerini gözlemlemişlerdir [57]. Yaklaşık 1250 cm^{-1} de gözükten pik, PP içine katılan bitkisel lif oranı arttıkça daha belirgin hale gelmektedir. Bu pik ligninin asetil grubunun C-O gerilme titreşimine uygundur. 1157 cm^{-1} civarındaki pik, C-O-C grubunun antisimetrik köprü gerilmesidir. 1050 cm^{-1}

yakınındaki pik C-O-C piranoz halkasının iskelet titreşimi nedeniyle ve enginar lifi oranı arttıkça daha belirgin hale gelmiştir [58]. Hibrit kompozitlerin FTIR grafiğinde değişim gözlemlenmemiştir.



Şekil 4.15: PP ve ES-PP kompozitlerin FTIR spektrumları.

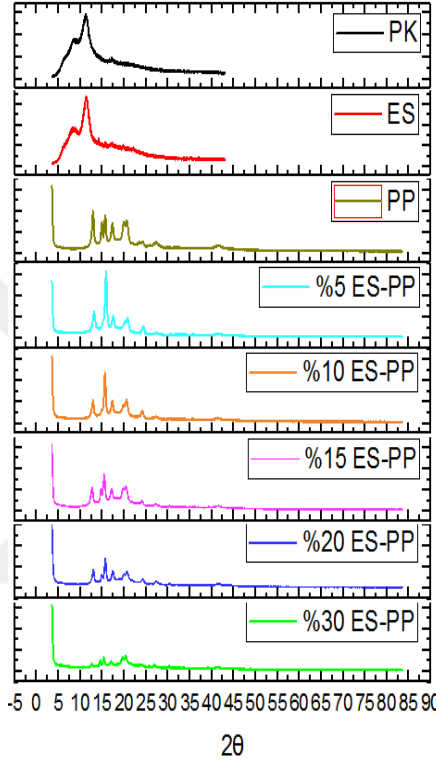


Şekil 4.16: PP, 10ES-PP ve PK-ES-PP hibrit kompozitlerin FTIR spektrumları.

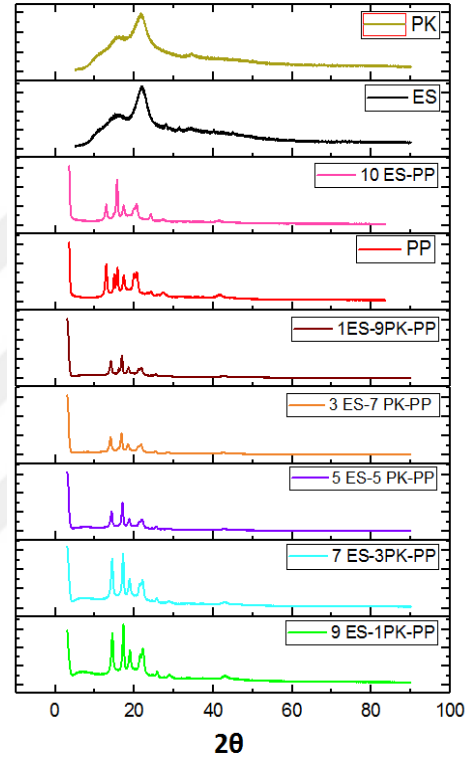
4.6 X Işın Difraktometresi (XRD) Analizi

Şekil 4.17 ve 4.18’de PP, ES-PP, PK-ES-PP kompozitlerin XRD grafikleri verilmiştir. XRD grafiğinde PP’nin karakteristik pikleri 14.90, 15.70, 17.29, 19.91, 20.62°’de görülmektedir. Altay ve arkadaşları (2017) PP’nin karakteristik beş pikini yaklaşık 14.48, 15.98, 16.98, 18.56, ve 21.26° de tespit etmişlerdir ve bu piklerin (110), (010), (040), (130), ve (041) düzlemlerine uygun olduğunu belirtmişlerdir [7]. Literatürde tipik selüloz I ‘in $2\theta = 22.30^\circ$ ve 15.70° de ana piklerinin olduğu

görülmektedir [36]. %5 ve 10 ES katkıli PP kompozitlerde yaklaşık 15.86° deki selüloz karakteristik pikinin şiddetinde önemli artış gözlemlenirken, PP'nin karakteristik pik şiddetlerinde azalma tespit edilmiştir. Özellikle 30ES-PP kompozitinde PP nin karakteristik pik şiddetlerinin çok azaldığı belirlenmiştir. Ayrıca, bu kompozitin selüloz karakteristik pik şiddetinin azalması beklenmeyen bir sonuçtur. Hibrit kompozitlerde pirinç kabuğu ve enginar sapı partikülleri polimer içerisinde sinerjik bir etkileşime girerek, selüloz pikinde artışa neden olmuştur.



Şekil 4.17: PP ve ES-PP kompozitlerin XRD grafikleri.

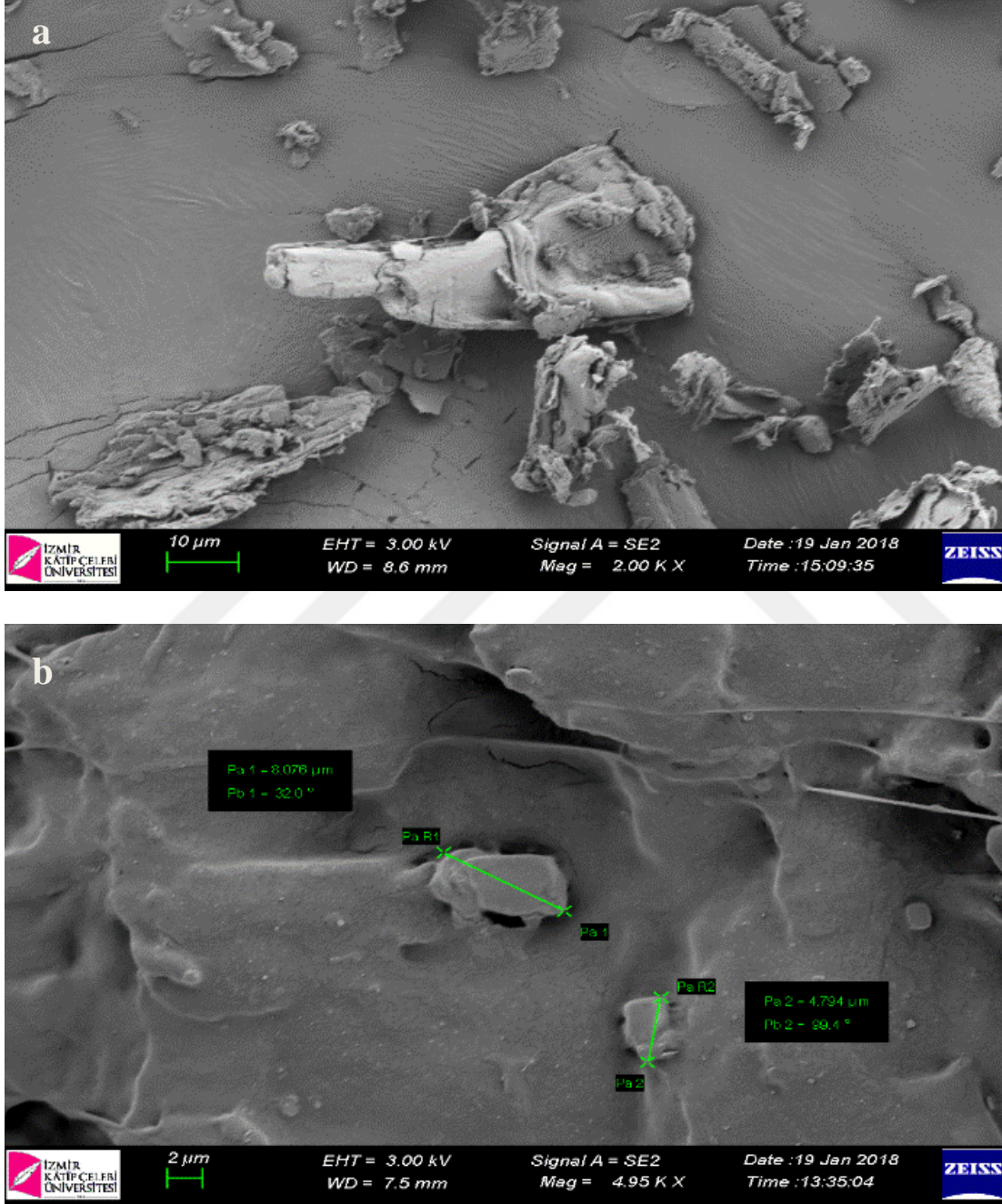


Şekil 4.18: PP, 10ES-PP ve PK-ES-PP hibrit kompozitlerin.

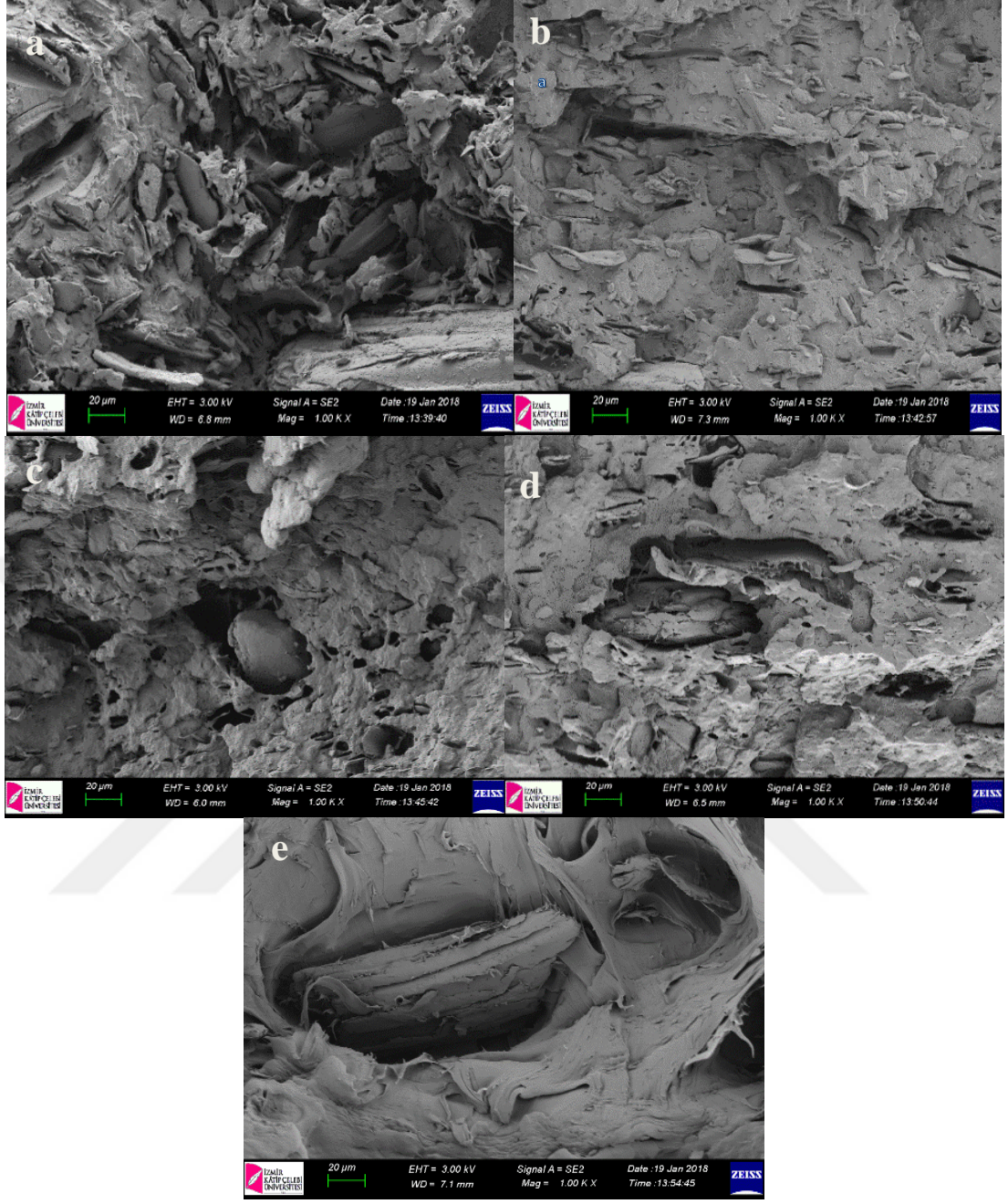
4.8 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İncelemeleri

ES ve PK partiküllerinin SEM görüntüleri, Şekil 4.19.a-b'de gösterilmiştir. ES ve PK partiküllerinin morfolojileri düzensiz şekillidir. Bu düzensiz şekilli parçacıkların keskin köşeleri, mekanik yüklem sırasında PP matrisinde gerilme yoğunluğunu attıran alanlar meydana getirebilir. Çekme testlerinden sonra ES-PP ve ES-PK-PP kompozitlerinin kırılma yüzeylerinin SEM görüntüleri sırasıyla Şekil 4.20 ve 4.21'de gösterilmiştir. ES'nin PP matrisine iyi dağılımı Şekil 4.20 a-b'den görülebilir. Bununla birlikte, daha yüksek ES yüklemesi ile ES partikülleri ve PP matrisi arasındaki arayüzeyi teması arttığından ve hidrofilik ES partikülleri ve hidrofobik

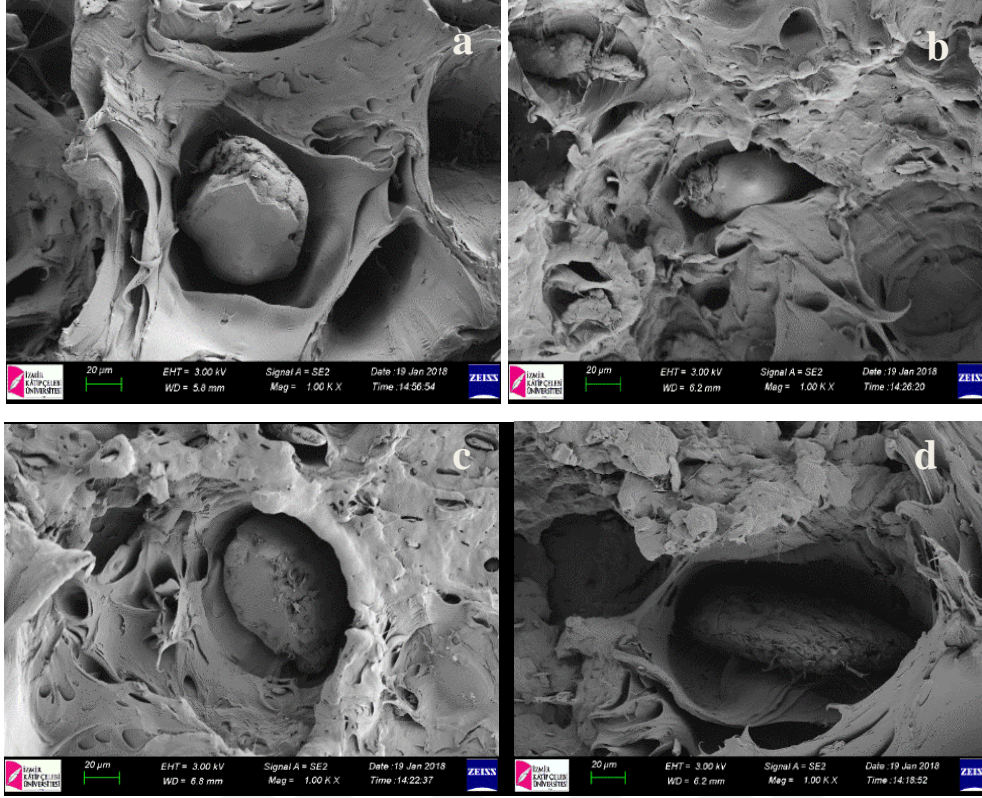
PP matrisi arasındaki kimyasal uyumsuzluk nedeni ile partiküllerin daha fazla yerinden çıktığı ve partiküllerin dağılımının homojen olmadığı görülebilir (Şekil 4.20.c-e). Bu sonuç mekanik test sonuçları ile de desteklenmektedir. Şekil 4.21.a-c'den PP matris ile ES ve PK partiküllerinin zayıf arayüzey oluşturduğu görülebilir. Zayıf arayüzey nedeni artan mekanik özelliklerin azaldığı düşünülmektedir.



Şekil 4.19: a) ES ve b) PK partiküllerinin SEM görüntüleri.



Şekil 4.20: a) 5ES-PP b) 10ES-PP c) 15ES-PP d) 20ES-PP ve e) 30ES-PP kompozitlerinin SEM görüntüleri.



Şekil 4.21: a) 3ES-7PK-PP, b) 5ES-5PK-PP, c) 7ES-3PK-PP d) 9ES-1PK-PP kompozitlerinin SEM görüntüleri.

5. SONUÇ

ES ve PK'den elde edilmiş mikronize partiküller kullanılarak polipropilen matrisli kompozitleri geliştirilmiştir. Üretilen kompozitler ile ilgili aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

- PP içerisine katılan ES partikülleri ile PP'nin çekme dayanımı azalmaktadır. PP matrisi içerisine %30 ES katıldıktan sonra PP'nin çekme dayanımı 34.59 MPa'dan 25.85 MPa'a azalmaktadır. PP'nin elastisite modülü %30 ES oranına kadar düzenli artmaktadır. PP'nin içerisine %30 ES katıldığında elastisite modülü 1115.10 MPa'dan 1368.71 MPa'a artmıştır. PK/ES hibrit kompozitlerin çekme dayanımları 10ES-PP kompozitinkinden daha yüksektir. Hibrit kompozitler arasında en yüksek çekme dayanımı 7PK-3ES-PP kompozitinde elde edilmiştir ve bu kompozitin çekme dayanımı 10ES-PP kompozitine göre %5 daha yüksektir. Ancak, ES-PP içerisine pirinç kabuğu katılmasıyla birlikte kompozitlerin elastisite modülünde düşüş gerçekleşmiştir.
- PP içerisine katılan ES oranı arttıkça genel olarak PP'nin eğilme dayanımı azalmaktadır. En düşük eğilme dayanımı 30ES-PP kompozitinde tespit edilmiştir. PP içerisine ES partiküllerinin katılmasıyla birlikte eğilme modülünde artış gerçekleşmiştir. PP'nin eğilme modülü PP içerisine %30 ES partiküllerinin katılmasıyla birlikte 1501.44 MPa'dan 1890.37 MPa değerine artmıştır. Bu kompozitin eğilme modülü PP'nin eğilme modülüne göre %25.90 oranında artmıştır. ES-PK-PP kompozitlerin eğilme dayanımları 10ES-PP ve PP'nin eğilme dayanımından daha düşüktür. Hibrit kompozitler arasında 10ES-PP'nin eğilme dayanımına en yakın 5ES-5PK-PP kompozitidir. ES-PP içerisine PK partiküllerinin katılmasıyla birlikte eğilme modülünde bir miktar azalma tespit edilmiştir. Hibrit kompozitler arasında en düşük eğilme dayanımı 7ES-3PK-PP kompozitinde gözlemlenmiştir. PP'nin eğilme modülü ile karşılaştırıldığında ise hibrit kompozitlerin eğilme dayanımları daha yüksektir.
- 35- 135°C sıcaklık aralığında gerçekleştirilen DMA analizinde en yüksek depolama modülü 30ES-PP kompozitinde elde edilmiştir. 35° C'de, 30ES-PP kompozitinin depolama modülü PP'nin depolama modülüne göre %49.72

artmıştır. 5ES-5PK-PP haricinde ES-PK-PP kompozitlerin depolama modülü değerleri, tüm sıcaklık ölçeğinde 10ES-PP'den daha düşük elde edilmiştir. Hibrit kompozitler arasında, 5ES-5PK-PP kompozitinin 10ES-PP'nin depolama modülü değerlerine en yakın kompozit olduğu görülmektedir. ES-PP ve ES-PK-PP kompozitlerinin kayıp modülü değerleri genel olarak PP'den daha yüksektir. En yüksek kayıp modülü 30ES-PP kompozitinde elde edilmiştir.

- DSC analizi sonucunda, PP'nin kristalizasyon sıcaklığının PP matrisi içerisine ES partiküllerinin katılmasıyla yaklaşık 7-10 °C arasında arttığı incelenmiştir. % 5 oranında ES partiküllerinin PP matris içerisine katılması ile PP'nin kristalite derecesinin yaklaşık % 10 arttığı tespit edilmiştir. ES-PP kompozitleri arasında en yüksek kristalite derecesi 20ES-PP kompozitinde belirlenmiştir. ES-PK-PP hibrit kompozitlerin kristalizasyon sıcaklıkları PP'ninkinden daha yüksektir. Bununla birlikte, 10ES-PP'nin kristalizasyon sıcaklığından daha düşüktür. PP'nin kristalizasyon sıcaklığı PP matrisi içerisine ES ve PK partiküllerinin birlikte katılmasıyla yaklaşık 6-7 °C arasında artmıştır. Ayrıca, 7ES-3PK-PP hibrit kompozitinde %3 oranında PK ile hibritlenmesi ile PP'nin kristalite derecesinin yaklaşık % 6 arttığı tespit edilmiştir. Ancak, 10ES-PP kompozitinkinden daha düşüktür.
- TGA analizi sonucunda, PP'nin 424.34 °C'de termal olarak bozunmaya başladığı belirlenmiştir. PP içerisine katılan ES partiküllerinin kütle oranı arttıkça kompozitlerin bozunma başlangıç sıcaklığı azalmıştır. Saf PP ile karşılaştırıldığında 5ES-PP, 10ES-PP, 15ES-PP, 20ES-PP ve 30ES-PP kompozitlerinin bozunma başlangıç sıcaklığı sırasıyla 28.79°C, 92.95°C, 121.24°C, 125.6°C ve 150.44°C azalmıştır. Saf PP'nin maksimum bozunma sıcaklığı 460.44°C'dir. PP matrisi içerisine katılan ES miktarı oranı arttıkça (5ES-PP haricinde), saf PP'ninkine göre ES-PP kompozitlerin maksimum bozunma sıcaklığı artmıştır. ES-PP kompozitleri arasında ise en yüksek termal bozunma sıcaklığı 30ES-PP kompozitinde incelenmiş olup, 467.81 °C'dir. ES-PP içerisine katılan PK partikülleri ile hibrit üretilen kompozitlerin bozunma başlangıç sıcaklığı 10ES-PP kompozitinki ile karşılaştırıldığında artmıştır. 10ES-PP ile karşılaştırıldığında 9ES-1PK-PP, 7ES-3PK-PP, 5ES-5PK-PP, 3ES-7PK-PP kompozitlerinin bozunma başlangıç sıcaklığında sırasıyla 11.12°C, 10.77°C, 11.28°C ve 25.08°C

artmıřtır. PK-ES-PP hibrit kompozitler ierisinde en yksek bařlangı bozunma sıcaklıęı 3ES-7PK-PP kompozitinde incelenmiřtir. Hibrit kompozitleri arasında ise en yksek termal bozunma sıcaklıęı 3ES-7PK-PP kompozitinde incelenmiř olup, 464.38°C'dir.



KAYNAKLAR

- [1] Şahin Y. (2000). *Kompozit Malzemelere Giriş*, Ankara: Gazi Kitabevi.
- [2]Acar H.(2014). *MDF Tozu ve Pirinç Sapı Atıklarının Termoplastik Kompozitlerin Üretiminde Değerlendirilmesi*, Yüksek Lisans Tezi, Kahramanmaraş: Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi/Fen Bilimleri Enstitüsü, S. 6-9, 13, 68.
- [3]Marancı Ş. (2009). *Metal Plastik Birleştirmelerde Ara Yüzey İncelemesi*, Yüksek Lisans Tezi, Tekirdağ:Trakya Üniveristesesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makina Mühendisliği Ana Bilim Dalı, S. 3.
- [4]Ersoy M. S. (2005). *Lif Takviyeli Polimerik Kompozit Malzeme Tasarımı*, Yüksek Lisans Tezi, Kahramanmaraş: Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- [5]Vatangül E. (2008). *Kompozit Malzemelerin Mekanik Özelliklerinin Belirlenmesi ve Ansys 10 Programı İle Isıl Gerilme Analizi*, Yüksek Lisans Tezi, İzmir: Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- [6] Yıldızhan H.(2008). *Polimer Matrisli Kompozitlerin Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi*, Yüksek Lisans Tezi, Isparta: Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- [7]Kickelbick G.(2007). *Hybrid Materials: Synthesis, Characterization and Applications*, Weinheim:Wiley-VCH.
- [8]http://www.teknolojikarastirmalar.com/eegitim/yapi_malzemesi/icerik/kom_alindiği_tarih_13/04/2018
- [9]Ardanuy M., Antunes M., Velasco J. I.(2012). *Vegetable Fibres From Agricultural Residues as Thermo-mechanical Reinforcement in Recycled Polyproylene Based Green Foams*, Waste Manage: 32 (2) 256-263.
- [10] Okada A., Kawasumi M., Kojima Y., Kurauchi T. (1990). *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* (171) 45-50.
- [11] Vaia R. A., Jandt K. D., Kramer E. J., Giannelis E. P. (1995). *Macromolecules*; (28) 8080-8085.
- [12] Kim S. J., Jin-Bok M., Gue-Hyun K., Chang-Sik H. (2008). *Mechanical Properties of Polypropylene/Natural Fiber Composite: Comparison of Wood Fiber and Cotton Fiber*, Polymer Testing, (27) 801-806.

- [13] Gowda M., Naidu A., Chhaya R. (1999). *Some Mechanical Properties Of Untreated Jute Fabric Reinforced Polyester Composites*, Composites: Part A, (30) 277-84.
- [14] Cooper P. A., Balatinecz J. J. (1999). *Agricultural Waste Materials for Composites*, Centre for Management Technology Global Panel Based Conference (October 18-19), Kuala Lumpur, ML.
- [15] Öztekin T. (2019). *Mermer tozu katkılı polimer matrisli hibrit kompozitlerin üretimi ve karakterizasyonu*, Yüksek Lisans Tezi, İzmir: İzmir Katip Çelebi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- [16] Bateman S. A., Wu D. Y. (2001). *Composite Materials Prepared From Waste Textile Fiber*, Journal of Applied Polymer Science, (81) 3178–3185.
- [17] Essabir H., Nekhlaoui S., Malha M., Bensalah M.O., Arrakhiz F.Z., Qaiss A. (2013). *Biocomposites Based on Polypropylene Reinforced With Almond Shells Particles: Mechanical And Thermal Properties*. Mater Design. 51(0) 225-30. doi:10.1016/j.matdes.2013.04.031.
- [18] Y. Cao Y., Feng J., Wu P. (2010). *Simultaneously Improving The Toughness, Flexural Modulus And Thermal Performance of Isotactic Polypropylene By A-B Crystalline Transition And Inorganic Whisker Reinforcement*, Polymer Engineering & Science. 50 (2) 222-231.
- [19] Nunez A.J., Kenny J.M., Reboredo M.M., Aranguren M.I., N.E. Marcovich (2002). *Thermal And Dynamic Mechanical Characterization of Polypropylene-Wood Flour Composites*, Pol. Eng. Sci. (42) 733–742. doi: 10.1002/pen.10985
- [20] Hristov V., Vasileva S. (2003). *Dynamic Mechanical and Thermal Properties of Modified Poly(Propylene) Wood Fiber Composites*, Macromol Mater Eng. (288) 798–806. doi: 10.1002/mame.200300110
- [21] Mengeloğlu F., Karakuş K. (2008). *Some Properties of Eucalyptus Wood Flour Filled Recycled High Density Polyethylene Polymer-Composites*, Turk J Agric For. (32) 537–546.
- [22] Ayırmis N., Buyuksari U. (2010). *Utilization of Olive Mill Sludge in Manufacture of Lignocellulosic/Polypropylene Composite*, Journal of Materials Science. (45) 1336- 1342. doi: 10.1007/s10853-009-4087-2.
- [23] Ashori, A. (2008). *Wood Plastic Composites as Promising Green Composites for Automotive Industries*, Bioresource Technology, (99) 4661-4667.

- [24] Karim M.A.A., Zaman I., Rozlan S.A.M., Berhanuddin N.I.C., Manshoor B., Mustapha M.S., Khalid A., Chan S.W.(2017). *Structural Characterization and Mechanical Properties of Polypropylene Reinforced Natural Fibers*, IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series 914, 012035
- [25]<http://merkeziarastirmalab.ikc.edu.tr/S/15268/fourier-transform-infrared-spektrometre-ft-ir>
- [26]<http://merkeziarastirmalab.ikc.edu.tr/S/15452/difransiyel-taramali-kalorimetre-dsc>
- [27] Kılınc A.C., Atagur M., Ozdemir O., Sen I., Kucukdogan N., Sever K., Seydibeyoglu O., Sarikanat M., Seki Y. (2016). *Manufacturing and Characterization of Vine Stem Reinforced High Density Polyethylene Composites*, Composites Part B Eng. (91) 267-274.
- [28] Kaymakçı A., Ayrılmış N., Akbulut, T. (2014). *Dış Cephe Kaplamalarına Ekolojik bir Yaklaşım: Ahşap Polimer Kompozitler*, 7. Ulusal Çatı & Cephe Sempozyumu 3-4 Nisan 2014.
- [29] Bledzki, A. K., Sperber, V. E.(1999). *Recent Developments in Wood-Plastic: United States, Japan, and Europe, The Fifth International Conference on Woodfiber-Plastic Composites*, May 26-27 1999, The Madison Concourse Hotel, Madison, Wisconsin, 187-192.
- [30] Plastics Europe, (2013). *Association of Plastics Manufactures, An Analysis Of European Latest Plastics Production, Demand and Waste Data Plastics-The Facts*, 38.
- [31] DİE, (2007). *Tarım İstatistikleri Özeti 1988-2007*, T.C. Başbakanlık Devlet İstatistik Enstitüsü. ISSN 1300-1213.
- [32] Saraçoğlu, N. (2008). *Modern Enerji Ormancılığı – Ormanlardan Biyokütle Enerjisi Üretimi ve Çözümlemeler*, Orman Genel Müdürlüğü. Ankara. 28.
- [33] Zerrin K. B., Gamze S. (2013). *Türkiye’de Enginar Üretimi ve Pazarlaması*, U. Ü. Ziraat Fakültesi Dergisi, 27 (1) 115-128.
- [34] Rosa S. M. L., Santos E. F., Ferreira C. A., Nachtigall S.M.B. (2009). *Studies on The Properties of Rice-Husk-Filled-PP Composites-Effect of Maleated PP*, Materials Research, 12 (3) 333-338. <http://dx.doi.org/10.1590/S1516-14392009000300014>

- [35] Shuming D., Tarasova E., Krumme A., Meier P.(2011). *Rheological and Mechanical Properties of Poly(Lactic) Acid/Cellulose and LDPE/Cellulose Composites*, Material Science, 17(1) 32-37.
- [36] Shumigin D., Tarasova E., Krumme A., Meier P. (2011). *Rheological and Mechanical Properties of Poly(Lactic) Acid/Cellulose and LDPE/Cellulose Composites. Mater. Sci-Medzg. 17(1) 32-37.*
- [37] Reyes J.E.P. (2015). *Effect of Surface Treatment and Particle Loading on The Mechanical Properties of CFB Fly Ash Reinforced Thermoset Composite*, Int. J. Chem. Eng. Appl. 6(1) 6.
- [38] Kaya N., Atagur M., Akyuz O., Seki Y., Sarikanat M., Sutcu M., Seydibeyoglu M.O., Sever K.(2018). *Fabrication and characterization of olive pomace filled PP composites*, Composites Part B 150 (2018) 277-283
- [39] Thomas S., Pothan L. A. (2008). *Natural Fibre Reinforced Polymer Composites: From Macro to Nanoscale*, Old City Publishing Inc.
- [40]Haque M., Rahman R., Islam N., Huque M., Hasan M. (2010). *Mechanical Properties of Polypropylene Composites Reinforced With Chemically Treated Coir and Abaca Fiber*, J Reinf Plastics Compos 29 (15) 2253-61.
- [41] Onuoha C., Onyemaobi O. O., Anyakwo C. N., Onuegbu G. C. (2017). *Effect of Filler Loading and Particle Size on the Mechanical Properties of Periwinkle Shell-Filled Recycled Polypropylene Composites*, American Journal of Engineering Research (AJER), (6) 72-79.
- [42] Kaya N., Atagur M., Akyuz O., Seki Y., Sarikanat M., Sutcu M., Seydibeyoglu M.O., Sever K. (2018). *Fabrication and Characterization of Olive Pomace Filled PP Composites*, Composites Part B (150) 277-283.
- [43] Sarikanat M., Seki Y., Sever K., Durmuskahya C. (2014). *Determination of Properties of Althaea Officinalis L. (Marshmallow) Fibres as A Potential Plant Fibre in Polymeric Composite Materials*, Composites: Part B Eng.(57) 180–186.
- [44] Nagarajan T. T., Suresh B. A., Palanivelu K., Nayak S.K. (2016). *Mechanical and Thermal Properties of PALF Reinforced Epoxy Composites*, Macromolecular Symposia, (361) 57-63. <https://doi.org/10.1002/masy.201400256>
- [45] Mohanty S., Verma S.K., Nayak S. K. (2006). *Dynamic Mechanical and Thermal Properties of MAPE Treated Jute/HDPE Composites*, Composites Science and Technology, (66) 538–547. DOI:10.1016/j.compscitech.2005.06.014

- [46] Sever K., Atagür M., Tunçalp M., Altay L., Seki Y., Sarıkanat M. (2018). *The Effect of Pumice Powder on Mechanical and Thermal Properties of Polypropylene*, Journal of Thermoplastic Composite, In press. DOI: 10.1177/0892705718785692
- [47] Idicula M., Malhotra S. K., Joseph K. (2005). *Dynamic Mechanical Analysis of Randomly Oriented Intimately Mixed Short Banana/Sisal Hybrid Fibre Reinforced Polyester Composites*, Composites Science and Technology, (65) 1077–1087. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2004.10.023>
- [48] Romanzini D., Ornaghi Jr H. L., Amico S. C., Zattera A. J. (2012). *Influence of Fiber Hybridization on the Dynamic Mechanical Properties of Glass/Ramie Fiber-Reinforced Polyester Composites*, Journal of Reinforced Plastics and Composites, 31(23) 1652–1661. DOI: 10.1177/0731684412459982
- [49] Mohamed M.M.F., Mohamed R., Aziz N.Z.A. (2016). *Effect of Flexural and Thermal Properties of Sustainable Kenaf Fibre and Rice Husk with Mineral Filled PP Hybrid Composite*, In Proceedings of 63 rd The IIER International Conference. Thailand, 25-29.
- [50] Mattos B.D., Misso A.L., Cademartori P.H.G., Lima E.A., Magalhães W.L.E., Gatto D.A. (2014). *Properties of Polypropylene Composites Filled with A Mixture of Household Waste of Mate-Tea and Wood Particles*, Construction and Building Materials, (61) 60–68.
- [51] Bodîrlău R., Teacă C.A., Spiridon I. (2007). *Thermal Investigation Upon Various Composite Materials*, Revue Roumaine de Chimie, 52(1–2) 153–158.
- [52] Jeske H., Schirp A., Cornelius F. (2012), *Development of a Thermogravimetric Analysis (TGA) Method For Quantitative Analysis of Wood Flour and Polypropylene in Wood Plastic Composites (WPC)*, Thermochimica Acta, (543) 165–171.
- [53] De Rosa I.M., Kenny J.M., Puglia D.(2010). *Morphological, Thermal and Mechanical Characterization of Okra (Abelmoschus Esculentus) Fibres as Potential Reinforcement In Polymer Composites*, Compos Sci Technol. (70) 116–122.
- [54] Yang H., Yan R., Chen H., (2007), *Characteristics of Hemicellulose, Cellulose and Lignin Pyrolysis*, Fuel (86) 1781–1788.
- [55] Seki Y., Seki Y., Sarıkanat M., Sever K., Durmuskahya C., Bozaci E. (2016). *Evaluation of Linden Fibre As A Potential Reinforcement Material For Polymer Composites*, Journal of Industrial Textiles, 45(6) 1221–1238.

- [56] Huang R., Xu X., Lee S., Zhang Y., Kim B-J., Wu Q. (2013). *High Density Polyethylene Composites Reinforced With Hybrid Inorganic Fillers: Morphology, Mechanical and Thermal Expansion Performance*, Materials 6(9) 4122-4138.
- [57] Saha P., Manna S., Chowdhury S.R., Sen R., Roy D., Adhikari B. (2010). *Enhancement of Tensile Strength of Lignocellulosic Jute Fibers By Alkali-Steam Treatment*, Bioresource Technol. 101(9) 3182–3187.
- [58] Seki Y., Sarikanat M., Sever K., Durmuşkahya C.(2013). *Extraction and Properties of Ferula Communis (Chakshir) Fibers as Novel Reinforcement for Composites Materials*, Compos. Part B Eng. 44(1) 517-523.
- [59] Altay L., Atagur M., Akyuz O., Seki Y., Sen I., Sarikanat M., Sever K. (2018). *Manufacturing of Recycled Carbon Fiber Reinforced Polypropylene Composites by High Speed Thermo- Kinetic Mixing for Lightweight Applications*, Polymer Composites, 39 (10) 3656-3665.
- [60] Oh S.Y., Yoo D.I., Shin Y. (2005). *FTIR Analysis of Cellulose Treated With Sodium Hydroxide And Carbon Dioxide*, Carbohydr Res. (340) 417–428.
- [61] Türkiye İstatistik Kurumu (TÜİK), *Çeşitli Yıllar* (<http://www.tuik.gov.tr>). (Erişim Tarihi: Aralık 2013)
- [62] Food and Agriculture Organization (FAO), *Çeşitli Yıllar* (<http://www.fao.org>). (Erişim Tarihi: Ocak 2013)

ÖZGEÇMİŞ

AD SOYAD: Kenan GAMSIZ

DOĞUM YERİ ve TARİHİ: İzmir, 18/01/1989

E-Mail: kenan_gamsiz89@hotmail.com

MEZUN OLDUĞU ÜNİVERSİTE: Doğu Akdeniz Üniversitesi

