T.C.

TRAKYA ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ÇELTİK LİFİ TAKVİYELİ POLİLAKTİK ASİT MATRİSLİ BİYOBOZUNUR KOMPOZİT MALZEMENİN TERMAL, MEKANİK VE AKUSTİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

MEHTAP AĞIRGAN

DOKTORA TEZİ

MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI

Tez Danışmanı: Dr. Öğr. Üyesi VEDAT TAŞKIN

EDİRNE-2020

MEHTAP AĞIRGAN'ın hazırladığı "ÇELTİK LİFİ TAKVİYELİ POLİLAKTİK ASİT MATRİSLİ BİYOBOZUNUR KOMPOZİT MALZEMENİN TERMAL, MEKANİK VE AKUSTİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI" başlıklı bu tez, tarafımızca okunmuş, kapsam ve niteliği açısından Makine Mühendisliği Anabilim Dalında bir Doktora tezi olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri : İmza

Prof. Dr. Serdar Osman YILMAZ

Doç. Dr. Erhan SANCAK

Dr. Öğr. Üyesi Vedat TAŞKIN

Dr. Öğr. Üyesi Necmi BEŞER

Dr. Öğr. Üyesi Nusret MEYDANLIK

Tez Savunma Tarihi:
16/01/2020

Bu tezin Doktora tezi olarak gerekli şartları sağladığını onaylarım.

Dr. Öğr. Üyesi Vedat TAŞKIN

Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü onayı

Prof. Dr. Murat YURTCAN

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

TRAKYA ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI DOKTORA PROGRAMI

DOĞRULUK BEYANI

Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmasında, tüm verilerin bilimsel ve akademik kurallar çerçevesinde elde edildiğini, kullanılan verilerde tahrifat yapılmadığını, tezin akademik ve etik kurallara uygun olarak yazıldığını, kullanılan tüm literatür bilgilerinin bilimsel normlara uygun bir şekilde kaynak gösterilerek ilgili tezde yer aldığını ve bu tezin tamamı ya da herhangi bir bölümünün daha önceden Trakya Üniversitesi ya da farklı bir üniversitede tez çalışması olarak sunulmadığını beyan ederim.



16 /01 /2020

Mehtap Ağırgan

Doktora Tezi

Çeltik Lifi Takviyeli Polilaktik Asit Matrisli Biyo Bozunur Kompozit Malzemenin Termal, Mekanik ve Akustik Özelliklerinin Araştırılması

Trakya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü

Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı

ÖZET

Doğal lif kaynaklı ürünler sürdürülebilir çevreci üretim teknolojileri, tekrar kullanılabilirlik ve atık değerlendirme özellikleri ile günümüzde ilgi çekici bir pazar oluşturmaktadır. Bu çalışma bir tarımsal atık olan çeltik saplarından tekstil malzemesi üretilmesi üzerinedir. Çalışmanın amacı ilk bölümde anlatılmış, ikinci bölümde literatür araştırmasına yer verilmiştir. Üçüncü bölüm çalışmanın metodunu ve kullanılan materyallere ayrılmıştır. Bulgular ve tartışma dördüncü bölümde yer almış ve çalışma sonuç bölümü ile tamamlanmıştır.

Bu çalışmanın birinci aşamasında tarımsal atıkların değerlendirilmesi amacıyla, kimyasal ön işlemle çeltik saplarından lif elde edilmiş ve tarama işlemi ile nonwoven kumaş oluşturulmuştur. İkinci aşamada ise sıcak press işlemi ile polilaktikasit polimeri kullanılarak biyokompozit malzeme üretilmiştir. Hasat sonrası kurutulan çeltik saplarına NaOH, pektinaz enzimi ve ıslatıcı kullanılarak oda sıcaklığında 10 gün süre ile bekletilerek ön işlem uygulanmıştır. Daha sonra pH dengelemesi amacıyla yıkama ve yumuşatma işlemi yapılan lifler 4 - 5 cm ştapel uzunluğunda kesilerek, tarak makinesinde 9/1 oranında pamukla karıştırılarak tarak bandı oluşturulmuş, ardından iğneleme işlemi ile nonwoven kumaş elde edilmiştir. Üretilen bu malzeme takviye malzemesi olarak kullanılarak polilaktikasit polimeri ile birleştirilmiş, böylelikle yeni bir biyokompozit malzeme üretilmiştir.

Çeltik lifi takviyeli kompozitin takviye kısmını oluşturan çeltik saplarına enzimatik ön işlem uygulanmıştır. Bu uygulamayla çeltik sapı liflerinin matris kısmını oluşturan

polilaktik asit ile uyumunun artırılması amaçlanmaktadır. Bu işlem aynı zamanda çeltik saplarının üzerlerindeki yabancı maddelerden arınması amacıyla gerçekleştirilmiştir. Oluşturulan çeltik sapı takviyeli biyokompozitin termal ve özellikleri ile mukavemet ve yüzde (%) uzama gibi mekanik özelliklerinin yanında ısı geçirgenliği ve ses yutumu gibi özellikleri incelenmiştir. Malzemelerin morfolojik görüntüleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile, malzemenin kimyasal bağ yapılarının belirlenmesi ve maddenin analizi ise Fourier dönüşümlü infrared analizi (FTIR) ile test edilmiş olup enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi (EDX) ile desteklenmiştir. Çalışma kapsamında üretilen çeltik lifi takviyeli biyokompozit malzemeye uygulanan diğer test ve analizler; üç nokta eğme testi, X Işını Difraksiyon (XRD) metodu, Termogravimetrik Analiz (TGA), Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC), Dinamik Mekanik analizi (DMA)'dir.

Sonuç olarak tarımsal atık sayılan çeltik sapları değerlendirilmiş ve tekstilde kullanılabilecek maliyeti düşük, sürdürülebilir, doğaya saygılı yeni bir nonwoven malzeme üretilmiştir. Üretilen nonwoven malzeme sonraki aşamada takviye malzemesi olarak kullanılmış ve yeni bir biyokompozit malzeme üretilmiştir. Üretilen bu yeni biyokompozit malzeme inşaat, otomotiv ve ilgili sektörlerde ısı ve ses yalıtımında kullanılabilir.

Yıl : 2020

Sayfa Sayısı :125

Anahtar Kelimeler : Çeltik Sapı, Biyo Kompozit, Nonwoven, Enzim, Tarımsal atık

Doctoral Thesis

Investigation of Thermal, Mechanical and Acoustic Properties of Rice Straw Fiber Reinforced Polylactic Acid Matrixed Biodegradable Composite Material

Trakya University, Institute of Natural Sciences

Department of Mechanical Engineering

ABSTRACT

Natural fiber sourced products constitute an attractive market today due to sustainable environmental production technologies, reusability and waste assessment features. This is a study on producing textile material from rice straw, which is an agricultural waste. The purpose of the study is explained in the first chapter while literature researches are given in the second chapter. The third part is devoted to the method of the study and the materials used. Findings and discussion took place in the fourth section and the study was completed with the conclusion section.

In order to evaluate agricultural wastes, at the first stage of this study, fiber was obtained from rice straw by chemical pretreatment and nonwoven fabric was created by combing. In the second stage, bio composite material was produced with polylactic acid polymer by using hot press process. Rice straw were dried after harvesting, and pretreatment was applied by using NaOH, pectinase enzyme and wetting agent for 10 days at room temperature. Furthermore, the fibers, which were washed and softened for the purpose of pH balancing, were cut into 4-5 cm staple lengths, and a comb band was formed by mixing with the cotton at the rate of 9/1 in the card, and then nonwoven fabric was obtained via needle punch. The produced material was used as a reinforcing material and combined with the polylactic acid polymer, thereby producing a new bio composite material.

This was done for the aim of increasing the compatibility of rice straw fibers with the polylactic acid that forms the matrix part. This process was also carried out in order to

purify the rice straw from impurities. The thermal and properties of the rice straw-reinforced biocomposite, along with its mechanical properties such as strength and elongation (%), as well as its properties such as heat permeability and sound absorption were investigated. Morphological images of the materials were tested by scanning electron microscopy (SEM), the determination of the chemical bond structures of the material and the analysis of the substance was tested by Fourier transform infrared analysis (FTIR) and supported by energy dispersed X-ray spectroscopy (EDX). Other tests and analyzes applied to rice straw fiber reinforced biocomposite material produced within the scope of this study; three point bending test, X Ray Diffraction (XRD) method, Thermogravimetric Analysis (TGA), Differential Scanning Calorimetry (DSC), Dynamic Mechanical analysis (DMA).

In conclusion, rice straws that are known as agricultural waste are utilized, and a new low cost, sustainable, and nature conscious nonwoven textile fabric is produced. In the next step, this nonwoven fabric is used as the reinforcing material, thus a new biocomposite material, which can be used as sound and heat isolation in construction, automotive and other related sectors, is produced as well.

Year : 2020

Number of Pages : 125

Keywords : Rice Straw, Bio Composite, Nonwoven, Enzyme, Agricultural waste

TEŞEKKÜR

Doktora eğitimim süresince bilgi ve tecrübelerini benimle paylaşan, destekleyen danışmanım Dr. Öğr. Üyesi Vedat TAŞKIN'a, emekleri için çok teşekkür ederim.

Tez konusunu araştırmam için beni yönlendiren hocam, Prof. Dr. E. Dilara KOÇAK'a, tezin uygulama kısmında, numune üretiminde, desteklerini esirgemeyen Prof. Dr. Mehmet AKALIN'a ve Marmara Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölüm Başkanı Prof. Dr. İsmail USTA'ya ve ŞİTEKS ŞİŞMANLAR TEKS. SAN. VE TİC. A.Ş.'ne çok teşekkür ederim.

Araştırmamda ve çalışmamda beni yalnız bırakmayan eşim Dr. Ahmet Özgür AĞIRGAN'a, maddi, manevi her türlü yardımlarını esirgemeyen aileme teşekkür ederim.

Deneysel nitelikli bu çalışma, Trakya Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi (TÜBAP) tarafından 2017-221 Nolu proje ile desteklenmiştir.

Mehtap AĞIRGAN

İÇİNDEKİLER

ÖZET ..... **İV**
ABSTRACT ..... **Vİ**
TEŞEKKÜR ..... **Vİİİ**
İÇİNDEKİLER ..... **İX**
SEMBOLLER DİZİNİ ..... **Xİİ**
KISALTMALAR DİZİNİ ..... **Xİİİ**
ŞEKİLLER DİZİNİ ..... **XV**
ÇİZELGELER DİZİNİ ..... **XVİİİ**
EKLER DİZİNİ ..... **XİX**
BÖLÜM 1 ..... **1**
GİRİŞ VE AMAÇ **1**
1.1.Lifler 1
1.1.1.Liflerin Sınıflandırılması 2
1.1.2.Liflerin Temel Özellikleri 3
1.2.Kompozit Malzemeler 8
1.2.1.Kompozit Malzemelerin Tanımı 8
1.2.2. Kompozit Malzemelerin Önemi 10
1.2.3. Kompozit Malzemelerin Genel Özellikleri 11
1.2.4. Kompozit Malzemelerin Sınıflandırılması 11
1.3.Biyolifler ve Biyokompozit Malzemeler 13
1.3.1. Biyokompozit Malzeme Üretimi 15
1.4.Çeltik Sapları 19
BÖLÜM 2 ..... **23**
KAYNAK ARAŞTIRMASI **23**
2.1 Çeltik Sapı Takviyeli Kompozit Malzemeler 23
2.2 Enzimatik ve Alkali İşlemler 24
2.3. PLA (Poli Laktik Asit) Matrisler 27

2.4. Doğal Lif Takviyeli Kompozitlere Uygulanan Testler 29
2.5. Kullanım Alanları 31
BÖLÜM 3 33
MATERYAL VE METOD 33
3.1. Ön İşlem Kimyasalları 33
3.1.1. Bioprep 3000L Enzim ve Özellikleri 33
3.1.2. Sudkostik (NaOH) ve Özellikleri 34
3.1.3. Noniyonik Islatıcı ve Özellikleri 35
3.2. Kullanılan Çeltik Lifleri Takviyesi 35
3.3. PLA (Poli Laktik Asit) Matris Malzeme 38
3.4. Biokompozitin Üretilmesi 40
3.4.1. PLA Tabaka Üretimi: 41
3.4.2.Tek Katlı Kompozit Malzeme Üretimi: 42
3.4.3. İki Katlı Kompozit Malzeme Üretimi: 43
3.5. Kesim İşlemi 44
3.6. Uygulanan Testler 45
3.6.1. SEM ile Yüzey Morfolojisinin İncelenmesi 45
3.6.2. FTIR Analizi 46
3.6.3. Çekme Deneyi 47
3.6.4. Üç Nokta Eğme Testi 48
3.6.5. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) 50
3.6.6. Termogravimetrik Analiz (TGA) 51
3.6.7. XRD (X Işını Difraksiyon) Metodu ile Kristalinite Ölçümü 52
3.6.8 Ses Yutum ve Akustik Testi 53
3.6.9. Isıl Direnç Testi 54
3.6.10. Dinamik Mekanik Analizi (DMA) 57
BÖLÜM 4 59
BULGULAR VE TARTIŞMA 59
4.1. SEM-EDX Sonuçları 59
4.2. FTIR Sonuçları 66
4.3. Çekme Deneyi Sonuçları 68
4.4. Üç Nokta Eğilme Testi Sonuçları 70
4.5. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analiz Sonuçları 71
4.6. Termogravimetrik Analiz (TGA) Sonuçları 73

4.7. XRD (X Işını Difraksiyon) Metodu ile Kristalinite Ölçümü 77
4.8. Ses Yutum ve Akustik Testi 78
4.9. Isıl Direnç Testi Sonuçları 79
4.10 Dinamik Mekanik Analizi 81
BÖLÜM 5 84
SONUÇLAR 84
KAYNAKLAR 88
EKLER 96
ÖZGEÇMİŞ 105
YAYINLAR 106

SEMBOLLER DİZİNİ

E	Elastisite modülü
Ɛ	Birim Şekil Değiştirme
F	Kuvvet
j	Joule
N	Newton
W	Watt
l	Litre
m	Metre
Pa	Paskal
N	Newton
^{0}**C**	Santigrat Derece
s	Saniye
σ_a	Akma Dayanımı
$\sigma_ç$	Çekme Dayanımı
σ_f	Eğilme Gerilmesi
σ_{Fb}	Kopma anındaki eğilme gerilmesi

KISALTMALAR DİZİNİ

ASTM : American Society for Testing and Materials
C : Karbon
CA : Selüloz Asetat
CCC : Karbon- Karbon Kompozitler
CMC : Seramik Matrisli Kompozitler
Cu : Bakır
DMA : Dinamik Mekanik Analiz
DSC : Diferansiyel Taramalı Kalorimetri
DTA : Diferansiyel Termal Analiz
EDTA : Etilen Diamin Tetra Asetik Asit
EDX : Enerji Dağılımlı X-ışını
Ep : Epoksi reçine
FRP : Lif Takviyeli Plastik
FTIR : Fourier Dönüşümlü Infrared Analizi
HDPE : Yüksek Yoğunluklu Polietilen
HF : Kenevir Lifi
Hz : Hertz
ICI : Imperial Chemical Industries
ISO : International Organization for Standardization
M.Ö : Milattan Önce
Mg : Magnezyum
MMC : Metal Matrisli Kompozitler
NaOH : Sodyum Hidroksit
P : Power (Güç)
PE : Polietilen
pH : Hidrojenin Gücü

PHB **:** Polihidroksi bütirat

PHBV **:** Polihidroksitvariate

PL **:** Pektat Liyaz

PLA **:** Poli Laktik Asit

PMC **:** Polimer Matris Kompozit

PP **:** Polipropilen

RFI **:** Reçine Film İnfüzyon

RS **:** Rice Straw

RTM **:** Reçine Transfer Kalıplama

SEM **:** Scanning Electron Microscope

Tg **:** Cam Geçiş Sıcaklığı

TGA **:** TermoGravimetrik Analiz

Tm **:** Erime Sıcaklığı

TS **:** Türk Standartları

XRD **:** X Işını Difraksiyon

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1. Bitkisel liflerin hücre yapısı 4
Şekil 1.2. Bitisel liflerin iç yapısı 4
Şekil 1.3. Lif hücresi duvarındaki temel bileşenlerin yapısal formülleri 5
Şekil 1.4. Tekstilde işlem akışı 8
Şekil 1.5. Kompozit malzemelerin tarihsel gelişimi 9
Şekil 1.6. Matris ve Takviye şematik gösterimi 9
Şekil 1.7. Kompozit malzemelerin genel sınıflandırılması 11
Şekil 1.8. Biyo polimerlerin sınıflandırılması 14
Şekil 1.9. Doğal ve sentetik biyo polimerlerin biyolojik, mekanik ve fiziksel özellikler 15
Şekil 1.10. Biyokompozitlerin ÜretimYöntemleri ve Örnek Uygulamalar 19
Şekil 1.11. Çeltik bitkisi 20
Şekil 1.12. Pirinç bitkisinin yetişme evreleri 20
Şekil 1.13. Çeltik sapı atıklarının değerlendirme yöntemleri 21
Şekil 1. 14. Biyo kütle Değerlendirme ve Dönüşüm Sistemleri 21
Şekil 3.1. Sıvı Kostik 34
Şekil 3.2. a- Gerdirilmiş çeltik sapları b- Enzimatik işlem ve 10 gün bekletme 36
Şekil 3.3. Bitkisel liflere uygulanan kimyasal yüzey modifikasyon işlemlerinin kimyasal formülleri 37
Şekil 3.4. a- Yıkama işlemi b- Kurutma 37
Şekil 3.5. Mestan Laboratuvar tipi tarak makinesi ve tarak bandı 38
Şekil 3.6. PLA kimyasal formülü ve çeşitleri 39
Şekil 3.7. Mısır ve şeker pancarından PLA polimeri üretim prosesi 39
Şekil 3.8. PLA (Polilaktik asit) granül 40
Şekil 3.9. Lif Takviyeli Biyokompozit Üretimi İşlem Akışı 41
Şekil 3.10. Sıcak Pres makinesi 41
Şekil 3.11. Çelik kalıp içinde Granül PLA ve basılmış plaka hali 42

Şekil 3.12. Nonwoven tülbent ve PLA tabaka 43
Şekil 3.13. İki katlı Kompozit malzeme..... 43
Şekil 3.14 Su Jeti Kesim Makinesi 44
Şekil 3.15. Kesim Planı..... 44
Şekil.3.16. Kesilmiş numuneler 45
Şekil 3.17 JEOL SEM –EDX cihazı 45
Şekil 3.18. FTIR cihazı 46
Şekil 3.19. Çekme deneyi numunesi standardı 48
Şekil 3.20. Instron 4411 mukavemet test cihazı 48
Şekil 3.21. Üç nokta eğme test cihazı 49
Şekil 3.22. Üç nokta eğme testi şematik gösterimi 49
Şekil 3.23. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) 50
Şekil 3.24. Perkin Elmer Pyris 1 Termogravimetrik Analiz Cihazı..... 51
Şekil 3.25. XRD Cihazı..... 52
Şekil 3.26. XRD Test numuneleri (5x5 cm) 53
Şekil 3.27. Ses yutum katsayısı ölçümü test cihazı..... 54
Şekil 3.28. 10 cm çapında su jeti ile kesilmiş numuneler 54
Şekil 3.29. P. A HILTON LTD. H940 Isı İletim Cihazı..... 55
Şekil 3.30. Çenekler arasına sıkıştırılan numuneler..... 56
Şekil 3.31. DMA cihazı Perkin Elmer 8000 57
Şekil 4.1. a) 100x Çeltik Sapı b) 1000x Çeltik lif demetleri c) 2000x Tek lif Hücresi d) Ham çeltik saplarının Enerji Dağılımlı X ışını Spektroskopisi (EDX)..... 60
Şekil 4.2. Ön işlem görmüş çeltik lifleri a- 100x b- 1000x c- 2000x..... 61
Şekil 4.3. a) Tarak bandı b) İğnelenmiş keçe kumaşın görüntüsü (1000x)..... 62
Şekil 4.4. SEM numune fotoğrafları 62
Şekil 4.5. Çeltik liflerinden üretilmiş nonwoven takviye SEM 63
Şekil 4.6. Matris malzeme Polilaktik asit polimeri SEM..... 64
Şekil 4.7. Tek katlı kompozit malzeme SEM 65
Şekil 4.8. Çift Katlı Kompozit Malzeme SEM 66
Şekil 4.9. Çeltik sapı FTIR grafiği 67
Şekil 4.10. Nonwoven, PLA, Tek kat ve Çift kat Kompozit FTIR grafiği 67
Şekil 4.11. Çekme deney numuneleri 68
Şekil 4.12. Çekme Deneyi Sonuçları 69
Şekil 4.13. Eğme test numuneleri 70

Şekil 4.14. Üç Nokta Eğme Testi Sonuçları 71
Şekil 4.15. Bir DSC Termogramında Gözlenebilen Üç Olaya Ait Eğriler 71
Şekil 4.16. DSC Termogramında Sıcaklığa Bağlı Faz Değişimleri 72
Şekil 4.17. DSC analiz sonuçları 72
Şekil 4.18. Çeltik lifleri nonwoven TGA-DTA değerleri 74
Şekil 4.19. PLA matris malzemenin TGA-DTA değerleri 74
Şekil 4.20 Tek Kat Kompozit malzemenin TGA-DTA değerleri 75
Şekil 4.21. Çift Katlı Kompozit Malzemenin TGA-DTA değerleri 76
Şekil 4.22. Çeltik lifi, PLA, Tek kat ve Çift Katlı Kompozit Malzemenin TGA değerleri 77
Şekil 4.23. XRD sonuçları 77
Şekil 4.24. 3 cm çapındaki numunelerin ses absorplama değerleri 78
Şekil 4.25. 10 cm çapında numunelerin ses emme değerleri 78
Şekil 4.26. 3 ve 10 cm çaplı numunelerin ölçüm değerlerinin Birleştirilmiş Hali 79
Şekil 4.27. Isı İletkenlik Sonuçları 80
Şekil 4.28. DMA analiz numuneleri 81
Şekil 4.29. Nonwoven DMA analiz verileri 81
Şekil 4.30 PLA DMA verileri 82
Şekil 4.31. Tek Kat Kompozit DMA verileri 82
Şekil 4.32. Çift Kat Kompozit DMA değerleri 83

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 1.1. Doğal liflerin sınıflandırılması 2
Çizelge 1.2 Dünya genelinde yıllık üretim açısından en ticari olarak kullanılan doğal lifler 3
Çizelge 1.3. Bitki liflerinin Kimyasal Özellikleri 6
Çizelge 1.4. Bitki liflerinin fiziksel ve mekanik özellikleri 7
Çizelge 1.5. Biyolojik bağlayıcıların mekanik özellikleri 16
Çizelge1.6. Liflerle zenginleştirilen biyolojik bağların mekanik özellikleri 17
Çizelge 1.7. Tarımsal atık liflerin kimyasal bileşimleri 22
Çizelge 1.8. Tarımsal atık liflerin uzunluk ve genişlikleri 22
Çizelge 3.1. Bazı liflerin ısı iletkenlik değerleri 55
Çizelge 4.1.Çekme Deneyi Sonuçları 68
Çizelge 4.2. Eğme Testi Sonuçları 70
Çizelge 4.3. Numunelerin Camlaşma ve Erime Değerleri 73
Çizelge 4.4. Numunelerin Isı İletkenlik Sonuçları 80

EKLER DİZİNİ

Ek 1. Tek Katlı Kompozit Malzemenin Çekme Değerleri (Makine Ters Yönü).....96
Ek. 2. Tek Katlı Kompozit Malzemenin Çekme Değerleri (Makine Yönü).....97
Ek. 3. Çift Katlı Kompozit Malzemenin Çekme Değerleri (Makine Yönü).....98
Ek. 4. Çift Katlı Kompozit Malzemenin Çekme Değerleri (Makine Ters Yönü).....99
Ek.5. Polilaktik Asit Matris Malzemenin Çekme Değerleri (Makine Yönü) 100
Ek.6. Polilaktik Asit Matris Malzemenin Çekme Değerleri (Makine Ters Yönü) 101
Ek. 7. Tek Katlı Kompozit Malzemenin Eğme Değerleri (Makine Yönü).....102
Ek.8. Tek Katlı Kompozit Malzemenin Eğme Değerleri (Makine Ters Yönü).....102
Ek.9. Çift Katlı Kompozit Malzemenin Eğme Değerleri (Makine Yönü).....103
Ek.10. Çift Katlı Kompozit Malzemenin Eğme Değerleri (Makine Ters Yönü).....103
Ek.11. Polilaktik Asit Matris Malzemenin Eğme Değerleri (Makine Ters Yönü) 104
Ek.12. Polilaktik Asit Matris Malzemenin Eğme Değerleri (Makine Yönü) 104

BÖLÜM 1

GİRİŞ VE AMAÇ

Plastik olarak günlük yaşamımıza giren polimer malzemelerin çoğu fosil yakıtlardan elde edilmekte ve sürdürülebilir olmayan katı atıklar oluşturarak, çeşitli ekolojik sorunlar meydana getirmektedir. Türkiye Teknoloji Geliştirme Vakfının ileri teknoloji projeleri 2010 yılı raporuna göre; Türkiye'de tarım sektöründe yıllık 50-65 Milyon ton atık ortaya çıkmaktadır. Bu atıkların büyük bir bölümü yakılarak yok edilmekte olup, ekolojik ve ekonomik olarak zarara neden olmaktadır. Çeltik, buğday, pamuk, ayçiçeği, mısır, gibi tarımsal atıklarından oluşan, biyo kütle kaynaklarından üretilen yakıtları elde edebilmek için harcanan enerji, biyo yakıtların sağladığı enerjiden daha fazla olmaktadır. Bu atıkların biyo yakıta dönüştürülmesi sürecinde büyük miktarda endüstriyel atık ortaya çıkmaktadır. Biyokompozit uygulamalarında takviye olan tarımsal atıklar beton takviyesi ve yonga levha üretiminde, kullanılarak cam yünü veya karbon bazlı diğer kompozitlere alternatif oluşturmaktadır.

Trakya bölgesinde çok fazla yetiştirilen çeltik bitkisi hasat edildikten sonra geriye kalan sap kısımları bir sonraki ekim işlemine kadar aylarca tarlada çürüme ve bozunma olmadan kalmaktadır. Bu atıklar yakılarak uzaklaştırılmaya çalışılmaktadır. Bu tezde, çeltik saplarından tekstilde kullanılabilir yeni bir elyaf ve dokusuz yüzey üretilmiştir. Ayrıca elde edilen dokusuz yüzeyi, takviye malzemesi olarak kullanarak biyokompozit malzeme üretmek amaçlanmıştır.

1.1.Lifler

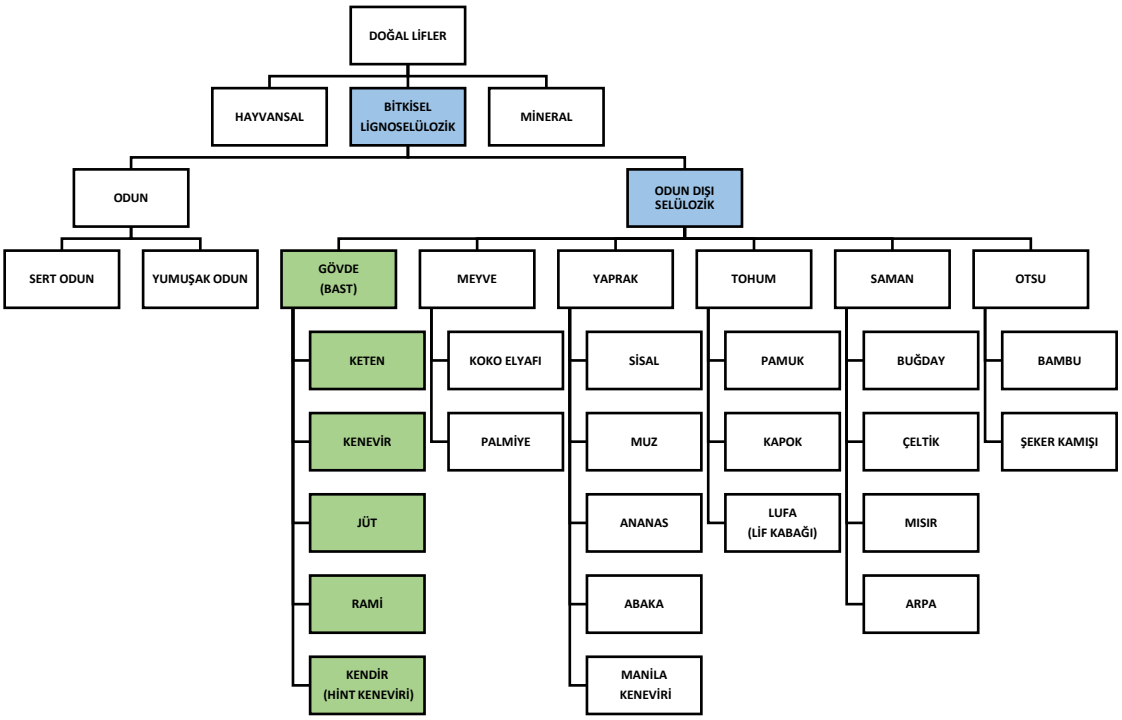
Polimerler, kovalent bağlarla birbirlerine bağlanan çok sayıdaki küçük molekül birimlerinin oluşturdukları makro moleküllü bileşiklerdir. Lifler, esnek, homojen,

uzunluk/çap oranı 100'den fazla olan maddeler şeklinde tanımlanır. (Mert, 2009) Lifler doğal veya kimyasal kaynaklardan elde edilen yapısal olarak polimer ürünüdürler. Lifler ön işlemlerden geçirildikten sonra kullanılabilecek bir mamul (ip, halat, kumaş) haline gelirler.

1.1.1.Liflerin Sınıflandırılması

Lifler, kullanılan hammadde göz önüne alınarak Doğal ve İnsan yapısı olmak üzere ikiye ayrılır. Doğal lifler; Bitkisel, hayvansal ve mineral olmak üzere üçe ayrılır. Bitkisel lifler küresel pazar da ahşap ve odun dışı (lignoselülozik) lifler olarak ikiye ayrılmıştır (Faruk, Bledzki, Fink & Sain,.2012). Doğal liflerin sınıflandırılması şematik gösterimi Çizelge1.1'de verilmiştir (Kozlowski, Kicin´ska-Jakubowska & Muzyczek, 2009).

Çizelge 1.1. Doğal liflerin sınıflandırılması



Bitkiler kullanım amaçlarına göre birincil veya ikincil olmak üzere ikiye ayrılır. Birincil bitkiler lif üretmek amacı ile yetiştirilirler. Jüt, kenevir veya sisal gibi birincil bitkiler, endüstriyel kullanım için elyaf temin etme amacına yönelik olarak yetiştirilmektedir. İkincil bitkiler (örn., ananas, hurma veya kaba yemiş), insan gıda kaynağı olarak farklı bir amaca sahiptir. Genel olarak, lingoselülozik doğal lifler, örneğin keten, kenevir, sisal, hindistancevizi, jüt, palmiye, bambu, çeltik sapı, buğday, arpa, yulaf, termoset ve

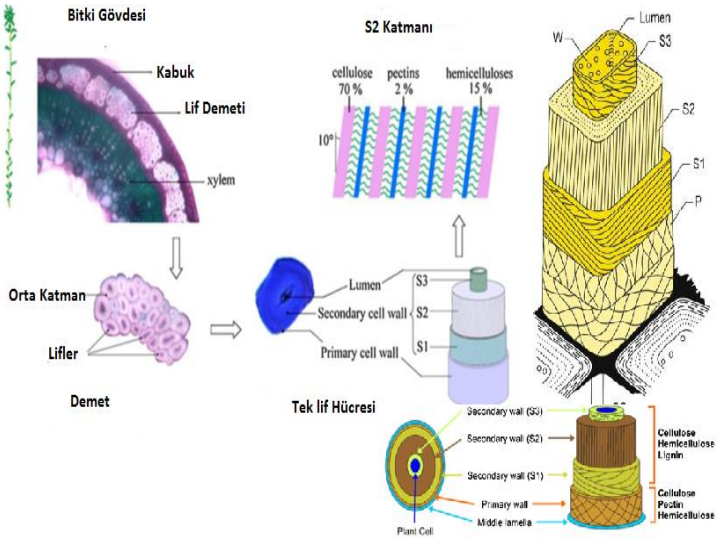
termoplastik reçine kompozitlerinde takviye olarak kullanılmaktadır. Dünya genelinde en çok üretilen ve ticari olarak kullanılan lifler Çizelge 1.2 de verilmiştir (Varghese, Kuriakose&Thomas, 1994).

Çizelge 1.2 Dünya genelinde yıllık üretim açısından en ticari olarak kullanılan doğal lifler

LİF CİNSİ	**Dünya Üretimi (MİLYON TON)**	**Yetiştirilen Ülke**
Şeker Kamışı	75000	Brezilya, Hindistan, Çin
Bambu	30000	Hindistan, Çin, Endonezya
Jüt	2.300	Hindistan, Çin, Bangladeş
Hint Keneviri	970	Hindistan, Çin, ABD
Keten	830	Kanada, Belçika, Fransa
Sisal	378	Tanzanya, Brezilya
Kenevir	214	Çin, Fransa, Filipinler
Koko Elyafı	100	Srilanka, Hindistan
Rami	100	Çin, Brezilya, Filipinler, Hindistan
Abaca	70	Ekvator, Kostarika, Filipinler

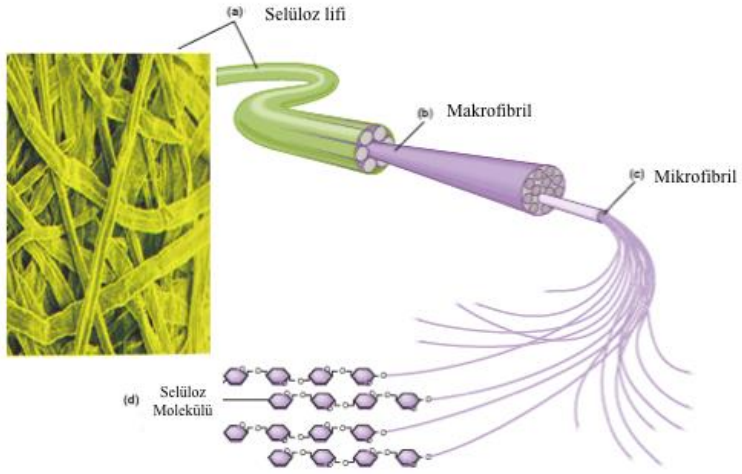
1.1.2.Liflerin Temel Özellikleri

Bitkisel lifler, selüloz, hemiselüloz, lignin ve pektinden oluşur. Ayrıca kütikül, mineral maddeler, yağ ve mumumsu maddeler de içerir (Mert, 2009). Selüloz karbon, hidrojen ve oksijenden oluşan doğal bir polimerdir. Selüloz lifin hücre duvarlarını, hemiselüloz ise içyapısında bulunur. Lignin ise selüloz yapısının miselleri arasına yerleşmiştir.



Şekil 1.1. Bitkisel liflerin hücre yapısı (Charlet, Jernot, Eve, Gomina, & Bréard, 2010)

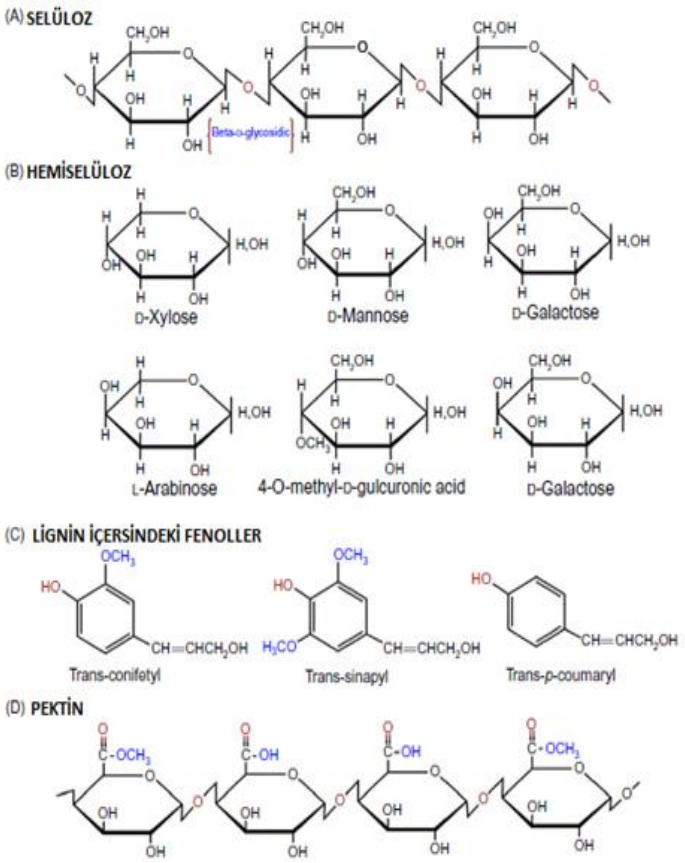
Bitki liflerinin özellikleri, mikro fibrillerin açısı, hücre boyutları ve kusurları, kimyasal bileşimi, coğrafi konumu bitkiler ve bitki liflerin ekstrakte edildiği kısmı gibi çeşitli faktörlere bağlıdır. Elyaf üretiminin her aşamasında farklı faktörlerden etkilenme gelişebilir (Ramamoorthy, Skrifvars & Persson., 2015).



Şekil 1.2. Bitkisel liflerin iç yapısı (Ambjörnsson, 2013)

Liflerin yoğunluğu, mekanik özelliklerin değiştirilmesinde önemli bir rol oynamaktadır, örneğin yüksek yoğunluklu lifler daha düşük yoğunluklu liflere göre çok daha katı ve

daha güçlüdür (Mussig, 2010). Bitki liflerinin mukavemeti kimyasal bileşimlerle de değişir ve bu nedenle kenaf lifinin yüksek mukavemeti selüloz içeriği ile açıklanabilir. Benzer şekilde daha yüksek mekanik özellikler, liflerin küçük fibriler açılarına, fiber çaplarına ve yüksek en-boy oranları ile ilişkilendirilebilir. Mekanik özelliklerini etkileyen diğer bir faktör, gözenek hacimleri, kimyasal bileşim, bağıl nem ve bitki liflerinin kristalliği ile ilgili nem içeriğidir.



Şekil 1.3. Lif hücresi duvarındaki temel bileşenlerin yapısal formülleri

(Gurunathan, Mohanty & Nayak,.2015).

Çoğu bitki türünde ekstrakt içermeyen kuru maddenin yaklaşık %45-50'si selülozdur ve hacim ve yapı özellikleri üzerindeki etkisi açısından lif hücre duvarında tek önemli bileşendir (Rowell, Young & Rowell, J.K., 1997). Selüloz molekülleri, (1-4) -glikozidik bağlarla bağlantılı olan β-d-glikopiranoz birimlerinden oluşan homo-polisakkaridin uzun doğrusal zincirlerinden oluşur. Kimyasal özelliklerinin çoğu, her bir monomer ünitesindeki hidroksil gruplarına ve glikozid bağlara bağlı olabilir. Glikozid bağlar

kolayca kırılmaz, bu nedenle selülozun çok çeşitli koşullar altında stabil kalmasına neden olur. Bununla birlikte, selüloz içerisindeki hidroksil grupları kolayca oksitlenebilir, esterleştirilebilir ve eterlere dönüştürülebilir.

Çizelge 1.3. Bitki liflerinin Kimyasal Özellikleri (Jawaid & Abdul Khalil, 2011).

Lif	Selüloz (%)	Hemiselüloz (%)	Lignin (%)	Diğerleri (%)	Kül (%)	Suda Çözünürlüğü (%)
Pamuk	82.7	5.7	-	6.3	-	1.0
Jüt	64.4	12	11.8	0.7	-	3.9
Keten	64.1	16.7	2.0	1.5 - 3.3	-	3.9
Rami	68.6	13.1	0.6	1.9 - 2.2	-	5.5
Sisal	65.8	12.0	9.9	0.8 - 0.11	-	1.2
Palmiye Yağ Lifleri	56.0	27.5	20.5	4.4	2.4	-
Abaca	56- 63	20- 25	7- 9	3	-	1.4
Kenevir	74.4	17.9	3.7	0.9 - 1.7	-	-
Hint Keneviri	53.4	33.9	21.2	-	4.0	-
Hindistan Cevizi Lifi	32-43	0.15- 0.25	40-45	-	-	-
Muz	60-65	19	5-10	4.6	-	-
Bambu	73.9	12.5	10.2	3.2	-	-
Sert Odunsu	31-64	25- 40	14-34	0.1 - 7.7	<1	-
Yumuşak Odunsu	30- 60	20-30	21- 37	0.2 - 8.5	<1	-

Düşük sıcaklıklarda selülozik liflerin termal bozunması, selülozik lifler ısı, hava etkilerine maruz kaldığında selülozun glikozit birimlerinin su ve nem, karbondioksit ve karbon monoksitin gelişmesi ile ayrışmasına neden olur (Rowell & Clemons, 1992). Bu reaksiyon ürünleri bozunma sürecini hızlandırabilir. Selüloz, süper moleküler yapının birçoğundan sorumlu olduğu gibi, selülozun fiziksel ve kimyasal davranışından sorumlu intra ve molekül içi hidrojen bağları oluşturmaya güçlü bir eğilim gösterir. Hücre duvardaki mikrofibriller içinde selüloz, doğal (veya inceltilmemiş) odunda 7.000-10.000 polimerizasyon derecesine ve değişen derecelerde kristalleşme gösteren bölmelere yerleşmektedir. Çeşitli bitki kökenli selülozlar (ahşap ve odun dışı), kimyasal saldırı ve faydalılığa karşı direncini büyük ölçüde etkileyen geniş bir kristalite aralığı (%20 ila %70 oranında) sergilemektedir (TAPPI Test Methods, 2002).

Çizelge 1.4. Bitki liflerinin fiziksel ve mekanik özellikleri (Rowell, Young & Rowell, J.K. 1997)

Lif	**Yoğunluk (g/cm^3)**	**Uzunluk (mm)**	**Çap (µm)**	**Gerilme Direnci**	**Gerilim Modülleri (GPa)**	**Modül Özellikleri (Yaklaşık)**	**Uzama (%)**	**Selüloz (Ağırlıkça) %**	**Hemiselüloz (Ağırlıkça) %**	**Lignin (Ağırlıkça) %**	**Pektin (Ağırlıkça) %**	**Wax Ağırlıkça %**	**Micro fibriller (açısı derece)**	**Nem içeriği (Ağırlıkça) %**
Abaca	1.5	-	-	400-980	6.2-20	9	**1-10**	56-63	**20-25**	7-13	1	**3**	-	**5-10**
Bambu	0.6- 1. 1	1.5-4	25-40	140-800	11-32	25	2.5-3. 7	26-65	30	5-31	-	-	-	-
Muz	**1.35**	**300-900**	**12-30**	500	12	9	1.5-9	63- 67. 6	10-19	5	-	-	-	8.7- 12
Hindistan cevizi	1.15-1.46	20-150	10-460	**95-230**	**2.8-6**	**4**	**15-51**	**32- 43. 8**	0.15-20	**40-45**	**3-4**	-	**30-49**	8
Pamuk	**1.5- 1. 6**	10-60	10-45	287-800	5.5- 12. 6	6	3-10	**82.7-90**	**5.7**	<2	0-1	0.6	-	7.85- 8. 5
Keten	1.4- 1. 5	5-900	**12-600**	**343-2000**	27.6-103	45	1.2-3. 3	62-72	18.6- 20. 6	2-5	2.3	1.5-1. 7	5-10	8-12
Kenevir	1.4-1.5	**5-55**	25-500	270-900	23.5-90	40	1-3. 5	68- 74. 4	15- 22. 4	3.7-10	0.9	0.8	**2- 6. 2**	6.2-12
jüt	1.3-1.49	1.5-120	20-200	320-800	8-78	30	1- 1. 8	59- 71. 5	13.6- 20. 4	11.8-13	0.2- 0. 4	0.5	-	**7.5-17**
Rami	1-1.55	900	20-80	400-1000	**24.5-128**	**60**	1.2-4	68.6-85	13-16. 7	**0.5- 0. 7**	1.9	**0.3**	7.5	

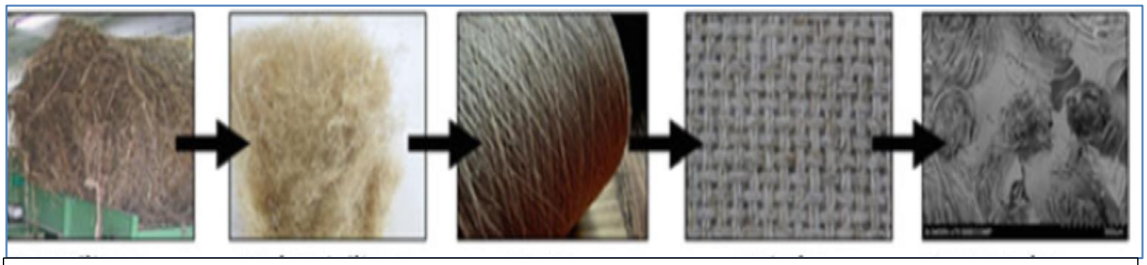
Çizelge 1.4'de bitki liflerinin fiziksel ve mekanik özellikleri verilmiştir. En fazla %7,5-17 oranında nem bulunmaktadır. En düşük değer %5-10 ile abaca lifindedir. Mirofibriller yapısı en düşük 2-6,2 kenevir lifinde, en yüksek 30-49 hindistan cevizinde bulunmaktadır. Wax içeriği olarak %0,3 ile en düşük değer rami lifinde, %3 ile Abaca lifinde en yüksek değer ile hidrofob yapıdadır. Pektin %3-4 hindistan cevizinde en yüksek değer, muz

lifinde pektin bulunmamaktadır. Lignin ağırlıkça %40-45 hindistan cevizi lifinde en fazla, %0,5-0,7 rami lifinde en düşük değerde bulunmaktadır. Hemiselüloz %5,7 oranı ile en düşük pamukda, %20-25 oranı ile abaca lifi ile en yüksek değerdedir. Selüloz oranı %82,7-90 en yüksek pamukda, %32-43 oranında hindistan cevizinde en düşük değerdir. % uzama %1-10 en düşük abaca lifinde, %15-51 oranında en yüksek değer hindistan cevizindedir.

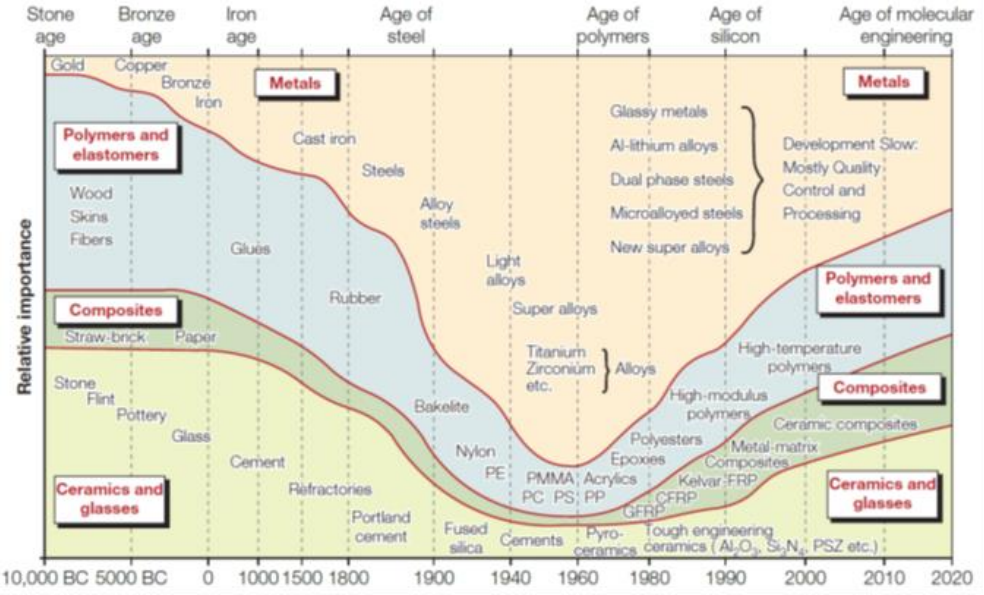
1.2.Kompozit Malzemeler

1.2.1.Kompozit Malzemelerin Tanımı

Çeşitli faz ve miktarlarda birden fazla malzemenin bir araya getirilmesiyle oluşan çok fazlı ve üstün performanslı kombinasyonlar olarak tanımlanır. İlk olarak M.Ö. 3000'li yıllarda Mezapotamya'da killi çamur ve samandan yapılan, inşaatta kullanılan kerpiç tuğla olarak insanlık tarihine girmiştir. M.Ö 2500'lerde Mısırda mumyalama işleminde doğal kauçuk ve keten kullanılarak ilk filament sarma prosesi uygulanmıştır. Tekstilde işlem akışı Şekil 1.4'de verilmiştir. Hammadde, iplik, yüzey oluşturma ve kompozit malzeme üretimi şeklinde gelişen bir işlem akışı vardır. Şekil 1.5'de kompozit malzemelerin tarihsel gelişimi verilmiştir.

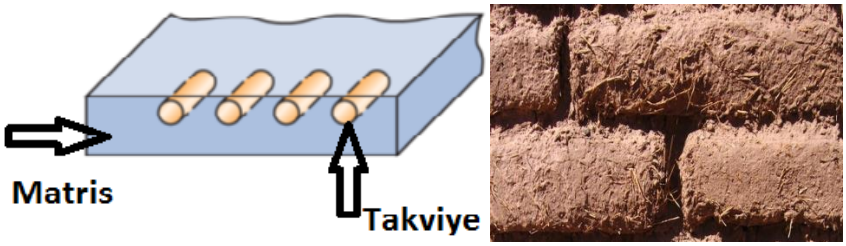


Şekil 1.4. Tekstilde işlem akışı



Şekil 1.5. Kompozit malzemelerin tarihsel gelişimi (Callister& Rethwish, 2015)

Kompozit malzemeler; matris ve takviye adı verilen iki farklı elemanın bir araya getirilmesi ile oluşan yüksek performanslı malzemelerdir. Şekil 1.6'da matris ve takviye elemanlarının şematik görünümü verilmiştir.



Şekil 1.6. Matris ve Takviye şematik gösterimi (Callister & Rethwish, 2015)

Matrisin görevi;

- Bağlayıcı yapısı ile lifleri bir arada kalmasını sağlamak,
- Yükü liflere vermek,
- Kompozit malzemeyi dış etkilerden korumaktır**.**

Kompozit malzemelerde; takviye malzemesi olan elyaf, yapısal özellikleri, matris malzeme olan reçine ise elyafın birbirine bağlanmasını, yükün takviye içinde dağılmasını, elyafın kimyasal etkilerden ve ortamın nem, ısı şartlarından korunmasını sağlar. Polimer esaslı matrisler kompozit malzemelerin %90'ında kullanılmaktadır.

1.2.2. Kompozit Malzemelerin Önemi

Kompozit Malzemelerin Avantajları;

- Ağırlık azaltılmıştır.
- Çatlak ilerlemesi olayı en aza indirilmiştir.
- Titreşimleri emme özelliği sağlanmıştır.
- Kompozitlerin akma sınırı değerleri yükselmiştir.
- Korozif problemi yoktur. Burada matris ve malzemenin çok iyi seçilmesi gerekmektedir.
- Metallere göre kopma uzaması daha fazladır.
- Yorulma direnci fazladır.

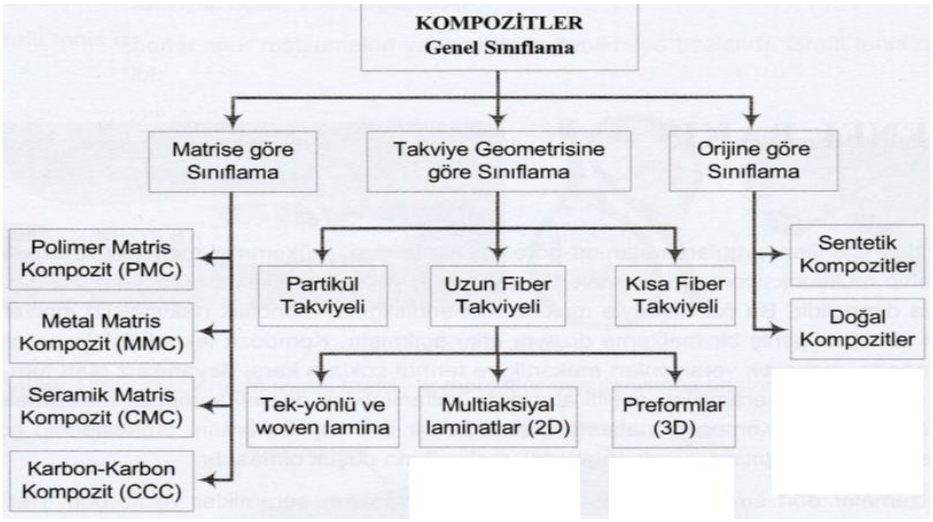
Kompozit malzemelerin olumsuz özellikleri;

- Üretimi diğer yöntemlere göre pahalıdır.
- Metallere yapışma sorunu vardır.
- Fırınlamadan kullanılamazlar.
- Farklı bölgelerde farklı mekanik değerler gösterir. Benzer kompozit numuneler için farklı mekanik özellikler gösterebilir.
- Kompozitlerin yorulma ve mekanik gibi özelliklerini nem ve hava faktörü olumsuz yönde etkiler.
- Delik açma ve kesim işlemleri liflerde bozulmaya neden olmaktadır (Beşergil, 2016).

1.2.3. Kompozit Malzemelerin Genel Özellikleri

Kompozit malzemeler, heterojen malzemeler olduğundan malzemenin her yerinde aynı özellikleri göstermezler. Seramikler ve metalik alaşımlar homojendir. Kompozit malzemelerin çoğu özellikle lif takviyeli kompozit malzemelerin özellikleri yöne göre değişir. Uzun lif takviyeli kompozit malzemeler kısa takviyeli kompozit malzemelere göre daha mukavimdir. Bir lif takviyeli kompozit malzeme performansı uzunluğa, çapa, yöne, birleşenlerin miktar ve özelliklerine, bağlanmalarına göre değişir. Bir kompozit malzemenin seçiminde, birden fazla özelliği yapısında bulundurmasına göre tercih edilir. (Köksal, 2016).

1.2.4. Kompozit Malzemelerin Sınıflandırılması



Şekil 1.7. Kompozit malzemelerin genel sınıflandırılması

Şekil 1.7'de kompozit malzemelerin genel sınıflandırılması verilmiştir (Beşergil,2016). Matrise göre, Takviyeye ve orjine göre 3'e ayrılmaktadır. Matrise göre sınıflandırma 4'e ayrılır. Bunlar; Polimer, metal, seramik ve karbon- karbon kompozit malzemelerlerdir. Takviye geometrisine göre 3' e ayrılır. Partikül, uzun lifli ve kısa lifli takviyelerdir. Orjine Göre Sentetik ve Doğal Kompozit malzemelerdir.

1.2.4.1. Takviyeye göre sınıflandırma

Takviyeye Göre;

a. Elyaf Takviyeli Kompozit Malzemeler: Lif takviyeli kompozitler genellikle lif /matris şeklinde gösterilir. Örneğin karbon lifi takviyeli kompozitler, karbon/epoksi olarak C/Ep şeklinde yazılır. Lif takviyeli kompozitler; sürekli ve süreksiz lif takviyeli kompozitler olarak ikiye ayrılırlar.

b. Parçacık Takviyeli Kompozit Malzemeler: Takviye malzemenin kuvvetlendirme durumuna göre; büyük parçacık takviyeli kompozitler ve dispersiyonla kuvvetlendirilmiş kompozitler olmak üzere ikiye ayrılır. Dolgu maddeli bazı polimer içerikli malzemeler büyük parçacıklı takviyeli kompozitlere örnektir. Ayrıca matrisin çimento, takviyenin de kum ve çakıl parçacıkların kullanıldığı beton örnek olarak verilebilir. Dispersiyonla kuvvetlendirilmiş kompozitler, sert ve inert bir malzemenin çok ince partiküllerin düzgün bir şekilde dağıtılması ile kuvvetlendirilebilir ve sertleştirilebilirler. Metalik veya metalik olmayan malzemeler takviye olabilir. Oksit tip tanecikler reaksiyona katılmadıklarından yüksek sıcaklıklarda kuvvetlendirme etkisi devam eder. Dispersiyonla kuvvetlendirilmiş malzemelerde ısı dayanımı ve kayma direnci fazladır (Beşergil, 2016).

c. Tabakalı Kompozit Malzemeler: Yapısal kompozitler; laminantlar ve sandviç yapılardır. Elyaf takviyeli bir kompozit malzeme farklı lif yönlenmeleri içeren birkaç katmandan oluşuyorsa çok tabakalı kompozit malzeme adı ile anılır. Laminatlı kompozitler, istiflenmiş ve bağlanmış lif takviyeli levhalardan oluşur. İstiflenme, $0^0/90^0$ veya $0^0/45^0/90^0$ açılarda olabilir. Sandviç panellerde yüzey levhalar bir göbek veya bal peteği ile birbirinden ayrılırlar.

1.2.4.2. Matris türüne göre sınıflandırma

Matrise Göre;

1. Polimer Matris Kompozit Malzemeler (PMC): Polimer matrisler en fazla kullanılan kompozit malzeme grubudur. Bunlara Lif Takviyeli Polimerler veya Lif Takviyeli Plastikler (FRP) denir. Polimer matrisli kompozitlerin sıklığı, gerilme veya kırılma dayanıklılığı yüksektir, aşınmaya, delinmeye ve korozyona karşı dirençlidir. Isıl dirençleri düşük ve termal genleşmeleri fazla olması dezavantajlarıdır. (Beşergil, 2016)

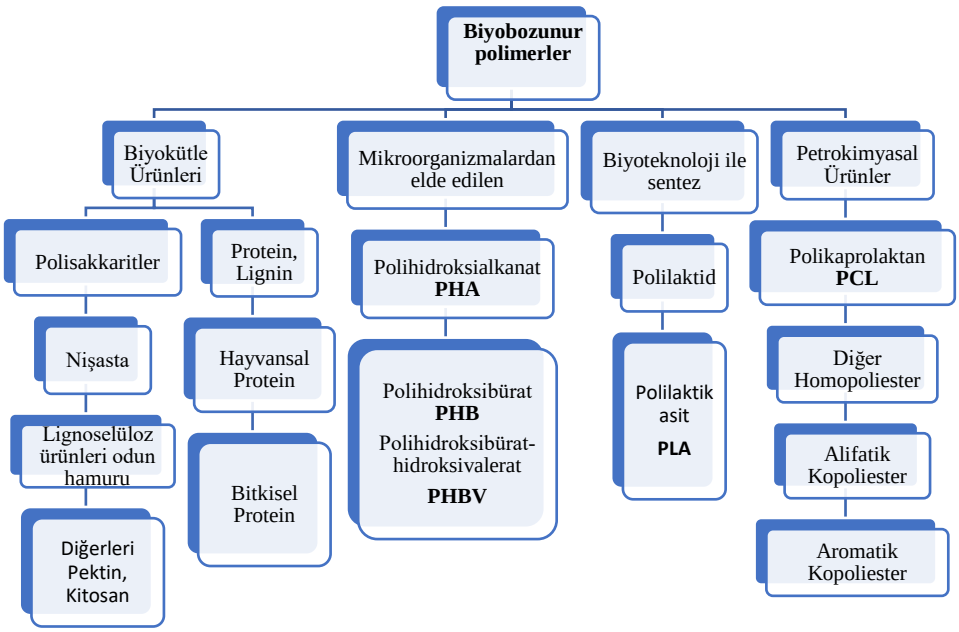
2. Metal Matrisli Kompozit Malzemeler (MMC): Matris olarak, Al, Mg, Cu ve çelik gibi metallerin kullanıldığı kompozit malzemelerdir. Metal matrisler elektrik iletkenliği, yumuşaklık, mukavemet ve sıcaklık özellikleri yüksektir. 200-800 ^{0}C çalışma sıcaklıklarına sahiptir, yüksek sıcaklık gerektiren işlemlerde kullanılırlar.

3. Seramik Matrisli Kompozit Malzemeler (CMC): Bir seramik matrisin, takviye malzemenin kısa lifler veya whiskerler (silikon karbid ve boron nitridden) yapılmış kompozit malzemelerdir. Uzay araçları, çeşitli askeri amaçlı parçalar ve sandviç zırhlar bu ürünlerin kullanım yerleridir. (Köksal,2016)

4. Karbon-Karbon Kompozit Malzemeler: Karbon-karbon kompozit malzemeler (CC), karbon lifi takviye malzemesi ve karbon matrisle üretilen kompozit malzemelerdir. Hafif, kuvvetli ve karbon liflerin sertliğine sahiptirler. Çok yüksek sıcaklıklarda (2000 ^{0}C), kullanım alanları vardır, kaymaya ve kırılmaya dayanıklılığı yüksektir. Isıl genleşme katsayıları düşük, ısı iletkenlikleri yüksektir. Termal şoklara karşı dayanıklılıkları yüksektir. CC kompozit malzemeler yüksek sıcaklıklarda oksitlenme eğilimindedirler (Beşergil, 2016).

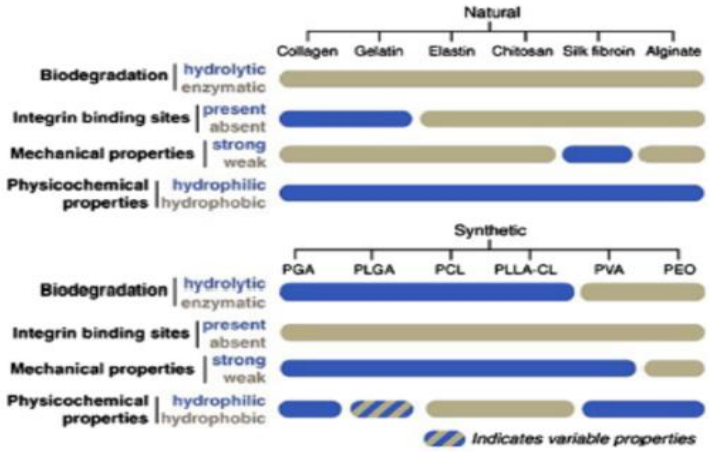
1.3.Biyolifler ve Biyokompozit Malzemeler

Biyo polimerler doğal polimerik yapıdaki malzemeleri kimyasal polimerizasyon ve/veya biyolojik olan yüksek molekül ağırlıklı malzemeleri de içermektedir. Bu nedenle sürdürülebilir kaynaklardan elde edilen poliamidler, polithioesterler, polisakkaritler, polioksoesterler, polyanhidritler, polifenoller gibi polimerler, biyo polimerler olarak isimlendirilmektedir. Polilaktik asit (PLA) ve selüloz ester türevleri buna örnektir. Şekil 1.8'de biyopolimerlerin sınıflandırılması verilmiştir. (https://www.grafen.com.tr/pdf/1386449314.pdf)



Şekil 1.8. Biyo polimerlerin sınıflandırılması

Biyo kompozitler, petrol ve türevlerinden elde edilen polimerlerin çevresel etki ve sürdürebilirlik sorunları nedeni ile genellikle tarımsal bitki ve atıklar gibi doğal kaynaklardan elde edilen lif ve/veya polimerlerden geliştirilen makro, mikro veya nano büyüklükteki biyolojik olarak bozunabilen yapıdaki matris ve takviye elemanlarından oluşan kompozit malzemelerdir. Biyokompozit malzemeler, hammaddesi doğada kendiliğinden gelişen malzemelere denir (Jones,1999). Biyokompozit malzemeler otomotiv, inşaat, ambalaj ve mobilya sektörlerinde kullanılırlar.



Şekil 1.9. Doğal ve sentetik biyo polimerlerin biyolojik, mekanik ve fiziksel özellikleri (Cho, Lee & Han. 2009)

Şekil 1.9'da Doğal ve sentetik biyo polimerlerin biyolojik, mekanik ve fiziksel özellikleri verilmiştir. Doğal kaynaklı kolajen, jelatin, elastin çitosan, ipek fibroini ve alginatın biyo bozunma özelliği enzimatik işlemlerle olmaktadır. Bağlanma ve mekanik özellikleri bakımından en iyi değeri ipek fibroini vermektedir. Tüm doğal polimerler hidrofil yapıdadır. Sentetik yapıdaki polimerler su ile bozunma, bağlanma gerçekleşmez ve mekanik özellikleri çok iyidir. Fiziksel özellikleri polimerin türüne göre çok değişkendir.

1.3.1. Biyokompozit Malzeme Üretimi

1.3.1.1 Biyo Bağlayıcı Matris Malzemeleri

Genellikle biyopolimer olarak bilinen biyo bağlayıcılar, doğal kaynaklardan elde edilen bileşiklerdir ve biçimsel yapılara kovalent olarak bağlanan monomerik birimlerden oluşurlar. Çekme mukavemeti, eğilme mukavemeti ve yoğunluğu ve biyo-bağlayıcıların su emmesi de biyo-bağlayıcı işlem koşullarının kimyasına bağlı olarak değişecektir (Çizelge 1.5.). Biyo bağlayıcılar, ilaç dağıtım sistemi, yara iyileşmesi, gıda kapları, ziraat filmleri, atık poşetleri, toprak tutma örtüsü, filtrasyon, hijyen ve koruyucu giysiler ve otomobil endüstrileri ve benzeri gibi birçok alanda birçok uygulama bulurlar. Birçok biyolojik bağlayıcı türü vardır ve bunların arasında en yaygın biyolojik bağlayıcılar Çizelge 1.5'de özetlenmiştir (Srinivas, Naidu & Bahubalendruni, 2017).

Çizelge 1.5. Biyolojik bağlayıcıların mekanik özellikleri

Biyolojik Bağlayıcı tipi	Yoğunluk (g/cm^3)	Gerilme Direnci (MPa)	Gerilim Modülleri (GPa)	Uzaması (%)
1.PLA	1.26	5.9-72	1.08-3.61	2.1- 30.7
2.Polyhydroxyalkanoates				
Poly-3-hydroxybutyrate -CO -3- hydroxyvalerate (P-3-Hb-3-Hv)	0.22-2.25	23-40	3.5	1.6-20
3.Polycaprolactone (PCL)	1-13	16-23	0.4	>700

Poli laktik asit (PLA)

Polilaktik asit, laktiklerin halka açma polimerizasyonu yoluyla doğal kaynaklardan (yenilenebilir kaynaklardan) elde edilen biyolojik olarak parçalanabilir bir polimerdir. Laktik asit molekülleri fermantasyon prosesi yoluyla elde edilir. PLA'nın biyolojik olarak parçalanabilir nitelikte olması nedeniyle, PLA'nın yıllık talebi her geçen gün artmaktadır. Halen, PLA üretim sanayi çoğunlukla ABD, Almanya ve Çin yer almaktadır (Vink, Rabago, Glassner & Gruber, 2003).

Polihidroksialkanoatlar (PHA)

Polihidroksialkanoatlar, çok çeşitli mikroorganizmalar tarafından karbon ve enerji rezervleri olarak sentezlenen biopolyesterlerdir. PHA üretiminde polihidroksi bütirat (PHB) kullanılır ve bu 3- hidroksibutirik asittir. PHB'nin tamamen biyolojik olarak bozunabilir doğasından ötürü, ambalaj malzemesi, tek kullanımlık ürünler ve özel cihazlar biçimsel uygulama amacıyla pazarda yüksek talep vardır. Halen Imperial Chemical Industries (ICI) bu biyolojik olarak parçalanabilir polimer, Biopol ticari adı altında büyük ölçekte üretilir. Biopol, polihidroksi bütirat (PHB) ve polihidroksitvariate (PHBV) kopolimeridir (El-Hadi, Schnabel, Straube, Muller & Henning, 2002).

Polikaprolaktone

Polikaprolakton, kaprolaktonun halka açma polimerizasyonu ile hazırlanır ve petrol kaynaklarından elde edilir (Okada, 2002). Polikaprolakton ayrıca biyolojik olarak parçalanabilir niteliktedir ve ilaçların ve ambalajlamanın kontrollü salımında kullanılır. Sanayi ve ilaç şirketi Solvay, Union karbür vb farklı ticari amaçlar için polikaprolakton kullanır. Önemine rağmen, Polikaprolakton ve karışımları hakkında çok az şey bilinmektedir.

Biyo Bağlayıcıların Özellikleri:

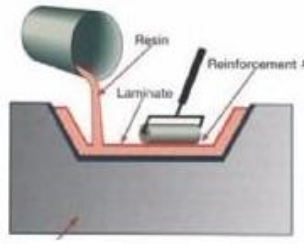
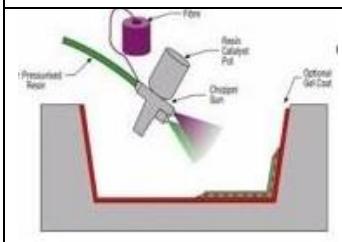
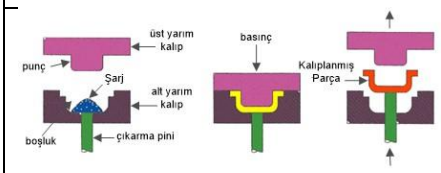
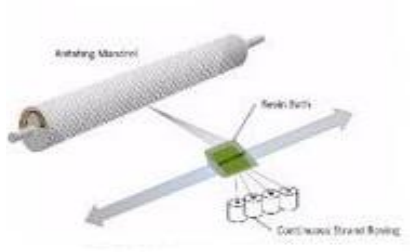
Biyo bağlayıcılar, çeşitli uygulamalar için kullanılır ve yoğunluk önemli parametrelerden biridir. Ticari olarak kullanılan biyo-polimer yoğunluğu 0.25-1.26 g/cm^3 arasında değişmektedir. Biyo bağlayıcıların mekanik özellikleri çizelge1.6'da verilmiştir.

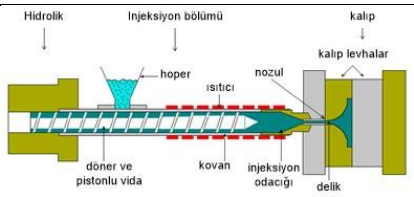
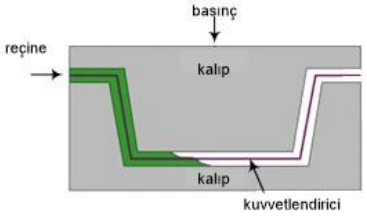
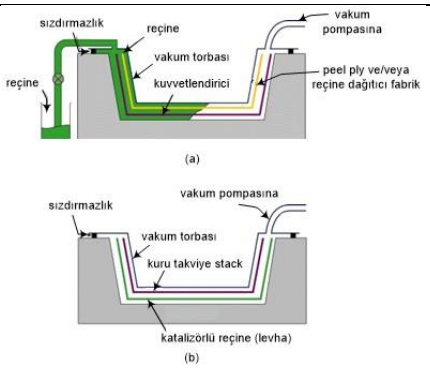
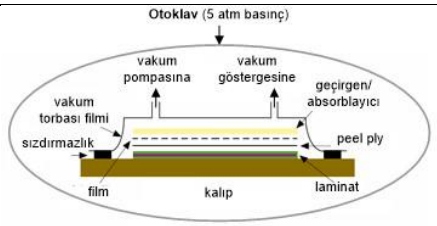
Çizelge 1.6. Liflerle zenginleştirilen biyolojik bağların mekanik özellikleri (Faruk, Bledzki, Fink & Sain, 2012)

Polimer Çeşitleri	**Gerilme Direnci (MPa)**	**Gerilim Modülleri (GPa)**	**Bükülme Mukavemeti (MPa)**	**Eğilme Modülü (GPa)**	**Uzama (%)**	**Darbe Dayanımı (kj/m^2)**
PLA/Kenevir (PLAHF)	73	5.89-12	102	5.78	3	14
PLA/Keten (PLAFF)	50-55	6.3-6.5			1	10-69
PLA/Sisal (PLASF)	56-68	20	80-100	18-19		3-3.5
PLA/JÜT (PLAJF)	55.2-72	1.7-8.5	75.9-84	7-7. 3	1.5- 4. 7	15-80

1.3.1.2. Bikompozit Malzeme Üretim Yöntemleri

Doğal elyaf takviyeli kompozit malzemeler için imalat metodları, imal edilecek parçanın şekline bağlı olarak çeşitli yöntemlerle yapılmaktadır. Bütün bu yöntemler polimerizasyon prensibi esasına dayanır. Polimerizasyon katı bir yapı oluşturmak için çok sayıda sentetik molekülün bir araya getirilmesi işlemidir. Şekil 1.10'da bazı önemli imalat prosesleri verilmiştir.

Çalışma Prensibi	Yöntem	Biyokompozit Uygulaması
	El Yatırması	Çift Yönlü Jüt Elyaf Epoksi Kompozitler
		Sisal-Jüt-Cam Elyaf Takviyeli Polyester Kompozitleri
		Muz Elyaf Takviyeli Polimer Kompozitleri
	Püskürtme Yatırma	PLA Tabanlı Yeşil Kompozitler
		Hindistan Cevizi Elyaf Takviyeli Epoksi Kompozitleri
		Otsu lif li tarımsal bitki atıklı kağıt kutusu prototipi
	Sıcak Sıkıştırmalı Kalıplama	Kısa Doğal Elyaf Takviyeli Polietilen ve Doğal Kauçuk Kompozitler
		Polyester ve Epoksi Reçine Matrisleri ile Jüt Elyaf Takviyeli Kompozitler
		Polilaktik Asit (PLA) Kompozitlerinde Güçlendirici Olarak Doğal Lifler
		Şeker kamışı Fiberleri Takviyeli Polipropilen Kompozitler
	Filament Sarma	Yenilenebilir Polimer Matrisli Selüloz Aseto-Butirat (CAB) ve Doğal Kauçuk (NR).
		Rami Fiber İplik Takviyeli Kompozitler
		Jüt İplik-Biopol Kompozitleri

	Enjeksiyon Kalıplama	Dokuma Sisal Elyaf ve Doğal Kauçuk Modifiye Epoksi Reçine
		Bambu-Cam Elyaf Takviyeli Polimer Matris Hibrid Kompozitleri
		Şeker kamışı Bagasse Fiberleri Takviyeli Polipropilen Kompozitler
		Polipropilen Güçlendirilmiş Palmiye Elyafları Kompozitler
	Transfer Kalıplama Prosesi	Odun talaşı/ formaldehit reçine kompozit malzemeler OSB levha
		Bambu/PES yer kaplamaları
	(a) Vakumla reçine transfer kalıplama, (b) Reçine film infüzyon (RFI) kalıplama prosesleri	Vinil ester/ kendir kompozit malzemeler
		Sisal/akrilik kompozit malzeme
	Otoklav kalıplama prosesi	Keten/Epoksi reçineli laminantlar

Şekil 1.10. Biyokompozitlerin ÜretimYöntemleri ve Örnek Uygulamalar (http://bilsenbesergil.blogspot.com/p/blog-page_96.html)

1.4.Çeltik Sapları

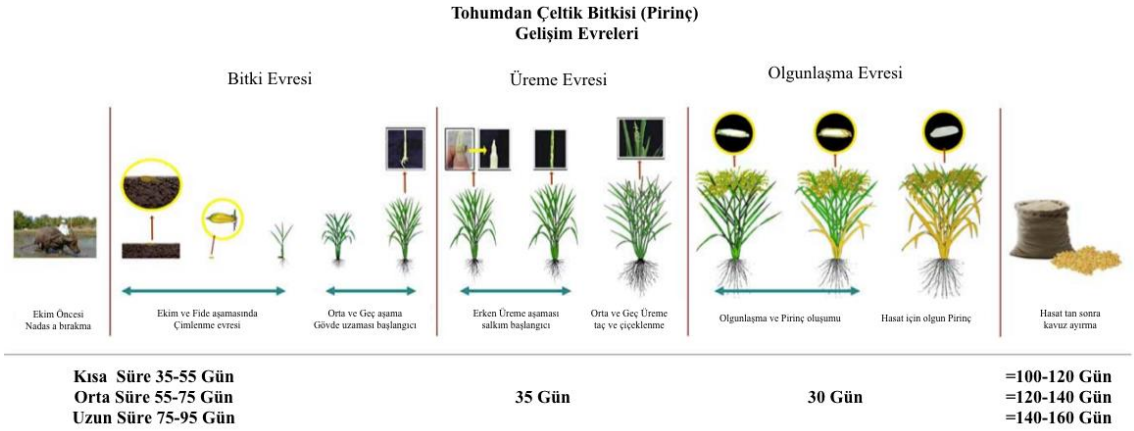
Pirinç, 53' kuzey 35'güney enlemleri arasında, Antartika hariç dünyada, her kıtada yetiştirilmektedir. Fakat en yüksek verim, ılıman iklim kuşağı denilen bölgelerde alınmaktadır. Bir çeltik danesi, karyopsis ile onu saran iç kavuz ve kapçıktan oluşmaktadır. Bu kavuzlar, çeltiğin harmanı sonunda da karyopsisten ayrılmaz. Kavuzlu

ürüne **çeltik,** yalnız kavuzları soyulmuş fakat parlatma işlemi görmemiş daneye ise **kargo pirinç** veya **kahverengi pirinç,** kabukları soyulmuş ve parlatma işlemi yapılmış nihai ürüne ise **pirinç** denir (Edirne ili çeltik raporu, Mart 2012). Dünyada çeltik üretimi 490 milyon ton/yıl'dır (FAO,2014). Türkiye'de çeltik üretimi 920.000 ton/yıl (TÜİK, 2014) olarak gerçekleşmiştir.



Şekil 1.11. Çeltik bitkisi

Şekil 1.11'de Çeltik bitkisinin görüntüsü verilmiştir. Şekil 1.12'de Çeltik bitkisinin büyüme süreleri görülmektedir. Tohumun ekilmesi, filizlenmesi, üreme evresi ve olgunlaşma aşamaları gelişim evrelerini oluşturmaktadır (www.knowledgebank.irri.org/images/stories/crop-calender-growth-dsr.jpg 2019).



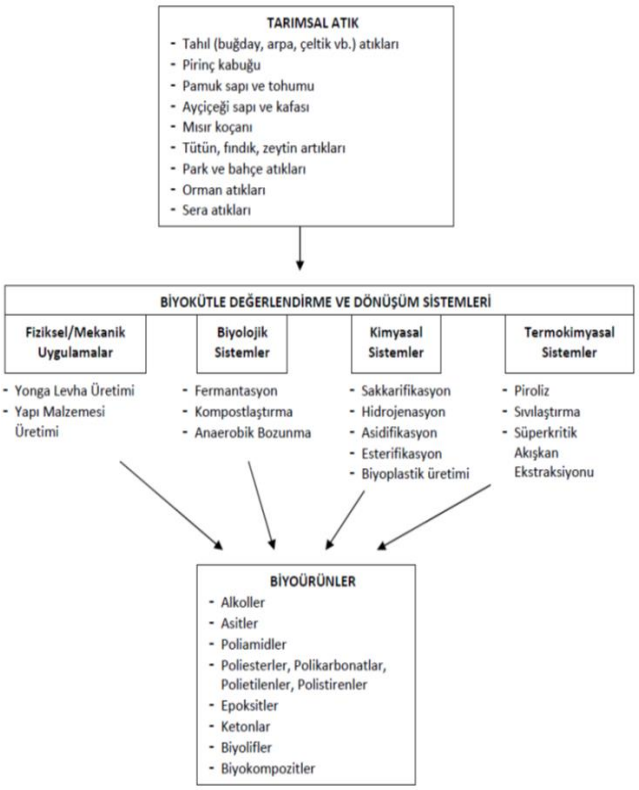
Şekil 1.12. Pirinç bitkisinin yetişme evreleri

Tarımsal atıklar ucuz ve çevreci ürünlerin imalatı için hammadde olarak kullanılmaktadır. Çeltik bitkisinin bir kısmı beslenme amaçlı kullanıldıktan sonra sapı/samanı hayvan yemi olarak kullanılıp fazlası ile biyo etanol üretilebilmektedir. Ayrıca çeltik sapları, kültür

mantarı üreten fabrikalarda değerlendirilmektedir ve Şekil 1.13'de çeltik sapı atıklarının değerlendirme yöntemleri gösterilmiştir.



Şekil 1.13.Çeltik sapı atıklarının değerlendirme yöntemleri (Akonda, Alimuzzaman & Rahman, 2018.)



Şekil 1.14.Biyo kütle Değerlendirme ve Dönüşüm Sistemleri (TTGV, 2010)

Şekil 1.14'de Biyo kütle değerlendirme ve dönüşüm sistemleri verilmiştir. Fiziksel sistemler; toplama, üretim, ön işlem, kurutma, öğütme, tarama, tutkallama veya farklı bir kimyasallarla karıştırma ve presleme işlemlerini içermektedir. Bu yöntemlerle tarımsal atıklardan yonga levha, yapı malzemeleri ve biyokompozit üretilmektedir. Tarımsal liflerin kimyasal bileşimleri Çizelge 1.7' de gösterilmektedir (Arslan, Karakuş & Güntekin 2007).

Çizelge 1.7. Tarımsal atık liflerin kimyasal bileşimleri

Lif Tipi	Selüloz (%)	Lignin (%)	Pentozan (%)	Kül (%)	Silis (%)
Pirinç	28-48	12-16	23-28	15-20	9-14
Buğday	29-51	16-21	26-32	4.5-9	3-7
Arpa	31-45	14-15	24-29	5-7	3-6
Yulaf	31-48	14-19	27-38	6-8	4-6.5
Çavdar	33-50	14-19	27-30	2-5	0.5-4
Şeker kamışı	32-48	19-24	27-32	1.5-5	0.7-35
Bambu	26-43	21-31	15-26	1.7-5	0.7
Kenaf	44-57	15-19	22-23	2-5	-
Jüt	45-63	21-26	18-21	0.5-2	-
Kenevir	57-77	9-13	14-17	0.8	-
İğne yapraklı ağaç	40-45	26-34	7-14	< 1	-
Yapraklı ağaç	38-49	23-30	19-26	< 1	-

Lifler uzun, hücre duvarı kalın, selülozca zengin ve lümen boşluğu küçük yapıda olanlar ticari açıdan kaliteli olarak tanımlanmaktadır. Çeltik saplarının %28-48 selüloz, %12-16 lignin %23-28 pektin oranına sahip olduğu görülmektedir.

Çizelge 1.8. Tarımsal atık liflerin uzunluk ve genişlikleri

Lif Tipi	Lif Uzunluğu (mm)	Lif Genişliği (mm)
Pirinç	0.4-3.4	4-16
Buğday	0.4-3.2	8-34
Mısır	0.5-2.9	14-24
Şeker kamışı	0.8-2.8	10-34
Bambu	1.5-4.4	7-27
Kenaf	2-6	14-33
Jüt	2-5	10-25
Kenevir	5-55	10-51
Keten	9-70	5-38
Pamuk	10-40	12-38

Çizelge 1.8'de Çeltik saplarının lif uzunluklarının 0,4-3, 4 mm, lif genişliği ise 4-16 mm olduğu görülmektedir. Pamuk lifinin uzunluğu 10-40 mm, lif genişliği ise 12-38 mm dir. Bu verilere göre en uzun life sahip bitki ketendir, lif genişliği ise en fazla kenevir bitkisinde bulunmaktadır. (Arslan, Karakuş & Güntekin 2007).

BÖLÜM 2

KAYNAK ARAŞTIRMASI

2.1 Çeltik Sapı Takviyeli Kompozit Malzemeler

Prasad ve arkadaşları çalışmalarında çeltik sapı takviye ve poliester matris kullanarak kompozitler üretmişlerdir. Çeltik sapları 10 cm ebadında kesilmiştir. 0.05 MPa basınçla basılarak, Poliester reçine ile kompozit üretilmiştir. Kompozit içerisindeki lif miktarı %40'a arttırıldığında eğilme katsayısında azalma olmuştur. (Prasad, Murali & Kumar, 2006).

Reddy ve arkadaşları, çeltik saplarından elde edilen yeni uzun doğal selüloz liflerin yapısı ve özelliklerini incelemiştir. Çeltik elyafı, keten elyafına benzer şekilde, %68 selüloz, 3.5 g/denye (450 MPa) mukavemet, %2,2 uzama ve 200 g/denye modülü (26 GPa) içerir. Burada bildirilen çeltik sapı lifleri, tarımsal yan ürünlerden elde edilen diğer doğal selüloz liflerinden daha iyi özelliklere sahip olduğu yapılan çalışmalarda belirlenmiştir (Reddy & Yang, 2006).

Grazdanov ve arkadaşları, çalışmalarında %20-30 oranında çeltik sapı ile takviye edilmiş maleik anhidrit ile polipropilen kompozit üretilmiştir. Çeltik sapları polipropilenle birlikte kalıba basılmıştır. Üretilen numuneler, mukavemet, SEM, DMTA DSC ve TGA ile analiz edilmiştir. Polipropilenin gerilme modülü artmış, ayrıca yüksek termal kararlılık göstermiştir (Grazdanov, Buzarovska, Bogoeva-Gaceva, Avella, Errico, & Gentille, 2006).

Buzarovska ve arkadaşları, çeltik sapları Polihidroksibüratkovalerat (PHBV) ile %13'lük kompozit üretilmiş, termal ve mekanik özellikleri incelenmiştir. Elde edilen malzemelerin DSC, TGA ile termal davranışları incelendiğinde çeltik sapının

arttırılmasının etkisinin olmadığı tespit edilmiştir (Buzarovska, Bogoeva, Grozdanov, Avella, Gentile & Errico, 2008).

Yasin ve arkadaşları, çalışmalarında ahşaba alternatif olarak çeltik sapları kullanmıştır ve çeltik saplarının geleneksel reçinelerle bağlanabilirlik özellikleri incelemişlerdir. Yaptıkları çalışmanın sonucunda çeltik saplarının suntalem üretiminde kullanılabileceğini göstermişlerdir (Yasin, Bhutto Bazmia & Karimb, 2010).

Mittal ve arkadaşları, doğal elyaf takviyeli epoksi esaslı kompozitler alanında yapılan çalışmaları araştırmışlardır. Lif içeriği, lif geometrisi, lif boyutu, yüzey işleme tekniği ve kaplin ajanı gibi çeşitli faktörlerin, mekanik, termal, su emme eğilimi gibi farklı özelliklere etkileri bu çalışmada sunulmuştur. İstenilen özelliklere sahip kompozitlerin imalatı için fiziksel ve kimyasal işlemler gibi çeşitli yöntemleri kullanarak doğal elyafın yüzey özelliklerinin geliştirilmesine yönelik çalışmalar yapmışlardır. Bu teknikler yüzey morfolojisini değiştirmiş ve lifin hidrofilik karakteri, mekanik özellikleri, termal kararlılık, su emme ve kompozitlerin diğer özelliklerini geliştiren parametreler olduğunu belirlemişlerdir (Mittal, Saini & Sinha, 2016).

2.2 Enzimatik ve Alkali İşlemler

Foulk ve arkadaşları bu çalışmada sap lifleri içeren kompozitler ile geri dönüştürülmüş atık HDPE kullanarak kompozit yapmışlardır. Sap lifleri enzimatik ve havuzlama işlemleri ile hazırlanıp uyumlaştırıcı ajan ile HDPE katılarak mekanik özellikleri diğer doğal lif kullanılan kompozitlerle karşılaştırılmıştır. Pektinaz enzimi ve şelat kullanılmış %0,05-0,1 ve 0,3 farklı oranlarda liflere enzimatik havuzlama yapılmıştır. HDPE / Sap kompozitinde lif oranı %30 kullanılmıştır. Enzimli ve enzimsiz havuzlama yapılan sap lifleri geri dönüştürülmüş HDPE matris içerisinde yoğunluğa bağlı olarak su absorpsiyonu ve emiş miktarı artmıştır. Enzimatik işlem gören kompozitlerde kopma mukavemeti ve uzaması bariz bir düşüş göstermiştir. Buna karşın elastisite modülleri yüksek çıkmıştır (Foulk, Wayne, Chao, Akin, Dodd & Layton, 2004).

Akin ve arkadaşları, Keten Sap liflerini mikrobiyel bir yöntem olan Havuzlama işlemi ile endüstriyel uygulamalarda kullanmışlardır. Bir kalsiyum bağlama maddesi olan Mayoquest 200 ticari ürünü Bio Prep 3000 L ve etilen diamin tetra asetik asit (EDTA) alkalin pektat liyaz (PL) keten saplarının havuzlanması için çeşitli formülasyonlar içinde

kullanılmıştır. Keten lifi çürütme işlemi pilot tesislerde mekanik temizleyiciden geçirilmiştir, ayrıca Shirley yabancı madde ayırıcısından geçirilmiştir. Enzime şelatör eklenerek daha iyi sonuçlara varılmıştır. %2' lik Pektinaz 1 saatte 55 ^{0}C de işlem yapılarak, 23-24 saat 50-55 ^{0}C de EDTA ile enzimin aktivasyonu tamamlanmıştır. Bioprep uygulanması ile lif mukavemetinin artmış olduğunu tespit edilmiştir (Akin, Condon, Sohn & Foulk, 2007).

Gomes ve arkadaşları, yaptıkları bu çalışmada Curaua bitkisinden elde edilen yüksek mukavemetli doğal lifler ve mısır nişastası tabanlı biyolojik olarak bozunabilen yapıştırıcılar kullanılarak yeşil kompozitler elde etmiş ve mekanik özellikleri incelemiştir. Üç farklı üretim metodu uygulanarak curaua liflerinin esneyebilen yapraklarının takviye olarak hazırlanması ile kompozit mukavemetinde artış görülmüştür. Dahası yüksek konsante alkali işlem yapılmış curaua lifleri yeşil kompozitlerin mekanik özelliklerini geliştirmiştir. Ağırlıkça %10-15'lik alkali işlem yapılan curaua kompozitlerinin yapılmayanlara göre kırılma geriliminde iki ile üç kat artış olmuş fakat mukavemetinde önemli olmayan bir azalma görülmüştür. Selüloz bazlı lif takviyeli kompozit malzemelerde mekanik özelliklerin gelişmesinde anahtar bir teknoloji olabilmektedir. Birinci yöntemde lif ve yapıştırıcının birlikte kalıba koyulduğu, ikinci yöntem reçine emdirilmiş liflerin birlikte kalıplandığı, üçüncü yöntemde ise sıcak pres kullanılarak birleştirilmiştir. Elde edilen kompozitlere çekme mukavemeti, burkulma, yapışma testleri yapılmıştır. Doğal liflerin nem absorplama özelliklerinde dolayı doğal kompozitlerde mekaniksel özelliklerinde genel bir düşme görülmüştür. Sonuçlara göre alkali işlem uygulanabilir bir metod olduğu vurgulanmıştır (Gomes, Matsuo, Goda & Ohgi, 2007).

Foulk ve arkadaşları, Keten liflerinin yumuşaması için en verimli enzimler ve en iyi havuzlama koşullarını belirlemek amacı ile çalışmalar yapmıştır. Bioprep ile enzim miktarı %0,1, pH 7-9 ve 50-60 ^{0}C de işlem yapılmıştır. Bioprep 3000 L ve Texayzm BFE enzimleri kullanılarak çürütülmüş ketenlerin mukavemetlerinin yüksek olduğu görülmüştür. (Foulk, Akin & Dodd, 2008).

Mojsov, Tekstil proseslerinde ve pamuk ağartılmasında kullanılan alkali pektinaz uygulamalarını incelediği derlemede kullanılan enzimlerin toksik olmayan ve ekolojik, hızlı kimyasal üretim prosesi olduğunu ortaya koymuştur. Tekstil proseslerinde kullanılan

kimyasalları azaltan, optimum koşullar altında çalışan, enerji ve su kullanımını azaltan, ürün kalitesini arttıran bir yöntem olduğunu vurgulamıştır (Mojsov, 2012).

Akin'in yaptığı derleme makalede keten bileşenleri ve kimyasal yapısı, ekonomik yönleri tekstil kompozitleri ve özel kağıt uygulamaları açısından incelemiştir. Gövde liflerinin ayrılması için uygulanan havuzlama yöntemlerinin kısa bir tarihçesi, havuzlama yöntemleri ve deneysel yaklaşımları incelemiştir. Özellikle çürütme uygulamalarında pektinaz ile kalsiyum mekanizmasının gözden geçirilmesi, keten türlerinin ve kullanılan pektinaz çeşitlerinin günümüzde ve gelecekteki uygulamalarının elyaf ve karışım ipliklerin geliştirilmesi için önemli olduğunu vurgulamıştır (Akin, 2013).

Azwa ve arkadaşları, Doğal liflere göre polimerik kompozitlerin parçalanabilirliği üzerine bir inceleme yaptığı bu çalışmada, ayrıca neme maruz kalan çeşitli doğal elyaf kompozitlerinin özelliklerini, termal, yangın ve ultraviyole bozunumuyla ilgili kapsamlı bir araştırma yapmıştır. (Azwa & Yousif, 2013)

Mittal ve arkadaşları, Buğday sapı lifleri ile takviye edilmiş epoksi kompozitlerin termal özelliklerine alkali işlemlerin etkisinin incelendiği makalede ağırlıkça % 10-20-40 oranlarında buğday sapları %1-3-5' lik alkali çözelti ile üç farklı tip olarak işlem gördükten sonra epoksi ile kompozit haline getirilmiştir. Bu kompozitler elle serilerek hazırlanmıştır. Bileşenlerin termal stabilitesi TGA ve DSC kullanılarak incelenmiştir. Deneysel sonuçlar termal stabilite de en iyi %3'lük alkali işlem görmüş liflerin kullanıldığı kompozitlerde görülmüştür. En iyi bağlayıcılık gösteren alkali işlem görmüş buğday sapı epoksi kompozitler olmuştur. DSC termogramlarında yüksek sıcaklıklardaki ekso termik pikler işlem görmüş lifler, görmemişlere göre daha iyi sonuçlar vermiştir. SEM sonuçlarında lif morfolojisinin alkali uygulamadan sonra değiştiği görülmüştür. FTIR sonuçlarında ise liflerdeki hemiselüloz ve ligninin alkali işlemler ile bir kısmının giderildiğini göstermiştir (Mittal & Sinha, 2016).

Preza ve arkadaşları, enzimatik işlemlerle yüzey modifikasyonlarının incelendikleri bu çalışmada çeşitli enzimlerin özellikleri, çalışma şartları ve elde edilen sonuçlar yorumlanmıştır. İnceleme, poligalakturonazın, fiber ekstraksiyonu için en önemli enzimlerden biri olma eğiliminde olduğunu göstermiştir. İnceleme ayrıca, kritik karşılaştırma için enzimatik işlemlerin standart değerlendirme yöntemlerine olan ihtiyacı açıkça göstermiştir. (Preza, Willem, Vuureb, Ivensb, Aertsa & Voordea, 2018).

2.3. PLA (Poli Laktik Asit) Matrisler

Peltola, yaptığı çalışmada lignin, doğal elyaf takviyeli biyo-kompozitlerde biyo-bazlı bir bağdaştırıcı olarak kullanmıştır. Huş hamuru ve keten lifleri, çam kraft lignin ve/veya lignosülfonat çözeltileri ile muamele etmiş ve işlem görmüş elyaf, ağırlıkça %30'luk bir elyaf içeriğine eriterek işlenerek polilaktik asit (PLA) ile birleştirmiştir. Birleştirilen malzemeler daha sonra enjeksiyonla kalıplanmış ve bileşik örneklerin mekanik özellikleri belirlemiştir. Sonuç olarak, ligninler, biyo-kompozit uyumlulaştırıcılar olarak büyük potansiyel göstermiştir (Peltola, 2010).

Hongwei ve arkadaşları, çalışmalarında jüt ve polilaktik aside (PLA) dayalı biyobozunur kompozitler bir film istifleme işlemi ile hazırlamıştır. Jüt lifi içeriği, işlem sıcaklığı ve alkali işleminin jüt-PLA kompozitlerinin yapısı ve mekanik özellikleri üzerindeki etkisi araştırmıştır. Jüt lifi ile PLA arasındaki ara yüzey yapısı elektron mikroskobu taranarak analiz etmiştir. Jüt-PLA kompozitlerinin optimum gerilme özellikleri, ağırlıkça %15 lif içeriğinde ve 210 °C' lik bir işleme sıcaklığında elde etmişlerdir. (Hongwei & Joo, 2010).

Mofokeng ve arkadaşları, Polilaktik asit (PLA) ve polipropilen (PP), nispeten küçük miktarda (ağırlıkça %1-3) kısa sisal elyaf içeren enjeksiyonla kalıplanmış kompozit malzemeler karşılaştırılmıştır. Morfoloji, termal ve dinamik mekanik özellikler ile bozunma özellikleri incelemişlerdir. Kompozitlerin taramalı elektron mikroskobu (SEM) mikrografları, PP ile karşılaştırıldığında liflerle PLA arasında daha yakın temas ve daha iyi etkileşim göstermiştir. Bu gelişmiş etkileşim varlığını gösteren Fourier-transform kızılötesi (FTIR) spektroskopisi sonuçlarıyla doğrulanmıştır. PLA ve lifler arasındaki hidrojen bağ etkileşiminin her iki polimerin ısıl kararlılığı (termogravimetrik analiz [TGA] ile belirlendiği gibi) artan lif içeriği ile arttığı, PP durumunda daha belirgin bir gelişme sağladığı tespit edilmiştir. Diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) sonuçları, PLA'nın soğuk kristallenme ve erime davranışı üzerinde %1-3'lük düşük lif içeriğinde bile liflerin önemli bir etkisini göstermiştir. Liflerin PP'nin erime özellikleri üzerindeki etkisi ihmal edilebilir, ancak izotermal olmayan kristalleşme sıcaklık aralığı üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu belirlenmiştir. Dinamik mekanik analiz (DMA) sonuçları, PLA'nın 110 °C civarında soğuk kristalleşmesini açıkça göstermektedir ve fiberlerin varlığı, PLA'nın soğuk kristalleşmesi ve erimesi arasında daha yüksek modül değerlerine

yol açmıştır. Bu makalede ayrıca incelenen numuneler için temel biyolojik bozulma gözlemleri açıklanmaktadır (Mofokeng, Luyt, Ta´bi & Kova 2012).

Alimuzzaman, çalışmasında doğal keten ve Polilaktik asit (PLA) lifleri hava ile serme işlemi kullanılarak nonwoven (dokusuz yüzey) haline getirilmiş böylelikle PLA doğal yapıştırıcı özelliği ile prepareg (yapışmaya hazır kompozit kumaşı) hazırlanmıştır. Prepereg halindeki kumaş ısı ve basınç ile kalıplanmıştır. Ana işlem değişkenleri ile biyokompozit arasındaki ilişkiler araştırılmış, keten miktarı arttıkça mekanik özelliklerin arttığı saptanmıştır. Kopma mukavemeti, üç nokta eğilme testi, darbe testi ve yük altında basma testi, DSC, TGA, su absorpsiyonu testi, biyolojik bozulma testi, SEM testleri ile karakterize edilmiştir (Alimuzzaman, 2013).

Asaithambi ve arkadaşları, çalışmalarında elyaf yüzey işleminin BP (Benzoil peroksit) ve BSF (muz/sisal lifi) ile güçlendirilmiş PLA kompozitlerinin mekanik özelliklerine etkisi üzerine odaklanmaktadır. BSF, lifler ve matris arasındaki yapışmayı geliştirmek için BP ile muamele edildi. BSF (ağırlıkça %30) takviyeli PLA (ağırlıkça %70) hibrit kompozitler, çift vidalı ekstrüzyon ve ardından enjeksiyonlu kalıplama işlemi ile üretildi. Çekme mukavemeti, eğilme mukavemeti ve modülü UTM ile test edildi. İşlenmemiş ve işlenmiş BSF ile güçlendirilmiş PLA kompozitlerinin, işlenmemiş PLA'ya kıyasla morfolojik analizi, BSF ve PLA arasındaki arayüzey yapışmasının varlığını incelemek için SEM kullanıldı. Elde edilen veriler, BSF'nin daha iyi ıslanabilirlik ve bağlanma nedeniyle PLA matrisinin hareketini kısıtladığını ortaya koymuştur. (Asaithambi, Ganesan, & Kumar, 2014).

Akonda ve arkadaşlarının Keten/Polilaktik Asit biyokompozitlerlerin fiziksel-mekanik, ısıl ve biyodegradasyon performansının incelediği makalede, tamamen biyolojik olarak çözünebilen keten/polilaktik asit (PLA) termoplastik kompozitler, rastgele (dokunmamış) ve hizalanmış (tek yönlü iplik) keten lifi kullanılarak takviye olarak (hacimce % 39 keten) ve matris halinde Polilaktik asit (PLA) kullanılarak üretilmiş ve sonuçlar, hizalanmış keten liflerinin, kompozit içindeki lif uzunluğu boyunca eksenel olarak eşit bir şekilde dağılması nedeniyle daha büyük bir takviye edici etkiye sahip olduğunu ortaya koymuştur. Ayrıca hem kompozit bileşenlerin, hem de fiber ve matrisin, kompost toprağına (kompostlama işleminden sonra hazır toprak) gömüldüğü takdirde, yeni kompozit yapıların belirgin bir avantajı olan, bozunabileceği bulunmuştur. 120 günlük

bozunma testinden sonra, hizalanmış keten/PLA kompozit %19 kütle, kalıntı eğilme dayanımı ve modülün sırasıyla %57 ve %50 azalırken, rastgele mat kompozitler %27 kütle, kalıntı eğilme dayanımı ve Modül aynı dönemde %80 oranında azalmış olduğu tespit edilmiştir (Akonda, Alimuzzaman & Rahman, 2018).

Matykiewicz ve arkadaşları çalışmalarında, kalıplama sıcaklığının bazalt takviyeli polilaktikasit (PLA) kompozitlerin termomekanik özellikleri üzerindeki etkisini incelemek amacı ile yapmışlardır. Kompozitlerin termomekanik özellikleri, dinamik mekanik termal analiz (DMTA), diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC), termogravimetrik analiz (TGA), statik çekme testi ve çekme dayanımı dayanımı testi sırasında belirlenmiştir. Bazalt elyafının polilaktikasit matris içine dahil edilmesi, çevre dostu kompozit malzemelerin iyi mekanik özelliklere sahip olmasını sağlamıştır. Farklı sıcaklık ayarlarında (170 °C, 180 °C, 190 °C ve 200 °C) gerçekleştirilen kompozit üretim işlemi, uygun mekanik özellikler ve spesifik yapı ile karakterize edilen kompozit malzemelerin gelişmesine yol açmıştır. Termal, termo-mekanik ve mekanik analizler, farklı sıkıştırma kalıplama sıcaklıklarının uygulanmasından kaynaklanan sınırlama işlemlerini tanımlamaya olanak sağlamıştır. En yüksek sıcaklıkta (200 °C) preslenen kompozitler için en iyi termomekanik özellikler kaydedilmiştir (Matykiewicz, Barczewskim & Pucala 2018).

2.4. Doğal Lif Takviyeli Kompozitlere Uygulanan Testler

Yang ve arkadaşları çalışmalarında, doğal liflerin ve bunların takviyeli kompozitlerin ses emme özelliklerini incelemeyi amaçlamıştır. Üç tür doğal lifin, yani, rami, keten ve jüt liflerinin ve bunların kompozitlerinin ses emme katsayıları, empedans tüpünde iki mikrofon transfer fonksiyonu tekniği ile ölçülmüştür. Sonuçlar sentetik liflerle karşılaştırılmış ve hem doğal liflerin hem de bileşiklerinin, gürültü azaltma kabiliyetinin üstün olduğu bulunmuştur. Doğal liflerin çok ölçekli ve oyuk lümen yapıları, yüksek ses emilim performansına katkıda bulunmuştur. Ayrıca, bu doğal liflerin ses emme özellikleri de Delany-Bazley ve Garai-Pompoli modelleri ile hesaplanmıştır. Çok fonksiyonlu kompozit malzemelerin yapılabileceği sonucuna varılmıştır (Yang & Li, 2012).

Rahamat araştırmasında, çevre dostu yeşil/biyo-kompozitler, kenevir lifinden ve selüloz ester biyobozunur plastikten Sıkıştırma kalıplama (işlem I) ve ekstrüzyon yoluyla toz emdirme ve ardından enjeksiyon kalıplama (işlem II) üretilmiştir. Selüloz esteri, ör.

ağırlıkça %30 sitrat plastikleştirici (CAP) ile plastikleştirilmiş selüloz asetat (CA), biyo-bileşik imalat için matris polimer olarak kullanılmıştır. İşlem II'de deneyimlenen kesme kuvvetleri nedeniyle yapılan karıştırma, işlem I kullanılarak yapılan muadillerine göre üstün mukavemetli biyo-kompozitler üretilmiştir. İşlem I kullanılarak yapılan muadillerine göre üstün mukavemetli biyo-bileşikler üretilmiştir. Bahsedilen biyo-kompozitin termal genleşme katsayısı, CAP polimerinden %60 azalırken, ısı sapma sıcaklığı, biyo-plastiğe kıyasla %30 artarken, biyo-kompozitin üstün termal davranışını göstermiştir. Plastikleştirilmiş selüloz asetatın, selüloz esterin doğal elyaf ile daha iyi etkileşimi nedeniyle kenevir lifi (HF) takviyeleri için polipropilene (PP) göre çok daha iyi matris olduğu kanıtlanmıştır. Biyokompozitlerin gerilme modülünün deneysel bulguları karışım kuralı kullanılarak teorik modül ile karşılaştırılmıştır. Fiber-matris yapışma çevresel taramalı elektron mikroskobu ile değerlendirilmiştir (Rahamat, 2013).

Elammaran Jayamani, doktora tezinde, akustik malzeme bileşeni için uygulanacak beş tip lignoselülozik elyaf takviyeli polimer matris kompoziti incelemektedir. Çalışmada, polipropilen (PP), poli laktik asit (PLA) ve zein içeren üç termoplastik bağlayıcı kullanılmıştır. Kullanılan iki termoset bağlayıcı epoksi ve doymamış polyesterdir. Beş lignoselülozik elyaf, Çeltik samanı, luffa, sisal, hurma yağı boş meyve demeti ve fındık içerir. Kullanılan liflerin ağırlık yüzdesi %5 ila ağırlık olarak %30 arasındadır. Termoplastik kompozitler için numunelerin hazırlanmasında sıcak sıkıştırma kalıbı kullanılmıştır. Soğuk sıkıştırma işlemi termoset bağlayıcılar için numunenin hazırlanması sağlanmıştır. Lifler ve matris arasındaki ara yüzey yapışmasını arttırmak için doğal lifler üzerinde kimyasal ve fiziksel yüzey modifikasyonlar yapılmıştır. Doğal liflerin hidrofilik özelliklerini değiştirmek için sodyum hidroksit ve ısıl işlem kullanılmıştır. Bunun etkileri kompozitlerin ses emiliminde, mekanik ve dielektrik özelliklerinde yüzey modifikasyonu ölçülmüştür. Liflerin ve takviyeli kompozitlerin yüzey işlemlerinden önce ve sonra yapısal ve termal ayrışması, fiber morfolojisi analizi elektron mikroskobu (SEM)), Fourier dönüşümü spektroskopisi (FTIR) analizi ve termo-gravimetrik analiz (TGA) ile incelenmiştir. Genel olarak test edilen tüm kompozitler için, muamele edilmiş liflerden yapılan kompozitler işlenmemiş lif takviyeli kompozitlerden daha yüksek ses emme katsayılarına sahip olduğu görülmüştür. Lif içeriğindeki artış, genellikle belirli frekanslarda istisnalar dışında, daha yüksek ses emme katsayılarına neden olmaktadır. Test edilen bu kompozitlerde, çeltik samanı / PP kompozitlerin ses emme katsayıları en

yüksek değerde bulunmuştur. Genel olarak test edilen tüm kompozitler için, dielektrik sabiti, dağılım faktörü ve kompozitlerin kayıp faktörü, tüm aralık boyunca lif içeriği ile artmış olduğu tespit edilmiştir (Jayamani, 2015).

Hasina ve arkadaşları çalışmalarında doğal lif takviyeli kompozitlerin akustik emilim özelliklerinin incelediği derleme yapmışlardır. Doğal lifler çevresel etkileri az, kapsamlı kullanılabilirlik özellikleri olmasına rağmen endüstriyel amaçlı kullanımlar için elverişli değildir. Kalın çaplı olmaları, içlerinde nem tutmaları, az miktarda mantar içermeleri, sentetik kompozitlere göre dezavantajlarıdır. Bu eksikliklerinin giderilmesi için taze doğal liflerin kullanılması gerekmektedir. Bununla birlikte doğal elyafta ön işlemler sonucu nem içeriğinin azalması akustik emme performanslarını azaltmaktadır. Kompozit malzemelere nem çekme özelliği olan granüller eklenmesi iyileştirilmesi için önemlidir. Bu derleme doğal kompozitlere taneli malzemelerin ilave edilmesi ile akustik emilim davranışlarının incelenmesi amaçlanmıştır. Liflerin ve tanelerin kompozit içerisindeki durumları düşük frekanslı akustik absorpsiyonun arttırılması için önemli olduğunu ifade etmektedirler (Hasina, Hosseini, Fouladi, Atabi & Namasivayam., 2016).

AbdulRaheem çalışmasında, Hindistan cevizi kabuğu (CS) partiküllü epoksi kompozitlerin mekanik davranışı, modern uygulamalar için tasarım malzemeleri oluşturma hedefine yoğunlaşmıştır. Çeşitli takviye oranlarında (ağırlıkça %5, 10, 15, 20 ve 25) epoksi ve kompozit malzemeler elle döşenmeli kalıplama yöntemi ile hazırlanmıştır. Elde edilen termal iletkenlik kompozitleri 0.1005 W⁄m.C°, saf epoksi ve ev yapıları için kullanılan genel malzemelerden daha düşük çıkmıştır. Mekanik özellikler, (Epoxy +%25 CS) kompozit malzemeler maksimum (76.6) D shore sertliğine sahiptir, 33.42 MPa'nın nihai gerilme mukavemeti (Epoxy + %25 CS) kırılma esnasındaki dolgu maddesi konsantrasyonunda %1,50 ilavesi ile elde edilen (Epoxy + %25 CS) diğer kompozitlerden daha düşük olduğu tespit edilmiştir (AbdulRaheem,2018).

2.5. Kullanım Alanları

Parameswaran ve arkadaşları çalışmalarında, çeltik sapları ile biyoetanol üretimi için mevcut teknolojileri incelemiştir. Çeltik sapları, biyoetanol üretimi için cazip bir linyoselülozik malzeme olup, en bol yenilenebilir kaynaklardan biridir. Fermente edilebilir şekerlere kolaylıkla hidrolizlenebilen yüksek selüloz ve hemiselüloz içeriği gibi çeşitli özelliklere sahiptir. Ancak, çeltik samanını etanole dönüştürme sürecinde çeşitli

zorluklar ve kısıtlamalar bulunmaktadır. Yüksek kül ve silika içeriğinin varlığı çeltik saman içinde etanol üretimi için daha düşük bir hammadde yapar. Çeltik samanından biyoetanol üretimi için teknolojinin geliştirilmesindeki en büyük zorluklardan biri, uygun bir ön-muamele tekniğinin seçilmesidir. Ön muamele yöntemlerinin seçimi enzimatik etkinliği arttırmada önemli bir rol oynamaktadır. Böylece tüm süreç ekonomik açıdan uygulanabilir hale getirilmektedir (Parameswaran, Raveendran, Singhania, Surender, Lalitha, Nagalakshmi, Kurien, Sukumaran & Pandey 2010).

BÖLÜM 3

MATERYAL VE METOD

3.1. Ön İşlem Kimyasalları

3.1.1. Bioprep 3000L Enzim ve Özellikleri

Atık çeltik saplarının ön işlem uygulaması için yüzey modifikasyonunda kullanmak amacı ile pektin enzimi kullanılmıştır. Çeltik sapında bulunan pektin maddesini parçalamak ve bu sayede daha hidrofob, daha yumuşak lif eldesi amaçlanmıştır. Modifiye edilmiş pektinaz enzimidir. Kahverengi renktedir, pH 7 ve su ile çözünür.

Kullanımı

- Bioprep 3000 L pamuktan yapılmış olan iplik ve kumaşların pişirme işlemi için kullanılan pektinaz enzimidir.

- Bioprep 3000 L selüloz elyafına ve çevreye zarar vermeyen bir enzim tipidir.

- Alkali pişirme işlemleri ile kumaşta ağırlık kaybı fazladır. Bioprep 3000 L ile yapılan çalışmalarda en aza inmektedir.

- Bioprep 3000 L ile işlem sonrasında ürünler daha koyu tonlarda boyanmaktadır.

- Bioprep 3000 L ile su, boyarmadde, enerji ve zamandan tasarruf sağlanarak kalite arttırılmaktadır.

- Bioprep 3000 L mamullere yumuşak bir tuşe kazandırır.

Uygulama alanları: Bioprep 3000 L; Overflow-, Jet-, Jigger-, J. Box, Pad-Steam

Kontünü kasar, Pad-Roll kasar, Bobin boya ve iplik boyama makinalarında kolaylıkla kullanılabilir. Bioprep 3000 L pH aralığı 8- 9,5'dur. Önerilen pH 8,2, Sıcaklık 55 ^{0}C ve 30 dakikalık süre uygulamalar ile elde edilir. Bioprep 3000 L ile 100 kg pamuklu mallara 0,05 % Bioprep 3000 L kullanmak yeterlidir. Banyo oranı 1: 10 olan çektirme sistemlerde 0,05 gr/l Bioprep 3000 L yeterli olmaktadır. Ambalaj Şekli: Bioprep 3000 L, 60 kg plastik bidonlarda bulunmaktadır. Depolanma Koşulları: 20 ^{0}C'de bir sene aktivitesini korur. Güneşten, sıcaktan korunmalı, serin yerde tutulmalıdır. (www.alfakimya.com , 2018).

3.1.2. Sudkostik (NaOH) ve Özellikleri

Sodyum Hidroksit, diğer adıyla Sudkostik, şeffaf renkte bir maddedir. Suda çözünür ve yumuşak, kaygan ve sabun hissi veren bir çözelti meydana getirir. Kokusuz, sıvı veya katı formda bulunur. Çeltik saplarındaki lignini ayırmak, selülozik maddeyi şişirmek ve ıslanabilirliği arttırmak için kullanılan bir tekstil yardımcı maddesidir.

Kimyasal Adı: Sodyum Hidroksit, Kostik

Kimyasal Formülü: NaOH

Molekül Ağırlığı: 39,9771 g/mol

Erime Noktası: 318 ^{0}C

Kaynama Noktası: 1388 ^{0}C

Yoğunluğu: 2,13 g/cm^3

Ambalaj şekli: Bidon, BRP Kimya.



Şekil 3.1. Sıvı Kostik

3.1.3. Noniyonik Islatıcı ve Özellikleri

Noniyonik ıslatıcılar, ıslatma için en uygun alkil fenol etilenoksit kondensasyon yapısındadır. Bu tip ıslatıcılar suda ve yağlarda çözülebilir. Nonifenoletilenoksit kondensatı ve yağ alkol etilen alkol kondensatları noniyonik ıslatıcılardır.

Ürün Özellikleri: Tekstil ürününün havasını alarak banyo ile hızla ıslanmasını sağlar. Fularda, çektirme ve püskürtme ile kullanılmaya uygundur. Malların kısa sürede banyo ile ıslanıp batmalarına yardımcı olur. Köpüksüzdür. Solvent ihtiva etmez. Yüksek konsantasyonlu bir üründür.

Kimyasal Yapısı: Organik hidrosil bileşiği

Görünüş: Renksiz sıvı

Ph: 5-7

İyonik yapısı: nanyonik

Çözünme: Soğuk suda kolayca çözünür

Depolama: Orijinal ambalajında 12 ay donmaya karşı korunmalıdır.

Uygulama: Hava aldırıcı ve ıslatıcı olarak 0,3-1,0 gr/L arası, diğer yıkama kimyasalları ile birlikte kullanılır.

Ambalaj şekli: Bidon

Firma: BRP Kimya

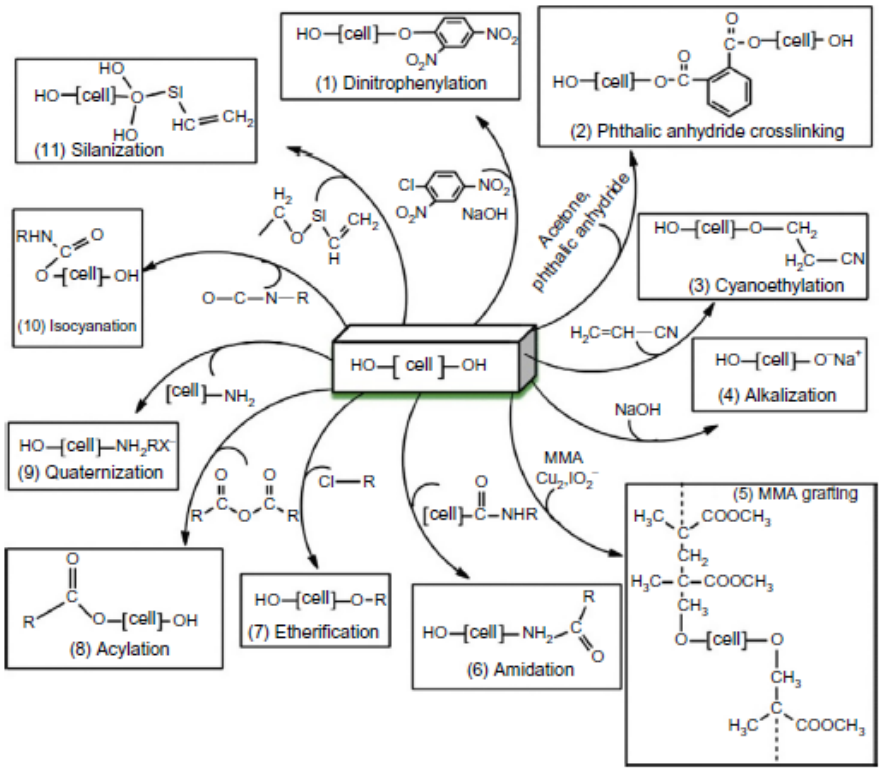
3.2. Kullanılan Çeltik Lifleri Takviyesi

Bu çalışmada Edirne, Türkiye'de tarlalardan toplanan çeltik atıkları kullanılmıştır. Çeltik sapları %20 NaOH, %2 Bioprep 3000L enzim ve %2 ıslatıcı kullanılarak oda sıcaklığında 10 gün süre ile bekletilerek ön işlem uygulanmıştır (Mojsov, 2012; Foulk, 2008; Akin, 2007; Akin, 2013). Numunelere, daha sonra pH dengelemek için yıkama ve yumuşatma işlemi yapılmıştır. 24 saat oda sıcaklığında kuruması için bekletilmiştir (Ray, 2017; Gurunathan, Mohanty & Nayak, 2015)



Şekil 3.2. a- Gerdirilmiş çeltik sapları b- Enzimatik işlem ve 10 gün bekletme

Çeltik liflerinin varlığı nedeniyle oldukça hidrofilik yüzey özellikleri vardır. Çok sayıda hidroksil grubu ve sadece kimyasallarla iyi etkileşime sahip olabilir. Hidrojen bağlarının oluşturulması yoluyla fenolik veya poliüretan gibi hidrofilik reçineler kullanılabilir. Fakat hidrofobik reçinelerle ara yüzdeki elyaf/matris uyumluluğu önemli bir sorundur. Elyaf ıslanabilirliği zayıftır ve bu da ara yüzey kusurlarına neden olur. Kompozitlerdeki gerilme konsantratörleri ve arıza noktaları gibi davranır. Bu nedenle, elyafın ıslanabilme kabiliyetini ve ara yüzeylere yapışmayı arttırma yöntemleri kesinlikle biyolojik bileşiklerin performansını artırmak için gereklidir. Cam elyafı için, standart silan birleştirici ajanlar, farklı polimer matrisleri ile ara yüzey uyumluluğu kazandıran fiber üreticileri tarafından uygulanmaktadır. Fakat bitki lifleri için, endüstriyel ölçekte kullanılabilen bu tür birleştirme ajanları veya yüzey işleme yöntemleri henüz tanımlanmamıştır. Çeşitli fiziksel ve kimyasal yolları kullanarak biyo-kompozitlerde elyaf/matris arayüzey yapışmasını çeşitli yüzey modifikasyon yöntemleri akademik çalışmalarda incelenmiş fakat endüstriyel ölçek için uygulanabilirlikleri henüz bilinmemektedir (Şekil 3.3.) Piyasada bulunan bitki lif takviyeleri genellikle yüzeylerinde herhangi bir kaplin ajanı içermez. Bu nedenle alkali+ enzim ön işlem bu çalışmada uygulanmıştır.



Şekil 3.3. Bitkisel liflere uygulanan kimyasal yüzey modifikasyon işlemlerinin kimyasal formülleri



Şekil 3.4. a- Yıkama işlemi b- Kurutma

Şekil 3.5'de enzim, kostik ve ıslatıcı ile ön işlem yapılan çeltik sapı bitkisi ev tipi yıkama + yumuşatıcı yapılmıştır. Oda sıcaklığında kurutulmuştur. Üzerinde %10 nem bırakılmıştır.

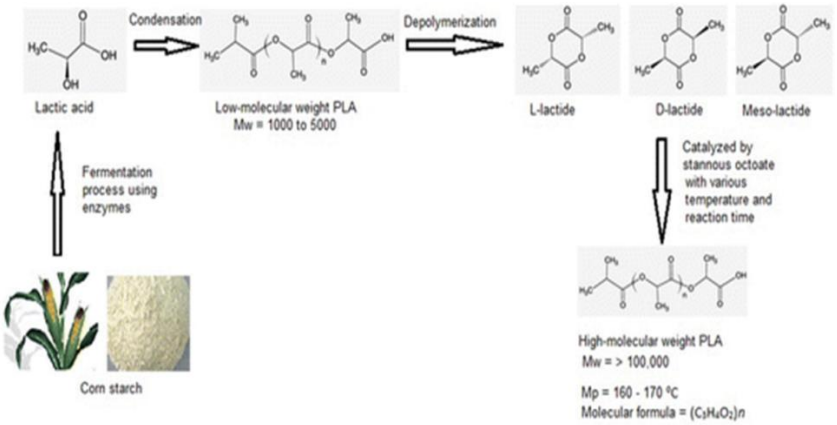


Şekil 3.5. Mestan Laboratuvar tipi tarak makinesi ve tarak bandı

Çalışmada çeltik lifleri 4-5 cm ştapel uzunluğunda kesilerek Mestan marka numune tarak makinesinde 9/1 oranında pamukla karıştırılarak tarak bandı elde edilmiştir.

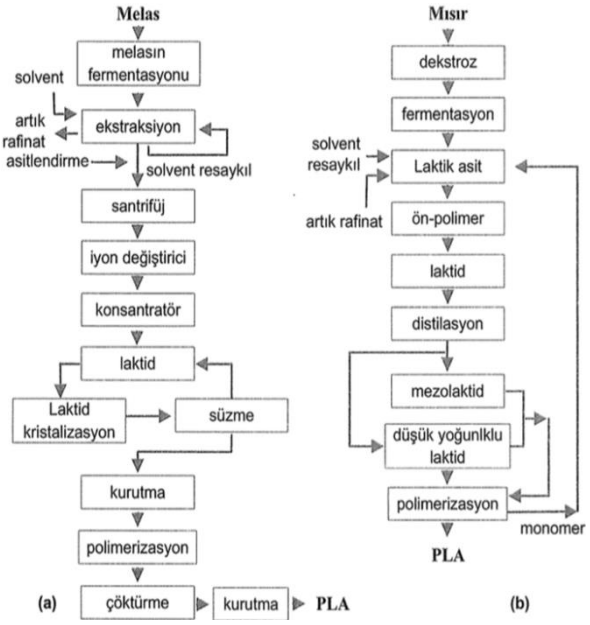
3.3. PLA (Poli Laktik Asit) Matris Malzeme

Geleneksel olarak kullanılan plastik hammaddeler, doğada binlerce yıl bozulmadan kalırlar ve mikropların olmadığı ortamlarda oldukça kararlıdırlar. PLA sürtünme direnci, darbe dayanıklılığı ve ısı dayanıklılığı ile PP, PS gibi hammaddelerin alternatifi olup aynı zaman da biyolojik olarak parçalanabilme özelliğine sahiptir.



Şekil 3.6. PLA kimyasal formülü ve çeşitleri (Ağırgan &Taşkın, 2019)

PLA, şeker pancarı, mısır gibi bitkilerden elde edilmektedir. Bu çalışmada, biyo kompozit üretiminde matris malzeme olarak PLLA 101 LX 175 numaralı standart bir PLA kullanılmıştır. Cips formundaki polimer madde 400 gr. ağırlığında tartılarak 4 mm kalınlığında sıcak pres kullanılarak tabaka basılmıştır.



Şekil 3.7. Mısır ve şeker pancarından PLA polimeri üretim prosesi (Ağırgan &Taşkın, 2019)

Fiziksel Özellikler: Yüksek viskozitelidir, şekilsizdir, şeffaf reçine, film ekstrüzyonu için uygun, termoform veya lif eğirme için uygundur. Yoğunluk 1.24, optik saflık %96, Erime sıcaklığı (Tm) 155 ^{0}C, Cam geçiş sıcaklığı (Tg) 55 ^{0}C.

Mekanik Özellikler: Gerilim Modülü 3500 MPa

Gerilme Direnci 45 MPa

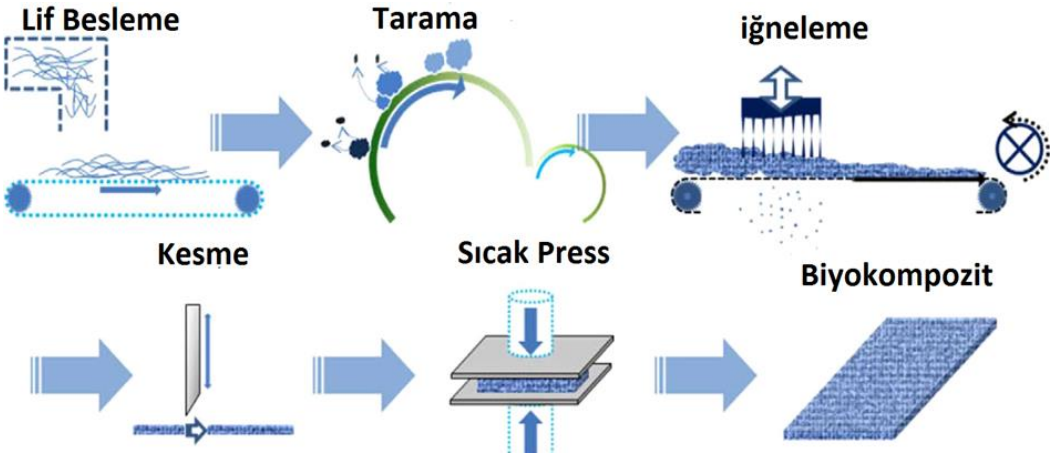
Kopma Uzaması %5



Şekil 3.8. PLA (Polilaktik asit) granül (www.kumrukimya.com, 2018)

3.4. Biokompozitin Üretilmesi

Çeltik atıklarının enzimatik ön işlemden sonra tarama ve iğneleme aşamalarından geçirilerek, elde edilen nonwoven tülbent kompozit üretiminde takviye malzemesi olarak kullanılmıştır.



Şekil 3.9. Lif Takviyeli Biyokompozit Üretimi İşlem Akışı

Şekil 3.9'de Lif takviyeli biyokompozitin üretim işlem akışı verilmiştir. Tarak makinesine beslenen ön işlemden geçmiş çeltik lifleri 9/1 oranında pamukla karıştırılarak tarak makinesinde tarak bandı elde edilmiştir. Daha sonra iğneleme işleminden geçirilerek keçe kumaş elde edilmiştir. Bu kumaş takviye olarak kullanılarak sıcak press ile RS/PLA kompozit malzeme üretilmiştir.

3.4.1. PLA Tabaka Üretimi:

PLA tabaka, Marmara Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Tekstil Mühendisliği bölümü Kompozit Malzeme Atölyesinde bulunan Hürsan sıcak pres makinesinde üretilmiştir.



Şekil 3.10. Sıcak Pres makinesi

Makinenin işlem sıcaklığı olan 190 ^{0}C'ye çıkması 20 dakika sürmüştür. Bu sıcaklığa ulaştığında 450 gram granül halindeki PLA 30x30 ebadındaki çelik kalıba konularak üstü saçla kapatılıp, presin tablaları arasına konmuştur. 97 bar basınç altında sıkıştırılarak işlem sıcaklığında 10 dakika preslenmiştir. Makinenin alt ve üst tablalarına bağlı olan içerisinden şebeke suyu geçen borular vasıtası ile 20-25 dakika 55 ^{0}C'e soğutularak PLA'nın katılaşması sağlanmıştır. Elde edilen PLA tabaka 30x30 cm genişliğinde ve 4 mm inceliğindedir. Bir tabaka PLA üretme işlemi toplamda 50-60 dakika sürmüştür.



Şekil 3.11. Çelik kalıp içinde Granül PLA ve basılmış plaka hali

Şekil 3.11.'de Çelik kalıplara konan granül PLA ve sıcak press sonrasında basılmış plaka görülmektedir.

3.4.2.Tek Katlı Kompozit Malzeme Üretimi:

Takviye olarak çeltik atıklarından üretilmiş nonwoven tülbent 2 PLA plakanın arasına yerleştirilerek çelik kalıp içerisine konmuştur. 190 ^{0}C'de 90 bar basınçta 10 dakika preslenerek tek katlı kompozit malzeme üretilmiştir.



Şekil 3.12. Nonwoven tülbent ve PLA tabaka

3.4.3. İki Katlı Kompozit Malzeme Üretimi:

PLA/Takviye/PLA/Takviye/PLA sıralamasında olacak şekilde çeltik liflerinden üretilmiş nonwoven takviye ve 1.5 mm inceliğinde PLA plakalar üst üste konularak sıcak pres makinesinde 190 ^{0}C'de 90 bar basınçta 10 dakika preslenerek iki katlı kompozit malzeme üretilmiştir. İşlem süresi; 20 dak. Makinenin ısınması, 10 dak. Pres ve 20-25 dak. soğutma şeklinde toplamda 50-55 dak.sürmüştür.



Şekil 3.13. İki katlı Kompozit malzeme

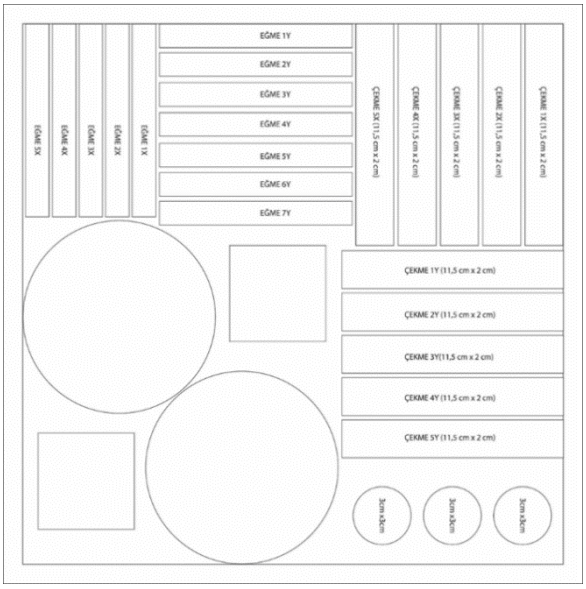
3.5. Kesim İşlemi

Üretilen biyokompozit malzemeler su jetli kesim makinesi ile uygulanacak testler için gerekli standartlara göre çeşitli ebatlarda kesilmiştir.

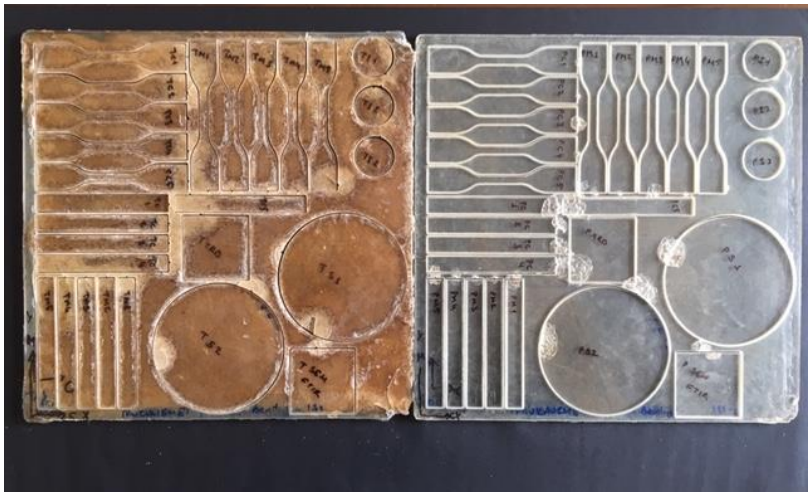


Şekil 3.14 Su Jeti Kesim Makinesi

30x30 cm üretilen kompozit tabakalar aşağıda verilen kesim planına göre kesilmiş ve testlerde numune olarak kullanılmıştır. 3 cm çapında, 10 cm çapında, 5 cm kare şeklinde Ses, Isı, SEM, FTIR, XRD, çekme ve eğme test numuneleri elde edilmiştir.



Şekil 3.15. Kesim Planı



Şekil.3.16. Kesilmiş numuneler

3.6. Uygulanan Testler

3.6.1. SEM ile Yüzey Morfolojisinin İncelenmesi

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), katı malzemelerin yüzeyinde sinyaller üretmek için yüksek enerjili elektronlardan odaklanmış bir kiriş demeti kullanır. Elektron-malzeme etkileşimlerinden elde edilen sinyaller, kimyasal bileşim, dış morfoloji ve kristal yapı ve yönlenme olmak üzere malzeme hakkında bilgi verir.



Şekil 3.17. JEOL SEM –EDX cihazı (https://merkezlab.trakya.edu.tr/pages/Elektron-Mikroskobi)

Numune yüzeyinde seçilen bir alanı üzerinden veriler toplanır ve bu değerlerle mekansal varyasyonları gösteren 2 boyutlu bir görüntü elde edilir. EVO LS 10 model taramalı elektron mikroskobu dijitaltir ve bilgisayar kontrolü ile çalışmaktadır. SE ve BSE dedektör ile 37x- 1.000.000x arası çalışma aralığına sahiptir. SEM, numune üzerindeki seçilen noktasal yerleri analiz etme özelliğine sahiptir; kimyasal bileşimleri, kristal yapıyı ve kristal yönelimleri niteliksel veya yarı niceliksel olarak tanımlamaktadır.

3.6.2. FTIR Analizi

Molekül yapısının incelenmesinde spektroskopi yöntemi kullanılmıştır. Moleküler spektroskopi malzemenin elektromanyetik ışınımının etkilerini inceleyen bilim dalıdır. Elektromanyetik ışınımın frekansına ve molekülün enerjisine göre spektrum bölgeler belirlenmiştir. Uygulama bölgesi genel olarak 4000-20 cm^{-1} arasındaki bölge infrared spektroskopi ile değerlendirilmiştir. Titreşen enerji düzeylerinin değişmesiyle titreşim spektrumları oluşmuştur. Infrared bölgede bir titreşim bandının gözlenebilmesi için molekülün titreşimi sırasında elektriksel dipol momentinin değişmesi gerekmektedir.



Şekil 3.18. FTIR cihazı https://www.perkinelmer.com/product/spotlight-400-std-frontier-mir-tgs-na-l1860116

Araştırmada kullanılan Spotlight 400 Sisteminin özellikleri şunlardır:

Örnek alanlardan yüksek kaliteli spektral üretim ve görüntüler, 6.25, 25 veya 50 mikron piksel çözünürlükleri, İlgilenilen Bölge (ROI), bir kerede birden fazla partikül ve katmanın analizini kolaylaştırmaya yaramaktadır. Örneklerden mümkün olan en kısa sürede maksimum bilgi vermek için Frontier ™ sistemiyle genişletilmiş orta IR, IR yakın veya çift aralık FT-IR ile kullanılır. Spotlight 400 FT-IR Görüntüleme Sistemi, FT-IR mikroskopi talepleri karşılamak ve çok küçük numunelerden yüksek kaliteli spektrum ve FT-IR görüntüler üretmek için yapılandırılmıştır.

Özellikler:

Derinlik: 57 cm

Dedektör Tipi: MCT

Yükseklik: 47 cm

Çalışma Aralığı: 5- 40 °C

Dalga Boyu: 7800-600 cm^{-1}

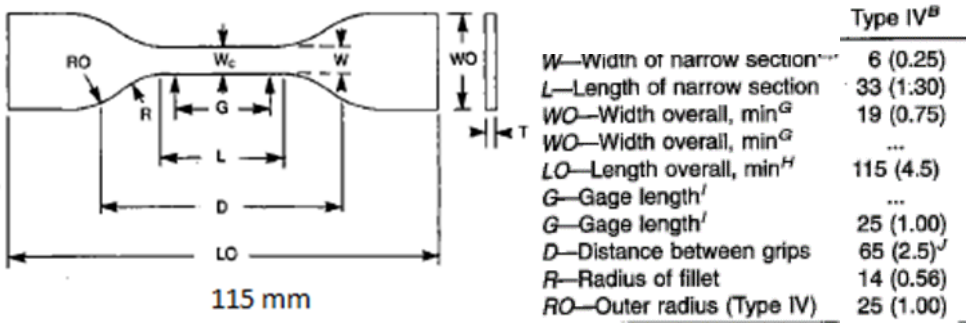
Dalga Boyu Aralığı: 7,800- 600 cm^{-1}

Ağırlık: 32 kg

Genişlik: 34 cm

3.6.3. Çekme Deneyi

Bu test yöntemi, önceden işleme tabi tutulmamış ve güçlendirilmiş plastiklerin gerilme özelliklerinin, önceden belirlenmiş ön işleme, sıcaklık, nem ve test makinesi hızı koşulları altında test edildiğinde standart dambıl şekilli test örnekleri formunda belirlenmesini kapsamaktadır. ASTM D 638 Plastiklerin Çekme Özellikleri standardına göre test edilebilecek ürünler arasında termosetler, termoplastikler ve fiber takviyeli plastikler bulunur. Test örnekleri sert, yarı sert, kalıplanmış veya ekstrüde edilmiş plastikler olmaktadır ve genellikle bir dambıl veya köpek kemiği şeklindedir.



	Type IV[B]
W—Width of narrow section[C,D]	6 (0.25)
L—Length of narrow section	33 (1.30)
WO—Width overall, min[G]	19 (0.75)
WO—Width overall, min[G]	...
LO—Length overall, min[H]	115 (4.5)
G—Gage length[I]	...
G—Gage length[I]	25 (1.00)
D—Distance between grips	65 (2.5)[J]
R—Radius of fillet	14 (0.56)
RO—Outer radius (Type IV)	25 (1.00)

Şekil 3.19. Çekme deneyi numunesi standardı



Şekil 3.20. Instron 4411 mukavemet test cihazı

Çekme deneyi, malzemelerin mekanik özelliklerini ve davranışlarının tespitinde kullanılan mekanik test yöntemidir. Çekme deneyi, standartlara göre hazırlanmış deney numunesinin tek eksen doğrultusunda yük verilerek belirli bir çekme hızında ve sabit sıcaklıkta, malzemenin kopuncaya kadar çekilerek yapılmıştır.

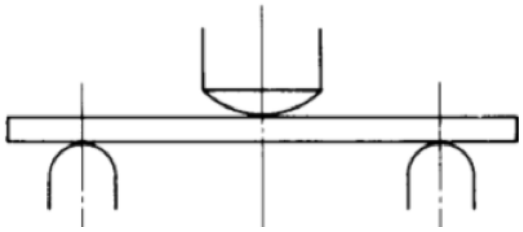
3.6.4. Üç Nokta Eğme Testi

ASTM D790, Takviyeli ve takviyesiz plastiklerin ve elektriksel yalıtım malzemelerinin eğilme özellikleri için standart test metodlarını içermektedir. Test yapılırken malzeme 2 noktadan sabitlenmiş ve ortasından bir noktadan numuneye kuvvet uygulanmıştır. Numunede kalıcı şekil değişiminin başladığı ya da numunenin kırıldığı kuvvet, eğilmeye

karşı gösterdiği direnci gösterir. Bu analiz sırasında malzemenin eğilme modülü de hesaplanır. Eğilme modülü malzemenin esnekliğinin göstergesidir. Malzeme ne kadar esnek olursa modül değeri o kadar düşer.



Şekil 3.21. Üç nokta eğme test cihazı http://www.dioki.com.tr/tr/laboratuvarimizda-sik-yapilan-analizler-ve-temel-prensipleri.html



Şekil 3.22. Üç nokta eğme testi şematik gösterimi (Taşdemir, 2018)

Eğilme gerilmesi (σ_f), deney parçasının orta noktasının dış yüzeyinde meydana gelen anma gerilmesidir.

$\boldsymbol{\sigma_f} = 3F/ 2bh^2$

F= Uygulanan kuvvet, N

L = Numunenin uzunluğu, mm

b= Numunenin genişliği, mm

h= Numunenin kalınlığı, mm

Kopma anındaki eğilme gerilmesi (σ_{fB}), numunenin kopma anındaki gerilmesidir.

3.6.5. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC)

Enerji farklarının ölçülmesi için DSCkullanılmıştır. Amaç bir malzemenin ısıtılması süresince karşılaştığı çeşitli değişikliklerin (camsı geçiş sıcaklığı, erime sıcaklığı, kristallenme ısısı gibi ısıl geçişler) bir termogramla izlenebilir hale gelmesidir.



Şekil 3.23. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC)

Diferansiyel Taramalı Kalorimetre Cihazı (DSC); malzeme ısıtılırken, soğutulurken veya sabit bir sıcaklıkta iken emilen veya açığa çıkan enerji miktarını ölçer. Bu yöntemde, referans ile numuneden alınan veya verilen ısı farkı sıcaklığa veya zamana bağlı olarak gösterilir. -65-600 ºC arasında çalışılmaktadır. DSC, DTA ile aynı ölçüm prensiplerini kullanır. Her ikisinde de numune ve referans bulunur. Güç telafisi yöntemi ile çalışan DSC de numune sıcaklığı ile referans sıcaklığı eşit tutulur. Eğer bir sıcaklık farkı bulunursa, sıcaklığı eşit tutmak için malzemeye uygulanan enerji (güç) miktarı değiştirilir. Bu sayede numunedeki faz değişimi sırasındaki ısı transferi miktarı bulunur. Katı numune miktarı minimum 10 mg. dır.; Cam geçiş sıcaklığı, erime, kristallenme sıcaklıkları ve entalpi tayinleri yapılır.

3.6.6. Termogravimetrik Analiz (TGA)

Termogravimetri, malzemelerde sıcaklığın veya zamanın bir fonksiyonu olarak meydana gelen ağırlık azalması ve/veya artmasının tespitinde kullanılmıştır.

Malzeme, sabit ısıtma hızında ısıtılır ve ağırlık kaybı sıcaklığın bir fonksiyonu olarak ölçülüp kaydedilir. Malzemenin ağırlığının değişmesine sebep olan reaksiyonlar; bozunma, yükseltgenme reaksiyonları veya bir bileşenin buharlaşmasıdır. Kütlenin zamana veya sıcaklığa bağlı çizilen grafiğine termogram denir ve kalitatif/ kantitatif analizlerinde kullanılır. Numunenin kütlesindeki değişim ve bu değişimin yayıldığı bölge numunenin termal kararlılığının göstergesidir.



Şekil 3.24. Perkin Elmer Pyris 1 Termogravimetrik Analiz Cihazı

TS ISO EN 11358-1 Polimerlerin Termogravimetrik Analizi (TGA)

Teknik Özellikler

- Sıcaklık Aralığı: Oda sıcaklığı- 950 ºC
- Çözünürlük: 1µg

- Atmosfer: Azot, Hava, Oksijen

Katı malzemelerin toz halinde olmaları tercih edilir. Numune ağırlığı, yaklaşık 15 mg. dır. Katı ve çözücülerde kütle kaybı ve bozulma sıcaklığı tayininde kullanılmaktadır.

(http://merlab.metu.edu.tr/tr/termogravimetrik-analiz-cihazi)

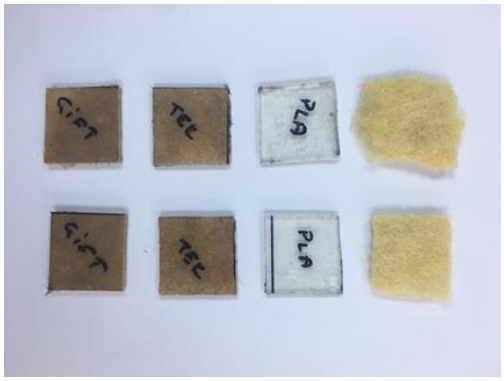
3.6.7. XRD (X Işını Difraksiyon) Metodu ile Kristalinite Ölçümü

X-Işını Kırınım yöntemi (XRD), her bir kristalin atomik dizilimlerine göre X-ışınları karakteristik bir düzen içerisinde kırması esasına dayanmaktadır. (http://merkezlab.comu.edu.tr/laboratuvarlarimiz/ileri-teknolojik-malzeme.html)



Şekil 3.25. XRD Cihazı

X-Işını Kırınım metodu, numuneyi tahrip etmeyen bir test metodudur ve çok az miktardaki numunelerin (sıvı, toz, kristal ve ince film halindeki) analizleri yapılmaktadır. X-Işını Kırınım cihazıyla kristalin malzemelerin, ince filmlerin ve polimerlerin nitel ve nicel incelemeleri yapılmaktadır.



Şekil 3.26. XRD Test numuneleri (5x5 cm)

3.6.8 Ses Yutum ve Akustik Testi

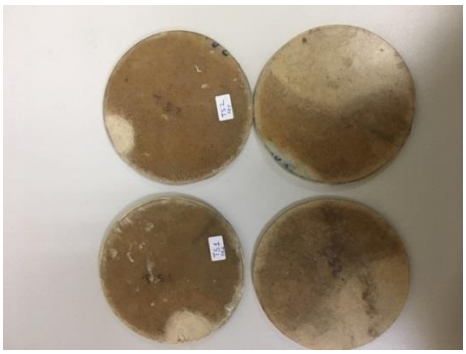
Ses enerjisini absorbe eden lifli malzemelerin mekanizması temel olarak üç fiziksel işlemi içerir. Birincisi ses dalgası liflere iletildiğinde, lif çerçevesi ile çok sayıda hava boşluğu arasındaki viskoz etki ses enerjisinin bir kısmını zayıflatıp ısıya dönüştürür. İkinci olarak farklı lifler arasındaki sıcaklık farklılığından dolayı ısı transferi gerçekleşir ve bu işlem ses enerjisini daha da dağıtacaktır. Son olarak dökme malzemelerdeki havanın titreşimi de liflerin titreşimine yol açacaktır. (Allard & Atalla, 2009) Doğal lifler, birbirine bağlı birçok açık hava boşluğunu içeren gözenekli lif malzemeleridir ve bu hava verimini, ses enerjisi emiliminin ana katkı maddeleri olabilir. Ses dalgası, hücre boşlukları ve hava akımı arasındaki sürtünme etkisinin ses enerjisini ısıya dönüştüğü hava boşluklarında ve doğal liflerin lümeninde titreşimle yayılabilir. Böylece benzersiz lümen yapısı, cam ve karbon elyafa kıyasla üstün ses emme yeteneği sağlamıştır. Titreşim daha fazla ses enerjisinin kesilmesine neden olmaktadır.

TS EN ISO 10534-2 Standardına göre 10 cm ve 3 cm ebadında 2 adet numune ile gerçekleştirilmiştir. Cihazda kullanılan analizörler komutlar yardımıyla ses üretirler. Anfi ise sesi belirli oranlarda yükseltmektedir. İlk olarak numunelerimiz belirtilen boyutlarda yuvarlak olarak kesilmiştir ve cihaza yerleştirilmiştir.



Şekil 3.27. Ses yutum katsayısı ölçümü test cihazı

Cihaza yerleştirilen her bir kompozit malzemeden kesilen numuneler Şekil 3.28'de gösterilmektedir.



Şekil 3.28. 10 cm çapında su jeti ile kesilmiş numuneler

Cihaz açıldıktan sonra ilk olarak cihazın mikrofonları kalibre edilmiştir. Mikrofonlar çevreden gelen sesleri kontrol etmektedir. Ölçümün doğru olarak gerçekleştirilmesi için iki mikrofonun yeri değiştirilmektedir. Büyük ve küçük olmak üzere iki adet tüp vardır. Aynı değiştirme işlemleri sırasıyla bu tüpler içinde yapılmaktadır. Bu iki tüpten eğriler elde edilir ki bu eğriler ses yutum katsayısı eğrileridir.

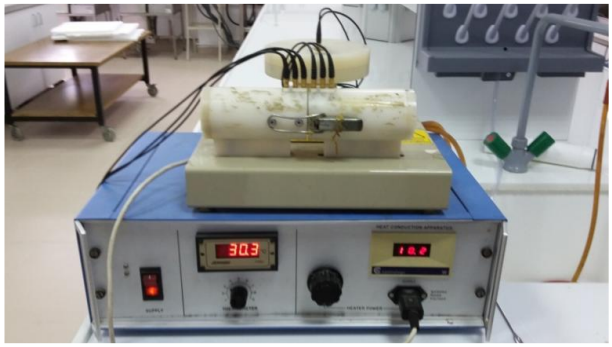
3.6.9. Isıl Direnç Testi

Isı yalıtımı ve ısı iletkenlik katsayıları ters orantılıdır. Bunun anlamı, düşük ısı iletkenlik katsayısına sahip olan malzemenin, ısı yalıtım uygulamaları için ideal olmasıdır. Ayrıca, malzemelerin kalınlığı ve ısı yalıtım katsayıları doğru orantılıdır. Başka bir deyişle, malzeme kalınlığındaki bir düşüş, ısı yalıtım katsayısının azalmasına neden olur. Çizelge 3.1'de bazı tekstil liflerinin ısı iletkenlik değerleri verilmiştir (Ağırgan, 2003).

Çizelge 3.1. Bazı liflerin ısı iletkenlik değerleri

Malzeme	Isı iletkenlik değeri (W/m. K)
Pamuk	0,07
Yün	0,05
PP	0,12
PE	0,24
PET	0,14
Su	0,6
Hava	0,02

Isı transfer testleri P.A HILTON LTD. H940 kondüksiyonla ısı iletim cihazında, ISO 5085-1 standardına göre gerçekleştirilmiştir. Testin uygulanmasında, her bir kumaş türüne ait 3 cm çapındaki numune ile 10 ölçüm yapılmıştır.



Şekil 3.29. P. A HILTON LTD. H940 Isı İletim Cihazı

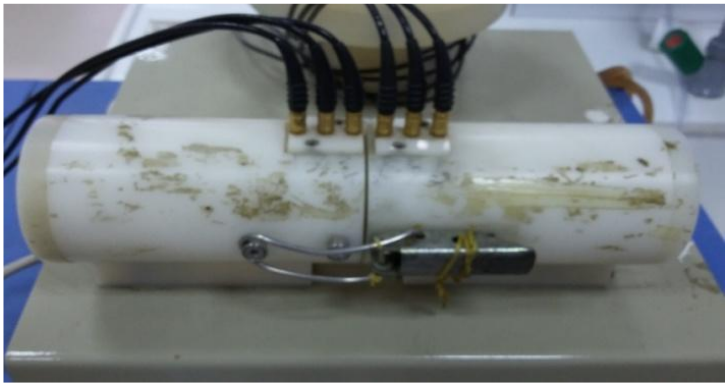
Ölçüm cihazı, numune olmadan çalıştırıldığında elde edilen değerler aşağıdaki gibidir:

T_1: Alt levha sıcaklığı

T_2: Deri sıcaklığı (30–34 °C)

T_3: Üst levha sıcaklığı

Ölçüm cihazı, kumaş numunesi ile birlikte çalıştırıldığında, yaklaşık olarak 1 saatlik süre sonunda elde edilen değerler ile ısı iletim katsayısı hesaplanmıştır. Numuneler sırasıyla cihazın çenekleri arasına yerleştirilmiştir. Çeneler arasına yerleştirilen numuneler Şekil 3.30'da gösterilmektedir.



Şekil 3.30. Çenekler arasına sıkıştırılan numuneler

Daha sonra her 10 dakikada bir ölçüm değerleri kontrol edilmiştir. Numunemizden elde edilen sıcaklık değerleri sabitleninceye kadar bu işlem devam etmiştir. Cihazımızdan her 10 dakikada bir sıcaklık değerleri T_3 ve T_4 sıcaklık olarak kaydedilmiştir. Bu elde edilen T_3 ve T_4 değerleri yardımıyla, ısı iletim katsayısı değerleri bulunmuştur.

$$K = \frac{\mathrm{Q.dX}}{\mathrm{A.\Delta T}}$$

K: Isı İletim katsayısı (W/m. K)

Q: x yönündeki ısı akışı (watt)

A: Isı akışının meydana geldiği alan (m)

ΔT: Sıcaklık farkı (K)

dX: Numunenin kalınlığı (m)

Isı iletimi cihazında doğrusal kondüksiyon modülü kullanılmıştır. Cihazın dijital ekranından ısı akış değeri (Q) watt biriminde tespit edilmiştir. Test numunelerinin kalınlığı, test bölgesinin alanı, sıcaklık farkı bulunarak formülde yerine konmuştur.

A= 0,000490874 m'dir. Yapılan işlem sonucunda K ısı iletim katsayısı W/m. K biriminde tespit edilmiştir (Ağırgan, 2003).

3.6.10. Dinamik Mekanik Analizi (DMA)

Dinamik Mekanik Analiz (DMA), dinamik yük etkisi altında ve farklı sıcaklık aralıklarında dayanım, şekil değiştirme ve rijitlik özelliklerindeki değişimlerin hesaplanmasında kullanılan yük-deformasyon eğrilerinin ölçülmesine olanak sağlayan analiz yöntemidir.



Şekil 3.31. DMA cihazı Perkin Elmer 8000

DMA numunelerin üzerine belirlenen bir frekansta azalan veya artan yük motoru kullanarak, numunelerin viskoelastik özelliklerini ölçer. Malzemelerin dinamik viskoelastik özellikleri, örneğin E' ve E'', gerilim ve gerinim dalga şekilleri üzerindeki σ_0, $\in_0$ ve δ değerlerinden hesaplanabilir. Özellikle polimer ve polimer matrisli kompozitlerin dinamik yük etkisi altında termomekanik özelliklerinin tespitinde kullanılan etkili bir yöntemdir. Malzemeye bir kuvvet uygulanması sonucunda, malzemenin bu kuvvete karşı verdiği tepkiyi analiz eder. Sinüsoidal gerilim altında malzemenin verdiği cevap, kendini elastik sınırlar içinde tutacak şekilde benzer bir uzama dalgası üretmek yönünde olur. İdeal elastik malzemeye uygulanan gerilimle oluşan deformasyon arasındaki faz farkı sıfır iken ideal viskoz davranışta gerilim ile deformasyon arasındaki faz farkı 90°'dir. Visko elastik malzemeler ise hem viskoz hem elastik özellik taşıdıklarından, salınımlı gerilime karşı deformasyondan ölçülen faz farkı 0 ile 90^0 arasındadır (Gültekin, 2006).
Depolama modülü (E'), malzemede depolanan deformasyon enerjisinin ölçütü ve elastik davranışı gösterir. Deformasyonun küçük olduğu durumlarda depolama (elastik) modül neredeyse Young modüle eşittir. Kayıp modülü (E''), malzemenin ısı biçiminde kaybettiği deformasyon enerjisidir ve viskoz karakterin göstergesidir. Faz açısı (tanδ), malzemede depolanan enerjinin malzeme tarafından dağıtılabilme özelliğidir ve kayıp modülün

depolama modülüne oranı olarak ifade edilir. Tan(δ) pikinin maksimum olduğu tepe noktasındaki sıcaklık değeri malzemenin camsı geçiş sıcaklığını (Tg) vermektedir.
DMA cihazı Perkin Elmer DMA 8000 modeli olup cihaza ait teknik özelliklere aşağıdaki bağlantıdan ulaşılabilir. http://www.perkinelmer.com/product/dma-8000-analyzer-qtz-window-ssti-clamp-n5330101

Cihaz Özellikleri:

Dinamik Aralık: 0 ila 600 Hz

Maksimum Sıcaklık: 400 °C

Minimum Sıcaklık: -190 °C

Numune Özellikleri

	Kalınlık	Uzunluk	Genişlik
Bükme	Maksimum 4mm	55-60 mm	Maksimum 14 mm
Çekme	0,1- 3 mm	35- 55 mm	Maksimum 10 mm

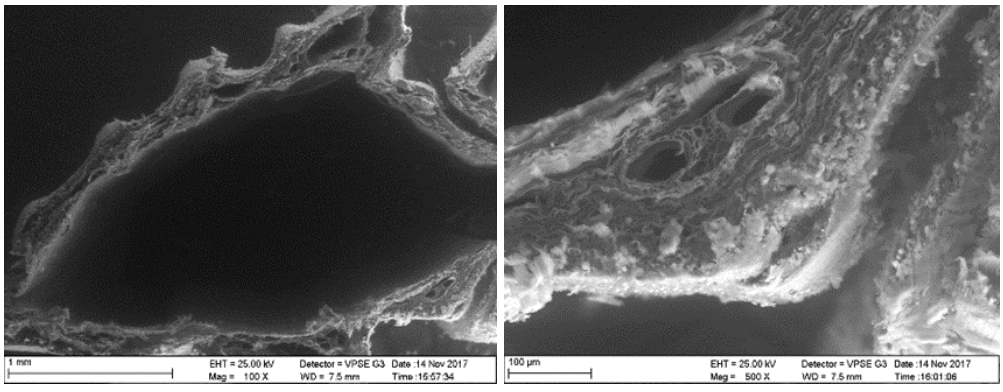
Uygulamalar: Camsı geçiş sıcaklığı

BÖLÜM 4.

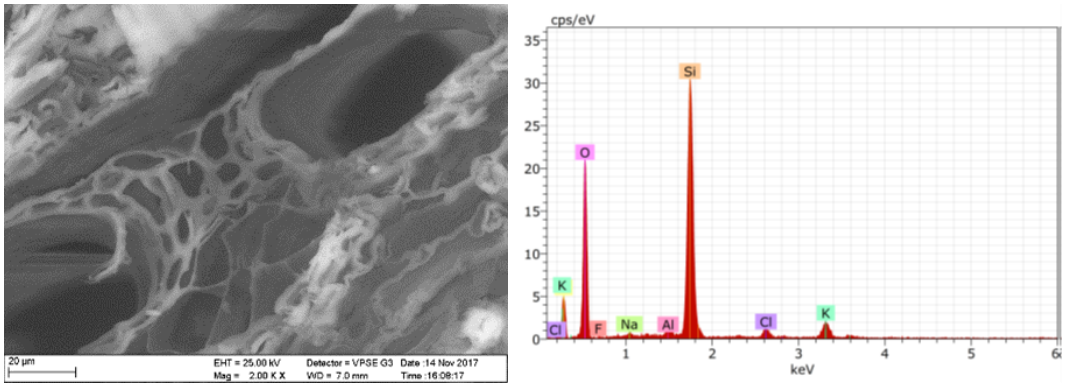
BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. SEM-EDX Sonuçları

Şekil 4.1'de alkali işlem görmemiş ham çeltik saplarının morfolojik yapısı görülmektedir. Çeltik sapları lignin, silika ve dış yüzeydeki diğer selülozik olmayan maddelerden oluşan bir katmana sahip, kalın bir hücre duvarı ve nispeten küçük bir lümeni olduğu görülmektedir. SEM görüntülerinde (a) İşlem görmemiş çeltik sapının kesiti, (b) ve (c) de ise lif demetlerinin yapısı gözlenmiştir (Reddy, 2006). (d) Enerji Dağılımlı X-ışını Spektroskopisi (EDX) te ise ham çeltik sapında bulunan maddelerin elementer analizi yapılmıştır. Bu sonuçlara göre yapısında %53 Oksijen, %24 Karbon, %18,45 Silisyum, %2,37 Potasyum, %1,37 Klor, %0,32 Alüminyum, %0,23 Sodyum, %0,14 Flor bulunmaktadır.



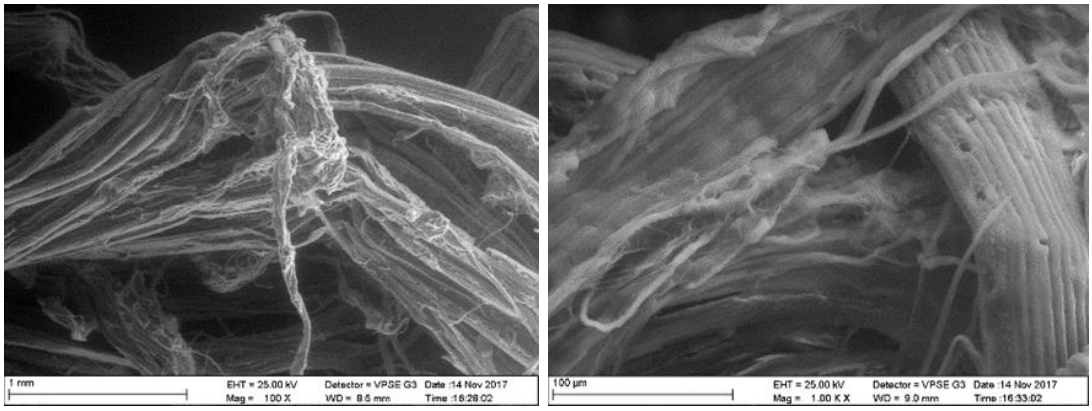
(a) **(b)**



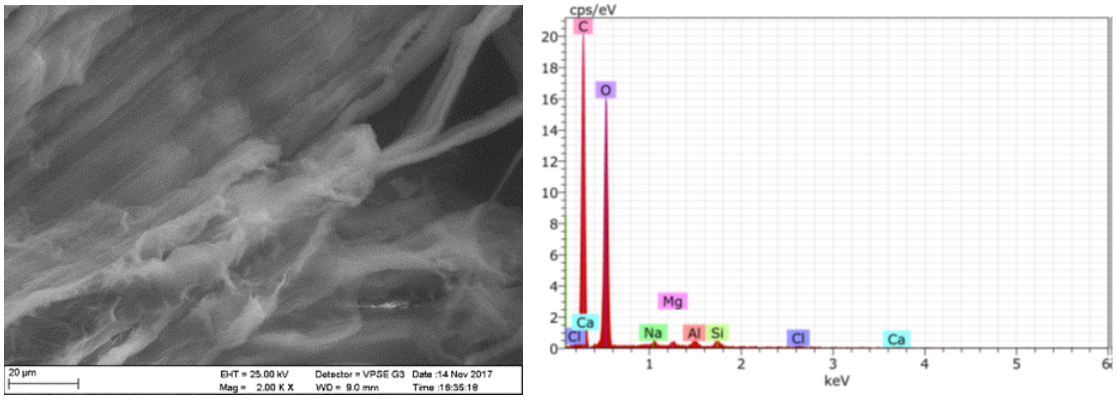
(c) **(d)**

Şekil 4.1. a) 100x Çeltik Sapı b) 1000x Çeltik lif demetleri c) 2000x Tek lif Hücresi d) Ham çeltik saplarının Enerji Dağılımlı X ışını Spektroskopisi (EDX)

Şekil 4.2'de alkali işlem görmüş ham çeltik saplarının morfolojik yapısı görülmektedir. SEM görüntülerinde (a) İşlem görmüş çeltik sapının kesiti, (b) ve (c) de ise lif demetlerinin yapısı gözlenmiştir. Alkali enzim uygulaması sonrasında lif yüzeyinde bulunan yabancı maddelerin azda olsa uzaklaştırıldığı ve fibriller arası hemiselüloz, lignin ve pektin gibi bağlayıcı maddelerin azalarak lif yüzeyinde fibrilleşmenin meydana geldiği görülmüştür. Lif yüzeyinde meydana gelen fibrilleşme ile yüzey pürüzlülüğü arttırılmıştır. (d) Enerji Dağılımlı X-ışını Spektroskopisi (EDX) te ise ön işlem görmüş Çeltik sapında bulunan maddelerin elementer analizi yapılmıştır. Bu sonuçlara göre yapısında %54,2 Oksijen, %44,79 Karbon, %0,23 Silisyum, %0,2 Alüminyum, %0,17 Sodyum, %0,16 Klor, %0,11 Kalsiyum, %0,10 Magnezyum bulunmaktadır. Alkali muamelesinden sonra Oksijen ve Karbon oranını arttırdığını, silisyum oranının azaldığını ve işlemin bir temizleme etkisi yarattığı görülmektedir. Yabancı maddelerin giderilmesi ile selüloz oranı da %80'lere çıkmaktadır. Lifin selüloz miktarındaki bu artış hem lifin mukavemetini hem de elde edilen nonwoven yüzeyin takviye malzemesi olarak kullanıldığı kompozit malzemenin ara yüzeyinde bağlanmasını arttırarak elde edilen biyokompozitin mekanik özelliklerini olumlu olarak etkilemektedir. (Ağırgan & Taşkın, 2018)



(a) **(b)**

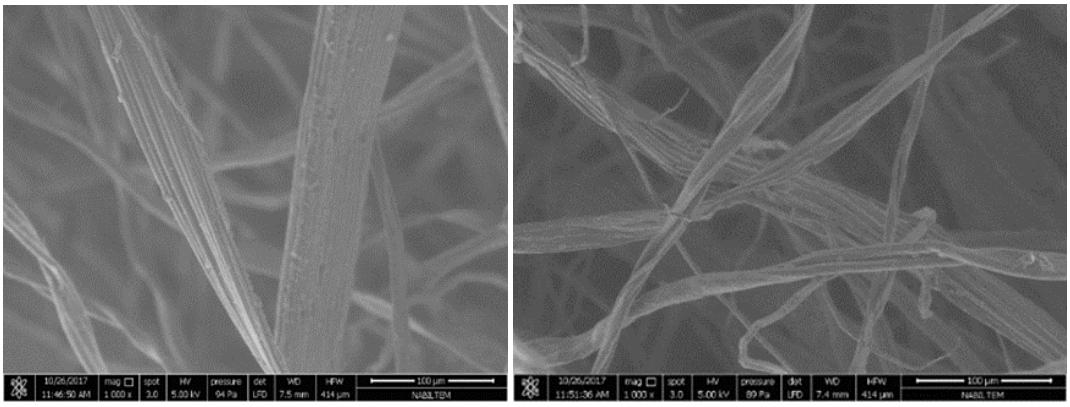


(c) **(d)**

Şekil 4.2. Ön işlem görmüş çeltik lifleri a- 100x b- 1000x c- 2000x

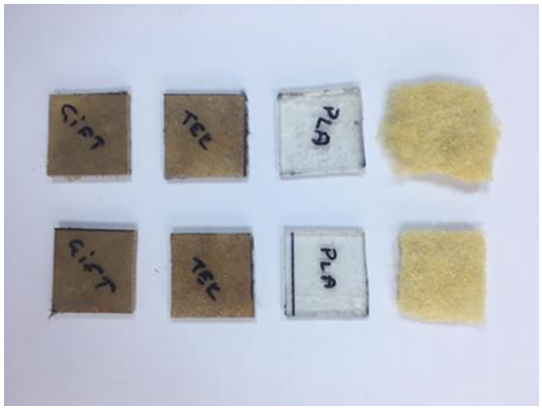
d-) Ön işlem görmüş çeltik liflerinin Enerji Dağılımlı X-ışını Spektroskopisi (EDX)

Şekil 4.3. a'da laboratuvar tipi numune tarak makinesinde taranarak elde edilmiş tarak bandının SEM fotoğrafı görülmektedir. b' de ise iğnelenmiş tarak bandının yapısı görülmektedir. Elde edilen nonwoven kumaşın çok yönlü olarak iğnelenerek liflerin birbirine geçirilerek düzgün bir keçe kumaşın elde edildiğini ve bu aşamadan sonra biyokompozit malzeme üretiminde kullanılabilecek bir takviye malzemesi haline geldiği görülmektedir.



Şekil 4.3. a) Tarak bandı b) İğnelenmiş keçe kumaşın görüntüsü (1000x)

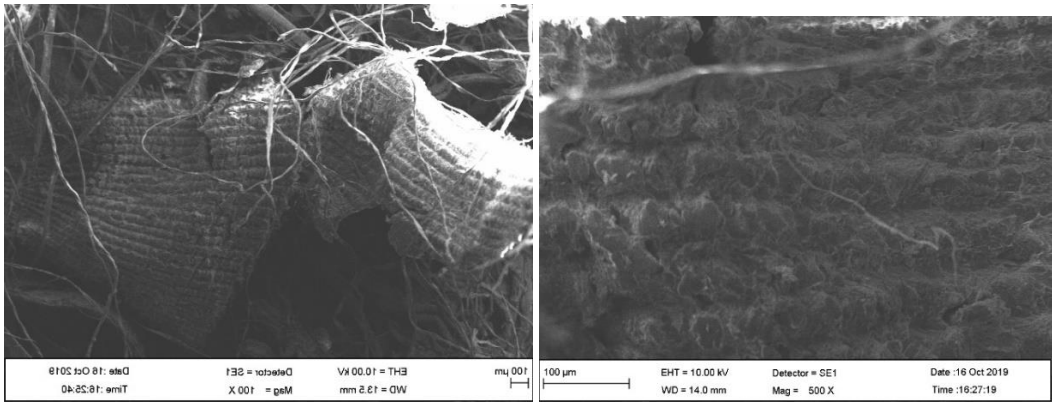
Şekil 4.4'de Çeltik liflerinden elde edilmiş nonwoven takviye, matris olarak kullanılan Polilaktik asit tabaka, tek katlı kompozit ve çift katlı kompozit malzeme numuneleri görülmektedir.



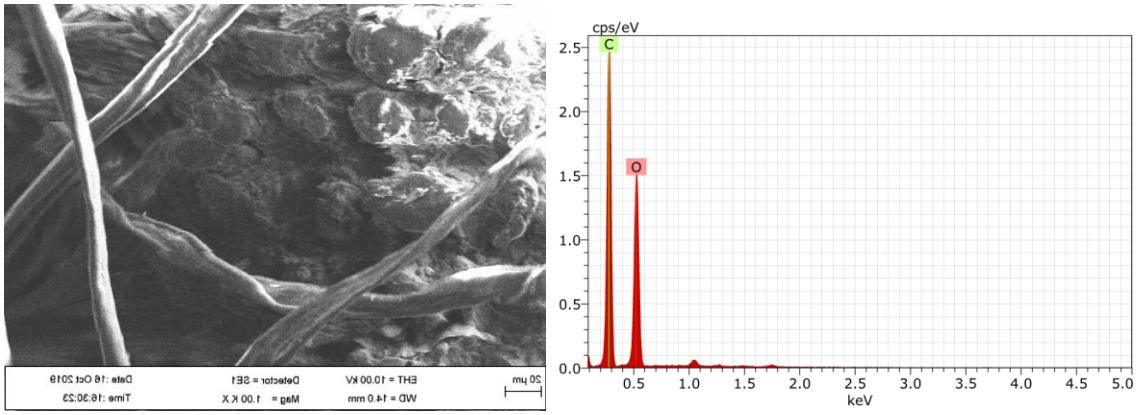
Şekil 4.4. SEM numune fotoğrafları

Şekil 4.5'te ön işlen görmüş çeltik liflerinden üretilmiş nonwoven takviye malzemesinin SEM ve EDX görüntüsü verilmiştir.

Enzimatik işlem nedeni ile yüzey pürüzlülüğü açıkça görülmektedir. Kompozit üretiminde matris ile bağlanmasını sağlayacak yapının oluştuğu, böylece ara yüzey oluşturmak için ilave bir kimyasal kullanıma gerek kalmamıştır.

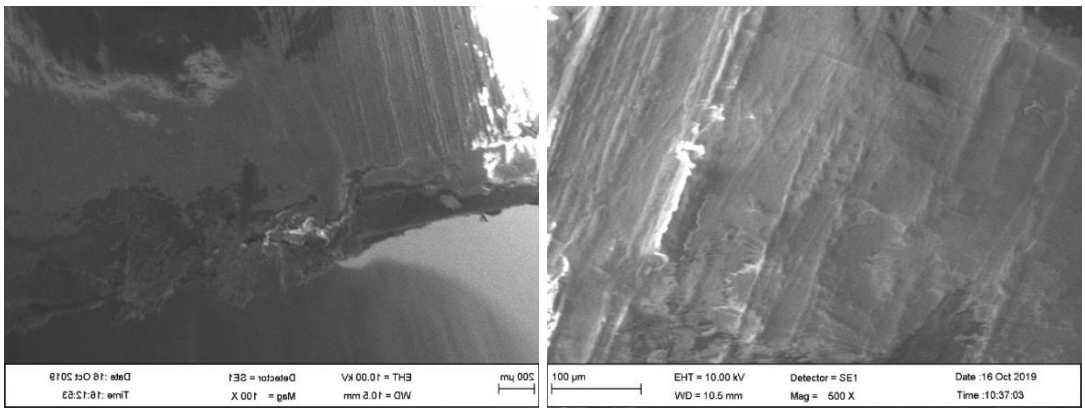


(a) (b)

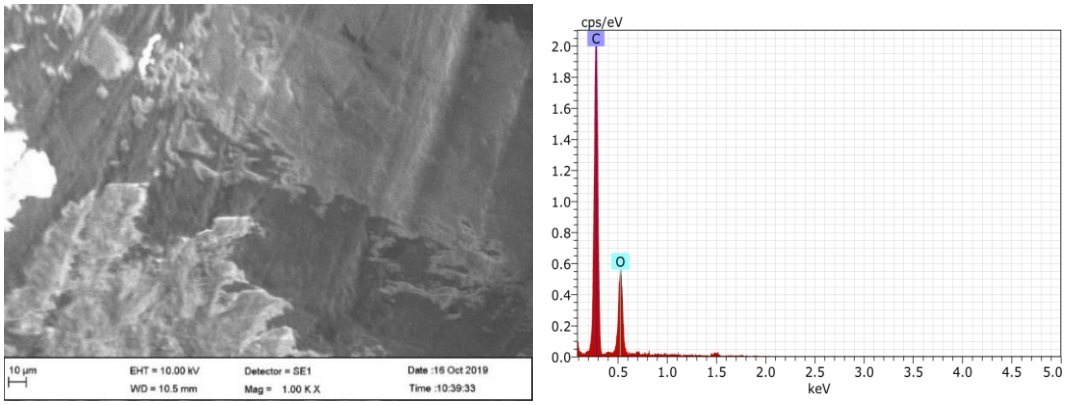


Şekil 4.5. Çeltik liflerinden üretilmiş nonwoven takviye SEM

Şekil 4.6'da Biokompozit üretiminde kullanılan matris malzeme olan PLA'in SEM ve EDX görüntüsü verilmiştir. Elementer analizinde %65 Karbon, %35 oranında Oksijen olduğu bulunmuştur.



(a) **(b)**

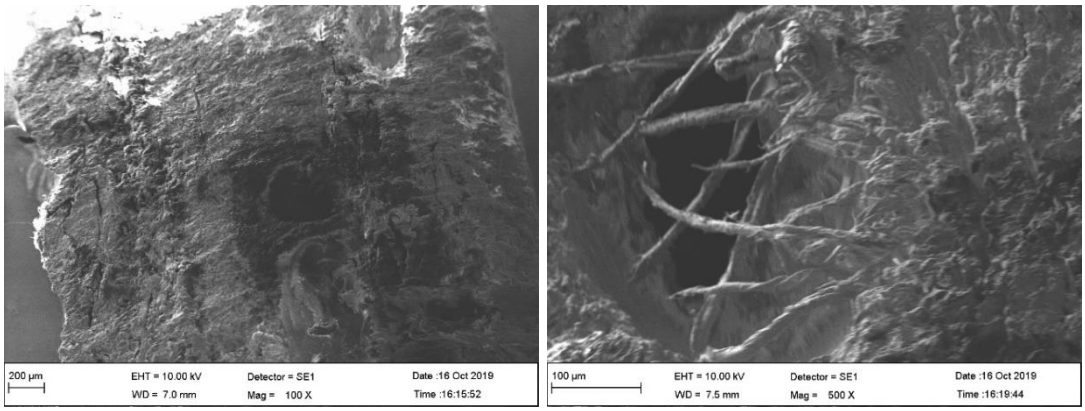


(c) **(d)**

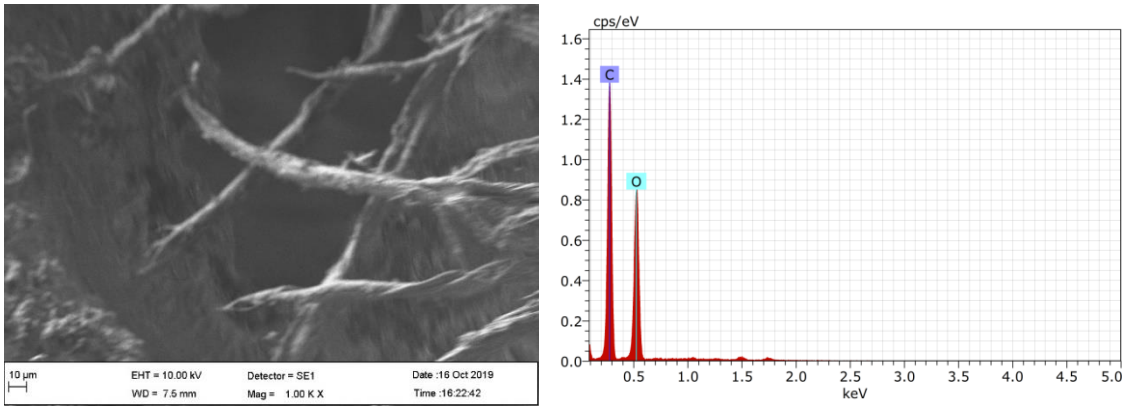
Şekil 4.6. Matris malzeme Polilaktik asit polimeri SEM

a) 100x b) 500x c) 1000x d) Enerji Dağılımlı X-ışını Spektroskopisi (EDX)

Şekil 4.7'de PLA kompozitleri için bazı lif kırılmaları ve minimum sayıda lif çekimi olduğunu göstermiştir. Bazı matris malzemelerinin elyafı örttüğü anlaşılmaktadır. Lif yüzeyleri ve lif kırılmalar üzerinde matris kapsama varlığı, lif ile matris arasında iyi bir etkileşim olduğunu göstermiş ve bu da daha iyi bir ara yüzey yapışma sağlamıştır. Resimlerdeki lif ve PLA matrisi arasındaki boşluklar, liflerin çekilmeye çalıştığını açıkça göstermiştir, ancak bu durum aynı zamanda iyi lif/matris etkileşimi olduğunu da göstermiştir. EDX sonuçlarına göre yapısında %50,4 oksijen, %49,6 Karbon bulunmuştur.



(a) **(b)**

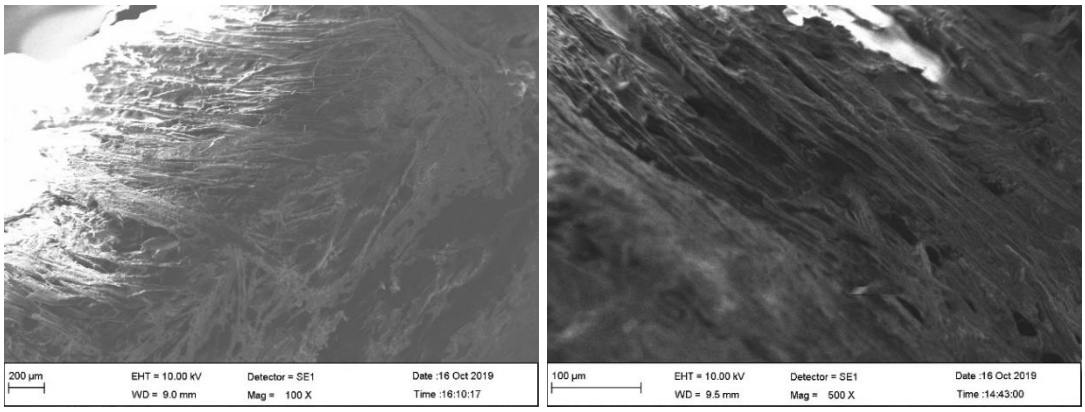


(c) **(d)**

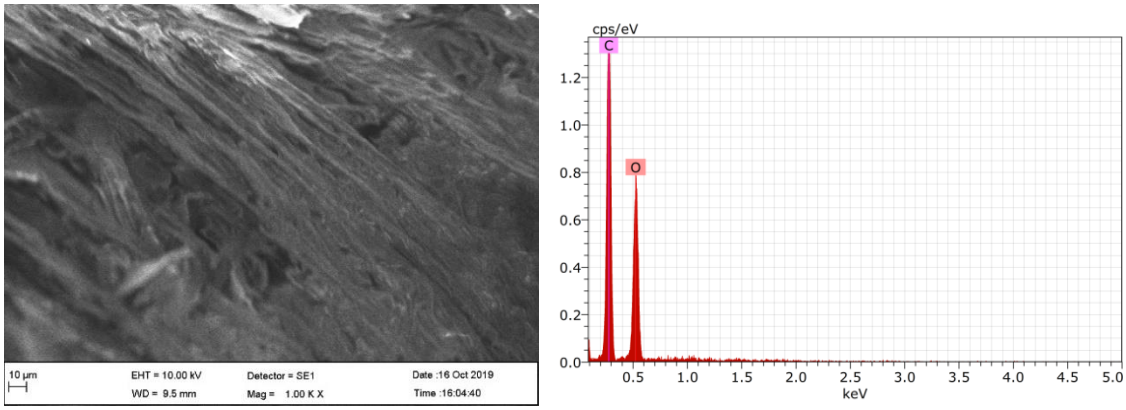
Şekil 4.7. Tek katlı kompozit malzeme SEM

a) 100x b) 500x c)1000x d) Enerji Dağılımlı X-ışını Spektroskopisi (EDX)

Şekil 4.8'de Çift katlı çeltik lifleri kullanılarak üretilmiş kompozit malzemenin taramalı elektron mikroskopisi (SEM) görülmektedir. Lif ile matris arasında iyi bir etkileşim olduğunu gösterir ve bu da iyi bir ara yüzey yapışması sağlamıştır. EDX analizinde %52 Karbon, %48 oksijen elementi olduğu bulunmuştur.



(a) **(b)**



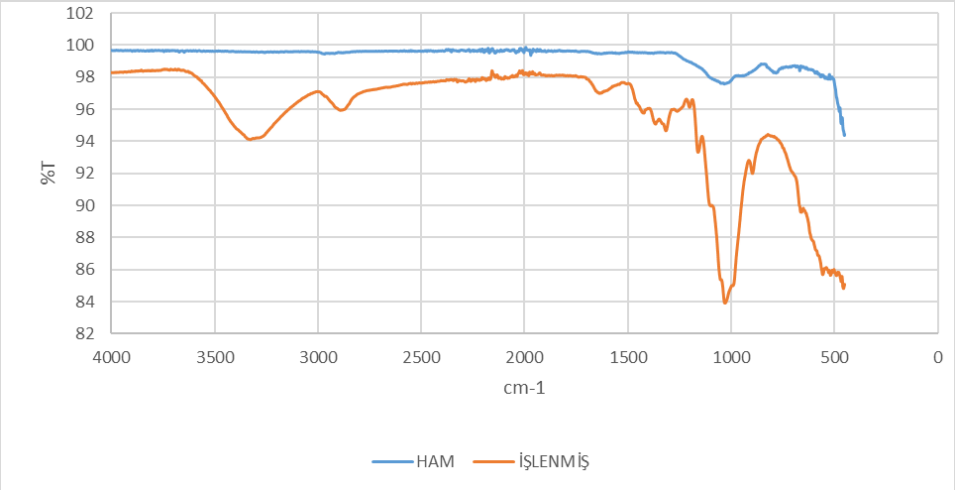
(c) **(d)**

Şekil 4.8. Çift Katlı Kompozit Malzeme SEM

a) 100x b) 500x c) 1000x d) Enerji Dağılımlı X-ışını Spektroskopisi (EDX)

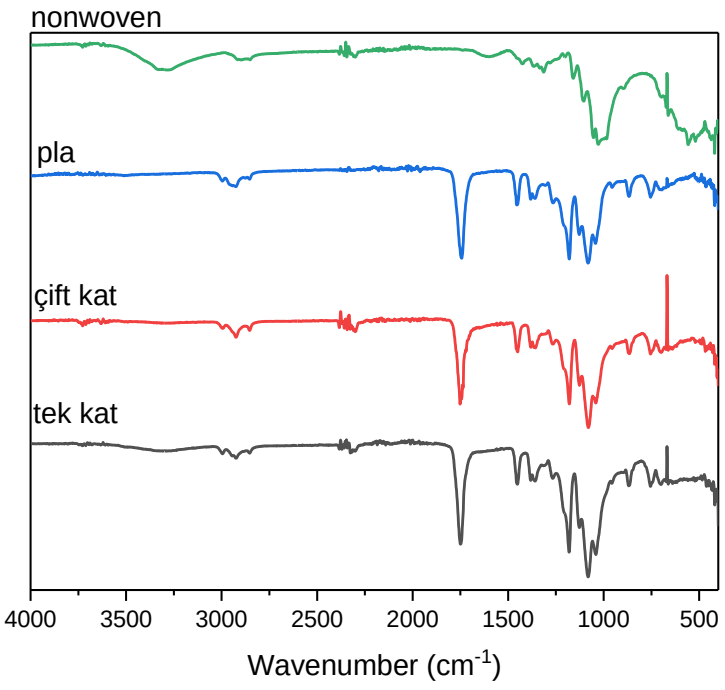
4.2. FTIR Sonuçları

Şekil 4.9'de ham çeltik sapı ve ön işlem görmüş numunenin FTIR spekturumu görülmektedir. 3327 bandındaki pikte OH ve NH grupları çeltik sapındaki hidrofilleştirme işleminin başarılı olduğunu göstermiştir. Bu çalışmada bulunan sonuçlar Abdul Hamid, 2010 yaptığı çalışmada elde ettiği sonuçlarla desteklenmiştir. 2977 bandı C-H gerilmesine (Chen,2011), 2873 piki CH3 ve CH2 yoğun bantlarının bulunduğunu ve çeltik sapının düzgün modifiye edildiğini göstermiştir. Han, Branford-White & Zhu, 2010 yaptıkları çalışmada bulunan sonuçları doğrulamaktadır. 1600-1700'deki lignin ve hemi selülozdaki alifatik esterleri gösteren değerlerdir. 1030'lerdeki bant C=C titreşimi ile olefinik katılma yapısını işaret etmektedir.



Şekil 4.9. Çeltik sapı FTIR grafiği

Şekil 4.10'da PLA bazlı numuneler için O-H bandı daha belirgin ve daha geniş hale gelmiş ve lif içeriği arttıkça biraz daha düşük dalga numaralarına geçmiştir. Bu muhtemelen "serbest" hidroksilden kaynaklanmıştır.



Şekil 4.10. Nonwoven, PLA, Tek kat ve Çift kat Kompozit FTIR grafiği

Selüloz yapısında olan çeltik liflerinden üretilmiş nonwoven takviye malzemesi 3300 cm^{-1} bandında O-H şiddetli gerilmeyi işaret etmiştir. 2890 cm^{-1} bandında olan pik C-H orta şiddette gerilmeleri anlatmıştır. 1313 cm^{-1} orta şiddette C- O eter pikini göstermiştir.

1029'lardaki bant C=C titreşimi ile olefinik katılma reaksiyonunu göstermiştir. 555 cm^{-1} piki C-Cl bağını işaret etmiştir. FTIR sonuçlarında ise liflerdeki hemiselüloz ve ligninin alkali işlemler ile bir kısmının giderildiğini göstermiştir (Mittal & Sinha, 2016).

4.3. Çekme Deneyi Sonuçları



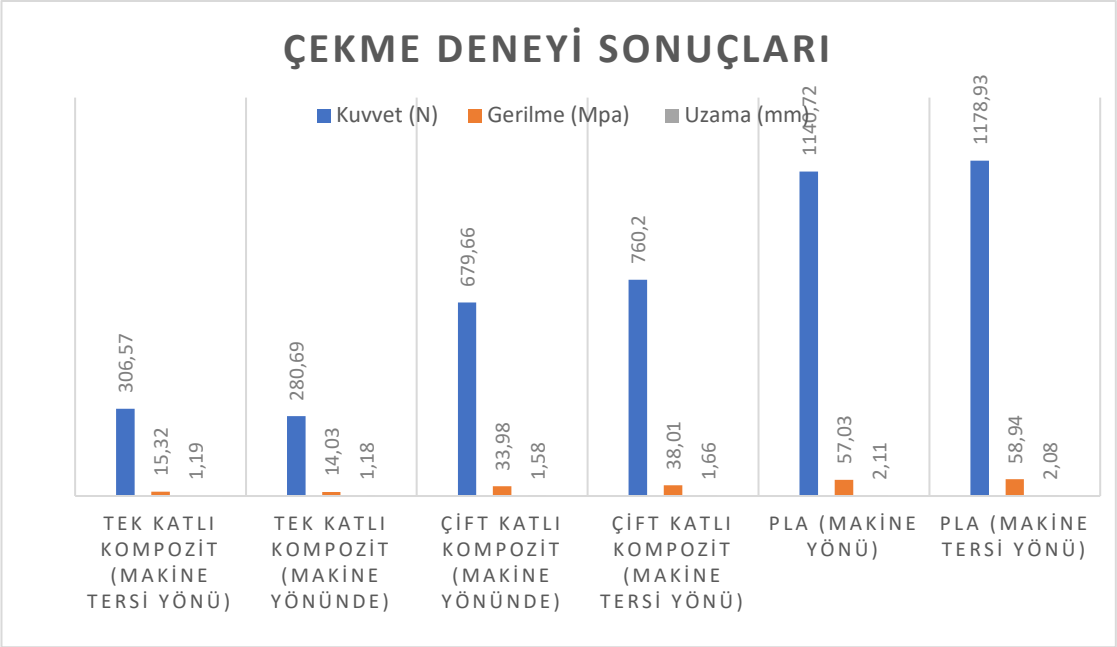
Şekil 4.11. Çekme deney numuneleri

Şekil 4.11'de çekme deneyi numuneleri verilmiştir. Çekme deneyi Marmara Üniversitesi Teknoloji Fakültesi laboratuarında Instron mukavemet test cihazında yapılmıştır. Mukavemet testi 10 mm/dk strok hızıyla uygulanmıştır.

Çizelge 4.1.Çekme Deneyi Sonuçları

	Kuvvet (N)	Gerilme (MPa)	Uzama (mm)
Tek Katlı Kompozit (Makine tersi yönü)	306.57 ± 136.35	15.32± 6.81	1.19± 0.15
Tek Katlı Kompozit (Makine yönünde)	280.69 ± 55.73	14.03± 2.78	1.18± 0.06
Çift Katlı Kompozit (Makine yönünde)	679.66 ± 68.27	33.98± 3.41	1.58± 0.04
Çift Katlı Kompozit (Makine tersi yönü)	760.20 ± 80.59	38.01± 4.02	1.66± 0.12
PLA (Makine yönü)	1140.72±141.69	57.03± 7.08	2.11± 0.26
PLA (Makine tersi yönü)	1178.93±101.49	58.94± 5.07	2.08± 0.25

Şekil 4.12'de çekme deneyi sonuçları verilmiştir. Bu sonuçlara göre en yüksek değeri 1178,93 N, 58,94 MPa ve %2,08 uzama değeri ile PLA makine tersi yönünde alınan numune vermiştir. En düşük değeri ise 280,69 N, 14,03 MPa ve %1,18 uzama değeri ile tek katlı makine yönünde kompozit malzeme vermiştir.



Şekil 4.12. Çekme Deneyi Sonuçları

Keten takviyeli PLA matris kullanılarak yapılan iki çeşit kompozit malzemede, Keten ipliği/PLA ve nonwoven keten/PLA, sırasıyla (83.0±5.0) ve (151.0±7.0) MPa'nın çekme dayanım değerlerini vermiştir (Akonda, Alimuzzaman & Rahman, 2018). Bu durumda %10 takviye olarak kullanılan Çeltik sapından yapılmış nonwoven malzeme mukavemet değerini düşürmüştür. Çeltik sapı liflerinin miktarı %6'yı geçtiğinde kopma mukavemetinde ve esnekliğinde azalma meydana gelmiştir. Lif uzunluğunun ve miktarının artması mukavemetin azalmasına sebep olmuştur (Fahim, 2011).

4.4. Üç Nokta Eğilme Testi Sonuçları



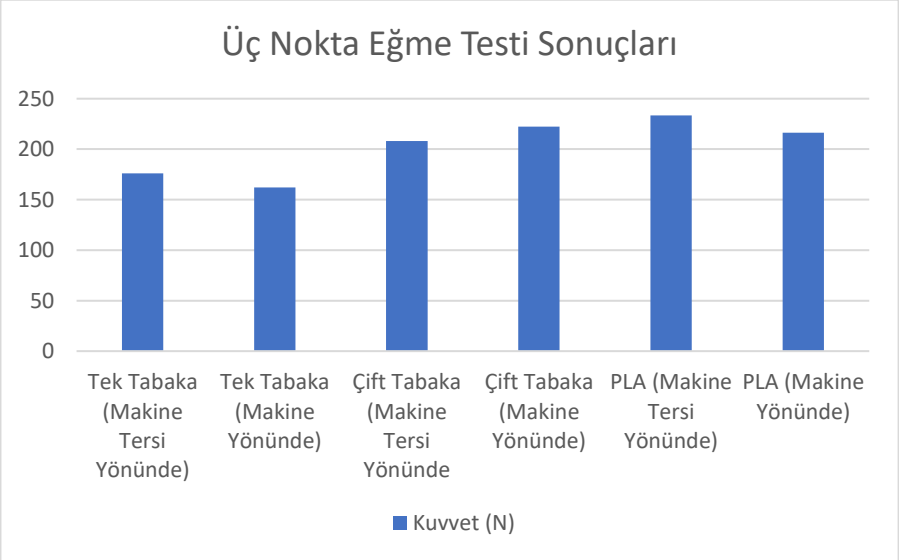
Şekil 4.13. Eğme test numuneleri

Şekil 4.13'de takviye malzemesi olarak kullanılan Çeltik lifi nonwoven, matris malzeme PLA, Tek kat kompozit ve Çift kat kompozit malzemelerin eğme test numunelerinin fotoğrafları verilmiştir. Numuneler 100x10x4 mm ebadında çubuk şeklinde hazırlanmıştır. Her numunenin makine yönünde ve makine yönü tersinde 5'er adet olmak üzere toplam 10 adet numuneye test uygulanmıştır. Sonuçların ortalaması alınarak Çizelge 4.2'de verilmiştir.

Çizelge 4.2. Eğme Testi Sonuçları

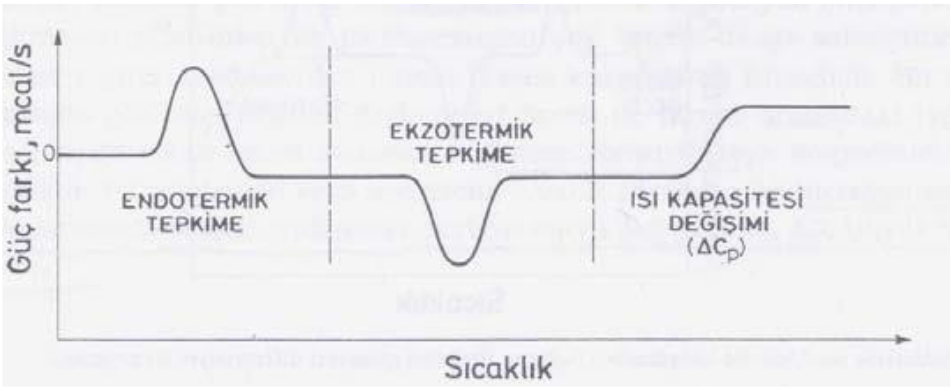
	Kuvvet (N)
Tek Katlı Kompozit (Makine Tersi Yönünde)	176,13 ± 49.40
Tek Katlı kompozit (Makine Yönünde)	162,20 ± 57.33
Çift Katlı Kompozit (Makine Tersi Yönünde)	208,17 ± 42.82
Çift Katlı Kompozit (Makine Yönünde)	222,27 ± 34.88
PLA (Makine Tersi Yönünde)	233,50 ± 45.63
PLA (Makine Yönünde)	216,23 ± 44.59

Şekil 4.14'de Üç nokta eğme test sonuçları verilmiştir. Tüm numuneler içinde en yüksek değeri 233,50 N değeri ile PLA makine tersi yönünde, en düşük değer 162,20 N ile Tek katlı kompozit makine yönünde numunesinde görülmüştür.



Şekil 4.14. Üç Nokta Eğme Testi Sonuçları

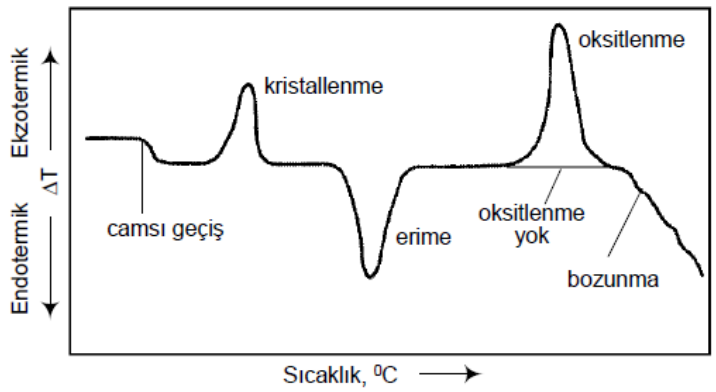
4.5. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analiz Sonuçları



Şekil 4.15. Bir DSC Termogramında Gözlenebilen Üç Olaya Ait Eğriler

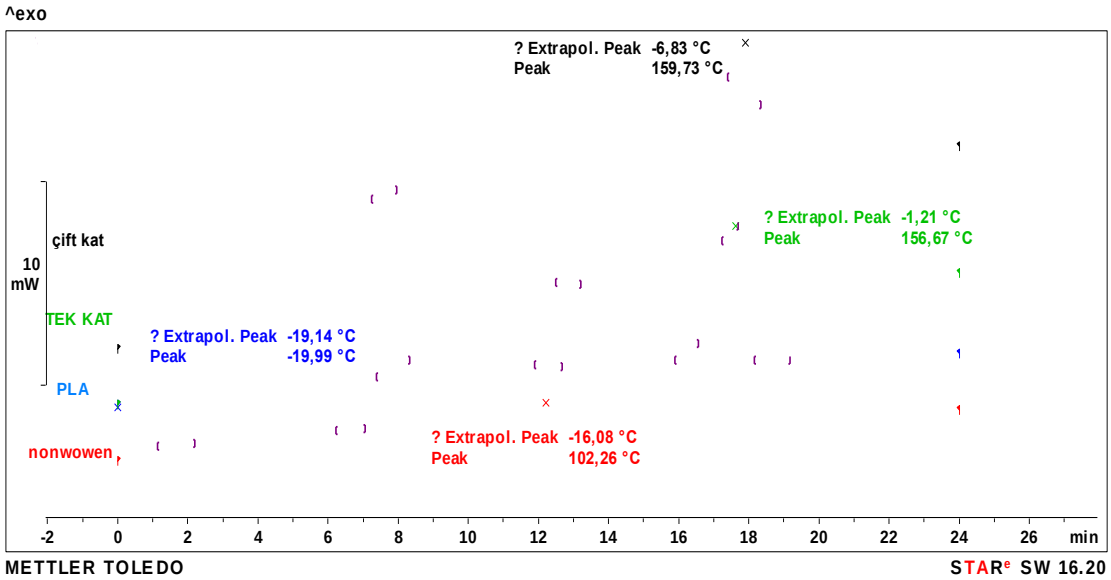
Bu çalışmada malzemelerin ısıl davranışları Perkin Elmer Diamond DSC cihazı ile ölçülmüştür. Nonwoven numune 2,18 mg, PLA 27,8 mg, Tek kat kompozit malzeme

17,15 mg, Çift katlı kompozit malzeme 19,38 mg ağırlıkta alınıp numuneler 10°C/dk ısıtma hızıyla (-20) ile 250°C aralığında incelenmiştir. Elde edilen endotermik değerler Tg (camsı geçiş sıcaklığı) ve Tm (erime sıcaklığı) olarak verilmiştir.



Şekil 4.16. DSC Termogramında Sıcaklığa Bağlı Faz Değişimleri

Çalışmada kullanılan PLA polimeri yarı-kristalin yapıda olup, diğer polimerler çeltik lifleri kristalin yapıda görülmüştür. Amorf yapıdaki polimerlerde yalnızca camsı geçiş sıcaklığı (Tg), kristalin yapıdaki polimerlerde ise yalnızca erime noktası gözlenmiştir (Saçak, 1994).



Şekil 4.17. DSC analiz sonuçları

Şekil 4.17'de DSC sonuçlarının termogramı verilmiştir. Bu sonuçlara göre çeltik liflerinden üretilen nonwoven takviye maddesi kristalin yapısından dolayı camlaşma noktasında pik meydana gelmemiştir. Sadece erime noktası piki görülmüştür. PLA numunesinde iki pik meydana gelmiştir. İlk pik cam geçiş sıcaklığının olduğu 64,25 ^{0}C'de meydana gelmiştir. İkinci pik oksidasyonun ardındanda bozunmanın başladığı 150 ^{0}C'de gerçekleşmiştir.

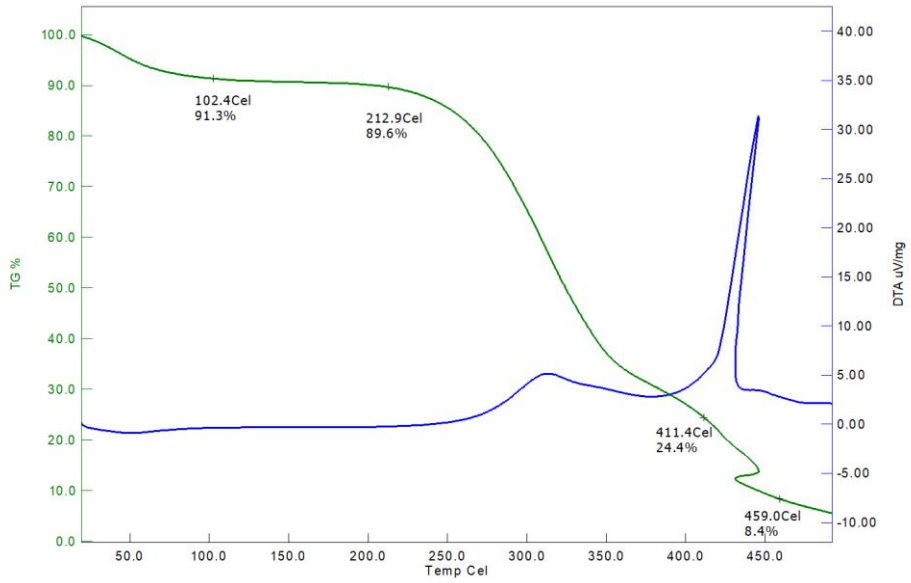
Çizelge 4.3. Numunelerin Camlaşma ve Erime Değerleri

Numuneler	**T_g (^{0} C)**	**T_m (^{0} C)**
Çeltik Sapı Nonwoven	-	102,26
PLA	64,25	150
Tek Katlı Kompozit	65,08	156,67
ÇiftKatlı Kompozit	73,76	159,73

Çizelge 4.3'de DMA analizi sonucunda numunelerin camlaşma ve erime sıcaklıkları verilmiştir. Analiz sonucunda Tek katlı kompozit malzemede ekzotermik reaksiyon meydana gelmiş, 65,08 ^{0}C camlaşma sıcaklığında ve 156,67 ^{0}C'de erime noktasında pik meydana gelmiştir. Çift katlı kompozit malzemede endotermik bir tepkime olmuştur. Camlaşma ve erime sıcaklıkları sırasıyla 73,6-159,3 ^{0}C ölçülmüştür. Bu değerler ve reaksiyona göre sıcaklık değerleri gelişmiş olduğu düşünülmektedir.

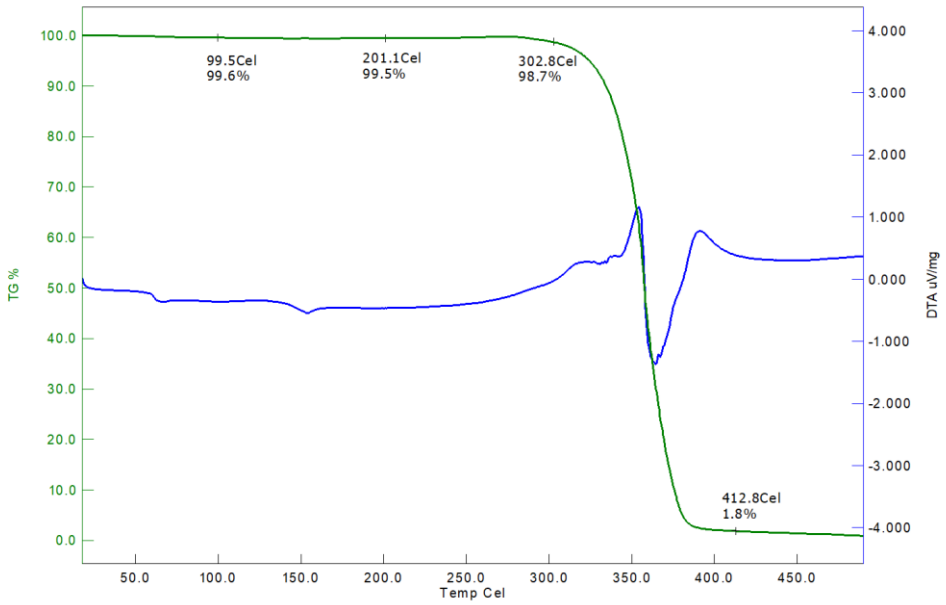
4.6. Termogravimetrik Analiz (TGA) Sonuçları

Şekil 4.18'de Çeltik liflerinden üretilmiş nonwoven takviye malzemesinin ısıtılması ile kütlesindeki ağırlık değişim ölçümleri verilmiştir. 5 mg numune tartıldıktan sonra azot gazı ile 10 ^{0}C/dak. hız ile makine değerleri girilerek işlem yapılmıştır. 102.4 ^{0}C 'de kütlenin %91,3'ü 212.9 ^{0}C'de %89,6 sı kalmıştır. Saf Selülozun bozunma sıcaklığı 380 ^{0}C'dir. Çeltik liflerinde 300-500 ^{0}C arasında ağırlık kaybı başlamış ve tamamlanmıştır.



Şekil 4.18. Çeltik lifleri nonwoven TGA-DTA değerleri

Diferansiyel Termal Analiz (DTA) verilerinde ekzotermik bir reaksiyon meydana geldiğini ve 450 ^{0}C'de meydana gelen pik kimyasal oksidasyon reaksiyonun olduğu noktadır. Oda sıcaklığından 260 ^{0}C arası maddenin kararlı olduğu sıcaklık limitini belirtmiştir.

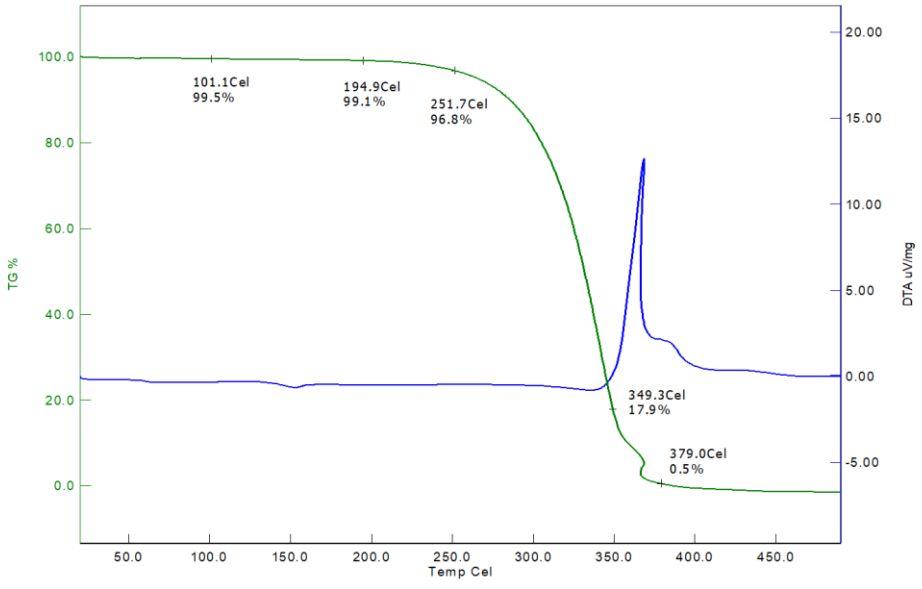


Şekil 4.19. PLA matris malzemenin TGA-DTA değerleri

Şekil 4.19'de matris olarak kullanılan PLA'nın termogravimetrik analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) değerleri verilmiştir. Oda sıcaklığından başlanarak

500 ^{0}C'ye kadar ölçüm alınmıştır. TGA sonuçlarına göre 300 ^{0}C ve ötesinde biyoplastik malzeme sıcaklıkta hızlı bir düşüş göstermiştir. 99,5 ^{0}C'de madde kaybı %0,4 iken 302 ^{0}C'de ağırlık kaybı %2,3 dür. 412,8 ^{0}C'de madde sadece %1,8 kalmıştır. Bu şekilde maddenin bitmiş olduğu gözlenmiştir. Ağırlık kaybındaki ani düşüşler, biyo malzemelerde nem bulunduğunu göstermiştir. Nişasta içeren biyoplastik malzemenin cam geçiş sıcaklığı (Tg) 55 ^{0}C, Erime sıcaklığı (Tm) ise 155 ^{0}C'dir. DTA ölçümleri endotermik bir reaksiyon olduğunu göstermiştir. Kristal yapıda bozunma meydana gelmiştir.

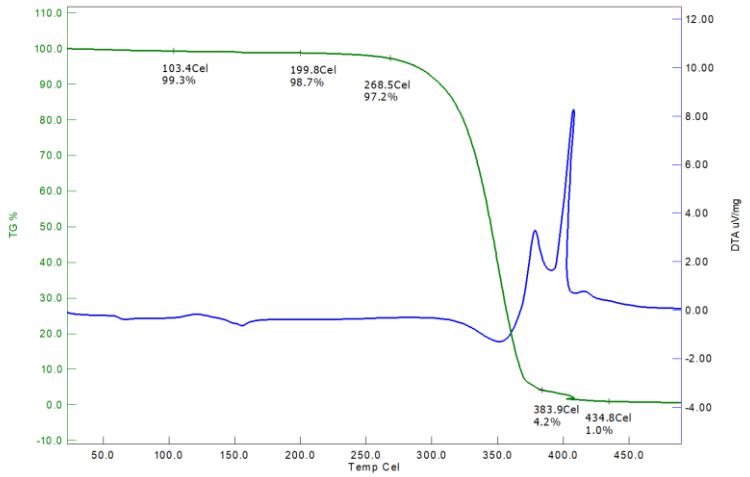
Şekil 4.20'de tek katlı üretilen kompozit malzemenin termogravimetrik analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) değerleri verilmiştir. Ölçüme oda sıcaklığında başlanmıştır. 101,1 ^{0} C'de ağırlık kaybı %0,5, 194,9 ^{0}C'de %0,9 ve 251 ^{0}C'de %3,2'dir. 349,3 ^{0}C'de madde miktarı %17,9 kalmıştır. Selülozun tipik bozunma sıcaklığı olan 380 ^{0}C'de kalan madde miktarı %0,5 dir. DTA değerleri Ekzotermik reaksiyon oluştuğunu ve oksidasyon bozunma meydana geldiği söylenebilir.



Şekil 4.20 Tek Kat Kompozit malzemenin TGA-DTA değerleri

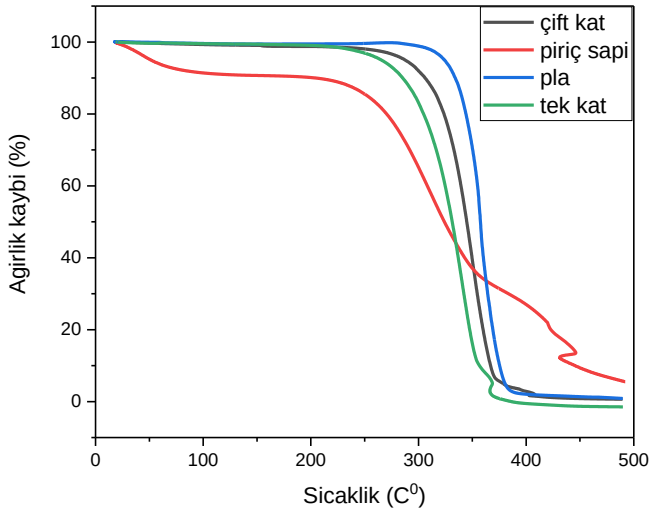
Şekil 4.21'de Çift katlı kompozit malzemesi azot atmosferi altında sıcaklık, dakikada 10 °C hızında 20 °C'den 500 °C'ye yükseltilmiştir. Birinci bozunma bölgesi 268,5 °C ve hemiselülozun uzaklaştırılmasından gelmiştir, ikinci bölge ise 383,9 ila 434 °C selülozun

bozulmasına karşılık gelmektedir. Şekil 4.21'de 103,4 ^{0}C'de ağırlık kaybı %0,7, 199,8 ^{0}C'de %1,3, 268,5 ^{0}C'de %2,8'dir. Bu değerden sonra ağırlık kaybı hızla artarak 383,9 ^{0}C'de %95,8 olmuştur. 434,8 ^{0}C'de numune sadece %1 oranında kalmıştır. DTA verileri ekzotermik bir reaksiyon gösterdiğini, selülozun ve nişasta içerikli PLA matrisinden oluşan kompozit oksidasyon bozunmaya uğramıştır. Takviye malzemesinin fazla kullanılması yani numunenin çift katlı olarak üretilmesi termal kararlılığını arttırmıştır. Tek katlı numuneye göre 50 ^{0}C bozunma sıcaklığı ötelenmiştir.



Şekil 4.21. Çift Katlı Kompozit Malzemenin TGA-DTA değerleri

PLA ve lifler arasındaki hidrojen bağ etkileşiminin her iki polimerin ısıl kararlılığı TGA ile belirlendiği gibi artan lif içeriği ile artmıştır.

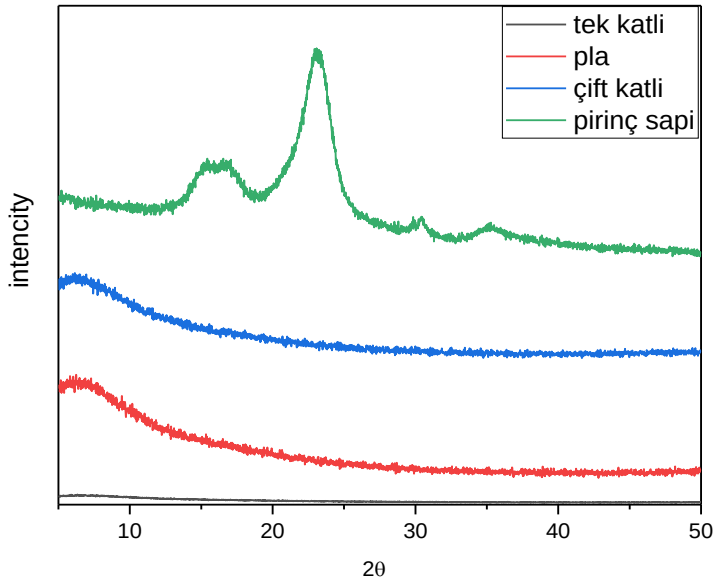


Şekil 4.22. Çeltik lifi, PLA, Tek kat ve Çift Katlı Kompozit Malzemenin TGA değerleri

Şekil 4.22'de Çeltik lifi, PLA, tek kat ve çift katlı kompozit malzemenin TGA değerleri verilmiştir. 4 numune bir arada değerlendirildiğinde selülozik kimyasal yapısı olan çeltik lifinden üretilmiş nonwoven takviye malzemesinin diğer numunelere göre daha düşük sıcaklıklarda (260 ^{0}C) ağırlık kaybı olmaya başlamıştır. PLA ile üretilen kompozit malzemenin 350 ^{0}C den sonra ağırlık kaybı yaşamıştır. Bu durum çeltik lifi takviyesinden üretilmiş kompozit malzemenin sıcaklık özelliği baskılanarak ısıya karşı daha dayanıklı hale geldiği görülmüştür.

4.7. XRD (X Işını Difraksiyon) Metodu ile Kristalinite Ölçümü

Literatürde PLA polimerinin XRD analizinde aldığı değerler 10°-25° piklerde tanımlanmaktadır (Lao, Wang, Zhu, Zhang & Gao, 2011).

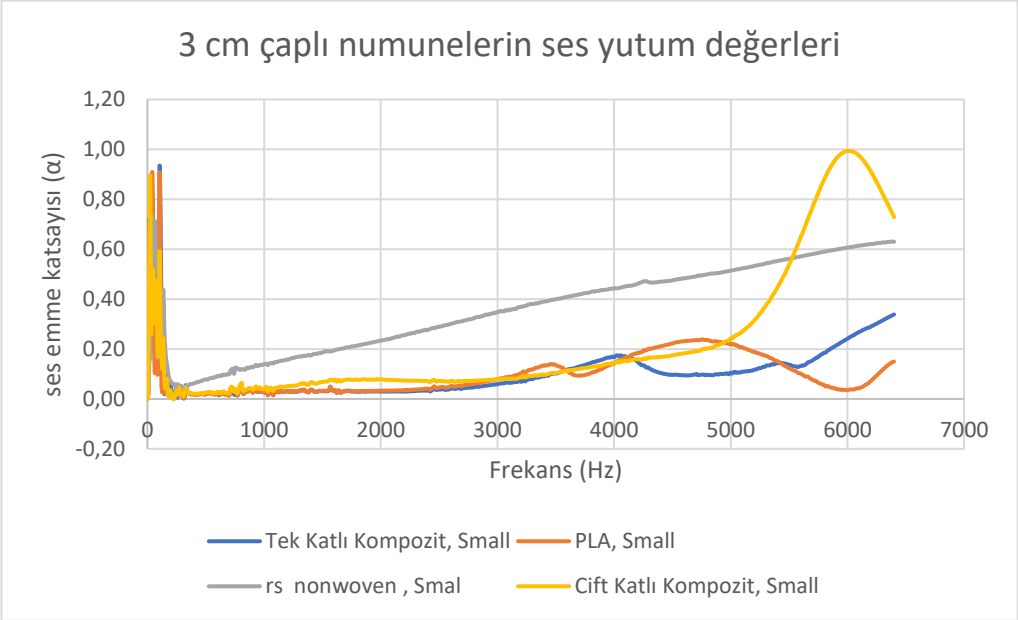


Şekil 4.23. XRD sonuçları

Şekil 4.23'de Çeltik lifinden üretilmiş Nonwoven takviye malzemesinde selüloz yapısından dolayı kristal pikler bulunmuştur. PLA amorf yapıda bir malzemedir. Takviye olarak kullandığımız çeltik lifini baskılamıştır. Çeltik lifi takviyeli tek kat ve çift kat kompozit malzeme, matris malzeme olan PLA ile birleşince yapı baskılanmış ve kırılganlığın azaldığı görülmüştür. Ayrıca çeltik lifi içeren malzemelerde, yaklaşık

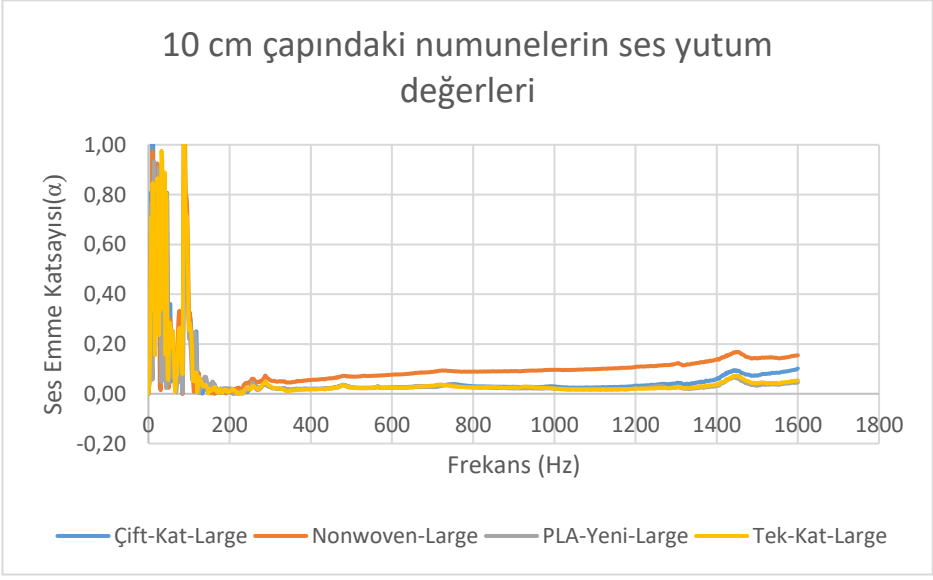
2θ=23°-30° yansıma şiddeti değerini gösteren, dar ve şiddetli karekteristik bir pik oluşturduğu düşünülmektedir (Ağırgan, 2013).

4.8. Ses Yutum ve Akustik Testi



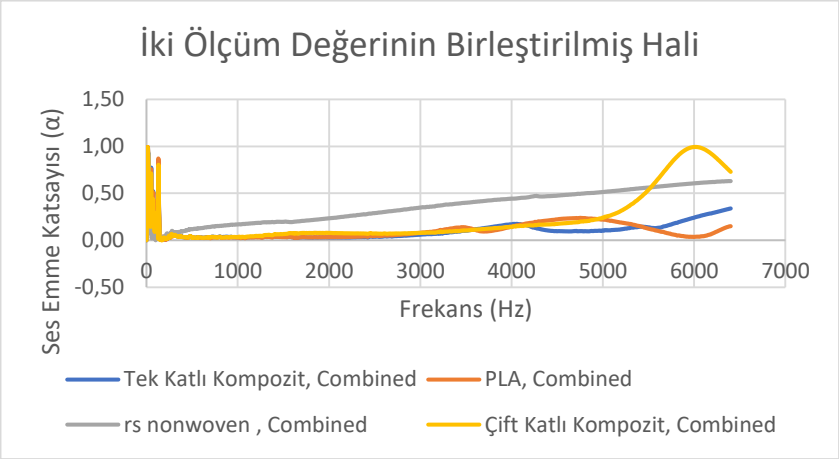
Şekil 4.24. 3 cm çapındaki numunelerin ses absorplama değerleri

Şekil 4.24'de 3 cm çapındaki ses ölçüm cihazı ile elde edilen veriler görülmektedir. 1000 Hz. ve 6000 Hz. arasında en iyi ses absorblama değerini çift katlı kompozit malzeme vermiştir. En düşük değeri PLA matris malzeme göstermiştir.



Şekil 4.25. 10 cm çapında numunelerin ses emme değerleri

Şekil 4.25'de 10 cm çaplı numunelerin ses yutum değerleri verilmiştir. 300-1600 Hz arasında en iyi değeri nonwoven'dan yapılmış takviye malzemesinin verdiği görülmüştür. En düşük değeri PLA matris malzeme numunesi vermiştir.



Şekil 4.26. 3 ve 10 cm çaplı numunelerin ölçüm değerlerinin Birleştirilmiş Hali

Şekil 4.26'de tüm numunelerin 3 ve 10 cm çaplı ses ölçüm değerleri verilmiştir. Malzemedeki takviye fazlalığı nedeni çift katlı kompozit malzemenin en iyi sonuç olan 1 değerine 0,99 katsayı ile yaklaşmıştır. Ses yutum katsayısı numunelerin yoğunluğu ile artar. Malzeme kalınlığının artmasının, numunedeki mikro gözenek miktarında artışa neden olduğu düşünülmektedir. Sonuç olarak, ses dalgaları ile yüzey arasındaki sürtünme artar ve kaybedilen ısı enerjisi dönüştürülen ses enerjisi miktarı artar. En düşük sonuç PLA matris malzemesinindir ve 0,24 ses yutum katsayı değerini vermiştir.

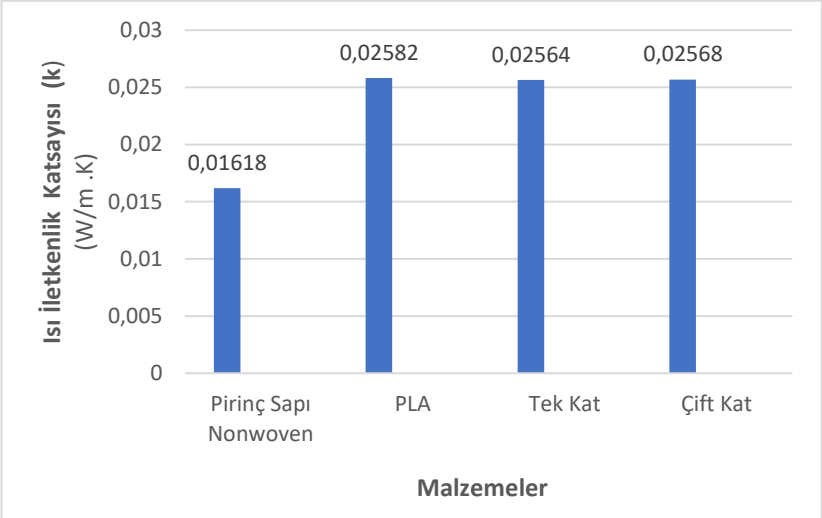
4.9. Isıl Direnç Testi Sonuçları

Çizelge 4.4' de test numunelerinin gramajları, kalınlık ve sıcaklık farkları verilmiştir. Bu verilere dayanılarak ısı iletim katsayıları hesaplanmıştır. Bu sonuçlara göre; Tek kat kompozit malzeme en yüksek ısı iletkenlik değerini, Çeltik sapı ile üretilen nonwoven malzeme ise en düşük değeri vermiştir.

Çizelge 4.4. Numunelerin Isı İletkenlik Sonuçları

Malzeme	Gramaj (g/m^2)	Kalınlık (mm)	ΔT (^oC)	Isı İletim Katsayısı (K) (W/m. K)
Çeltik Sapı Nonwoven	0,118	2,5	51	0,01618
PLA	2,91	4	45,5	0,02582
Tek Kat Kompozit	2,78	4	44,5	0,02564
Çift Kat Kompozit	2.85	4	47,3	0,02568

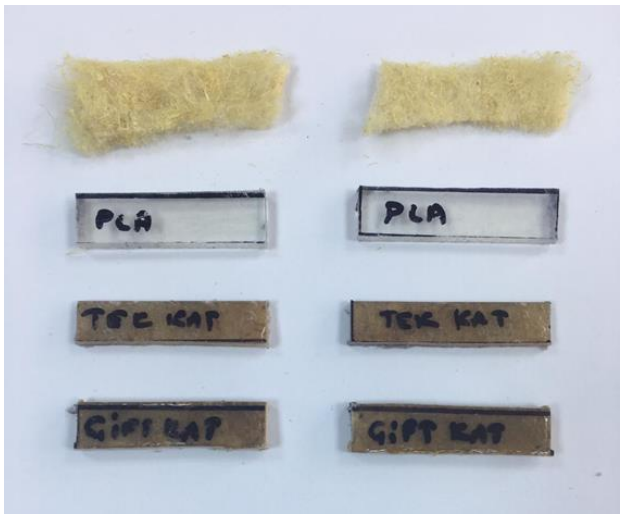
Korjenik ve ark. jüt, keten ve kenevir ile güçlendirilmiş kompozitlerin ısı yalıtım özelliklerini araştırmış ve sonuçlara göre, numunelerin ısıl iletkenlik katsayıları 0.0458-0.0393 W / m K'dir (Korjenic, Petránek, Zach, & Hroudová 2011). Düşük ısı iletkenlik katsayısına sahip olan malzemenin, ısı yalıtım uygulamaları için ideal olduğunu söylemişlerdir (Eyüpoğlu, Dayıoğlu, Merdan & Kılınç 2018). Binalara ısı yalıtımı kazandırmak için tekstil malzemeleri inşaat malzemesi olarak kullanılmaktadır (Briga-Sá, Nascimento, Teixeira, Pinto, Caldeira, Varum & Paiva 2013; Arumugam, Mishra, Militky, & Novak 2015; Chen, Yu, Guo, You & Song 2015).



Şekil 4.27. Isı İletkenlik Sonuçları

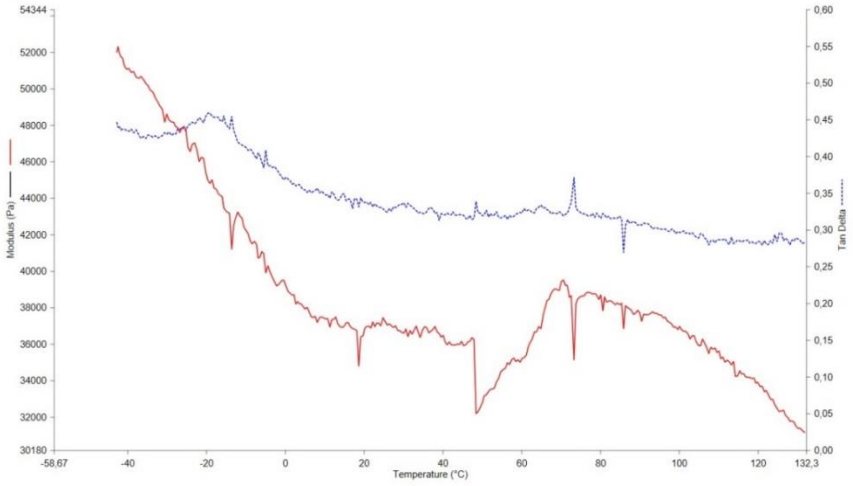
4.10 Dinamik Mekanik Analizi

Şekil 4.28'da Çeltik sapı nonwoven, PLA, Tek katlı kompozit ve çift katlı kompozit numuneler görülmektedir. Numuneler 50x10x4 mm ebadında kullanılmıştır.

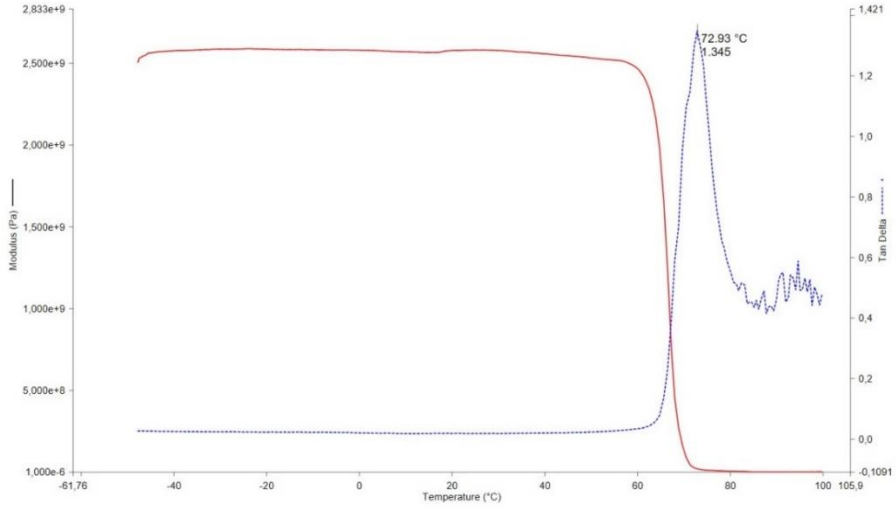


Şekil 4.28. DMA analiz numuneleri

Şekil 4.29'da Çeltik sapından üretilmiş nonwoven takviye malzemesinin DMA grafiği görülmektedir. Analiz -420-132 ^{0}C arası sıcaklıkta, 4 ^{0}C/dak. Isıtma hızında, 0,9 gram ağırlık ve 2,3 mm incelikteki numuneye uygulanmıştır. Çekme modunda deplasman genliği 0,05 mm değerindedir. Tan(δ) pikinin maksimum olduğu tepe noktasındaki sıcaklık değeri 75 ^{0}C nonwoven malzemenin camsı geçiş sıcaklığını (Tg) vermektedir.

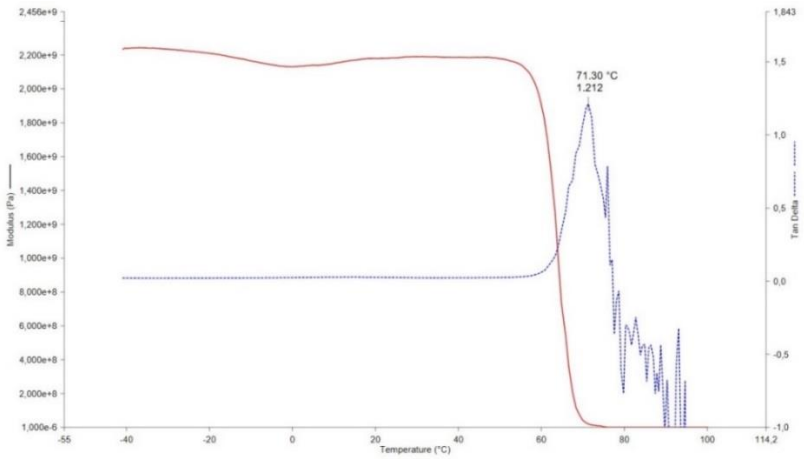


Şekil 4.29. Nonwoven DMA analiz verileri



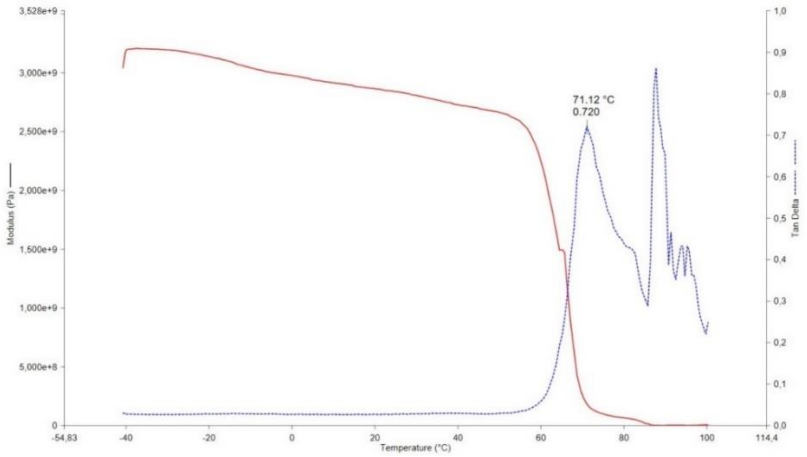
Şekil 4.30 PLA DMA verileri

Şekil 4.30'de PLA matris malzemesi DMA grafiği görülmektedir. Analiz -42/100 ^{0}C arası sıcaklıkta, 4 ^{0}C/dak. Isıtma hızında, 0,9 gram ağırlık ve 4 mm incelikteki numuneye uygulanmıştır. Üç noktadan eğme modunda yapılmıştır. Tan(δ) pikinin maksimum olduğu tepe noktasındaki sıcaklık değeri 72.93 ^{0}C PLA malzemenin camsı geçiş sıcaklığını (Tg) vermektedir. PLA'nın hem depolama hem de kayıp modülleri, PLA'nın cam geçişinin altındaki lif içeriği arttıkça azaldı, ancak kayıp modülü üzerindeki etkisi daha önemlidir. Dinamik mekanik analiz (DMA) sonuçları, PLA'nın 110 °C civarında soğuk kristalleşmesini açıkça göstermektedir ve fiberlerin varlığı, PLA'nın soğuk kristalleşmesi ve erimesi arasında daha yüksek modül değerlerine yol açmıştır. (Mofokeng, Luyt, Ta´bi & Kova 2012)



Şekil 4.31. Tek Kat Kompozit DMA verileri

Şekil 4.31’de Tek kat kompozit malzemenin DMA grafiği görülmektedir. Analiz -42 /100 ^{0}C arası sıcaklıkta, 4 ^{0}C/dak. Isıtma hızında, 0,9 gram ağırlık ve 4 mm incelikteki numuneye uygulanmıştır. Üç noktadan eğme modunda yapılmıştır. Tan(δ) pikinin maksimum olduğu tepe noktasındaki sıcaklık değeri 71.30 ^{0}C tek katlı kompozit malzemenin camsı geçiş sıcaklığını (Tg) vermektedir. Şekil 4.32’de Çift kat kompozit malzemenin DMA grafiği görülmektedir. Analiz -42 /100 ^{0}C arası sıcaklıkta, 4 ^{0}C/dak. Isıtma hızında, 0,9 gram ağırlık ve 4 mm incelikteki numuneye uygulanmıştır. Üç noktadan eğme modunda yapılmıştır. Tan(δ) pikinin maksimum olduğu tepe noktasındaki sıcaklık değeri 71.12 ^{0}C çift katlı kompozit malzemenin camsı geçiş sıcaklığını (Tg) vermektedir.



Şekil 4.32. Çift Kat Kompozit DMA değerleri

BÖLÜM 5.

SONUÇLAR

Bu tezde tarımsal atıkların geri dönüşümü amacıyla çeltik saplarından nonwoven kumaş üretilmiştir. Hasat sonrası kurutulan Çeltik saplarına, NaOH, pektinaz enzimi ve ıslatıcı kullanılarak oda sıcaklığında 10 gün süre ile bekletilerek ön işlem uygulanmıştır. Daha sonra pH dengelemek için yıkama ve yumuşatma işlemi yapılan lifler 4-5 cm ştapel uzunluğunda kesilerek tarak makinesinde 9/1 oranında pamukla karıştırılarak tarak bandı ardından iğneleme işlemi ile nonwoven kumaş elde edilmiştir. Üretilen bu malzeme takviye malzemesi olarak kullanarak polilaktikasit polimeri ile birleştirerek biyokompozit malzeme üretilmiştir.

Alkali enzim uygulaması sonrasında lif yüzeyinde bulunan yabancı maddelerin azda olsa uzaklaştırıldığı ve fibriller arası hemiselüloz, lignin ve pektin gibi bağlayıcı maddelerin azalarak lif yüzeyinde meydana gelen fibrilleşme ile yüzey pürüzlülüğü arttırılmıştır. Alkali muamelesinden sonra Oksijen ve Karbon oranını arttırdığını, silisyum oranının azaldığını ve işlemin bir temizleme etkisi yarattığı görülmektedir. Yabancı maddelerin giderilmesi ile selüloz oranı da %80'lere çıkmaktadır. Lifin selüloz miktarındaki bu artış hem lifin mukavemetini hem de elde edilen nonwoven yüzeyin takviye malzemesi olarak kullanıldığı kompozit malzemenin ara yüzeyinde bağlanmasını arttırarak elde edilen biyokompozitin mekanik özelliklerini olumlu olarak etkilemektedir. Alkali enzim sonrası %75 oranında lif elde edilmiştir.

SEM analizinde yapılan enzimatik işlem sonucunda kompozit üretiminde matris ile bağlanmasını sağlayacak yapının oluştuğu, böylece ara yüzey oluşturmak için ilave bir kimyasal kullanıma gerek kalmadığı görülmektedir. Elde edilen nonwoven kumaşın çok yönlü olarak iğnelenerek liflerin birbirine geçirilerek düzgün bir keçe kumaşın elde

edildiğini ve bu aşamadan sonra biyokompozit malzeme üretiminde kullanılabilecek bir takviye malzemesi haline geldiği görülmektedir.

Ön işlem görmüş çeltik saplarının FTIR spektrumu hidrofilleştirme işleminin başarılı olduğunu ve düzgün modifiye edildiğini göstermektedir. PLA zincirindeki ester gruplarındaki C=O gruplarını varlığını gösteren karakteristik absorbsiyon bandı, -CH- gruplarına ait makaslama (eğilme), C-O gruplarına ait gerilme, -CH- gruplarına ait gerilme titreşim bandlarını belirlenmiş ve önceki çalışmalarla desteklenmiştir. Geniş ve orta şiddetteki N-H (amin ve amid) bağların çeltik liflerinin yapısından olduğu düşünülmektedir.

Çekme deneyi sonuçlarına göre; %10 takviye olarak kullanılan çeltik lifinden yapılmış nonwoven üretilen biyo kompozit malzemenin mukavemet değerini düşürmüştür. Lif miktarının artması mukavemetin azalmasına sebep olmuştur.

Üç nokta eğme test sonuçlarına göre; çekme testi ile elde edilen sonuçlar bu test ile desteklenmiştir. En iyi sonuçları PLA matris malzeme numunesi, en düşük değeri Tek katlı kompozit malzeme vermiştir.

DSC analiz sonuçlarına göre çeltik sapından üretilen nonwoven takviye malzemesi kristalin yapısından dolayı camlaşma noktasında pik meydana gelmemiştir. Sadece erime noktası piki görülmektedir. Tek katlı kompozit malzemede ekzotermik reaksiyon meydana gelmiş, camlaşma sıcaklığında ve erime noktasında pik oluşmuştur. Çift katlı kompozit malzemede endotermik bir tepkime olmuştur. Camlaşma ve erime sıcaklıkları ölçülmüştür. Elde edilen sonuçlara ve reaksiyonlara göre sıcaklık değerlerinin gelişmiş olduğu düşünülmektedir.

Diferansiyel Termal Analiz (DTA) verilerinde ekzotermik bir reaksiyon meydana geldiğini ve 450 ^{0}C ‘de meydana gelen pik kimyasal oksidasyon reaksiyonun olduğu noktadır. Oda sıcaklığından 260 ^{0}C arası maddenin kararlı olduğu sıcaklık limitini belirtmektedir.

TGA analizinde 4 numune bir arada değerlendirildiğinde selülozik kimyasal yapısı olan çeltik sapından üretilmiş nonwoven takviye malzemesinin diğer numunelere göre daha düşük sıcaklıklarda (260 ^{0}C) ağırlık kaybı olmaya başlamıştır. Bu durumda çeltik lifi takviyesinden üretilmiş kompozit malzemenin sıcaklık özelliği baskılanarak ısıya karşı daha dayanıklı hale geldiğini görmekteyiz.

PLA amorf yapıda bir malzemedir. Elde edilen difraktogramlarda yansıma şiddeti değerinin, amorf malzemelerin yapısına özgü geniş ve şiddetli bir pik içerdiği ve birbirine yakın pik değerleri oluşturduğu düşünülmektedir. XRD analizinde çeltik lifi takviyeli tek kat ve çift kat kompozit malzeme, matris malzeme olan PLA ile birleşince yapı baskılanmış ve kırılganlığın azaldığı belirlenmiştir.

Ses yutum katsayısı numunelerin yoğunluğu ile artar. Malzeme kalınlığının artmasının, numunedeki mikro gözenek miktarında artışa neden olduğu düşünülmektedir. Sonuç olarak, ses dalgaları ile yüzey arasındaki sürtünme artar ve kaybedilen ısı enerjisi dönüştürülen ses enerjisi miktarı artar. En düşük sonuç PLA matris malzemesinindir ve 0,24 ses yutum katsayı değerini vermiştir. En yüksek değer 0,99 ile çift katlı kompozit malzeme vermiştir. Doğal lif takviyeli kompozitler ayrıca, özellikle havacılık uygulamaları için çok faydalı olabilecek yüksek frekanslarda, sentetik elyaf takviyeli kompozitlerden daha iyi akustik emilim davranışına sahiptir.

Isı iletkenlik sonuçlarına göre; tek kat kompozit malzeme en yüksek ısı iletkenlik değerini, Çeltik sapı ile üretilen nonwoven malzeme ise en düşük değeri vermiştir. Düşük ısı iletkenlik katsayısına sahip olan malzemenin, ısı yalıtım uygulamaları için idealdir. Binalara ısı yalıtımı kazandırmak için tekstil malzemeleri inşaat malzemesi olarak kullanılmaktadır.

PLA'nın hem depolama hem de kayıp modülleri, PLA'nın cam geçişinin altındaki lif içeriği arttıkça azaldı, ancak kayıp modülü üzerindeki etkisi daha önemlidir. Dinamik mekanik analiz (DMA) sonuçları, PLA'nın 110 °C civarında soğuk kristalleşmesini açıkça göstermektedir ve liflerin varlığı, PLA'nın soğuk kristalleşmesi ve erimesi arasında daha yüksek modül değerlerine yol açmıştır. Tek kat kompozit malzemenin Dinamik Mekanik Analizi, -42/100 ^{0}C arası sıcaklıkta, 4 ^{0}C/dak. Isıtma hızında, 0,9 gram ağırlık ve 4 mm incelikteki numuneye uygulanmıştır. Üç noktadan eğme modunda yapılmıştır. Tan(δ) pikinin maksimum olduğu tepe noktasındaki sıcaklık değeri 71.30 ^{0}C tek katlı kompozit malzemenin camsı geçiş sıcaklığını (Tg) vermektedir. Tan(δ) pikinin maksimum olduğu tepe noktasındaki sıcaklık değeri 71.12 ^{0}C çift katlı kompozit malzemenin camsı geçiş sıcaklığını (Tg) vermektedir.

Yapılan analizler ve testler sonucunda çeltik lifi takviyeli biyokompozit malzemenin ısı ve ses iletimi düşük olaması nedeni ile inşaat, otomotiv veya diğer endüstri alanlarında ısı ve ses yalıtım amacı ile kullanılabilir olduğu düşünülmektedir.

Bu çalışmanın devamı olarak çeltik liflerinden iplik ve kumaş üreterek bu malzemeyi takviye olarak kullanarak yeni bir kompozit malzeme yapılması planlanmaktadır. Ayrıca PLA polimer içersine toz halinde çeltik lifi konularak üç boyutlu yazıcılar için PLA/Çeltik filament üretimi düşünülmektedir.

KAYNAKLAR

A. El-Hadi, R. Schnabel, E. Straube, G. Muller & S. Henning, (2002), *Polymer testing 21*, 665pg.

Abdul Hamid, M. Z., Ibrahim, N. A., Zin Wan W., Yunus, Md., Zaman, K., & Dahlan M., (2010). Effect of grafting on properties of oil palm empty fruit bunch fiber reinforced polycaprolactone biocomposites, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 29, no. 18, pp. 2723–2731,

AbdulRaheem, R. H., (2018)., Effect of Natural Fibers on Mechanical Properties of Polymer Composites, *Engineering and Technology Journal*, Vol. 36, Part A, No. 10, DOI: http://dx.doi.org/10.30684/etj.36.10A.6

Ağırgan, A.Ö., (2013). *Aloe Vera Jel Katılımının Biyopolimer Karışımlarından Üretilmiş Nanokompozitin Mekaniksel ve Termal Özelliklerine Etkileri*, Doktora Tezi, Tekstil Eğitimi Anabilim Dalı, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.

Ağırgan, M. & Taşkın, V., (2018). Nonwoven Production from Waste Rice Straw by Using Enzymatic Method. *Journal of Natural Fibers*, 1-7., Doi: 10.1080/15440478.2018.1546637

Ağırgan, M., (2003). *Nonwoven (Dokusuz Yüzey) Esaslı Emici Bezlerde Lif Cinsi ve Sıklığının Hava, Sıvı ve Isı Geçirgenliğine Etkisinin İncelenmesi*. Yüksek Lisans Tezi, Tekstil Eğitimi Anabilim Dalı, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.

Ağırgan, Ö., Ağırgan, M. & Taşkın, V., (2019). Tarımsal Atıklardan Lif Takviyeli Kompozit Üretimi. Sözlü sunum. Türk Kompozit 2019 Fuarı.

Akin, D. E, Condon, B., Sohn, M., & Foulk, J.A. (2007) Optimization for enzyme- retting of flax with pectate lyase, *Industrial Crops and Products*, 136-146.

Akin, D. E., (2013) Linen Most Useful: Perspectives on Structure, Chemistry, and Enzymes for Retting Flax, *Hindawi Publishing Corporation ISRN Biotechnology Volume,* Article ID 186534, 23 pages.

Akonda M., S. Alimuzzaman, D. U. Shah&A.N.M. Masudur Rahman. (2018), "Physico-Mechanical, Thermal and Biodegradation Performance of Random Flax/Polylactic Acid and Unidirectional Flax/Polylactic Acid Biocomposites", *Fibers*, 6, 98; doi:10.3390/fib6040098

Alimuzzaman, S. (2013). *Nonwoven Flax Fibre Reinforced PLA Biodegradable Composites,* A thesis submitted to The University of Manchester for the degree of Doctor of Philosophy in the Faculty of Engineering and Physical Sciences.

Allard, J.F. & Atalla N., (2009), Propagation of Sound in Porous Media: Modelling Sound Absorbing Materials, *UK: John Wiley & Sons*.

Ambjörnsson, H.A. (2013). *Mercerization and Enzymatic Pretreatment of Cellulose in Dissolving Pulps,* Materials Science. Karlstad University, Faculty of Health, Science and Technology, Department of Engineering and Chemical Sciences.

Arslan, M.B. Karakuş, B. & Güntekin, E. (2007). Tarımsal atıklardan lif ve Yonga Levha Üretimi. *ZKÜ Bartın Orman Fakültesi Dergisi* cilt:9, Sayı:12.

Arumugam, V., Mishra, R., Militky, J., & Novak, J. (2015). Thermo-acoustic behaviour of 3D knitted spacer fabrics, Fibers and Polymers, 16(11), pp. 2467-2476.

Asaithambi, B., Ganesan, G. & Kumar, S. A, (2014)., Bio-composites: Development and Mechanical Characterization of Banana/Sisal Fibre Reinforced Poly Lactic Acid (PLA) Hybrid Composites, *Fibers and Polymers*, Vol.15, No.4, 847-854 DOI 10.1007/s12221-014-0847-y

Azwa, Z.N. & Yousif, B.F., (2013) A Review on the Degradability of Polymeric Composites Based on Natural Fibres. Materials and Design, 47, 424-442. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.11.025

Beşergil, B. (2016), *Doğadan Teknolojiye Kompozitler Temel İlkeler*, ISBN 978-605-344-391-9. Gazi Kitabevi.

Briga-Sá, A., Nascimento, D., Teixeira, N., Pinto, J., Caldeira, F., Varum, H., & Paiva A. (2013). Textile waste as an alternative thermal insulation building material solution, *Construction and Building Materials*, 38, pp.155-160.

Buzarovska, A. Bogoeva-Gaceva, G. Grozdanov, A. Avella, M. Gentile, G. & Errico, M. (2008). Potential use of rice straw as filler in eco-composite materials, *Australian Journal of Crop Science Southern Cross Journals*©2008 1(2):37-42 www.cropsciencejournal.org ISSN: 1835-2707.

Callister, W.D. & Rethwish, D., (2015). *Malzeme Bilimi ve Mühendisliği*, Nobel Yayın Dağıtım, ISBN 6051334189.

Charlet, K., Jernot, J.P., Eve, S.M., Gomina, J., Bréard, (2010). Multi-scale morphological characterisation of flax: from the stem to the fibrils, *Carbohydr. Polym.* 82 54–61, doi: http:// dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.04.022.

Chen, J. J., Yu, H. Q., Guo, Z., You, J. Z., & Song, W.F. (2015). On sound absorption and thermal properties of non-wovens, *Thermal Science*, 19(4), pp. 1470-1472.

Chen, X., Yu, J. Zhang, Z. H. & Lu, C. (2011). Study on structure and thermal stability properties of cellulose fibers from rice straw, *Carbohydrate Polymers*, vol. 85, no. 1, pp. 245–250.

Cho, D., Lee, H. S.& Han, S. O. (2009), Effect of fiber surface modification on the interfacial and mechanical properties of kenaf fiber–reinforced thermoplastic and thermosetting polymer composites, *Composite Interfaces* 16 (7–9), 711–729.

Edirne İli Çeltik Raporu (2012).

Eyüpoğlu, S., Dayıoğlu, H., Merdan, N., & Kılınç, M. (2018), The Investigation Of Air, Heat And Sound Permeability Of Perlite Coated Nonwoven Fabrics With Different Weights, *The Online Journal of Science and Technology*, Volume 8, Issue 2.

Fahim, I. S. (2011). *Experimental Investigation of Natural Fiber Reinforced Polymers*, A thesis submitted in partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science in Mechanical Engineering.

Faruk, O., Bledzki, A.K., Fink, H.P., & Sain, M. (2012). Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010.", *Progress in Polymer Science* 37:1552–1596.

Foulk, J. A., Akin, D. E. & Dodd, R. B (2008). Infuluence Of Pectinolytic Enzymes On Retting Effectiveness And Resultant Fiber Properties, *bioresources*.

Foulk, J.A., Wayne, Y., Chao, Akin, D. E., Dodd, R. B. & Layton, P. A. (2004). Enzyme-Retted Flax Fiber and Recycled Polyethylene Composites, *Journal of Polymers and the Environment*, Vol. 12, No. 3.

Gomes, A., Matsuo, T., Goda, K & Ohji, J. (2007). Development and effect of alkali treatment on tensile properties of curova fiber green composites. *Compos A Appl. Sci Manuf* 38:1811-1820, doi: 10.1016/j.compositesa.2007.04.010

Grozdanov, A., Buzarovska, A., Bogoeva-Gaceva, G. Avella, M. Errıco, M.E. & Gentille, G. (2006). Rice straw as an alternative reinforcement in polypropylene composites Agron. Sustain. Dev. 26 251–255 © INRA, *EDP Sciences*.

Gurunathan T, Mohanty S, & Nayak SK. (2015), "A review of the recent developments in biocomposites based on natural fibres and their application", Composite Part A 2015;77:1–25.

Gültekin, G., (2006). *Yara Örtü Malzemesi Uygulamaları için Yağ Asidi Temelli Poliüretan Filmlerin Üretilmesi*, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 52s, İstanbul.

Han, J., Branford-White, C. J. & Zhu, L. (2010). Preparation of poly (ε- caprolactone) / poly (trimethylene carbonate) blend nanofibers by electrospinning, *Carbohydrate Polymers*, vol. 79, no. 1, pp. 214–218.

Hasina, M., Hosseini, M., Fouladi, M., Al-Atabi, & Namasivayam, S, N., (2016). Acoustic Absorption of Natural Fiber Composites, *Hindawi Publishing Corporation J. of Eng.*, Article ID 5836107, 11 pages, http://dx.doi.org/10.1155/2016/5836107.

Hongwei, M. & Joo, C, W. (2010). Structure and mechanical properties of jute–polylactic acid biodegradable composites, *J. of Composite Materials* 45(14) 1451–1460.

http://bilsenbesergil.blogspot.com/p/blog-page_96.html

http://merkezlab.comu.edu.tr/laboratuvarlarimiz/ileri-teknolojik-malzeme.html (2019)

http://merlab.metu.edu.tr/tr/termogravimetrik-analiz-cihazi (11.01.2019)

http://www.perkinelmer.com/product/dma-8000-analyzer-qtz-window-ssti-clamp-n5330101

https://merkezlab.trakya.edu.tr/pages/Elektron-Mikroskobi (2019)

https://www.dioki.com.tr/tr/laboratuvarımızda-sık-yapılan analizlerve temel prensipleri.html

https://www.grafen.com.tr/pdf/1386449314.pdf (18.02.2019)

https://www.perkinelmer.com/product/spotlight-400-std-frontier-mir-tgs-na-l1860116 (2019)

Jawaid, M. & Abdul Khalil, H.P. S. (2011). Cellulosic/synthetic fiber reinforced polymer hybridcomposites: A review. *Carbohydrate Polymers* 86:1–18.

Jayamanı, E., (2015). *Sound Absorption and Impedance Study of Lignocellulosic Fibre based Composites for Acoustical Applications*. A thesis submitted In fulfilment of the requirement for the Degree of Doctor of Philosophy (PhD) Faculty of Engineering Universiti Malaysia Sarawak.

Jones, R. M. (1999). Mechanics of Composite Materials, *Taylor and Francis*.

Korjenic, A., Petránek, V., Zach, J., & Hroudová, J. (2011). Development and performance evaluation of natural thermal-insulation materials composed of renewable resources, Energy and Buildings, 43(9), pp. 2518- 2523.

Kozlowski R., Kicin´ska-Jakubowska A. & Muzyczek M. (2009), 'Natural fibres for interior textiles', in T. Rowe (ed.), *Interior Textiles Design and Development*, Woodhead Publishing Ltd, UK]

Köksal, S. (2016) Kompozit malzemeler.

Lao L., Wang Y., Zhu Y., Zhang Y., Gao C., (2011), Poly (lactide-coglycolide)/ hydroxyapatite nanofibrous scaffolds fabricated by electrospinning for bone tissue engineering, *J Mater Sci: Mater Med* 22:1873–1884

Matykiewicz, D, Barczewskım, M., & Pucala H., (2018). Influence Of The Compression Molding Temperature On Thermomechanical Properties Of The Basalt-Reinforced Poly (Lactic Acid) (PLA) Composites, *Revista Română de Materiale / Romanian Journal of Materials*, 48 (1), 108 – 114.

Mert, M., (2009), *Lif Bitkileri*. ISBN 978-605-395-243-5 1. Baskı, XVIII+278s. Nobel Yayınevi.

Mittal, V. & Sinha, S. (2016). Effect of Alkali Treatment on the thermal properties of wheat straw fiber reinforced epoxy composites, *Journal of Composite Materials*.

Mittal, V.R., Saini, S. & Sinha, S. (2016). Natural fiber-mediated epoxy composites- *A review Composites* Part B 99 425-435

Mofokeng, J. P., Luyt, A. S., Ta´bi, T. J. & Kova, CS. (2012), "Comparison of injection moulded, natural fibre reinforced composites with PP and PLA as matrices", *Article in J. of Thermoplastic Comp. Mat.*, DOI: 10.1177/0892705711423291

Mojsov, K. (2012). *Biotechnological Applications Of Pectinases in Textile Processing And Bioscouring Of Cotton Fibers*, II International Conference Industrial Engineering and Environmental Protection, Zrenjanin, Serbia.

Mussig J, editor., (2010) *Industrial applications of natural fibres: structure, properties and technical applications.* Chichester: Wiley & Sons, Ltd.

Okada, M. (2002). Progress in Polymer. *Sci*. 27, 87.

Parameswaran, B., Raveendran, S., Singhania, R., Surender, V., Lalitha D., Nagalakshmi, S., Kurien, N., Sukumaran, R. K. & Pandey, A., (2010) Bioethanol production from rice straw: An overview., *Bioresource Technology* page 4767–4774.

Peltola, H., (2010). Lignin-compatibilised biocomposites, *VTT Technical Research Centre of Finland, Developments in advanced biocomposites*, Ali Harlin & Minna Vikman (eds.), ISBN 978-951-38-7665-4.

Prasad, R. Murali M. R., Kumar, A.V., (2006). Flexural properties of rice straw reinforced polyester composites, *Indian J. of Fibre & Textile Res.* Vol.31 p.p 335-338.

Preza, J. D., Willem, A., Vuureb, V., Ivensb, J., Aertsa, G., & Voordea, V. (2018), Enzymatic treatment of flax for use in composites, *Biotechnology Reports* 20, https://doi.org/10.1016/j.btre.2018.e00294

Rahamat, U. J., (2013). *Sound Absorption Performance of Natural Fibers and Their Comp.*, http://textilelearner.blogspot.com/2013/10/acoustic-absorption-performance-of.html#ixzz3v8FhSXCy

Ramamoorthy, S., Skrifvars, M., & Persson, A. (2015), A review of natural fibers used in biocomposites: plant, animal and regenerated cellulose fibers. *Polym Rev* 2015; 55:107–62.

Ray, D., (2017), Biocomposites for High-Performance Application, *Elsevier* Ltd.

Reddy, N. &Yang, Y. (2006). Properties of High-Quality Long Natural Cellulose Fibers from Rice Straw, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*,54,8077-8081. DOI: 10.1177/0021998310382316 jcm.sagepub.com.

Rowell, R.M. & Clemons, C.M. (1992). *Chemical modification of wood fiber for thermoplasticity, compatibilization with plastics and dimensional stability*. Paper presented at the International Particleboard/Composite Mat. Symposium, Pullman, WA.

Rowell, R.M., Young, R.A., & Rowell, J.K. (1997). *Paper and Composites from Agrobased Resources.* Boca Raton, FL: CRC Press.

Saçak M., (1994), Lif Kimyası, Ders Kitabı, Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Kimya Böl., A. Ü. F. F. Döner Sermaye İşletmesi Yayınları No:18, Ankara.

Srinivas K., Naidu A.L.& Bahubalendruni MVA, (2017), A Review on Chemical and Mechanical Properties of Natural Fiber Reinforced Polymer Composites , *International Journal of Performability Engineering*, Vol. 13, No. 2, pp. 189-200.

TAPPI Test Methods. (2002). TAPPI Press: Atlanta, GA.

Taşdemir, M. (2018), *Plastik Malzemelerin Test Teknikleri*, Seçkin Yayıncılık, ISBN: 978-975-02-4729-3, Ankara.

Türkiye Teknoloji Geliştirme Vakfı, (2010). İleri Teknoloji Projeleri (İTEP) Destek programı raporu.19.08.2010 https://docplayer.biz.tr/6442486-Itep-19-08-2010-ileri-teknoloji-projeleri-itep-destek-programi-raporu-19-08-2010.html

Varghese, S., Kuriakose, B., &Thomas, S. (1994). Stress relaxation in short sisal fiber-reinforced natural rubber composites. *J.of Applied Polymer Science* 53:1051–1060.

Vink, E., Rabago, R. K., Glassner, D.& Gruber, P. (2003) Applications of life cycle assessment to Nature Works TM polylactide (PLA) production Degradation and Stability 80 403.

www.alfakimya.com (2018)

www.fao.org (2014)

www.tüik.gov.tr (2014)

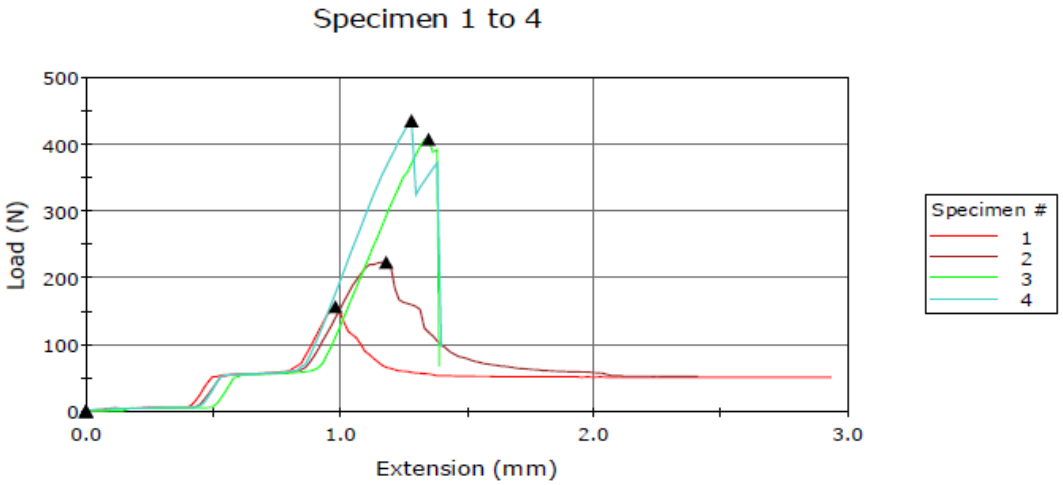
www.kumrukimya.com (2018)

www.knowledgebank.irri.org/images/stories/crop-calender-growth-dsr.jpg (2019)

Yang, W. D., & Li, Y. (2012). Sound absorption performance of natural fibers and their composites. *Sci China Tech Sci*, 55: 2278-2283, doi: 10.1007/s11431-012-4943-1

Yasin, M. Bhutto, A.W., Bazmia, A.A., & Karimb, S. (2010). Efficient Utilization of Rice-wheat Straw to Produce Value –added Composite Products, *International Journal of Chemical and Environmental Engineering*, Volume 1, No.2.

EKLER

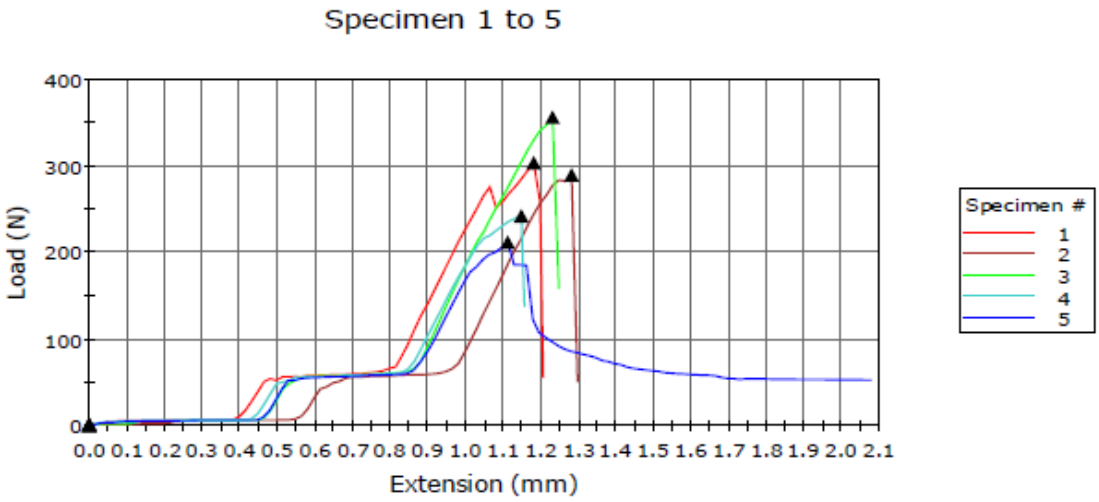


	Extension at Maksimum Yük (mm)	Load at Maksimum Yük (N)	Tensile stress at Maksimum Yük (MPa)
1	0.98050	158.09066	7.90453
2	1.18050	224.43342	11.22167
3	1.34680	407.92918	20.39646
4	1.28010	435.83528	21.79176
Mean	1.19698	306.57214	15.32861
Standard Deviation	0.15968	136.35216	6.81761

	Tensile extension at Maksimum Yük (mm)	Tensile stress at Maksimum Çekme uzamasi (MPa)	Load at Maksimum Çekme uzamasi (N)
1	0.98050	2.63923	52.78459
2	1.18050	2.68530	53.70602
3	1.34680	3.44877	68.97537
4	1.28010	4.89673	97.93460
Mean	1.19698	3.41751	68.35014
Standard Deviation	0.15968	1.05371	21.07422

	Extension at Maksimum Çekme uzamasi (mm)	Modulus at Modülüs (E-modülüs) (MPa)	Tensile strain at 0% of Break (Tensile extension) (%)
1	2.93040	-----	0.00000
2	2.40540	-----	0.00000
3	1.38850	-----	0.00000
4	1.39680	-----	0.00000
Mean	2.03027	-----	0.00000
Standard Deviation	0.76684	-----	0.00000

Ek 1. Tek Katlı Kompozit Malzemenin Çekme Değerleri (Makine Ters Yönü)

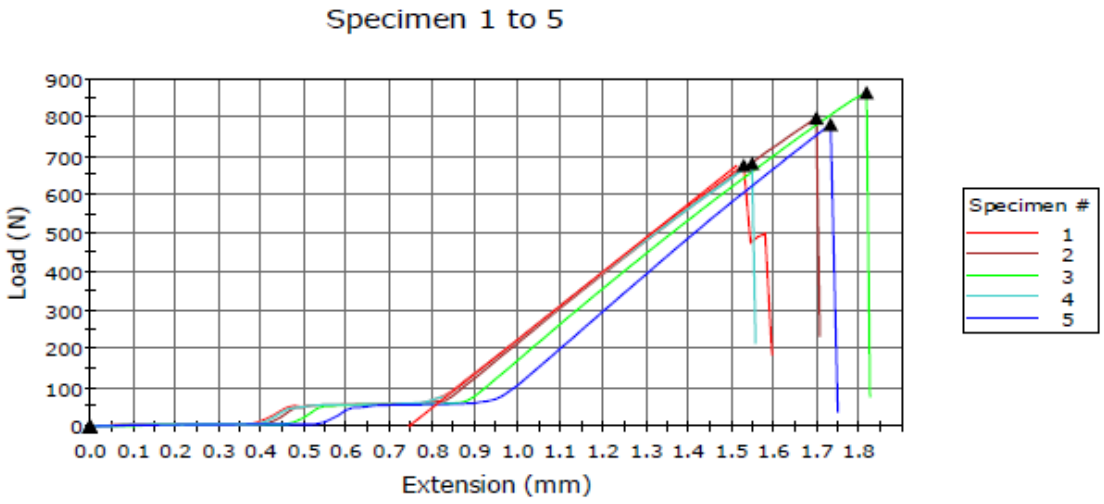


	Extension at Maksimum Yük (mm)	Load at Maksimum Yük (N)	Tensile stress at Maksimum Yük (MPa)
1	1.18050	303.54464	15.17723
2	1.28050	289.72316	14.48616
3	1.23010	355.80273	17.79014
4	1.14750	242.33546	12.11677
5	1.11120	212.05998	10.60300
Mean	1.18996	280.69319	14.03466
Standard Deviation	0.06690	55.73824	2.78691

	Tensile extension at Maksimum Yük (mm)	Tensile stress at Maksimum Çekme uzamasi (MPa)	Load at Maksimum Çekme uzamasi (N)
1	1.18050	2.78402	55.68049
2	1.28050	2.54709	50.94172
3	1.23010	7.93086	158.61716
4	1.14750	6.88438	137.68763
5	1.11120	2.67214	53.44281
Mean	1.18996	4.56370	91.27396
Standard Deviation	0.06690	2.62370	52.47408

	Extension at Maksimum Çekme uzamasi (mm)	Modulus at Modülüs (E-modülüs) (MPa)	Tensile strain at 0% of Break (Tensile extension) (%)
1	1.20550	-----	0.00000
2	1.29720	-----	0.00000
3	1.24680	-----	0.00000
4	1.15580	-----	0.00000
5	2.07780	-----	0.00000
Mean	1.39662	-----	0.00000
Standard Deviation	0.38434	-----	0.00000

Ek. 2. Tek Katlı Kompozit Malzemenin Çekme Değerleri (Makine Yönü)

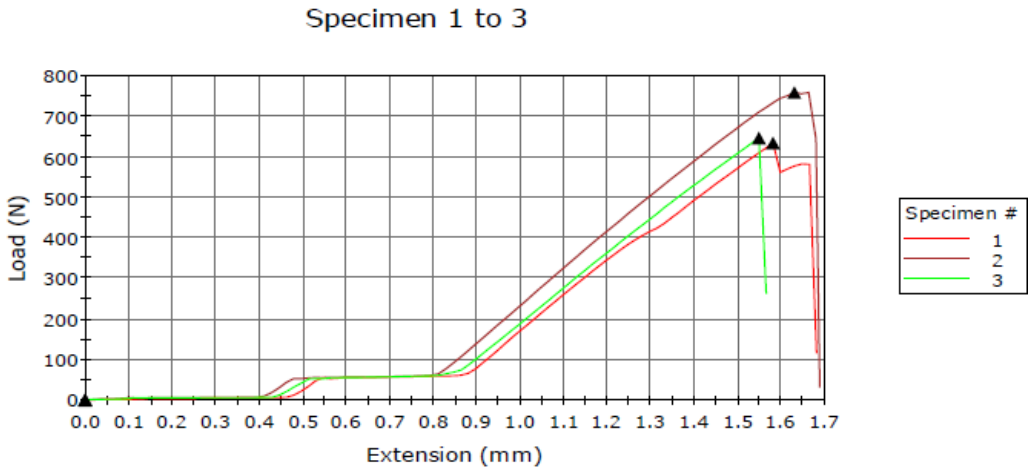


	Extension at Maksimum Yük (mm)	Load at Maksimum Yük (N)	Tensile stress at Maksimum Yük (MPa)
1	1.52680	676.06477	33.80324
2	1.69680	798.21976	39.91099
3	1.81380	863.77280	43.18864
4	1.54680	681.06674	34.05334
5	1.73010	781.89728	39.09486
Mean	1.66286	760.20427	38.01021
Standard Deviation	0.12292	80.59840	4.02992

	Tensile extension at Maksimum Yük (mm)	Tensile stress at Maksimum Çekme uzamasi (MPa)	Load at Maksimum Çekme uzamasi (N)
1	1.52680	9.29326	185.86515
2	1.69680	11.68897	233.77936
3	1.81380	3.84367	76.87334
4	1.54680	10.79387	215.87731
5	1.73010	1.82969	36.59381
Mean	1.66286	7.48989	149.79779
Standard Deviation	0.12292	4.39128	87.82565

	Extension at Maksimum Çekme uzamasi (mm)	Modulus at Modülüs (E-modülüs) (MPa)	Tensile strain at 0% of Break (Tensile extension) (%)
1	1.59350	5059.03931	0.00000
2	1.70510	-----	0.00000
3	1.82210	-----	0.00000
4	1.55510	-----	0.00000
5	1.74680	-----	0.00000
Mean	1.68452	5059.03931	0.00000
Standard Deviation	0.10985	-----	0.00000

Ek. 3. Çift Katlı Kompozit Malzemenin Çekme Değerleri (Makine Yönü)

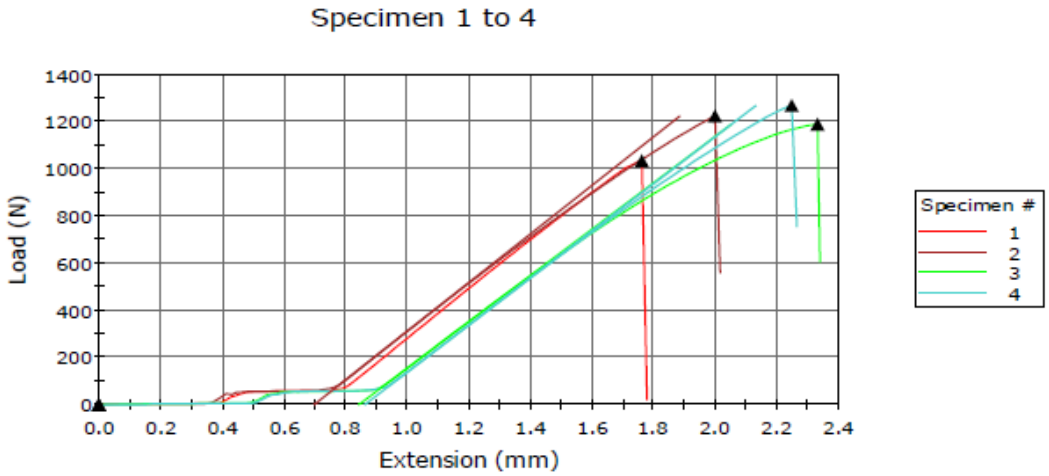


	Extension at Maksimum Yük (mm)	Load at Maksimum Yük (N)	Tensile stress at Maksimum Yük (MPa)
1	1.57980	634.46887	31.72344
2	1.62850	758.20339	37.91017
3	1.54750	646.31582	32.31579
Mean	1.58527	679.66269	33.98314
Standard Deviation	0.04078	68.27568	3.41378

	Tensile extension at Maksimum Yük (mm)	Tensile stress at Maksimum Çekme uzamasi (MPa)	Load at Maksimum Çekme uzamasi (N)
1	1.57980	5.83132	116.62637
2	1.62850	1.63224	32.64487
3	1.54750	13.17642	263.52833
Mean	1.58527	6.87999	137.59985
Standard Deviation	0.04078	5.84310	116.86192

	Extension at Maksimum Çekme uzamasi (mm)	Modulus at Modülüs (E-modülüs) (MPa)	Tensile strain at 0% of Break (Tensile extension) (%)
1	1.67980	-----	0.00000
2	1.68680	-----	0.00000
3	1.56420	-----	0.00000
Mean	1.64360	-----	0.00000
Standard Deviation	0.06885	-----	0.00000

Ek. 4. Çift Katlı Kompozit Malzemenin Çekme Değerleri (Makine Ters Yönü)

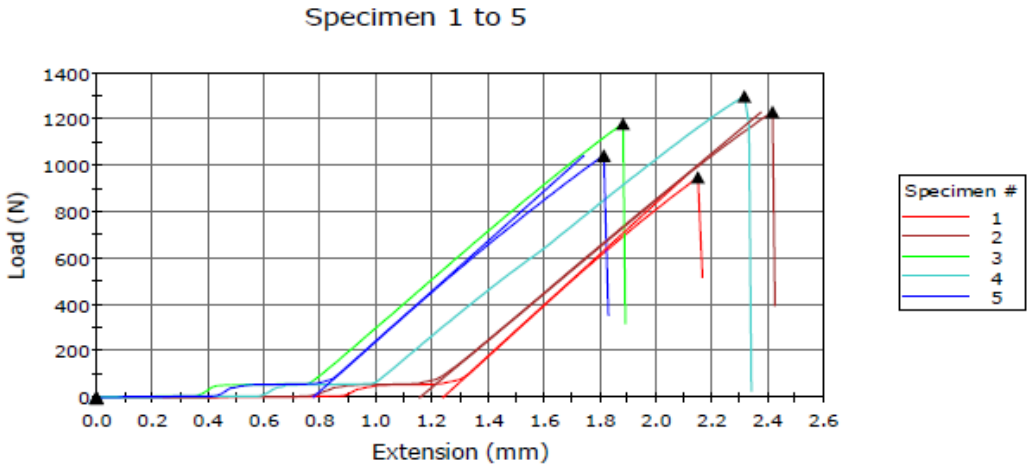


	Extension at Maksimum Yük (mm)	Load at Maksimum Yük (N)	Tensile stress at Maksimum Yük (MPa)
1	1.75980	1034.63177	51.73159
2	1.99650	1223.52456	61.17623
3	2.32840	1189.29999	59.46500
4	2.24480	1268.27957	63.41398
Mean	2.08238	1178.93397	58.94670
Standard Deviation	0.25712	101.49144	5.07457

	Tensile extension at Maksimum Yük (mm)	Tensile stress at Maksimum Çekme uzamasi (MPa)	Load at Maksimum Çekme uzamasi (N)
1	1.75980	1.02015	20.40303
2	1.99650	27.90610	558.12194
3	2.32840	30.24257	604.85151
4	2.24480	37.67982	753.59634
Mean	2.08238	24.21216	484.24321
Standard Deviation	0.25712	16.01310	320.26200

	Extension at Maksimum Çekme uzamasi (mm)	Modulus at Modülüs (E-modülüs) (MPa)	Tensile strain at 0% of Break (Tensile extension) (%)
1	1.77650	-----	0.00000
2	2.01320	5927.52457	0.00000
3	2.33670	5648.52829	0.00000
4	2.26150	5739.28833	0.00000
Mean	2.09698	5771.78040	0.00000
Standard Deviation	0.25447	142.30788	0.00000

Ek.5. Polilaktik Asit Matris Malzemenin Çekme Değerleri (Makine Yönü)

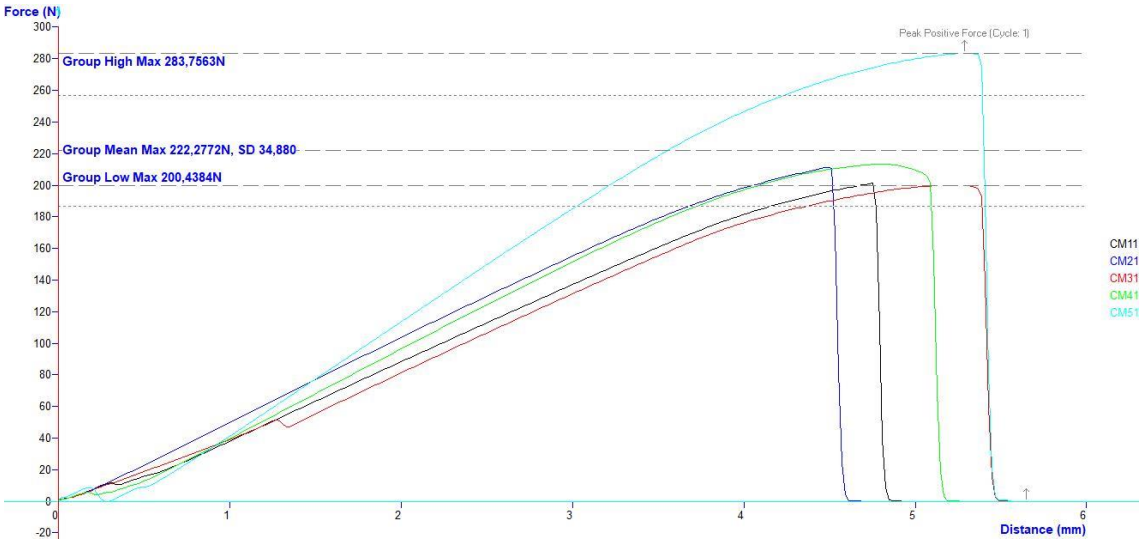


	Extension at Maksimum Yük (mm)	Load at Maksimum Yük (N)	Tensile stress at Maksimum Yük (MPa)
1	2.14710	949.72872	47.48643
2	2.41380	1230.76423	61.53821
3	1.88010	1180.08581	59.00429
4	2.31310	1298.55503	64.92775
5	1.81120	1044.50420	52.22521
Mean	2.11306	1140.72760	57.03638
Standard Deviation	0.26316	141.69040	7.08452

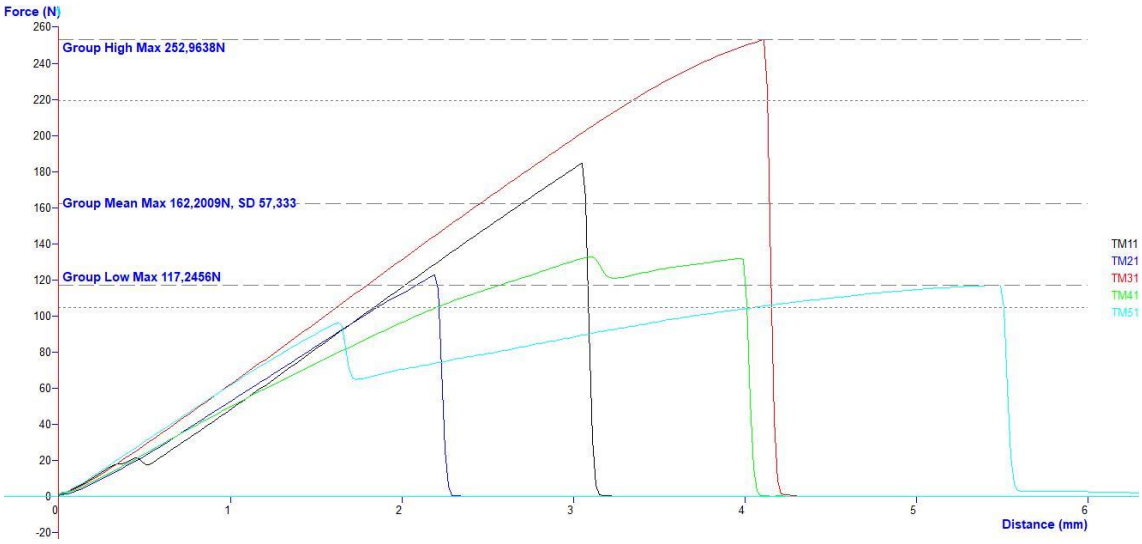
	Tensile extension at Maksimum Yük (mm)	Tensile stress at Maksimum Çekme uzamasi (MPa)	Load at Maksimum Çekme uzamasi (N)
1	2.14710	25.86580	517.31588
2	2.41380	19.74488	394.89760
3	1.88010	15.92753	318.55067
4	2.31310	1.38214	27.64279
5	1.81120	17.73748	354.74967
Mean	2.11306	16.13157	322.63132
Standard Deviation	0.26316	9.05507	181.10147

	Extension at Maksimum Çekme uzamasi (mm)	Modulus at Modülüs (E-modülüs) (MPa)	Tensile strain at 0% of Break (Tensile extension) (%)
1	2.16380	6324.86801	0.00000
2	2.42210	5793.86139	0.00000
3	1.88840	-----	0.00000
4	2.33810	-----	0.00000
5	1.82780	6188.58643	0.00000
Mean	2.12804	6102.43861	0.00000
Standard Deviation	0.26431	275.78632	0.00000

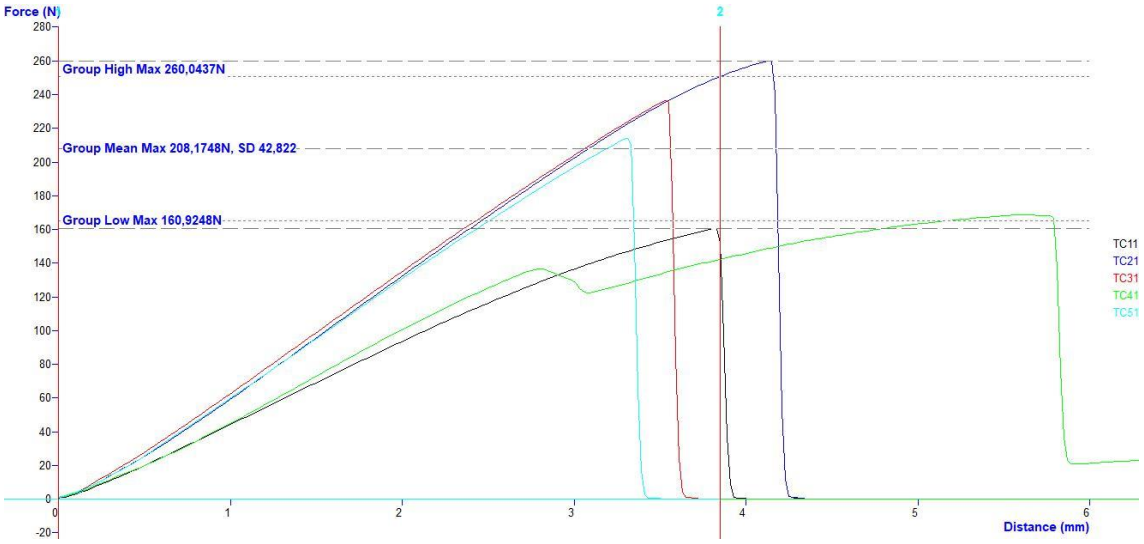
Ek.6. Polilaktik Asit Matris Malzemenin Çekme Değerleri (Makine Ters Yönü)



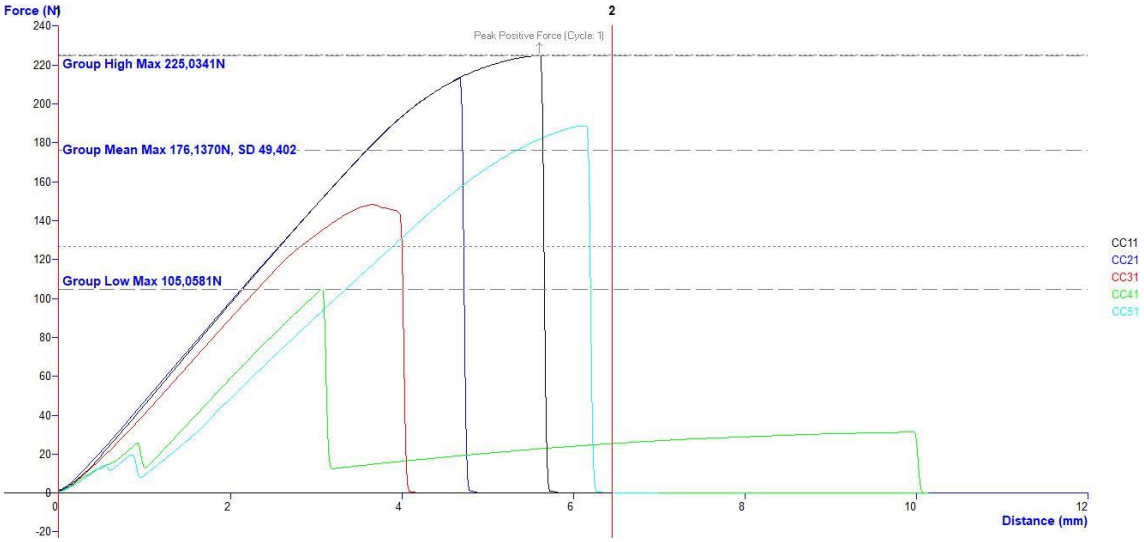
Ek. 7. Tek Katlı Kompozit Malzemenin Eğme Değerleri (Makine Yönü)



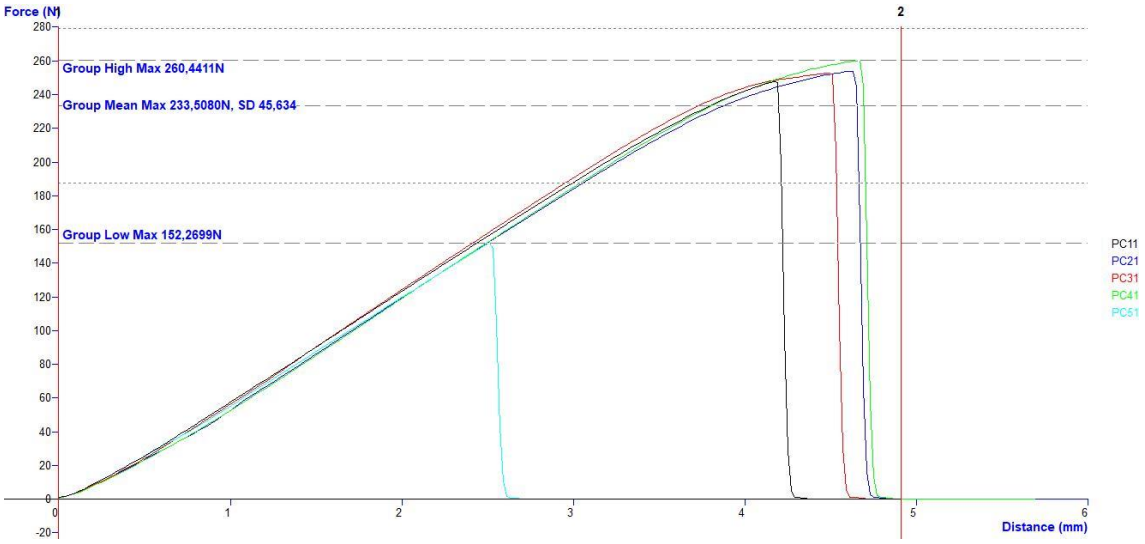
Ek.8. Tek Katlı Kompozit Malzemenin Eğme Değerleri (Makine Ters Yönü)



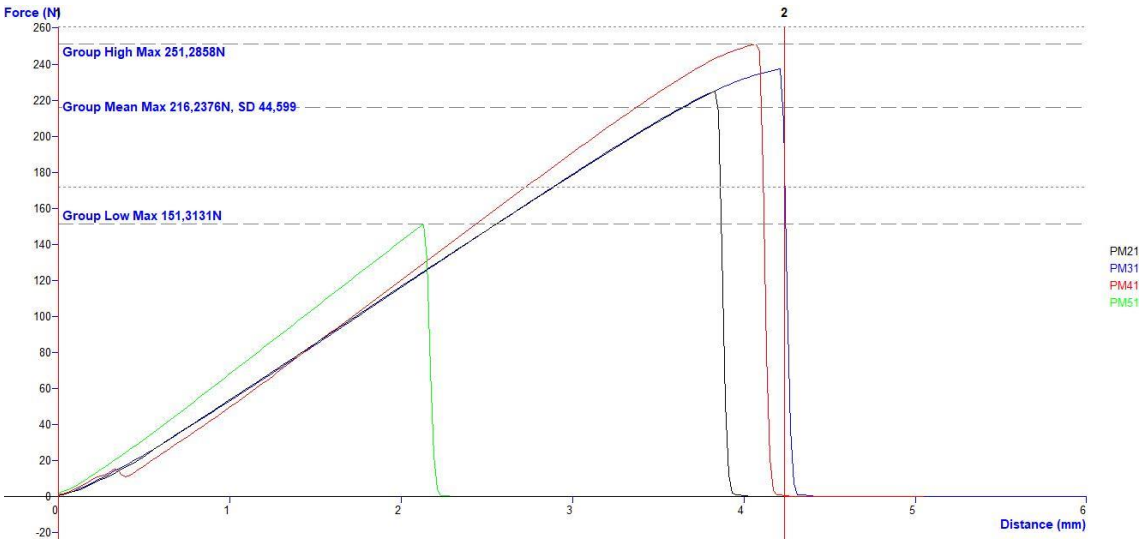
Ek.9. Çift Katlı Kompozit Malzemenin Eğme Değerleri (Makine Yönü)



Ek.10. Çift Katlı Kompozit Malzemenin Eğme Değerleri (Makine Ters Yönü)



Ek.11. Polilaktik Asit Matris Malzemenin Eğme Değerleri (Makine Ters Yönü)



Ek.12. Polilaktik Asit Matris Malzemenin Eğme Değerleri (Makine Yönü)

ÖZGEÇMİŞ

Doğum tarihi	21.02.1974
Doğum yeri	İstanbul
Lise	1988-1990 İstanbul Tekstil Meslek Lisesi
Lisans	1991-1995 Marmara Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Tekstil Öğretmenliği Bölümü
Yüksek Lisans	Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tekstil Teknolojisi Anabilim Dalı (2000- 2003)
Doktora	Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı (2013- 2020)

Çalıştığı Kurumlar

1995-1996	Mithat Giyim San. A.Ş. (Planlama)
1996-1997	Tayeks Tekstil A.Ş (Üretim Sorumlusu)
1997-1998	Teksfil-Polaris Tekstil A.Ş (Üretim+ Satın Alma)
1999 -Devam ediyor	Kırklareli Üniversitesi Lüleburgaz Meslek Yüksekokulu, Tekstil Teknolojisi Bölümü Öğretim Görevlisi, Bölüm Başkanı V.

YAYINLAR

Projelerde Yaptıgı Görevler:

Dogal Lif Takviyeli Biyobozunur Kompozit Malzemelerın Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi, Trakya Üniversitesi destekli bilimsel arastırma projesi, Yürütücü: Vedat TASKIN, Arastırmacı: Mehtap AĞIRGAN, 24/12/2017

Pirinç Saplarından Lif ve Nonwoven Kumaş Üretimi, Trakya Üniversitesi destekli bilimsel arastırma projesi, Yürütücü: Vedat TAŞKIN Arastırmacı: Mehtap AĞIRGAN, 15/10/2018.

Patent Başvurusu:

Pirinç Saplarından Lif ve Nonwoven Kumaş Üretimi (2018), Patent Başvuru No: 2017/17752 Patent Basvuru Sahipleri: Mehtap AĞIRGAN, Patent Bulus Sahipleri: Mehtap AĞIRGAN, VedatTAŞKIN

Uluslararası hakemli dergilerde yayımlanan makaleler:

1. AGIRGAN MEHTAP, TASKIN VEDAT. (2018). Nonwoven Production from Waste Rice Straw by Using Enzymatic Method. *Journal of Natural Fibers*, 1-7., Doi: 10.1080/15440478.2018.1546637 (Yayın No: 4350538)

Uluslararası bilimsel toplantılarda sunulan ve bildiri kitaplarında (proceedings) basılan bildiriler:

1. Ahmet Özgür AĞIRGAN, Mehtap AĞIRGAN, Vedat TAŞKIN. (2019). Tarımsal Atıklardan Lif Takviyeli Kompozit Üretimi. Türk Kompozit Fuarı 2019, İstanbul. (Sözlü Sunum).
2. AĞIRGAN MEHTAP, TAŞKIN VEDAT, AĞIRGAN AHMET ÖZGÜR (2018). Pirinç Sapı Takviyeli Kompozit Malzemeler. 7. Uluslararası Meslek Yüksekokulları Sempozyumu, Azerbaycan-Bakü. 1. Cilt, 99-108. (Tam Metin Bildiri/Sözlü Sunum).
3. AGIRGAN AHMET ÖZGÜR, AGIRGAN MEHTAP (2017). Bitki Gövdesi (Bast) Lifleri Takviyeli Biyokompozitler. 1.ULUSLARARASI TÜRK DÜNYASI MÜHENDISLIK VE FEN BILIMLERI KONGRESI, Antalya, 1, 769-785. (Tam Metin Bildiri/Sözlü Sunum)