TMMOB Tekstil Mühendisleri Odası
UCTEA Chamber of Textile Engineers
Tekstil ve Mühendis
Journal of Textiles and Engineer

Yıl (Year) : 2023/1
Cilt (Vol) : 30
Sayı (No) : 129

Araştırma Makalesi / Research Article

ÇELTİK LİFİ TAKVİYELİ BİYO KOMPOZİT MALZEMENİN MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Mehtap AĞIRGAN[1*]
Vedat TAŞKIN[2]

[1]Kırklareli Üniversitesi, Lüleburgaz MYO, Kırklareli, Türkiye
[2]Trakya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği, Edirne, Türkiye

Gönderilme Tarihi / Received: 08.03.2022
Kabul Tarihi / Accepted: 06.03.2023

ÖZ: Doğal lif kaynaklı ürünlerden biri çeltik bitkisidir. Trakya bölgesinde yetiştirilen çeltik bitkisi tarladan toplandıktan sonra kalan saplar aylarca tarlada çürüme ve bozunma olmadan bir sonraki ekim işlemine kadar kalabilmektedir. Bitki sapları yakılarak uzaklaştırılmaya çalışılmaktadır. Bu çalışmada bitkisel atıkların ekonomiye ve çevreye kazandırılması amacıyla, enzimatik ön işlem uygulanarak çeltik saplarından lif elde edilmiş ve tarama işlemi ile dokusuz kumaş oluşturulmuştur. Daha sonra sıcak presleme işlemi ile polilaktik asit polimeri kullanılarak biyokompozit malzeme üretilmiştir. Elde edilen kompozit malzemelerin özelikleri çeşitli karakterizasyon yöntemleri ile incelenmiştir. Enzimatik ön işlem sayesinde çeltik lifinde yabancı madde uzaklaştırma ve hidrofilite artışı sağlanmaya çalışılmıştır. Çekme testi sonuçlarına göre; %10 a kadar nonwoven takviyeli biyo kompozit malzemenin mukavemet değerinin azaldığı tespit edilmiştir. PLA'nın cam geçiş sıcaklığı lif içeriği arttıkça azaldığı ve kayıp modülü etkisi hissedilmiştir. Dinamik mekanik analiz sonuçları, 110 °C civarında, PLA'nın soğuk kristalleşmesinin olduğu ve liflerin varlığı ile soğuk kristalleşme ve erime noktası arasında yüksek modül değerleri görülmektedir.

***Anahtar Kelimeler*:** Çeltik lifi, Nonwoven, Polilaktikasit, Kompozit Malzeme

INVESTIGATION OF MECHANICAL PROPERTIES OF RICE FIBER REINFORCED BIOCOMPOSITE MATERIAL

ABSTRACT: One of the natural fiber sourced products is the rice plant. After the rice plant grown in the Thrace region is collected from the field, the remaining stalks can remain in the field for months without rotting and decomposition until the next planting process. Plant stems are tried to be removed by burning. In this study, in order to bring vegetable wastes to the economy and the environment, fiber was obtained from the paddy stalks by applying enzymatic pre-treatment and nonwoven fabric was formed by combing process. Then, biocomposite material was produced by using polylactic acid polymer by hot pressing process. The properties of the obtained composite materials were investigated by various characterization methods. Thanks to the enzymatic pre-treatment, foreign matter removal and hydrophilicity increase in the rice fiber were tried to be achieved. According to the tensile test results; It has been determined that the strength value of the nonwoven reinforced bio composite material decreases up to 10%. The glass transition temperature of PLA decreased as the fiber content increased and the loss modulus effect was felt. Dynamic mechanical analysis results show that at around 110 °C, cold crystallization of PLA occurs and high modulus values between the presence of fibers and cold crystallization and melting point.

***Keywords*:** Rice fiber, Nonwoven, Poly lactic acid, Composite material

***Sorumlu Yazarlar/Corresponding Author:** mehtapagirgan@klu.edu.tr*
***DOI:** https://doi.org/10.7216/teksmuh.1272228 www.tekstilvemuhendis.org.tr*

1. GİRİŞ

Çoğu fosil yakıtlardan elde edilen, Plastik adıyla günlük yaşamımıza giren polimer malzemeler katı atıklar oluşturarak, çeşitli çevresel sorunlar meydana getirmektedir. Ülkemizde tarımsal alanlarda yılda 55-60 Milyon ton atık oluşmaktadır. Buğday, pamuk, çeltik, ayçiçeği, mısır gibi ürünler tarımsal atık kaynaklarıdır. Bu atıkların çoğu tarlada yakılarak bertaraf edilmekte bu da ekonomik ve çevresel zararlara neden olmaktadır. Biyokompozit üretiminde bitkisel atıklar, takviye malzemesi olarak, beton takviyesi ve yonga levha yapımında kullanılarak cam yünü veya karbon içerikli kompozitlere alternatif oluşturmaktadır [1].

Çeltik bitkisi tarladan toplandıktan sonra geriye kalan gövde kısımları sonraki ekim işlemine kadar aylarca tarlada çürüme ve bozunma olmadan kalmaktadır. Bu çalışmanın amacı tarımsal atıklardan olan pirinç sapları değerlendirilerek, tekstil hammaddesi olarak kullanılabilecek yeni selülozik bir lif elde etmek ve bu liften dokusuz kumaş üretmektir. Ayrıca bu dokusuz yüzey takviye malzemesi olarak kullanılarak biyokompozit malzeme üretilmiştir. Karakterizasyon özelliklerini tespit etmek için SEM ve FT-IR, Mekanik özelliklerini incelemek için Çekme, Üç nokta eğme ve Dinamik Mekanik Analiz (DMA) testleri yapılmıştır.

1.1 Biyokompozit Malzemeler

Biyokompozit malzemeler, hammaddesi doğada kendiliğinden oluşan, biyolojik olarak bozunabilen yapıdaki malzemelere denir [2]. Biyokompozit malzemeler beyaz eşya, otomotiv, inşaat, ambalaj ve mobilya sektörlerinde kullanılırlar. %100 eko-sürdürülebilir biyo kompozitler, doğal organik takviye maddelerinden ve matris olarak biyolojik olarak parçalanabilen bir reçineden oluşur. Bu kompozitler doğaya atıldıktan sonra çevreye zarar vermeden kademeli olarak ayrışabilmektedir. Son birkaç yılda, yeşil kompozitlerin çeşitli yönleri ve keten [3], sisal [4], buğday kabuğu [5], pirinç samanı [6- 7] ve çeltik bitkisi [8] gibi doğal lifler üzerinde çeşitli çalışmalar yapılmıştır. Mekanik özelliklerini geliştirmek için polilaktik asit (PLA), polikaprolakton (PCL) ve soya yağı bazlı epoksi gibi bitki türevli reçineler eklenmiştir [9- 10-11].

1.2. Çeltik Bitkisi ve Lif Üretimi

Pirinç, Antartika hariç dünyada, her kıtada yetiştirilmektedir. Fakat en yüksek randıman, ılıman iklim kuşağı denilen bölgelerde alınmaktadır. Bir çeltik danesi, karyopsis ile onu saran iç kavuz ve kapçıktan oluşmaktadır. Kabukları soyulmuş ve parlatma işlemi yapılmış nihai ürüne ise pirinç denir [12]. Dünyada çeltik bitkisi üretimi 503,9 milyon ton/yıl'dır [13]. Türkiye'de çeltik bitkisi üretimi 2020 yılında 1000.000 ton/yıl) olarak gerçekleşmiştir [14].

Şekil 1'de Tohumdan çeltik bitkisinin (pirinç) gelişim evreleri ve süreleri verilmektedir. Bitki, Üreme ve Olgunlaşma evrelerinden geçerek 100-160 gün arasında gelişim sürecini tamamlamaktadır.

Bitkisel atıklar, uygun ve ekolojik ürünlerin imalatı için kaynak olarak kullanılmaktadır. Çeltik saplarının bir bölümü gıda amaçlı değerlendirildikten sonra sapı/samanı hayvan yemi olarak kullanılarak artan kısmı ile biyo yakıt ve kültür mantarı üreten fabrikalarda değerlendirilmektedir. Bu biyo-kompozitler, cam yünü veya karbon bazlı diğer kompozitlere bir alternatiftir. Literatürde, bitkisel atık liflerine uygulanan ön işlem olarak; pektinaz enzimi ile keten liflerinin ıslatılması [16], keten liflerinin Bioprep 3000 ve etilen diamin tetraasetik asit (EDTA) alkali pektat liyaz (PL) [18], Bioprep 3000L ve Texayzm BFE kullanılarak enzimatik işlemler [17], 2-4-6 mm uzunluğunda kesilmiş pirinç samanlarını, 150°C'de %1–5 NaOH içinde 2 saat süre ile muamele [33], oksalik asit ve sıcak su, NaOH ile işlenmiş pirinç sapları , kompost uygulamalarında pektinaz ve kalsiyum mekanizmalarının gözden geçirilmesi, keten türleri ve kullanılmış pektinaz çeşitlerinin toplanma çalışmaları [19], %1-3-5 alkali solüsyonla işlenmiş buğday samanları ile çalışmalar yapılmıştır [29]. Zhao ve ark. pirinç sapı lifi/PLA kompozit malzemelerinin uyumluluğunu artırmak için metil metakrilat uygulamış ve ara yüzey adezyonunu sağlamıştır [35]. Pirinç sapı atıklarının %10-30 oranında takviye edilerek, maleik anhidrit ile polipropilen, poliester, Polihidroksibüratkovalerat (PHBV), PLA vb. matrisler kullanılarak kompozit malzeme üretildiği çalışmalara literatürde rastlanılmıştır. [36-40]

2. MALZEMELER VE YÖNTEMLER

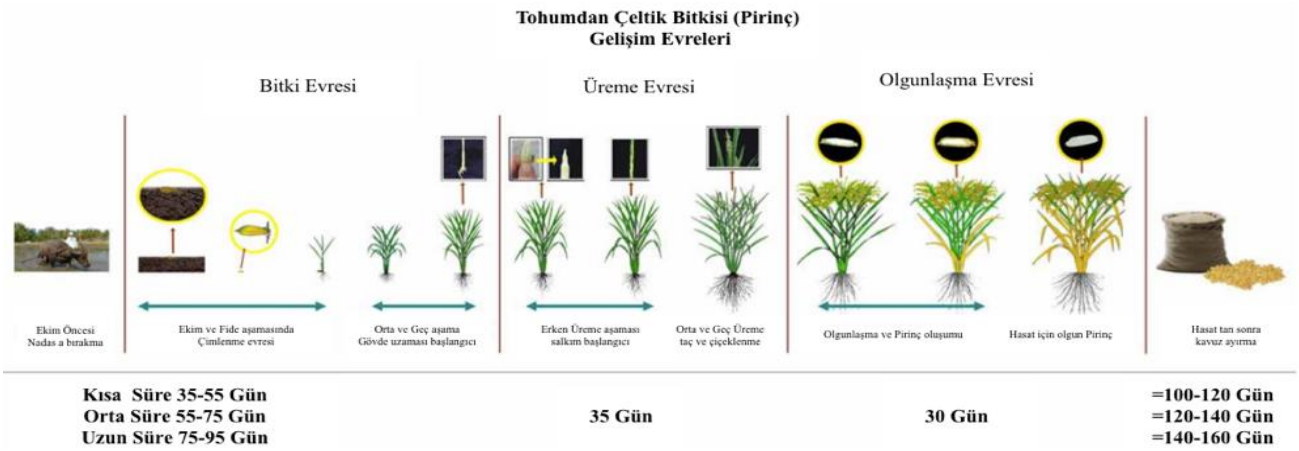
2.1 Malzemeler

2.1.1.Takviye Malzemesi

Bu çalışmada tarlalardan toplanan çeltik sap atıkları kullanılmıştır. % 20 Sodyum Hidroksit, %2 Bioprep 3000 L enzim ve %2 non iyonik ıslatıcı ile 1:15 flotte oranında çeltik sapları 18-22 ^{0}C sıcaklıkta 7 gün süre ile bekletilerek enzimatik ön işlem uygulanmıştır. Alkali enzim sonrası %75 oranında lif elde edilmiştir. Ard işlem olarak ev tipi çamaşır makinesinde yıkama ve yumuşatma işlemleri yapılmıştır. 24-48 saat 20 ±2 ^{0}C sıcaklığında, Prowhite portatif nem ölçme cihazı ile nem değeri ölçülerek üzerinde % 5-10 nem kalana kadar kuruması için bekletilmiştir. (Şekil 2) [8- 20-21].

Şekil 2'de pektinaz enzimi, Sodyum Hidroksit (NaOH) ve non iyonik ıslatıcı ile yıkama yapılan çeltik lifi görülmektedir. Çeltik lifleri 40-50 mm ştapel uzunluğunda el makası ile kesilerek, Pamuk numune tarama makinesinde %90 Çeltik lifi %10 oranında %100 Mısır Giza pamuğu harmanlanarak tarak bandı elde edilmiştir (Şekil 3). Mısır Giza pamuk türü, 30-39 mm lif boyunda ve 0,130 Ne şerit numarasında bant kullanılmıştır.

Tarak bantları; İğneleme yönü: Üst, İğne Tipi: 36 Gauge Standart Triangular 3" iğne, Devir: 800 devir/dakika, Penetrasyon derinliği 3,5 mm, İğne Sıklığı: 25 iğne /cm, Hat Hızı: 3m/ dk olacak şekilde iğneleme işleminden geçirilerek dokusuz kumaş üretilmiştir.



Şekil 1. Çeltik bitkisinin gelişim süreci [15]



Şekil 2 a- Yıkama işlemi b- Kurutma c- Tarak bandı [22]



Şekil 3. Mestan marka Laboratuvar tipi tarak makinesi [22]

Kopma uzaması %5 olan PLA, 400 gr. ağırlığında tartılarak, 4 mm kalınlığında, sıcak presleme ile tabaka halinde basılmıştır.



Şekil 4. PLA (Polilaktik asit) granül [23]

2.1.2. Poli Laktik Asit (PLA) Matris Malzeme

PLA sürtünme direnci, darbe ve ısı dayanıklılığı ile PP, PS gibi hammaddelerin alternatifi olup aynı zamanda da biyolojik olarak bozulma özelliğine sahiptir. PLA, şeker pancarı, mısır gibi bitkilerden üretilmektedir. Bu makalede, biyo kompozit üretiminde matris olarak Kumru kimya firmasından alınan PLLA 101 LX 175 kodlu bir PLA kullanılmıştır (Şekil4).

Yüksek viskoziteli, şekilsiz, şeffaf reçine, film ekstrüzyonu için, termoform veya lif eğirme için uygun, Yoğunluk 1.24, optik saflık %96, Erime sıcaklığı (Tm) 155° C, Cam geçiş sıcaklığı (Tg) 55° C dir. Gerilim Modülü 3500 MPa, Gerilme direnci 45 MPa,

2.2 Biyo Kompozitin Üretilmesi

Takviye ve matris malzemelerinden oluşan kompozit yapılar için, kompozitlerde takviye malzemesi miktarı artırılarak yapıların mukavemetinin arttırılabileceği bilinmektedir. Ancak kompozit takviye malzemesi doygunluğa ulaştığında dayanım azalmaktadır. Mukavemetteki bu düşüşün nedeni kritik lif yükleme miktarının aşılmasından kaynaklanmaktadır. Kompozit yapılarda, takviye malzemesi ile matris malzemesi arasındaki ara yüzey, aşırı lif yüklemesi sonucu yeterli matris malzemesi ile bağlanamayarak mukavemetini kaybeder [24]. Bu nedenle sıcak presleme ile Çeltik Lifi/PLA kompozit malzeme numuneleri tek katlı ve çift katlı olarak iki şekilde üretilmiştir.

2.2.1.PLA Tabaka Üretimi

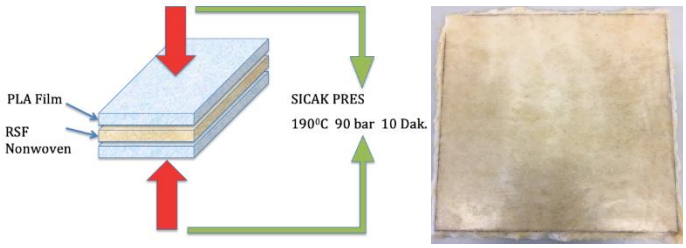
PLA tabaka üretimi, sıcak pres makinesinde basılmıştır. 190 ^{0}C sıcaklıkta 400 gram cips halindeki PLA 300x300 mm ölçülerindeki çelik kalıba konularak üstü kapakla kapatılarak, sıcak presin tablaları arasına yerleştirilmiştir. 98 bar basınç altında 10 dakika preslenmiştir. Makinenin içerisinden geçen şebeke suyu boruları yardımı ile 25-30 dakika 50 ^{0}C'e soğutularak PLA'nın kürleme işlemi yapılmıştır. Basılan PLA tabaka 300 x300 mm genişliğinde ve 4 mm inceliğindedir (Şekil 5).



Şekil 5. Çelik kalıp içinde Granül PLA ve basılmış plaka hali [22]

2.2.2. Tek Katlı Kompozit Malzeme Üretimi

Çeltik lifinden üretilmiş dokusuz yüzey takviye, iki PLA tabakanın arasında çelik kalıp içerisinde, 190 ^{0}C'de 98 bar basınçta 10 dakika preslenerek tek katlı kompozit malzeme üretilmiştir. Dokusuz yüzey takviyenin üretimi sırasında makine eni yönünde ve makine boyu yönünde olmak üzere iki şekilde yatırılarak numuneler basılmıştır (Şekil 6).



Şekil 6. Dokusuz tülbent ve PLA tabaka [25]

2.2.3. İki Katlı Kompozit Malzeme Üretimi

PLA/Dokusuz Yüzey/PLA/Dokusuz Yüzey/PLA sırası ile çeltik liflerinden üretilmiş takviye, 1.5 mm kalınlığında PLA tabakalar üst üste konularak sıcak pres makinesinde 195 ^{0}C'de 98 bar basınçta 10 dakika preslenerek iki katlı biyo kompozit malzeme üretilmiştir. İşlem süresi toplamda 50-55 dakikadır (Şekil 7).

2.3. Analiz Yöntemleri

2.3.1. SEM analizi

Taramalı elektron mikroskobu (SEM), SE ve BSE dedektör ile 37x- 1.000.000x çalışma aralığına sahip cihaz kullanılmıştır. Elde edilen sinyaller, kristal yapı, kimyasal içerik, morfoloji ve yönelim dahil olmak üzere malzemenin karakteristik özelliklerini vermektedir.

2.3.2. F-TIR Analizi

F-TIR, maddenin yapısını oluşturan kimyasal bağ yapılarını, moleküllerin bağ titreşimlerini veya dönme enerji seviyelerindeki değişiklikleri göstererek maddenin tanınmasını sağlar. Analizde; Spotlight 400 FT-IR cihazı, 4000-500 cm^{-1} arasındaki bölgede incelenmiştir.

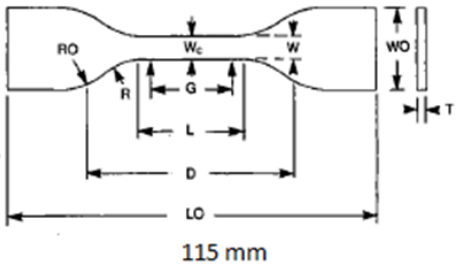
2.3.3. Çekme Deneyi

ASTM D 638 Plastiklerin Çekme Özellikleri standardına göre dambıl şeklindeki deney numuneleri ve Instron 4411 Mukavemet Test Cihazı kullanılmıştır (Şekil 8). Çekme testi, tek eksen üzerinde kuvvet uygulanarak, 10 mm/dak strok hızıyla ve oda sıcaklığında, malzeme kopuncaya kadar çekilerek yapılmıştır. Takviye olarak kullanılan Nonwoven kumaşlar, makine (MD) yönü ve makine eni (CD) yönündeki (Makine yönü tersi) kopma dayanımı ve %-uzama değerleri Dokusuz Yüzeylerin Kopma Dayanımı ve Uzaması (Strip Metodu) (EDANA- NWSP 110.4.R0 (15)) yöntemine göre adlandırılmıştır [27].



Şekil 7. Çift Katlı Kompozit Malzeme [25]





		Tip IV (mm)
W	Dar bölüm genişliği	6
L	Dar bölüm uzunluğu	33
W0	Genel genişlik	19
L0	Toplam uzunluk	115
G	Mastar uzunluğu	25
D	Kulplar arasındaki mesafe	64
R	Yarıçapı	14
R0	Dış yarıçapı	25

Şekil 8. Instron 4411 Mukavemet Test Cihazı ve Çekme deneyi numunesi standardı [26]

2.4.4. Üç Nokta Eğme Testi

Standart olarak, ASTM D790, Takviyeli ve takviyesiz plastiklerin ve elektriksel yalıtım malzemelerinin eğilme özellikleri yöntemi kullanılmıştır. Test edilecek numuneler iki noktadan mesnetlenerek orta noktasından numuneye kuvvet verilmiştir. Plastik şekil değişiminin başladığı ya da kırıldığı kuvvet, numunenin eğilmeye mukavemetini göstermektedir.

2.4.5. Dinamik Mekanik Analizi (DMA)

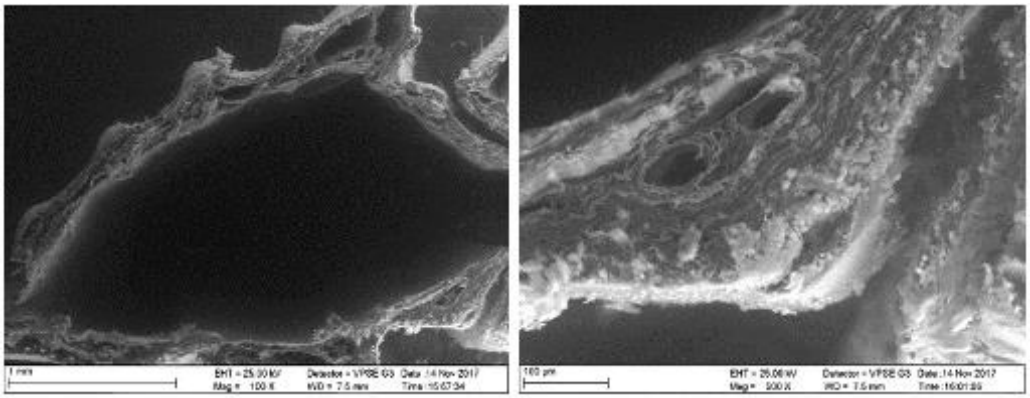
Perkin Elmer DMA 8000 cihazı numuneye belli bir sıcaklıkta kuvvet uygulanması sonrasında, malzemenin bu yüke verdiği tepkiyi analiz eder. Depolama modülü, malzemedeki birim şekil değiştirme enerjisinin miktarını ve elastikliği gösterir. Kayıp modülü, malzemenin ısı etkisi ile kaybettiği birim şekil değiştirme enerjisidir ve kıvam değerinin göstergesidir. Faz açısı (tanδ), malzemede biriken enerjinin malzeme tarafından yayılabilme özelliğidir ve kayıp modülün biriktirme modülüne oranı olarak ifade edilir. Tan(δ) değerinin en yüksek olduğu tepe noktasındaki sıcaklık değeri malzemenin camsı geçiş sıcaklığını (Tg) vermektedir [28].

3. BULGULAR ve TARTIŞMALAR

3.1. SEM Sonuçları

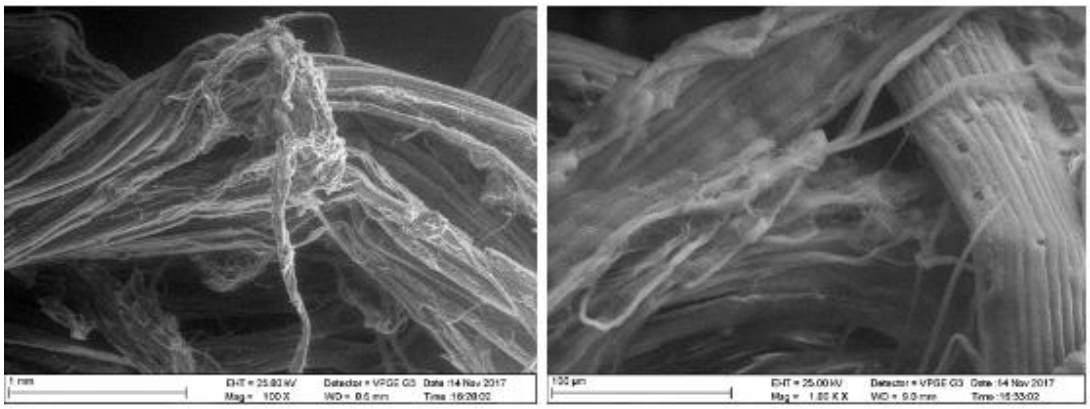
Şekil 9'da alkali işlem görmemiş ham çeltik saplarının morfolojik yapısı görülmektedir. Çeltik sapları lignin, silika ve dış yüzeydeki diğer selülozik olmayan maddelerden oluşan bir katmana sahip, kalın bir hücre duvarı ve nispeten küçük bir lümeni olduğu görülmektedir.

Şekil 10'da alkali işlem görmüş çeltik saplarının morfolojik yapısı görülmektedir. Alkali enzim uygulaması sonrasında lif yüzeyinde bulunan yabancı maddelerin az da 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.

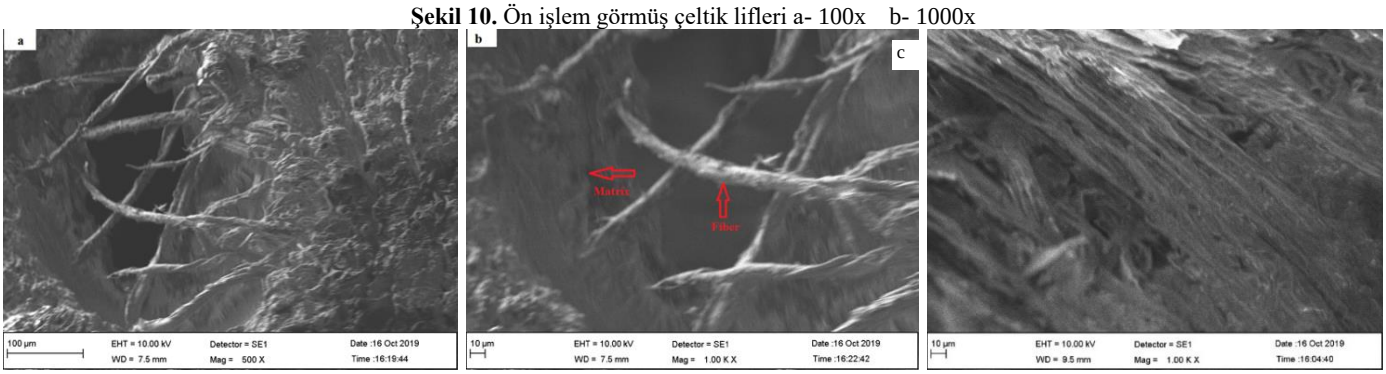


Şekil 9 a. 100x Çeltik Sapı b. 500x Çeltik lif demetleri [22]

Liflerini birbirine bağlayan lignin, selüloz hücrelerinin etrafında mumumsu bir tabaka oluşturur. Bu tabaka, alkali ön-muamele ile lifli tabakadan ayrılır. Böylece lif yüzeyinin pürüzlülüğü artar ve odunsu hücreler ayrılır. Bu işlemin bir sonucu olarak, PLA matrisi ile Çeltik lifindeki selüloz arasında iyi bir mekanik bağlanma meydana gelir. Ayrıca yapışma özellikleri açısından PLA, daha az polar gruba sahip olmasına rağmen, selüloz molekülleri ile hidrojen bağları oluşturmak için reaksiyon bölgelerinin sayısı artar [29]. Tek katmanlı pirinç lifi/PLA biyokompozit malzeme üretiminde kullanılan liflere alkali ve ısıl ön işlem uygulanmıştır. Bu, elde edilen biyokompozit malzemede lif ve matris arasında iyi bir bağ sağladı. (Şekil 11 a-b). Şekil 11 c'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.



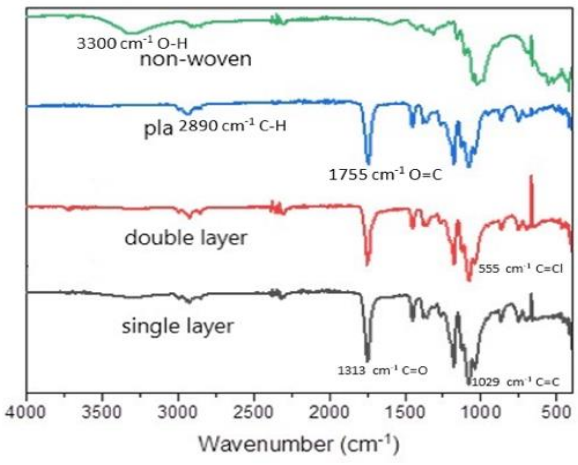
Şekil 10. Ön işlem görmüş çeltik lifleri a- 100x b- 1000x



Şekil 11- a) 500x SEM tek katmanlı kompozit b) 1000x SEM tek katmanlı kompozit c-) 1000x Çift Katlı Kompozit Malzeme SEM

3.2. FT-IR Sonuçları

FTIR, maddenin yapısını oluşturan kimyasal bağ yapılarını, moleküllerin bağ titreşimlerini veya dönme enerji seviyelerindeki değişiklikleri göstererek maddenin tanınmasını sağlar. Selüloz yapılı pirinç kulplardan üretilen dokusuz takviye malzemesi, 3300 cm-1 bantlarda O-H şiddetli esneme gösterdi. PLA'da 2890 cm-1 bandında bulunan tepe C-H, orta düzeyde gerilmeler tanımlamıştır. PLA matris materyali, 1755 cm-1 bandında C=O gerilme zirvesi gösterdi. PLA' da meydana gelen pikler, tek ve çift katmanlı biyokompozit malzemelerde de gözlenir. 1313 cm-1, orta derecede bir C-O eter zirvesi gösterdi. 1029 cm-1 civarındaki bant, C=C titreşimi ile olefinik ekleme reaksiyonunu gösterdi. 555 cm-1 tepe noktaları, C-Cl bağını gösterdi (Şekil 12). FTIR sonuçları, liflerdeki hemiselüloz ve ligninin bir kısmının alkali işlemlerle uzaklaştırıldığını göstermiştir [30].



Şekil 12. Dokusuz yüzey, PLA, Tek ve Çift katmanlı FTIR Grafiği

3.3. Çekme Deneyi Sonuçları

Şekil 13 de çekme deneyi öncesi ve sonrasında numunelerin fotoğrafları görülmektedir. Çekme deneyi sonuçlarına göre en iyi 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 14).

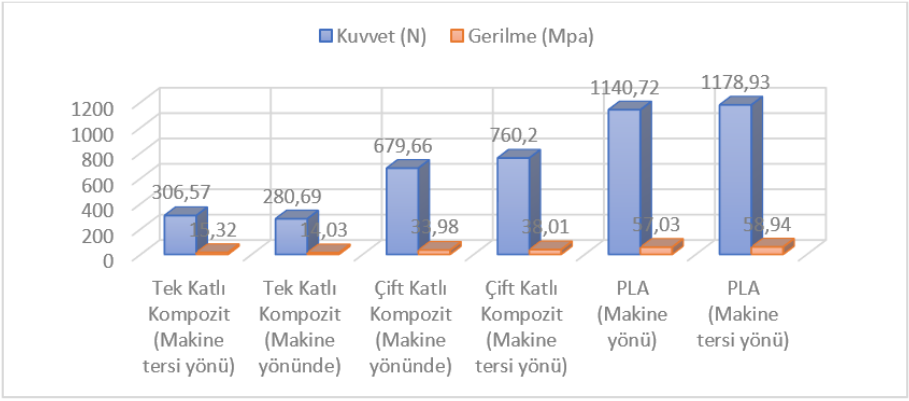
Şekil 15 de Çekme Deneyi sonucunda kopma anındaki uygulanan kuvvet ve %uzama değerleri görülmektedir. Epoxy/jüt (43MPa), Epoxy/Bambu (392 MPa), Epoxy/Pamuk (72,92 MPa) çekme değerlerini vermiştir. [31]Ayrıca % 6 takviye ile yapılan Keten/PLA kompozit malzeme, Keten ipliği/PLA ve nonwoven keten/PLA, sırasıyla (83.0±5.0) ve (151.0±7.0) MPa 'nın çekme değerlerini vermiştir [32]. Bu durum literatür çalışması ile desteklenmiştir. %10'a kadar Çeltik liflerinden yapılmış dokusuz yüzey takviyeli kompozit malzemelerde mukavemet değerini düşürmüştür[33].

3.4. Üç Nokta Eğilme Testi Sonuçları

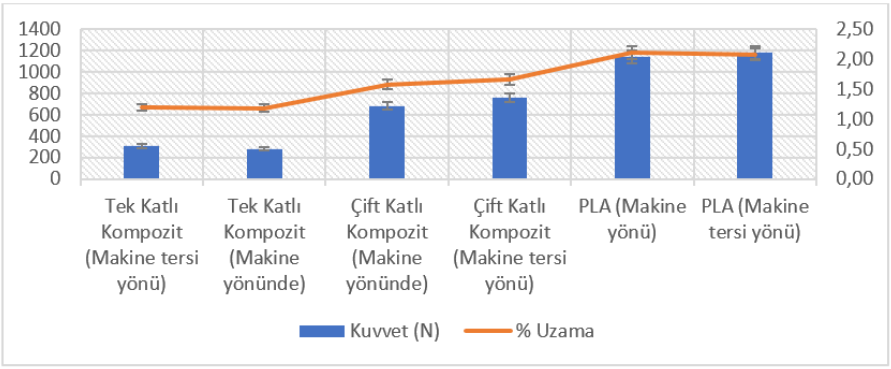
Şekil 16'da, PLA, Tek kat ve Çift kat kompozit malzemelerin test öncesi ve sonrası fotoğrafları verilmiştir. Numuneler 100x10x4 mm ebadında çubuk şeklinde hazırlanmıştır. Her numunenin makine yönünde ve makine yönü tersinde 5'er adet olmak üzere toplam 10 adet numuneye üç nokta eğme testi uygulanmıştır. Sonuçların aritmetik ortalaması alınarak şekil 17'de verilmiştir.



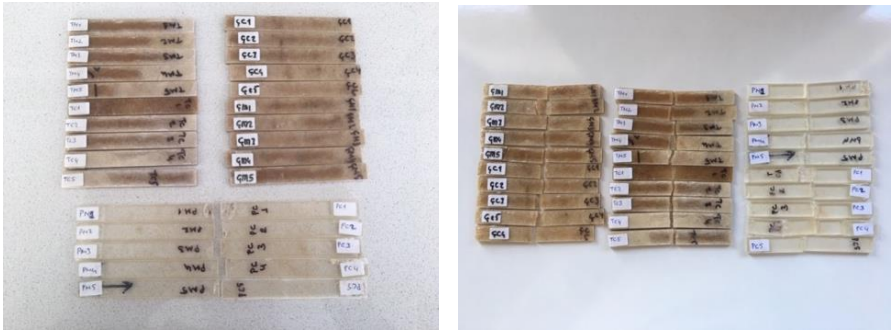
Şekil 13. Çekme deney numuneleri



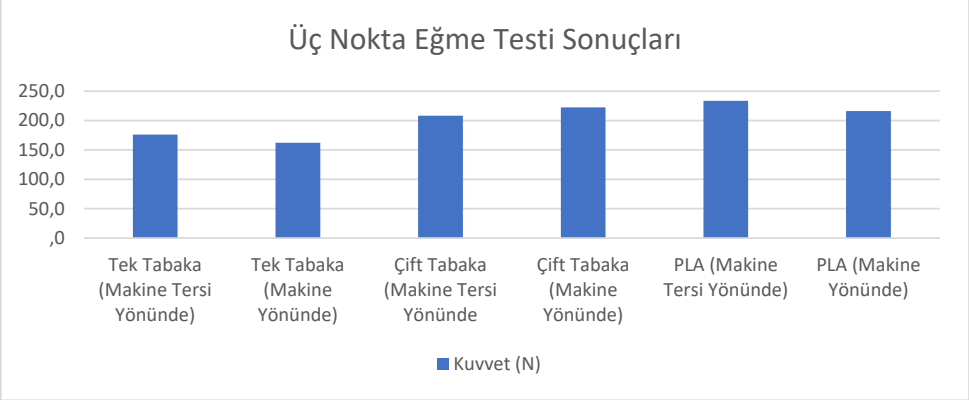
Şekil 14. Çekme Deneyi Sonuçları



Şekil 15. Çekme Deneyi Sonucu Kuvvet- Uzama Değerleri



Şekil 16. Üç Nokta Eğme Testi Önce ve Sonrası Numuneleri

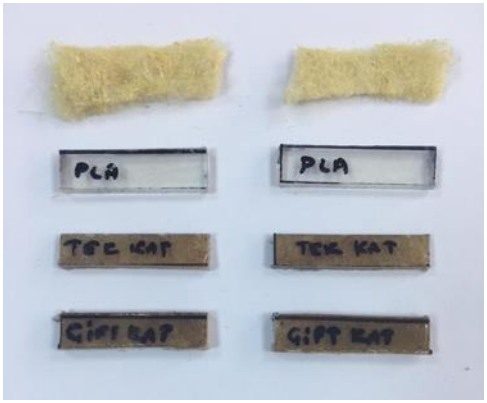


Şekil 17. Üç Nokta Eğme Testi Sonuçları

Üç nokta eğme test sonuçlarında, en yüksek değeri 233,50 N değeri ile PLA makine tersi yönünde, en düşük değeri ise 162,20 N ile Tek katlı kompozit makine yönünde numunesinde görülmüştür. Epoxy/jüt (55,8 MPa), Epoxy/Bambu (226 MPa), Epoxy/Pamuk (82 MPa) kompozit malzemeler üç nokta eğme testi değerlerini vermiştir[31]. Elde edilen veriler literatür çalışmaları ile karşılaştırıldığında eğme ve çekme değerleri oldukça düşük sonuçlar göstermiştir.

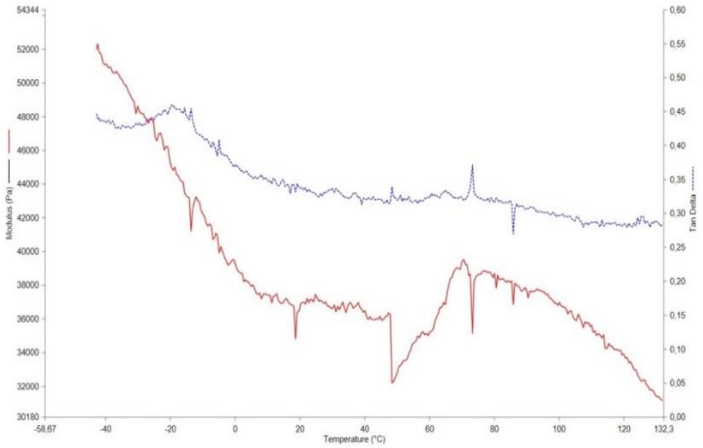
3.5. Dinamik Mekanik Analiz (DMA) Sonuçları

Şekil 18'da Nonwoven, PLA, Tek katlı ve çift katlı kompozit malzeme numuneleri görülmektedir. Numuneler 50x10x4 mm ebadındadır.



Şekil 18. DMA analiz numuneleri

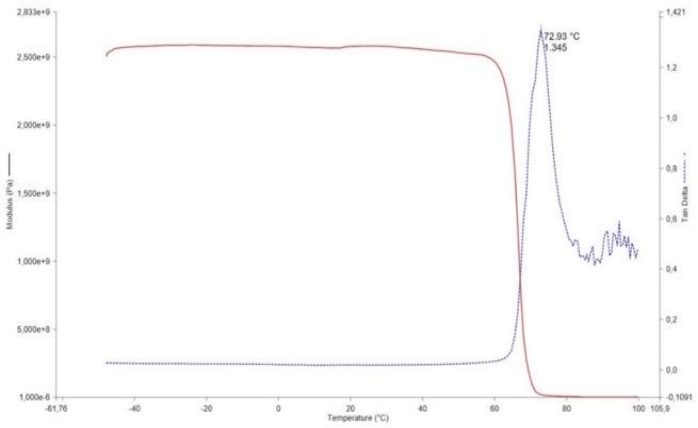
Şekil 19' de Çeltik lifinden üretilmiş dokusuz yüzey takviye malzemesinin DMA grafiği görülmektedir. Analiz -42^0-132 ^{0}C arası sıcaklıkta, 4 ^{0}C/dak. Isıtma hızında, 0,9 gram ağırlık ve 2,3 mm incelikteki numuneye uygulanmıştır. Çekme modunda deplasman genliği 0,05 mm değerindedir. Tan(δ) değerinin en yüksek olduğu tepe noktasındaki sıcaklık değeri 75 ^{0}C dir, bu da dokusuz malzemenin camsı geçiş sıcaklığını (Tg) vermektedir.



Şekil 19. Dokusuz Yüzey DMA Sonuçları

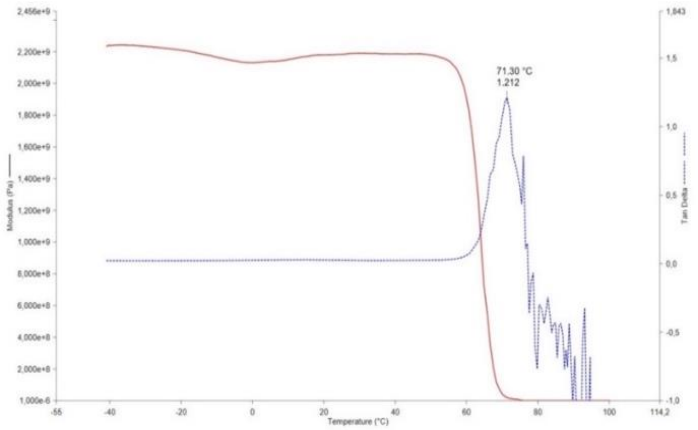
PLA ya uygulanan DMA analizi -42/100 ^{0}C arası, 4 ^{0}C/dak. ısıtma hızında, üç noktadan eğme modu kullanılarak yapılmıştır. Pikin maksimum olduğu tepe sıcaklık değeri (72.93 ^{0}C) aynı zamanda PLA matrisinin camsı geçiş sıcaklığını (Tg) değerini

göstermektedir. Matris malzemenin depolama ve kayıp modülleri, Tg sıcaklığının altındaki lif içeriği arttıkça azalmıştır. DMA sonuçları, matris in 110 °C civarında soğuk kristalleşmesini açıkça göstermektedir. Matris polimerin soğuk kristalleşmesi ve erimesi arasındaki fark daha yüksek kayıp modül değeri oluşturmuştur. [34].



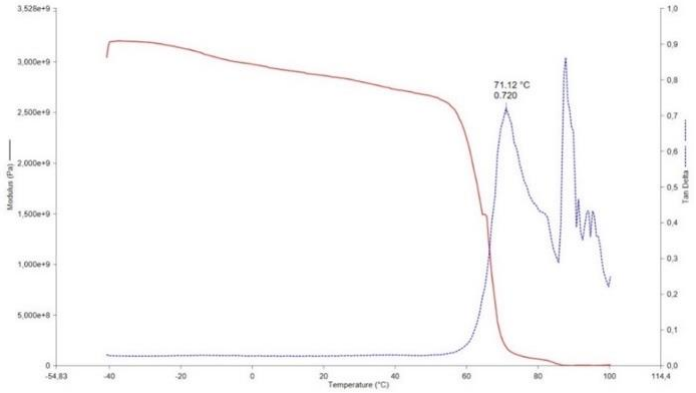
Şekil 20. PLA DMA sonuçları

Tek kat kompozit malzemenin DMA grafiği Şekil 21'de görülmektedir. PLA numunesine uygulanan şartlar Tek kat numuneye de uygulanmıştır. Üç noktadan eğme modunda Tan(δ) pikinin maksimum tepe sıcaklık değeri 71.30 ^{0}C tek katlı malzemenin Tg vermektedir.



Şekil 21. Tek Kat Kompozit DMA sonuçları

Aynı sıcaklık şartları ve numune değerleri uygulanan Çift kat malzemenin DMA grafiği Şekil 22'de görülmektedir. Tan(δ) pikinin sıcaklık değeri 71.12 ^{0}C olup camsı geçiş sıcaklığını göstermektedir.



Şekil 22. Çift Kat Kompozit DMA sonuçları

4. SONUÇ

Bu çalışma da bitkisel atıkların geri dönüşümünü sağlamak için çeltik saplarından dokusuz kumaş üretilmiştir. Üretilen kumaş, PLA polimeri ile sıcak pres metodu kullanılarak birleştirilmiş ve biyokompozit malzeme elde edilmiştir. İlk aşamada lif yüzeyinde bulunan odunsu hücreler alkali-enzim kombinasyonu yardımıyla belirli oranda azaltmış, bunun sonucu hemiselüloz, lignin benzeri maddeler yapı içerisinden uzaklaştırılarak, lif yüzeyinde oluşan fibrilleşme yüzey pürüzlülüğü arttırılmıştır. İşlem sonrası ağırlıkça %75 oranında lif elde edilmiştir. Taramalı elektron mikroskop görüntülerinde Lif matris yapısı ortaya konmuştur. FTIR spektrumu hidrofilleştirme işleminin başarılı olduğunu göstermektedir. Diğer selüloz esaslı liflerde olduğu gibi takviye malzemesinin oranının %10'u geçmesi, üretilen biyo kompozitin mukavemet değerini düşürdüğü görülmüştür. Üç nokta eğme test sonuçlarına göre; tek tabaka ile çift tabaka malzeme kendi arasında karşılaştırıldığında kat tabakasının artışı ile belirgin bir biçimde mukavemet değerinde bir artış görülmektedir. Ancak bu mukavemet artışı emsali diğer bitkisel lif takviyeli kompozit malzemelerin çok gerisinde kalmaktadır. DMA sonuçları, PLA'nın hem depolama hem de kayıp modüllerinin cam geçiş sıcaklığı arttıkça azaldığını, göstermektedir. PLA'nın soğuk kristalleşmesini 110 °C civarındadır. Bu da kristalleşme ve erime arasında daha yüksek modül değerlerine neden olduğu düşünülmektedir. İleriki çalışmalarda mekanik özellikleri geliştirmek için ara yüzey boşluk ve bağlantılarını takviye edici maddeler eklenerek kompozitin mukavemet performansı arttırılmaya çalışılacaktır.

TEŞEKKÜR
Bu çalışma, 2017-221 Numaralı proje ile Trakya Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi (TÜBAP) tarafından desteklenmiştir.

KAYNAKLAR

1. Alkaya E, Altay T.A, Ata A.B, Çakar S.Ö, Durtaş P., (2010), Tarımsal Atıklardan Yüksek Katma Değerli Biyoürün Üretim ve Teknolojileri Çalışma Raporu.13-41. https://docplayer.biz.tr/6442486-Itep-19-08-2010-ileri-teknoloji-projeleri-itep-destek-programi-raporu-19-08-2010.html
2. Jones, R. M. (1999), *Mechanics of Composite Materials*, Taylor and Francis.
3. Azhar SW, Xu F, Zhang Y, Giu Y., (2019), *Fabrication and mechanical properties of flaxseed fiber bundle-reinforced polybutylene succinate composites.* Journal of Industrial Textiles.4 January 2019. Volume: 50 issue: 1, pages: 98-113. DOI: 10.1177/1528083718821876.
4. Pappu A, Pickering KL., Thakur VK., (2019), *Manufacturing and characterization of sus- tainable hybrid composites using sisal and hemp fibres as reinforcement of poly (lactic acid) via injection moulding*. Ind Crops Products 2019; 137: 260–269.
5. Hysek S, Podlena M, Bartsch H, Wenderdel C, Böhm M., (2018), *Effect of wheat husk surface pre-treatment on the properties of husk-based composite materials.* Industrial Crops and Products 2018; 125: 105–113.
6. Basta AH, El-Saied H., Lofty VF., (2014), *Performance assessment of deashed and dewaxed rice straw on improving the quality of RS-based composites.* RSC Adv 2014; 4: 21794–21801.
7. El-Kassas, A.M., Mourad, A.H.I., (2013), *Novel fibers preparation technique for manufacturing of rice straw based fiberboards and their characterization.* Mater Design 50, 757-765.
8. Agirgan, M., Taskin, V. (2020), "*Nonwoven Production from Waste Rice Straw by Using Enzymatic Method."* Journal of Natural Fibers, 1-7., 979-985. Doi: 10.1080/15440478.2018.1546637.
9. La Mantia FP., Morreale M. (2011), *Green Composite: a brief review*. Compos Part A 2011; 42: 579–588.
10. Montano-Leyva B, da Silva GGD, Gastaldi E, Chavez P.T, Gontard N, Coussy H.A., (2013), *Biocomposites from wheat proteins and fibers: structure/mechanical properties relationships.* Industrial Crops and Products; 43: 545–555.
11. Pfister DP., Larock RC. (2010), *Green composites from a conjugated linseed oil-based resin and wheat straw*. Compos Part A 2010; 41: 1279–1288.
12. Ocaklı I, (2012), *Edirne İli Çeltik Raporu* Trakya Kalkınma Ajansı, Edirne Yatırım Destek Ofisi, Edirne.
13. http://www.fao.org/faostat/en/#data/QC/visualize (2020).
14. https://data.tuik.gov.tr/Bulten/Index?p=Bitkisel-Uretim-Istatistikleri-2021-37249, (2021).
15. (www.knowledgebank.irri.org/images/stories/crop-calender-growth-dsr.jpg 2019).
16. 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.
17. Foulk, J. A., Akin, D. E., Dodd, R. B (2008), *Infuluence Of Pectinolytic Enzymes On Retting Effectiveness And Resultant Fiber Properties*, bioresources. 3(1), 155-169.
18. 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.
19. 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.
20. Ray, D., (2017), *Biocomposites for High-Performance Application*, Elsevier Ltd. eBook ISBN: 9780081007945
21. 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.
22. Ağırgan, M. (2020). *Çeltik Lifi Takviyeli Polilaktik Asit Matrisli Biyobozunur Kompozit Malzemenin Termal, Mekanik Ve Akustik Özelliklerinin Araştırılması.* Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı Doktora Tezi, Edirne.
23. www.kumrukimya.com (2018)
24. Akonda, M. H., D. U. Shah, R. H. Gong. 2020. Natural fibre thermoplastic tapes to enhance reinforcing effects in composite structures. *Composites Part A* 131: 1-8. doi:10.1016/ j.compositesa. 2020.105822.
25. Ağırgan, M., Ağırgan A.Ö., Taşkın,V. (2022): Investigation of Thermal Conductivity and Sound Absorption Properties of Rice Straw Fiber/Polylactic Acid Biocomposite Material, Journal of Natural Fibers, DOI: 10.1080/15440478.2022.2070323
26. https://www.thelabworldgroup.com/product/instron-4411-tensile-strength-tester/ (2022).
27. Dönmez, U., Sevim, M., Nozoğlu, H., Nacar, C.Y., Akgül, D., Ersoy,A., (2021), "*Polipropilen esaslı meltblown nonwoven kumaşların üretim koşullarının değiştirilmesi ile bazı özelliklerinin incelenmesi*", GÜFBED/*GUSTIJ* (2021) 11 (1): 209-218 DOI: 10.17714/gumusfenbil.688232 .
28. 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.
29. Li, W., L. Zheng, D.T.D. Ge, F. Farha ve F. Xu. (2020), "*Interfacial modified unidirectional wheat straw/polylactic acid composites.*" Journal of Industrial Textiles DOI: 10.1177/1528083720918172 journals.sagepub.com/home/jit
30. Mittal, V., R. Saini, S. Sinha. 2016, "*Natural fiber-mediated epoxy composites- A review." CompositesPart B.* 99:425–35. doi:10.1016/j.compositesb.2016.06.051.
31. G.K. Sathishkumar , Mohamed Ibrahim , M. Mohamed Akheel , G. Rajkumar , B. Gopinath , R. Karpagam , P. Karthik , M. Martin Charles , G. Gautham, G. Gowri Shankar (2020): Synthesis and Mechanical Properties of Natural Fiber Reinforced Epoxy/Polyester/ Polypropylene Composites: A Review, Journal of Natural Fibers, DOI: 10.1080/15440478.2020.1848723
32. 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
33. 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.

34. 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.

35. Zhao, Y., J. Qiu, H. Feng, M. Zhang, L. Lei, and X. Wu. 2011. Improvement of tensile and thermal properties of poly (lactic acid) composites with admicellar-treated rice straw fiber. *Chemical Engineering Journal* 173:659–66. doi:10.1016/j.cej.2011.07.076.

36. 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*.

37. 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.

38. 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.

39. 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.

40. Zhandi, A., A. Zanganeh, F. Hemmati And, and J. M. Roshandeh. 2019. Thermal and biodegradation properties of poly (lactic acid) /rice straw composites: Effects of modified pulping products. *Iranian Polymer Journal* 28:403–15. doi:10.1007/s13726-019-00709-3.