



**T.C.
YALOVA ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ**

POLİMER MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

POLİMER MALZEME MÜHENDİSLİĞİ BİLİM DALI

**NANOKİL VE CEVİZ KABUĞU DOLGULU POLİMER KOMPOZİTLERİN
ÜRETİMİ VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

İLYAS METİN TAMER

DANIŞMAN: DOÇ. DR. İDRİS KARAGÖZ

**YALOVA
HAZİRAN 2023**



T.C.
YALOVA ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

POLİMER MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

POLİMER MALZEME MÜHENDİSLİĞİ BİLİM DALI

NANOKİL VE CEVİZ KABUĞU DOLGULU POLİMER KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ
VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

İLYAS METİN TAMER
218115003

DANIŞMAN: DOÇ. DR. İDRİS KARAGÖZ

YALOVA
HAZİRAN 2023

ETİK BEYAN

Yalova Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Tez/Proje Yazım Kuralları'na uygun olarak hazırladığım “NANOKİL VE CEVİZ KABUĞU DOLGULU POLİMER KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ” başlıklı bu tez çalışmada; tez içinde sunduğum verileri, bilgileri ve dokümanları akademik ve etik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi, tüm bilgi, belge, değerlendirme ve sonuçları bilimsel etik ve ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu, tez çalışmada yararlandığım eserlerin tümüne uygun atıfta bulunarak kaynak gösterdiğimi, kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı, bu tezde sunduğum çalışmanın özgün olduğunu bildirir, aksinin tespiti halinde doğabilecek her türlü hukuki sorumluluğu kabul ettiğimi taahhüt ve beyan ederim.

İmza

İLYAS METİN TAMER



ÖNSÖZ

Yüksek lisans eğitimim boyunca benden yardımlarını esirgemeyen, akademik anlamda bana her zaman destek olan ve doğru yolu gösteren sayın danışman hocam Doç. Dr. İdris KARAGÖZ'e teşekkür ederim. Her zaman yanımda oldukları ve benden desteklerini hiçbir zaman esirgemedikleri için aileme teşekkür ederim.

Ceviz kabuğu tozu ve ekstrüzyon yöntemiyle granül üretiminde desteğini esirgemeyen ve tecrübelerini aktaran, enjeksiyon kalıplama yöntemi ile numune üretiminde bana destek olan Aysu ÇAVUŞOĞLU'na teşekkür ederim.

Haziran – 2024

İlyas Metin Tamer



İÇİNDEKİLER

ETİK BEYAN	i
ÖNSÖZ.....	ii
İÇİNDEKİLER.....	iii
KISALTMALAR LİSTESİ.....	v
TABLolar LİSTESİ	vi
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	vii
ÖZET.....	ix
ABSTRACT	x
1. GİRİŞ	1
1.1. Tezin Amacı	2
1.2. Literatür Özeti.....	3
1.3. Hipotez.....	5
2. MALZEME VE METOT	7
2.1. Malzemeler	7
2.1.1 Polietilen (PE) ve yüksek yoğunluklu polietilen (YYPE)	7
2.1.2 Ceviz kabuğu (CK)	8
2.1.3 Nanokil.....	10
2.2. Ceviz Kabuğunun Öğütülmesi ve Sınıflandırılması.....	11
2.3. Ekstrüzyon Makinesinde Karışımların Hazırlanması ve Pelet Haline Getirilmesi	13
2.4. Enjeksiyon Kalıplama Yöntemiyle Test Numunelerinin Üretilmesi.....	14
2.5. Çekme ve Üç Nokta Eğme Testi	16
2.6. Darbe Testi	17
2.7. Sertlik Testi.....	18
2.9. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analizi	18
2.10 TGA Testi	19
2.11. SEM Görüntüleme	20
2.12. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FT-IR) Analizi	21
3. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA	24
3.1. Çekme ve Üç Nokta Eğme Test Sonuçları	24
3.2. Darbe Testi Sonuçları	26
3.3. Sertlik Ölçüm Sonuçları	28
3.4. Gloss Ölçüm Sonuçları.....	28
3.5. Termogravimetrik Analiz (TGA) Testi Sonuçları	29
3.6. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Testi Sonuçları	32

3.7. Morfolojik İnceleme Sonuçları.....	33
3.8. FT-IR Sonuçları.....	37
4. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	41
4.1. Sonuçlar	41
4.2. Öneriler.....	41
KAYNAKLAR.....	43
ÖZGEÇMİŞ	47



KISALTMALAR LİSTESİ

CK	: Ceviz Kabuğu
Cp	: Isı akış geçişi
DSC	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
DTG	: Diferansiyel Termal Gravimetre
FTIR	: Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi
HDPE	: Yüksek Yoğunluklu Polietilen
HDT	: Isıl Deformasyon Sıcaklığı
NK	: Nano kil
PE	: Polietilen
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
Tc	: Kristallenme Sıcaklığı
TDS	: Teknik Bilgi Formu
Tg	: Camı Geçiş Sıcaklığı
TG	: Termogravimetrik
TGA	: Termogravimetrik Analiz
Tm	: Erime sıcaklığı

TABLÖLER LİSTESİ

Tablo 2.1. Çalışmada kullanılacak olan karışımlar	7
Tablo 2.2. HD8100M kodlu YYPE'ye ait teknik özellikler	8
Tablo 2.3. Nano kilin fiziksel özellikleri.....	11
Tablo 2.4. Nanokil'in kimyasal bileşimi	11
Tablo 2.5. Enjeksiyon ve ekstrüzyon parametrelerini.....	16
Tablo 3.3. Çentikli ve Çentiksiz Charpy darbe test sonuçları	26
Tablo 3.4. Parlaklık ölçüm sonuçları	29
Tablo 3.5. TGA analizine ait sayısal sonuçlar.....	30
Tablo 3.6. DSC analizine ait sayısal sonuçlar	33



ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1. Etilen monomeri ve PE'nin kimyasal yapısı (Sepet, 2014)	7
Şekil 2.2. Ceviz kabuğu ve yan ürünleri (Adıbelli, 2022).....	9
Şekil 2.3. Ceviz kabuğu ve ceviz içinin görünümü (Adıbelli, 2022)	10
Şekil 2.4. Maraş 18 cinsi ceviz ve elde edilen ceviz kabukları	12
Şekil 2.5. Ceviz kabuklarını öğütmek için kullanılan hububat öğütücüsü	12
Şekil 2.6. Öğütülmüş ceviz kabuğu ve kullanılan elekler	13
Şekil 2.8. Karışımların hazırlanması ve mekanik harmanlama işlemi	13
Şekil 2.9. Karışımların ekstrüderde hazırlanması ve filament şekline getirilmesi	14
Şekil 2.10. Çalışmada kullanılan enjeksiyon makinesi ve kalıplar, (a) Enjeksiyon makinesi, (b) test numunesi kalıbı	15
Şekil 2.11. Enjeksiyon kalıplama sonrasında elde edilen numunelerin görünümü.....	15
Şekil 2.12. Çekme testi ve üç nokta eğme testinin uygulanması, (a) Çekme testinin uygulanması, (b) Üç nokta eğme testinin uygulanması	17
Şekil 2.13. Darbe cihazı ve numune ölçüleri, (a) Numune ölçüleri, (b) Darbe test cihazı.....	17
Şekil 2.14. Sertlik ölçümünde kullanılacak olan Zwick/Roell marka sertlik ölçüm cihazı	18
Şekil 2.15. Çalışmada kullanılan DSC cihazı	19
Şekil 2.16. Çalışmada kullanılan TGA cihazı	20
Şekil 2.17. Çalışmada kullanılan altın kaplama ve SEM cihazı.....	21
Şekil 2.18. Çalışmada kullanılan FT-IR Cihazı	22
Şekil 3.1. Çekme test sonuçlarının grafiksel olarak karşılaştırılması	24
Şekil 3.2. Üç nokta eğme test sonuçlarının grafiksel olarak karşılaştırılması.....	25
Şekil 3.3. Çentikli ve çentiksiz darbe test sonuçlarının x-y grafiği şeklinde karşılaştırılması.	27
Şekil 3.4. Çentikli ve çentiksiz darbe test sonuçlarının sütun grafiği şeklinde karşılaştırılması	27
Şekil 3.5. Sertlik ölçüm sonuçlarının karşılaştırılması.....	28
Şekil 3.6. TG analizi sonuçlarının grafiksel olarak karşılaştırılması	31
Şekil 3.7. DTG analizi sonuçlarının grafiksel olarak karşılaştırılması	31
Şekil 3.7. DSC analizi sonuçlarının grafiksel olarak karşılaştırılması	32
Şekil 3.8. Saf HDPE - 93X ve1000X büyütme mikroyapı fotoğrafları	34
Şekil 3.9. PECKNK02 kodlu kompozitin 93X ve1000X büyütme mikroyapı görüntüleri ..	34
Şekil 3.10. PECKNK03 kodlu kompozitin 93X ve1000X büyütme mikroyapı görüntüleri	35
Şekil 3.11. PECKNK04 kodlu kompozitin 93X ve1000X büyütme mikroyapı görüntüleri	35
Şekil 3.12. PECKNK05 kodlu kompozitin 93X ve1000X büyütme mikroyapı görüntüleri	36
Şekil 3.13. PECKNK06 kodlu kompozitin 93X ve1000X büyütme mikroyapı görüntüleri	36

Şekil 3.14. PECKNK07 kodlu kompozitin 93X ve1000X büyütme mikroyapı görüntüleri	37
Şekil 3.15. PECKNK01 kodlu saf YYPE'nin FT-IR grafiği	38
Şekil 3.16. PECKNK02 kodlu kompozitin FT-IR grafiği.....	38
Şekil 3.17. PECKNK03 kodlu kompozitin FT-IR grafiği.....	39
Şekil 3.18. PECKNK07 kodlu kompozitin FT-IR grafiği.....	39



NANOKİL VE CEVİZ KABUĞU DOLGULU POLİMER KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

ÖZET

Günümüz teknolojisi ile polimer malzemelerin özelliklerini iyileştirmek amacıyla doğal lifler ile çeşitli inorganik ve organik katkıları, polimer kompozit veya bilinen diğer adıyla biyokompozit üretiminde tercih edilmektedir. Doğal elyaflar, düşük maliyetleri, yüksek fiziksel ve mekanik dayanımları, sürdürülebilirlik ve yenilenebilir kaynaklardan elde edilebilmesi gibi birçok avantaj sunarak plastiklerle çeşitli oranlarda karıştırılarak plastik-kompozit malzemeler elde edilmektedir. Bu amaçla, tarımsal atıklar (örneğin, buğday sapı, pirinç sapı, kenevir lifi, ceviz kabuğu, fındık kabuğu gibi çeşitli kuru meyve kabukları) biyokompozit üretiminde yoğun bir şekilde takviye malzemesi olarak kullanılmaktadır. Polimer matrisine hem organik hem de inorganik katkıları beraber eklenerek hibrit kompozitler de üretilmektedir. Hibrit kompozitler, farklı malzeme türlerinin aynı matris içinde birleştirilmesiyle elde edilen malzemeler olarak tanımlanabilir. Bu kompozitler, tek bir takviye malzemesi ile sağlanamayan özellikleri bir araya getirerek kullanıcılara sunar. Farklı geometri ve boyutlardaki dolgu maddelerinin hibritleşmesi, tek başına bir polimer matrisinde kullanılmasına göre bazı avantajlar sağlar. Hibrit kompozitler, mekanik özellikleri iyileştirmedeki etkisi nedeniyle pek çok araştırmacının ilgisini çekmektedir. Bu kompozitler, organik (selüloz bazlı) ve inorganik dolgu (çoğunlukla mineral) malzemelerinden oluşur. Ceviz kabuğu (CK), karakteristik rengi, sertliği ve selülozik yapısı ile bu kompozitlerin üretimi için oldukça uygun bir malzemedir. Türkiye'de ceviz üretimi yaygındır. Ceviz içi çıkartıldıktan sonra kalan CK genellikle yakılarak tüketilir ve çiftçi için bir katma değer üretilmez. Cevizin hem Türkiye'de bol bulunması hem de işleme kolaylığı nedeniyle, biyokompozitlerde doğal dolgu katkısı olarak CK kullanılabilir. Bu çalışmada, farklı oranlarda CK ve nano kil takviyeli malzemeler ile matris olarak yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE) kullanılarak biyokompozitler üretilmektedir. CK ve nano kilin birlikte kullanımının mekanik ve termal özellikler üzerindeki etkisi belirlenecek ve SEM ile oluşan mikro yapılar görüntülenecektir.

Anahtar Kelimeler: Ceviz kabuğu, Biyokompozit, Organik katkı maddesi

PRODUCTION AND INVESTIGATION OF THE MECHANICAL PROPERTIES OF NANOCCLAY AND WALNUT SHELL FILLED POLYMER COMPOSITES

ABSTRACT

In today's technology, natural fibers combined with various inorganic and organic additives are preferred in the production of polymer composites, also known as biocomposites, to enhance the properties of polymer materials. Natural fibers offer numerous advantages such as low cost, high physical and mechanical strength, sustainability, and being derived from renewable resources. These fibers are mixed with plastics in various proportions to create plastic-composite materials. For this purpose, agricultural wastes (such as wheat straw, rice straw, hemp fiber, walnut shell, hazelnut shell, and various dry fruit shells) are extensively used as reinforcement materials in biocomposite production. Hybrid composites are also produced by adding both organic and inorganic additives to the polymer matrix. Hybrid composites are defined as materials obtained by combining different types of materials within the same matrix. These composites offer properties that cannot be achieved with a single reinforcement material alone. The hybridization of filler materials with different geometries and sizes provides some advantages over using them individually in a polymer matrix. Due to their effect on improving mechanical properties, hybrid composites attract the interest of many researchers. These composites consist of organic (cellulose-based) and inorganic (mostly mineral) filler materials. Walnut shell (WS), with its characteristic color, hardness, and cellulosic structure, is a highly suitable material for the production of these composites. Walnut production is abundant in Turkey. After the walnut kernel is extracted, the remaining WS is typically burned and does not generate additional value for the farmer. Given the abundance of walnuts in Turkey and the ease of processing, WS can be used as a natural filler additive in biocomposites. In this study, biocomposites will be produced using high-density polyethylene (HDPE) as the matrix material and various proportions of WS and nanoclay as reinforcements. The effect of the combined use of WS and nanoclay on the mechanical and thermal properties will be determined, and the resulting microstructures will be observed using SEM.

Keywords: Walnut shell, Biocomposites, Organic additive

1. GİRİŞ

Günümüz dünyasında, çevresel kaygılar ve sürdürülebilirlik gereksinimleri, malzeme bilimi ve mühendislik alanlarında yenilikçi çözümler arayışını artırmıştır. Plastik malzemeler, geniş uygulama alanları ve düşük maliyetleri nedeniyle endüstrinin ve günlük yaşamın vazgeçilmez malzemeleri arasındadır. Ancak, plastiklerin geri dönüşüm zorlukları ve çevresel etkileri, daha çevre dostu ve sürdürülebilir alternatiflerin geliştirilmesini zorunlu kılmaktadır. Bu bağlamda, polimer kompozitler, özellikle yüksek yoğunluklu polietilen (YYPE) gibi yaygın olarak kullanılan polimerlerin, doğal ve sentetik katkı maddeleri ile güçlendirilmesi üzerine yoğun çalışmalar yapılmaktadır.

Polimer kompozitlerin mekanik ve termal özelliklerini iyileştirmek için yaygın olarak kullanılan katkı maddelerinden biri inorganik dolgulardır. Ancak, bu dolgulardan kaynaklanan geri dönüşüm ve çevresel sorunlar nedeniyle, organik ve çevre dostu alternatifler ve daha yüksek mekanik ve ısı özelliklerinin elde edilmesi konuları günümüzde yoğun bir şekilde araştırılmaktadır. Polimer kompozitler alanında, bu artırılmış mukavemet arayışı, talk, kalsit, silika, bazalt, cam elyafı ve karbon elyafı gibi birçok malzemenin katkı maddesi ve dolgu olarak kullanılmasını teşvik etmektedir. Ancak, malzeme özelliklerini artırmak için aşırı derecede inorganik katkı maddelerine güvenmek, geri dönüşüm zorluklarını ve çevresel kaygıları beraberinde getirmiştir (Çakır Yiğit&Karagöz, 2023). Buna karşılık, ahşap talaşı, fındık kabuğu, ceviz kabuğu, selüloz, bagas lifi, patlıcan sapı, ayçiçeği kabuğu, badem kabuğu, kakao ve okaliptüs lifi gibi organik katkı maddeleri, doğal ve çevre dostu olmaları nedeniyle polimer özelliklerini artırmada umut vaat etmektedir. Elyaf ve tekstil yüzeyiyle güçlendirilmiş kompozit malzemeler geniş bir uygulama yelpazesine sahiptir. Son zamanlarda, bitki lifleri, cam elyafı gibi sentetik muadillerine dikkat çekici alternatifler olarak ortaya çıkmıştır. Bazı bitki lifi bazlı termoplastik kompozitler, mobilya, ambalaj, inşaat ve otomotiv gibi sektörlerde kendine yer bulmuştur (Onat ve diğ., 2013; Cengiz ve diğ., 2021).

Buğday sapı, pirinç kabuğu, kenevir lifleri, ceviz kabuğu, fındık kabuğu ve çeşitli kuru meyve kabukları gibi tarımsal artıklar, termoplastik kompozitlerde kullanılan doğal lifler arasındadır. Ancak, ahşap talaşı ve fındık kabuğu gibi organik katkı maddelerine münhasıran güvenmek, istenen termal ve mekanik özelliklerin elde edilmesini engelleyebilir. Geri dönüşüm zorluklarını ele almak ve daha çevre dostu malzemelerin geliştirilmesini teşvik etmek için, plastiklerdeki inorganik katkı maddelerinin yaygınlığını azaltmak zorunludur. Bu bağlamda ülkemizde bol bulunan ceviz kabuğu, biyobozunur ve yenilenebilir bir kaynak olarak, polimer kompozitlerde organik katkı maddesi olarak dikkat çekmektedir. Ceviz kabuğu, lif yapısı ve

yüksek sertliği sayesinde, polimer matrislerine katıldığında önemli mekanik iyileştirmeler sağlayabilmektedir. Ayrıca nanoteknolojinin gelişimi ile, nanomalzemelerin polimer kompozitlerde ceviz kabuğu, fındık kabuğu gibi tarımsal atıklarla birlikte kullanımı da büyük ilgi görmektedir. Nano dolgu olarak en çok kullanılan malzemelerin başında nanokil gelmektedir. Nanokil, geniş yüzey alanı ve yüksek reaktivitesi nedeniyle polimer matrislerinde dağıldığında, malzeme özelliklerini önemli ölçüde iyileştirebilen bir nanomalzemedir. Nanokil katkılı YYPE kompozitleri, mekanik mukavemet, termal dayanım ve bariyer özelliklerinde belirgin iyileşmeler göstererek, çeşitli endüstriyel uygulamalarda avantaj sağlamaktadır.

Bu tez çalışması, ceviz kabuğu ve nanokil katkılı YYPE kompozitlerinin geliştirilmesi ve karakterizasyonunu amaçlamaktadır. Bu doğrultuda, ceviz kabuğu ve nanokil katkılarının HDPE matrisine olan etkileri ayrıntılı olarak incelenecek, mekanik ve termal özelliklerdeki değişiklikler analiz edilecektir. Ayrıca, bu yeni kompozit malzemelerin geri dönüşüm ve çevresel sürdürülebilirlik açısından avantajları değerlendirilecektir. Bu kapsamda; yapılacak tez çalışması dört ana bölüme ayrılmıştır. İlk bölüm “Giriş” kısmını oluşturmaktadır. Bu bölümde tezin amacı ve hipotezi açıklanarak, mevcut literatür çalışmaları incelenecektir. İkinci bölüm “Malzeme ve Metot” kısmından oluşmaktadır. İkinci bölümde tezde kullanılan malzemeler, cihazlar ve kompozitlerin üretim yöntemleri ve üretilen kompozitlere uygulanan testler ve analizler açıklanacaktır. Üçüncü bölüm “Deneysel Sonuçlar ve Tartışma” kısmından oluşmaktadır. Uygulanan testlerden elde edilen sonuçlar bu bölümde verilecek ve sonuçlar tartışılacaktır. Tezin son kısmını “Sonuçlar ve Öneriler” bölümü oluşturmaktadır. Bu bölümde tez çalışmasından elde edilen genel sonuçlar verilecek ve gelecekte bu konuyu çalışmak isteyen araştırmacılara elde edilen bulgular ışığında öneriler sunulacaktır.

Bu tez çalışması ile, polimer kompozitler alanında çevre dostu ve sürdürülebilir malzemelerin geliştirilmesine katkı sağlanması, ceviz kabuğu ve nanokil katkılı YYPE kompozitlerin üretimi ve karakterizasyonu ile hem çevresel kaygıları azaltacak hem de endüstriyel uygulamalarda performans artışı sağlayacak yenilikçi çözümlerin sunulması hedeflenmektedir.

1.1. Tezin Amacı

Bu çalışmada; tarımsal atık olan ve bu şekilde ülkemiz ekonomisine bir katma değeri olmayan CK ve nano kilin, YYPE matrisli polimer kompozitlerin üretiminde farklı oranlarda kullanılarak mekanik özelliklerin nano katkı ile geliştirilmesi ve katma değeri yüksek ve sürdürülebilir niteliği olan bir ürüne dönüştürülmesi amaçlanmıştır. Çalışmadan elde edilen

sonuçların yayımlanmasıyla, polimer kompozitlerin üretiminde ceviz kabuğu ve nanokil birlikte kullanılacaktır. Nano malzemelerin mekanik özellikleri geliştirdiği bilinmektedir ve ceviz kabuğu gibi tarımsal atıkların kullanıldığı polimer kompozitlerde bazı çekme mukavemeti, sertlik, darbe mukavemeti gibi mekanik özelliklerin düştüğü bilinmektedir. Çalışmanın tamamlanması, atıkların geri kazanılması, doğal malzemelerin kullanılmasıyla çevreye daha duyarlı yenilikçi yeşil kompozitlerin geliştirilmesine ve farklı alanlarda kullanılmasına katkı sunacaktır.

1.2. Literatür Özeti

Çağla ve diğ. (2022), düşük yoğunluklu polietilene (LDPE) farklı oranlarda Polisten (PS), Stiren etilen bütadien stiren termoplastik blok kopolimeri (SBS) ve montmorillonite nano kil katılarak polimer kompozit üretmiştir. Nano kil toz oranının artması ile çekme elastisite modülü, çekme mukavemeti, eğme elastisite modülü, eğme mukavemeti ve sertliğin arttığı, kopma uzaması, darbe mukavemeti ve eğilme uzamasının ise azaldığı saptanmıştır.

Onat ve diğ. (2013), polyester reçine, cam elyaf kumaşlar ve CK kullandıkları çalışmalarında, CK partikül boyutlarının artmasıyla ısı yalıtımının arttığı, CK partikül boyutu küçüldükçe mekanik özellikleri iyileştiği saptanmıştır. Nitin ve diğ. (2013), epoksi kompozitlerde CK oranının artmasıyla malzemelerin yoğunluğunun azaldığını ve CK katkısının mekanik özellikleri değiştirdiğini gözlemlemişlerdir. Singh ve diğ. (2015), kompozit yapıda homojen dağılan CK partiküllerinin kompozitlerin çekme elastisite modülünü ve sertliğini arttırdığını tespit etmiştir.

Yöney ve diğ. (2008), vinil ester reçineye farklı oranlarda ekledikleri bambu ve keten elyaf ile polimer kompozit hazırlamışlardır. Keten elyaf takviyeli kompozit numunelerde darbe dayanımının bambu elyaf takviyeli kompozitlere oranla iki kat daha yüksek olarak elde edilmiştir. Yapılan morfoloji incelemelerinde darbe enerjisinin elyafların hem kopma hem de sıyırma yoluyla harcandığı sonucuna ulaşılmıştır. Araştırmacılar, keten elyafların darbe dayanımını artırıcı bir etkiye sahip olduğunu belirtmiştir. Benzer şekilde Boriaa ve diğ. (2016), polyester reçine ve %30'a kadar farklı oranlarda keten elyaf kullanarak el yatırma yöntemi ile kompozit numuneler hazırlamışlardır. Araştırmacılar polyester reçinenin keten elyaf kullanılarak takviye edilmesinin darbe ve çekme mukavemetini arttırdığını gözlemlemişlerdir. Sağbaş ve diğ. (2009), bazalt/keten/vinil ester kullanarak hazırladıkları hibrid kompozitlerde düşen ağırlık etki davranışlarını modellemişlerdir. Araştırmacılar keten elyafların, gerilme özellikleri açısından sinerjik tutum göstererek plastik bir davranış sergilediğini, bazaltın sertliği

düşürerek malzemeye esneklik kazandırdığını belirtmişlerdir. Huo ve diğ. (2013), keten elyaflara uygulanan yüzey modifikasyonu ile keten elyaf kompozitin mekanik özelliklerinin cam elyaf kompozitlere karşı kıyaslanabilir hale geldiğini göstermişlerdir. Ramnath ve diğ. (2014), keten, jüt ve cam elyafla takviye edilen kompozit malzemelerin mekanik özelliklerini inceledikleri çalışmalarında, keten elyafın kompozitlerin çekme ve eğilme özelliklerini iyileştirdiği bulunmuştur. Zhang ve diğ. (2014), cam elyaf ve tek yönlü keten ile takviye edilen kompozitin mekanik özelliklerini inceledikleri çalışmalarında, sentetik ve doğal elyafın birlikte kullanılmasında, kompozitlerin gerilme özelliklerinin cam elyaf oranının artmasıyla iyileştiğini, cam ve keten elyafların istifleme sırasının deformasyon ve gerilme dayanımına etki ettiğini bulmuşlardır. Croccolo ve diğ. (2015), keten elyaf ile takviye ettikleri iki farklı reçineden kompozit üretmişlerdir. Kompozitlerde elyaf ve matris arasında iyi yapışma olmasına rağmen, az miktarda da olsa hava içerdiği gözlemlenmiştir. İzofitalik reçinenin dayanımı ve sertlik açısından vinil ester reçineden daha iyi olduğu görülmüştür.

Muralidhar ve diğ. (1996), ribana örme ve düz dokuma keten kumaş kullanarak hazırladıkları epoksi matrisli kompozitlerin mekanik özelliklerini incelemiştir. Araştırmacılar yüzey katmanında ribana örme kullandıkları kompozitlerin eğilme ve darbe özelliklerinin daha iyi olduğunu tespit etmiştir. Sapuan ve diğ. (2006), kuvvetlendirilmiş epoksi kompozitlerinin ve dokunmuş muz elyafların mekanik davranışlarını araştırmak için varyans analizi uygulamıştır. Usta ve diğ. (2003), farklı oranlarda PP polimeri ve atık pamuk karıştırarak üretilen kompozitlerin akışkanlık ve mekanik özelliklerini incelemiş ve elyaf oranının bu özellikler üzerindeki etkisini araştırmıştır. Manikandan ve diğ. (1996), PP polimerine %94'e %6 ve %97'ye %3 oranında telef pamuk atıkları ekleyerek üretilen kompozitlerde akma ve kopma mukavemeti, elastisite modülü ve sertliğinde azalma tespit etmiştir. Ancak, elyaf oranının artmasıyla darbe mukavemeti ve kopma uzaması artmıştır. Kaya (2017), çeltik ve fındık kabukları ile odun talaşı ile takviye edilen termoset kompozitlerde reçine türünün fiziksel özellikler üzerine etkisini araştırmıştır. Araştırmada, çeltik ve fındık kabuklarının reçine türünün fiziksel özellikleri üzerinde bir etkisi olmadığı belirtilmiştir. Livia ve diğ. (2015), polyester reçineli bambu takviyeli kompozitlerin mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Yapılan çalışmada, bambu elyafların eklenmesinin çekme ve eğilme mukavemetini artırdığı, ancak darbe dayanımını azalttığı bulunmuştur. Ayrıca, bambu elyafların kompozitlerin yoğunluğunu artırdığı da gözlemlenmiştir. Gao ve diğ. (2006), düşük yoğunluklu polietilen ve farklı oranlarda kireç taşı dolgu kullanarak kompozit malzemeler üretmişlerdir. Yapılan çalışmada, kireç taşı dolgu oranının artmasıyla kompozitlerin çekme mukavemetinin ve sertliğinin arttığı, kopma uzamasının ve darbe dayanımının ise azaldığı gözlemlenmiştir.

Sanjay ve diğ. (2001), hindistancevizi kabuğu ve polipropilen kompozitlerinin mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Hindistancevizi kabuğu oranının artmasıyla kompozitlerin yoğunluğunun arttığını, çekme mukavemetinin ve elastiklik modülünün ise arttığı bulunmuştur. Ancak, darbe dayanımının azaldığı gözlemlenmiştir. Lee ve diğ. (2014), epoksi ve farklı oranlarda karbon nanotüp ekledikleri kompozitlerin mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Yapılan çalışmada, karbon nanotüp oranının artmasıyla kompozitlerin çekme mukavemetinin ve elastiklik modülünün arttığı, ancak darbe dayanımının azaldığı gözlemlenmiştir. Giri ve diğ. (2005), ahşap unu ve polipropilen kompozitlerinin mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Yapılan çalışmada, ahşap unu oranının artmasıyla kompozitlerin çekme mukavemetinin ve elastiklik modülünün arttığı, ancak darbe dayanımının azaldığı bulunmuştur. Sonuç olarak, literatürde yapılan çalışmalar çeşitli doğal lifler ve dolgu malzemeleri ile takviye edilmiş kompozitlerin mekanik özelliklerini artırma potansiyeline sahip olduğunu göstermektedir. Bu malzemelerin kullanımı, çevre dostu ve sürdürülebilir üretim için önemli bir adım olabilir.

1.3. Hipotez

Ceviz kabuğu ve nanokil katkılı YYPE kompozitlerin, YYPE'nin mekanik ve termal özelliklerini artırarak, çevre dostu ve geri dönüştürülebilir malzemelerin endüstriyel uygulamalarda kullanılabilirliğini artıracığı öngörülmektedir. Bu hipotezin test edilmesi, ceviz kabuğu ve nanokil katkılı HDPE kompozitlerinin mekanik (çekme mukavemeti, sertlik, darbe mukavemeti) ve termal (termal stabilite, ısı dayanımı) özelliklerinin, saf HDPE ve sadece ceviz kabuğu veya sadece nanokil katkılı HDPE kompozitleri ile karşılaştırılması yoluyla gerçekleştirilecektir. Elde edilen sonuçlar, bu katkı maddelerinin sinerjik etkisinin HDPE'nin performansını iyileştirmede ve çevresel sürdürülebilirliği artırmada ne derece etkili olduğunu ortaya koyacaktır.

2. MALZEME VE METOT

2.1. Malzemeler

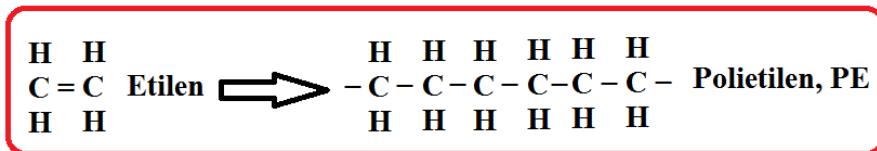
Bu çalışmada; matris olarak InnoPlus/HD8100M ticari ismi ile bilinen yüksek yoğunluklu polietilen (YYPE), matris malzemesi olarak ceviz kabuğu ve nano kil kullanılacaktır. Çalışmada hazırlanması planlanan karışımlar ve isimlendirilmeleri Tablo 1’de verilmiştir.

Tablo 1. Çalışmada kullanılacak olan karışımlar

Numune Kodları	YYPE (%)	CK (%)	Nanokil (%)
PECKNK01	100	-	-
PECKNK02	80,00	20	0
PECKNK03	79,00	20	1
PECKNK04	79,25	20	0.75
PECKNK05	79,50	20	0.50
PECKNK06	79,75	20	0.25
PECKNK07	79,875	20	0.125

2.1.1 Polietilen (PE) ve yüksek yoğunluklu polietilen (YYPE)

Polietilen, zincirlerinin uçları metil grubuyla sonlandırılmış ve her biri iki hidrojen atomuyla kovalent olarak bağlanmış olan karbon atomlarının bir araya gelmesiyle oluşan bir moleküldür. Polietilenin monomeri ve kimyasal yapısı Şekil 2.1’de gösterilmektedir.



Şekil 2.1. Etilen monomeri ve PE’nin kimyasal yapısı (Sepet, 2014)

Yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE), yüksek darbe dayanımı, yüksek akma dayanımı ve yüksek modül gibi özellikleri nedeniyle ticari uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Termoplastik malzemelerin mekanik özelliklerini artırmak amacıyla mika, vollastonit, cam elyaf, cam tozu, cam bilya, nano boyutta kil ve kalsiyum karbonat gibi inorganik minerallerle

takviye edilebilir (Tanniru ve ark., 2006). Nano kil takviyeli polimer nanokompozitler, farklı hazırlama yöntemleri kullanılarak polimer yapıda nano kil partiküllerinin dağıtılmasıyla üretilir.

Bu deneysel çalışmada, HDPE/CK+Nano kil karışımının hazırlanmasında matris malzemesi olarak InnoPlus/HD8100M ticari adıyla bilinen HDPE kullanılacaktır. HDPE'ye ait mekanik, fiziksel ve ısı özellikler Tablo 2'de sunulmuştur. Nanokompozit üretiminde kullanılan HDPE, iyi sürünme ve kimyasal dirence sahip olan bir malzemedir.

Tablo 2. HD8100M kodlu YYPE'ye ait teknik özellikler

Malzeme Özelliği	Birim	Değer	Metod
Erime Akış Hızı (190°C / 5 kg)	g/10 dk	0,35	ISO 1133
Yoğunluk	g/cm ³	0,952	ISO 1183
Erime Noktası	°C	128	ASTM D3418
VICAT (10 N, 50 °C/s)	°C	122	ASTM D1525
Akma Mukavemeti	kg/cm ²	250	ASTM D63
Kopma Mukavemeti	kg/cm ²	420	ASTM D63
Kopma Uzaması	%	750	ASTM D63
Eğme Elastisite Modülü	kg/cm ²	1100	ASTM D790
Izod Darbe Dayanımı (çentikli)	kg.cm/cm	48 (NB)	ASTM D256
Sertlik	Shore D	64	ASTM D2240

2.1.2 Ceviz kabuğu (CK)

Ceviz dünyanın ılıman bölgelerinde yetiştirilen önemli bir üründür. Mevcut veriler dünya ceviz üretiminin yılda 4,6 milyon ton civarında olduğunu açıklamaktadır. Burada Çin büyük ceviz yetiştiricisidir ve toplam üretimin yaklaşık %51'ini elinde tutar, bununla birlikte Amerika Birleşik Devletleri, İran ve Türkiye de diğer kitlesel ceviz yetiştiricileridir (Orue ve diğ., 2020). Ceviz meyvesi Şekil 2.2'de görüldüğü gibi çekirdek, zar, kabuk ve yeşil kabuk olmak üzere dört ana birleşenden oluşmaktadır. Ceviz kabukları ağırlıkça yaklaşık %50 lignin, %25 selüloz, %23 hemiselüloz ve %2 diğer bileşenlerden oluşur [Alizada ve diğ., 2020]. Ceviz, çekirdek elde etmek için yetiştirilir, kabuk ve zar kısmı ise işleme sırasında atık ürünler olarak üretilir. Ceviz kabuğu, ceviz çekirdeğinin toplam ağırlığının yaklaşık %67'sini oluşturur. Dünyada her yıl tahmini 1,5 milyon ton CK atık olarak kalmaktadır. CK'nın endüstride kullanımı oldukça

kullanılacaktır. Şekil 2.3'te cevizin genel görünümü, ceviz içi, cevizin dış ve iç zar kısımları gösterilmiştir.



Şekil 2.3. Ceviz kabuğu ve ceviz içinin görünümü (Adıbelli, 2022)

2.1.3 Nanokil

Killer, hidrosilikatlar veya alüminosilikatlardır ve genellikle silisyum dioksit, alüminyum, magnezyum, oksijen ve çeşitli katyon esaslı hidroksillerden (OH) oluşur. Bu iyonlar ve OH grupları, yapısı iki boyutlu levhalar şeklinde düzenlenmiştir. Silika ve alümina tabakaları içeren silikat tabakaları, farklı oranlarda bir araya gelerek belirli bir şekilde birbirlerinin üstüne yığılmış yapısal iskeleti oluşturduklarından dolayı tabakalı silikatlar olarak adlandırılır (Sepet, 2014).

Bu tez çalışmasında kullanılan tabakalı montmorillonit kil, ülkemizin doğal kaynaklarından elde edilmiş olup Eczacıbaşı ESAN Grubu tarafından Na⁺ aktive bentonit kullanılarak üretilmiştir. Eczacıbaşı ESAN Grubu'nun ürettiği Na⁺ aktive bentonitin montmorillonit içeriği %85-90 arasındadır. Na⁺ aktive bentonit içeren montmorillonit kilinin modifiye edilmiş formu, "dimetil amonyum klorit tuzları" ile modifiye edilerek organik olarak modifiye edilmiş bir kil haline getirilmiştir ve bu ürüne "esanNANO 1-140" ticari adı verilmiştir. Üretilen bu nano kil, Nanomer I30P ve Closite 30A gibi diğer ticari modifiye edilmiş nano kil ürünlerine alternatif olarak kullanılabilir. Ayrıca, ürünün tane boyutu diğer modellerden daha ince ve rengi daha beyazdır, bu özellikler Türkiye'deki kaynağından kaynaklanmaktadır. PE ile uyumlu hale getirilmesi için bazı firmalar parafin, bazıları ise maleik anhidrit kullanmaktadır; ancak esanNANO 1-140 nano kilin üretiminde asitlerin polimer yapısını bozma riski nedeniyle parafin veya maleik anhidrit kullanılmamıştır. Nano kilin fiziksel özellikleri Tablo 3'te, kimyasal bileşimi ise Tablo 4'te verilmiştir.

Tablo 2.3. Nano kilin fiziksel özellikleri

Malzeme Özelliği	Değer
Renk	Yeşil
Yoğunluk (g/cm ³)	1,98
Yüzey Alanı (m ² /g)	19
Partikül Boyutu (μ)	2-20
Tabakalar arası mesafe, nm d ₍₀₀₁₎	3-4

Tablo 2.4. Nanokil'in kimyasal bileşimi (Sepet, 2014)

Kompozisyon	Oran (%)
SiO ₂	44
Al ₂ O ₃	6
MgO	1.4
Na ₂ O	0.6
Fe ₂ O ₃	0.4
CaO	0.4
K ₂ O	0.3
TiO ₂	0.05
LOI.*	45

*Kızdırma kaybı

2.2. Ceviz Kabuğunun Öğütülmesi ve Sınıflandırılması

Çalışmada kullanılan ceviz kabukları Kahramanmaraş ili Çağlayancerit ilçesindeki yerel üreticilerden temin edilmiştir. Ceviz türü Maraş 18 ismi ile bilinmektedir. Maraş 18 cinsi cevizden elde edilen ceviz kabukları ilk olarak kırılarak zar ve kabuk kısımları birbirlerinden ayrıştırılmıştır. Çalışmada dolgu malzemesi olarak ceviz kabuğunun sert dış kabuk kısmı kullanılmıştır. Maraş 18 cinsi cevizlerin genel görünümü ve kırıldıktan sonra elde edilen kabukların görselleri Şekil 2.4'te verilmiştir.



Şekil 2.4. Maraş 18 cinsi ceviz ve elde edilen ceviz kabukları

Ceviz kabukları Spice&Herb Grinder marka IC-25B model hububat öğütücü ile istenilen boyuta getirilmesi için öğütülmüştür. Kullanılan öğütücüyü ait görsel Şekil 2.5’te görülmektedir.



Şekil 2.5. Ceviz kabuklarını öğütmek için kullanılan hububat öğütücüsü

Öğütülen ceviz kabukları elek makinesi yardımıyla 100 ve 60 mesh (149 ve 250 Mikron) arası olacak şekilde çalışmada kullanılmak üzere elenmiştir. Şekil 2.6’da elemelerde kullanılan elekler ve öğütülerek toz haline getirilmiş ceviz kabuğu partiküllerine ait görseller verilmiştir.



Şekil 2.6. Öğütülmüş ceviz kabuğu ve kullanılan elekler

2.3. Ekstrüzyon Makinesinde Karışımların Hazırlanması ve Pelet Haline Getirilmesi

Karışımın homojen olması adına ilk olarak nanokil ve YYPE karışımı hazırlandı. Ceviz kabukları ekstrüzyon işlemi öncesinde nem alma amacıyla iki saat süreyle 100 °C’de kurutuldu. Sonrasında ise öğütülmüş ve boyutsal olarak sınıflandırılmış ceviz kabukları Tablo 2.1’de verilen oranlara göre terazi yardımıyla tartılarak YYPE+nanokil karışımına ilave edildi. Tüm malzemeler bir kova içerisine eklenerek 10 dakika süreyle mekanik karıştırma işlemine tabi tutuldu. Tartılma ve mekanik karıştırma işlemlerine ait görüntü Şekil 2.7’de verilmiştir. Mekanik karıştırma işlemi sonrasında malzemeler özel karıştırma bölgesine sahip bu amaçlar için tasarlanmış bir vidanın olduğu ekstrüzyon makinesine beslendi.



Şekil 2.8. Karışımların hazırlanması ve mekanik harmanlama işlemi

Çalışmada kullanılan ekstrüzyon makinesi üç ısıtma bölgesine sahiptir. Besleme ve kafa çıkış sıcaklıkları 50/155/170 °C, ekstrüzyon basıncı 54 bar ve vida devri 1300 rpm olarak ayarlandı. Kafadan çıkan Ø1.75 mm çapındaki filament özel tasarım soğutucu fanlar üzerinde ilerletilerek hava yardımıyla soğutuldu. Sonrasında biriktirilen filamentler granülatör yardımıyla pelet haline getirildi. Ekstrüdere malzemelerin beslenmesinden pelet haline getirilmesine kadar olan süreç Şekil 2.9’da gösterilmiştir.

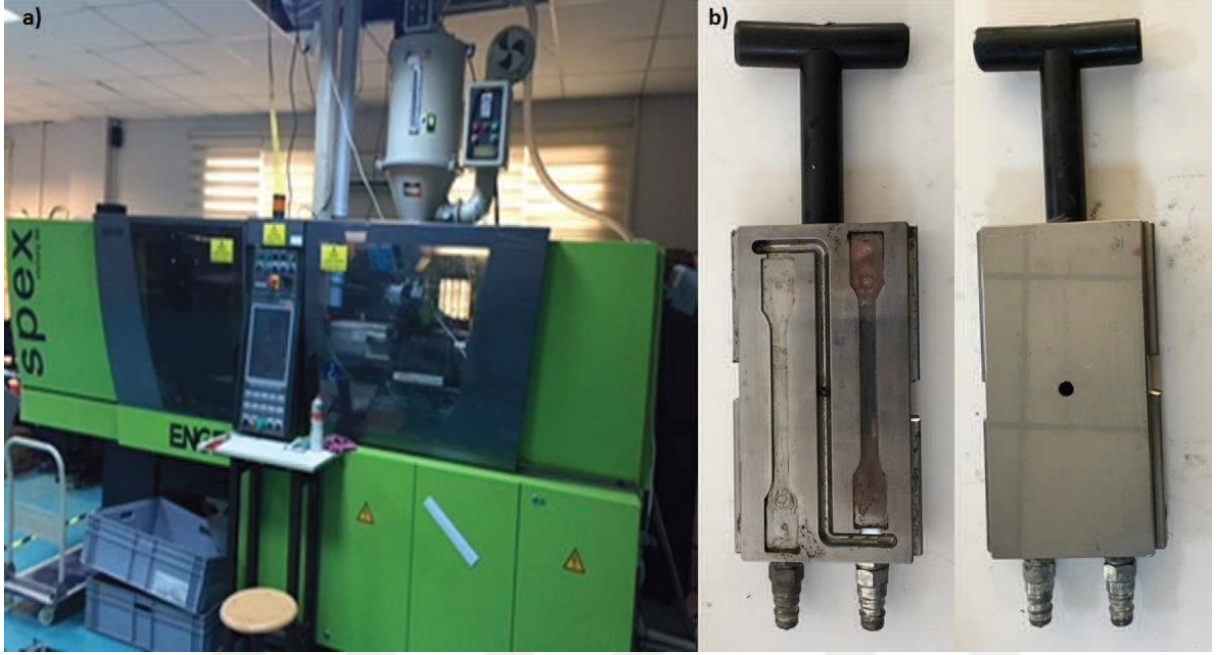


Şekil 2.9. Karışımların ekstrüderde hazırlanması ve filament şekline getirilmesi

2.4. Enjeksiyon Kalıplama Yöntemiyle Test Numunelerinin Üretilmesi

Pelet formuna getirilmiş malzemeler en az 24 saat oda sıcaklığında bekletildi ve 60 °C’de 2 saat süreyle kurutma işleminden sonra, Yalova Üniversitesi Polimer Araştırma Lab.’da bulunan

Engel firmasına ait Spex marka 800 kN’luk plastik enjeksiyon makinesinde (Şekil 2.10a), Şekil 2.10b’de görülen kalıplar kullanılarak test numunelerinin üretilmesi amacıyla kalıplandı. Üretilen test numunelerine ait kalıplama sonrası görseller Şekil 2.11’de verilmiştir. Test numunelerinin üretiminde kullanılan enjeksiyon parametrelerini Tablo 2.5’te verilmiştir.



Şekil 2.10. Çalışmada kullanılan enjeksiyon makinesi ve kalıplar, (a) Enjeksiyon makinesi, (b) test numunesi kalıbı



Şekil 2.11. Enjeksiyon kalıplama sonrasında elde edilen numunelerin görünümü

Tablo 2.5. Enjeksiyon ve ekstrüzyon parametrelerini

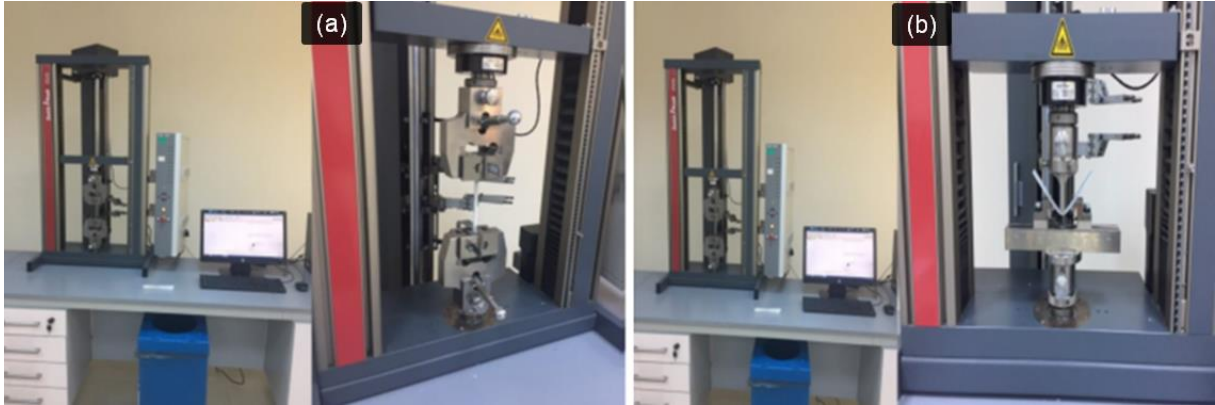
İşlem	Değer
Giriş sıcaklık	20,5 °C
Bölge 1 sıcaklı	170,4 °C
Bölge 2 sıcaklık	183,6 °C
Bölge 3 sıcaklık	188,9 °C
Nozzle sıcaklık	185 °C
Hidrolik enjeksiyon başınc sınırı	90 bar
Hidrolik enjeksiyon için en üst değer	54,8 bar
Mal alma strok	70.85 mm
Enjeksiyon süresi min-max	1 – 10 s
Çevrim zamanı	29,90 s
Kapama gücü	3,8 kN

2.5. Çekme ve Üç Nokta Eğme Testi

Çekme özelliklerinin belirlenmesi amacıyla Zwick/Roell/Z020 model çekme testi cihazı kullanılacaktır. Numuneler, cihazın iki çenesi arasında yerleştirilecek ve 50 mm/dk sabit hızda çekilecektir. Tüm işlemler ISO 527-1 plastik çekme standardına uygun olarak gerçekleştirilecek ve numuneler kopuncaya kadar çekme işlemine tabi tutulacaktır. Çekme testiyle, kompozit malzemelerin kopma mukavemeti, uzama yüzdesi ve çekme hızlarına bağlı olarak esneklik ve kırılmalık özellikleri hakkında bilgiler elde edilmesi hedeflenmektedir.

Üç nokta eğme testinde kullanılan numuneler ise ISO 527-2 standardına uygun olarak hazırlanacaktır. Üç nokta eğme testleri de aynı Zwick/Roell Z020 model test cihazında, çekme testi için kullanılan aparatlar değiştirilerek gerçekleştirilecektir. Test numuneleri, 64 mm aralıklı iki destek arasına yerleştirilecek ve 2 mm/dk basma hızında eğilmeye maruz

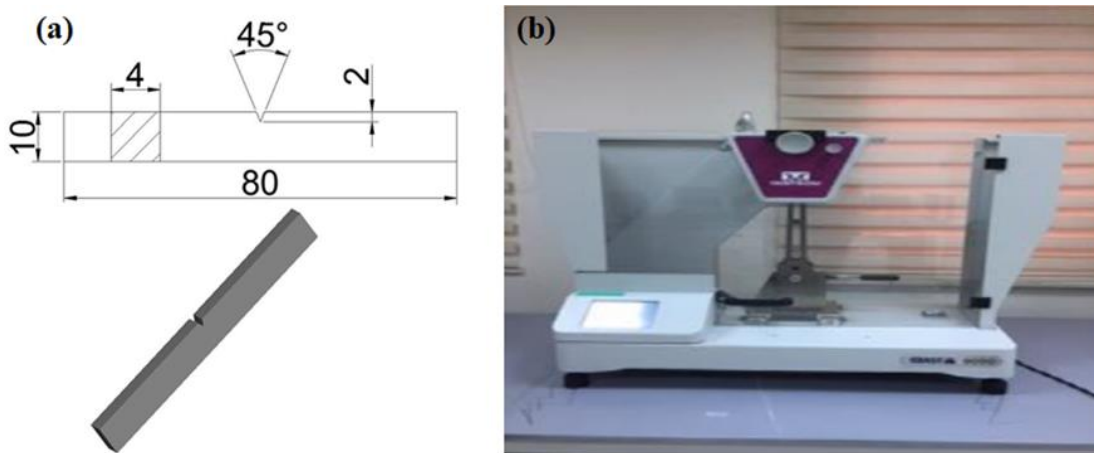
bırakılacaktır. Çekme testi uygulamasına ait detaylar Şekil 2.12a’da, üç nokta eğme testi uygulamasına ait detaylar ise Şekil 2.12b’de gösterilmiştir.



Şekil 2.12. Çekme testi ve üç nokta eğme testinin uygulanması, (a) Çekme testinin uygulanması, (b) Üç nokta eğme testinin uygulanması

2.6. Darbe Testi

Darbe testi için Instron marka 120D model test cihazı kullanılarak ISO 179-1 standardına uygun olarak çentikli Izod darbe testi yapılarak malzemelerin darbe dayanımı belirlenmeye çalışılacaktır. ISO 294-1 standardına uygun olarak hazırlanan, fındık kabuğu ya da nano kil oranı değiştirilen numunelerde fındık kabuğu ya da nano kil’in darbe dayanımı üzerindeki etkisi çentikli ve çentiksiz numunelerde $150^\circ - 5 \text{ J}$ ’luk çekiç açısı ve enerjisi kullanılarak belirlenmeye çalışılacaktır. Darbe testinde kullanılacak olan numuneye ait ölçüleri ve test cihazının görünümü Şekil 2.13’te verilmiştir.



Şekil 2.13. Darbe cihazı ve numune ölçüleri, (a) Numune ölçüleri, (b) Darbe test cihazı

2.7. Sertlik Testi

Sertlik, malzeme yüzeyinden iç bölgelere kadar olan direnci ifade eder. Çalışmada, sert plastikler için yaygın olarak kullanılan Shore D sertlik testi uygulanacaktır. Kompozitlerin sertlik ölçümleri, ISO 868 standardına uygun olarak Zwick/Roell marka sertlik cihazında gerçekleştirilecektir. Yalova Üniversitesi Merkez Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan ve bu çalışmada kullanılacak olan durometre cihazı Şekil 2.14'te gösterilmiştir.



Şekil 2.14. Sertlik ölçümünde kullanılacak olan Zwick/Roell marka sertlik ölçüm cihazı

2.9. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analizi

DSC analizi, numunenin ısıtılması, soğutulması veya sabit sıcaklık altında tutulması sırasında soğurduğu enerji miktarını ölçerek, referans numunesi ile karşılaştırarak farklılıkların belirlendiği bir tekniktir. Bu yöntem, polimerler için önemli olan cam geçiş sıcaklığı, erime sıcaklığı ve kristallenme sıcaklığı gibi termal özelliklerin belirlenmesine olanak tanır. Çalışmada hazırlanan numuneler, Çankırı Üniversitesi Merkez Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan DSC 131 EVO marka ve model DSC test cihazında analiz edilecektir. Analiz sonuçlarına göre, numunelerin erime sıcaklıkları ve kristalizasyon yüzdeleri hesaplanacaktır. Test, oda sıcaklığından başlayarak +250 °C'ye kadar 10 °C/dk. sıcaklık artışı ile gerçekleştirilecektir. Şekil 2.15'te kullanılacak olan DSC cihazı gösterilmiştir. Numunelerin kristallik yüzdesi aşağıdaki formül (Eş. 1) kullanılarak hesaplanacaktır.

$$X_c \% = \left(\frac{\Delta H_m}{\Delta H^{\circ}_m \times \phi_i} \right) \times 100 \quad (1)$$



Şekil 2.15. Çalışmada kullanılan DSC cihazı

DSC test cihazıyla yapılan analizlerle numunelerin erime sıcaklıkları belirlenebilir. Elde edilen erime sıcaklıkları, Gibbs-Thomson bağıntısı (Eş. 2) kullanılarak numunelerin kristal kalınlıkları hesaplanabilir.

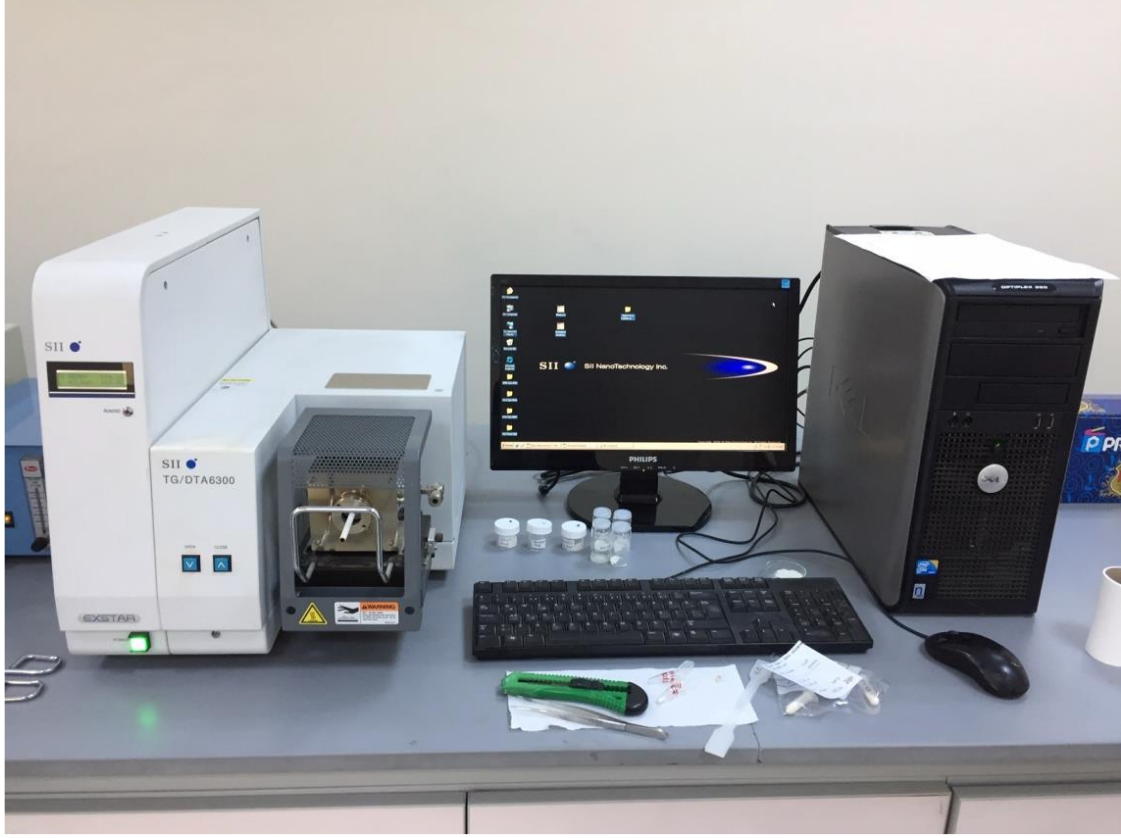
3.5

$$T_m = T^{\circ}_m \left(1 - \frac{2\sigma_e}{l \Delta H_f} \right) \quad (2)$$

2.10 TGA Testi

Termogravimetrik analiz (TGA) deneyi, numunelerin sabit bir ısıtma hızında zamana bağlı olarak kütle değişimlerini ölçerek çalışır. Bu yöntem, numunelerin termal kararlılığını ve polimer-polimer veya polimer-katkı karışımlarının etkileşimlerini incelemek için yaygın olarak

kullanılır. Kullanılan test cihazı Seiko marka TG/DTA 6300 modelidir ve Şekil 2.16’da gösterilmiştir.



Şekil 2.16. Çalışmada kullanılan TGA cihazı

2.11. SEM Görüntüleme

Taramalı elektron mikroskobu (SEM), odaklanmış bir elektron demeti kullanarak numune yüzeyini tarayarak görüntü elde eden bir tekniktir. Elektronlar, numunedeki atomlarla etkileşerek yüzeyin topografisini ve kompozisyonunu belirlemek için farklı sinyaller üretirler. Elektron demeti raster tarama yöntemiyle yüzeyi tarar ve bu sırada demetin konumu, algılanan sinyalle eşleştirilerek görüntü oluşturulur. Standart SEM cihazları genellikle yüksek vakumda çalışır ve kuru ve iletken yüzeyleri incelemek için uygundur. Ancak çevresel taramalı elektron mikroskobu gibi özelleşmiş cihazlar, düşük vakumda, nemli koşullarda ve değişen sıcaklık aralıklarında da çalışabilirler. SEM'de görüntü oluşturmak için genellikle numune yüzeyinden yayılan ikincil elektronlardan faydalanılır. Bu teknik, numunenin farklı bölgelerinden kopan ikincil elektronların sayısındaki değişimleri analiz ederek yüzeyin topografisini ortaya koyar.

Bu çalışmada kullanılan INSPECT S50 marka SEM cihazıyla matris malzeme içerisindeki findık kabuğunun görüntülenmesi altın kaplama yapılarak gerçekleştirilmiştir, detaylar Şekil 2.17’de gösterilmiştir.

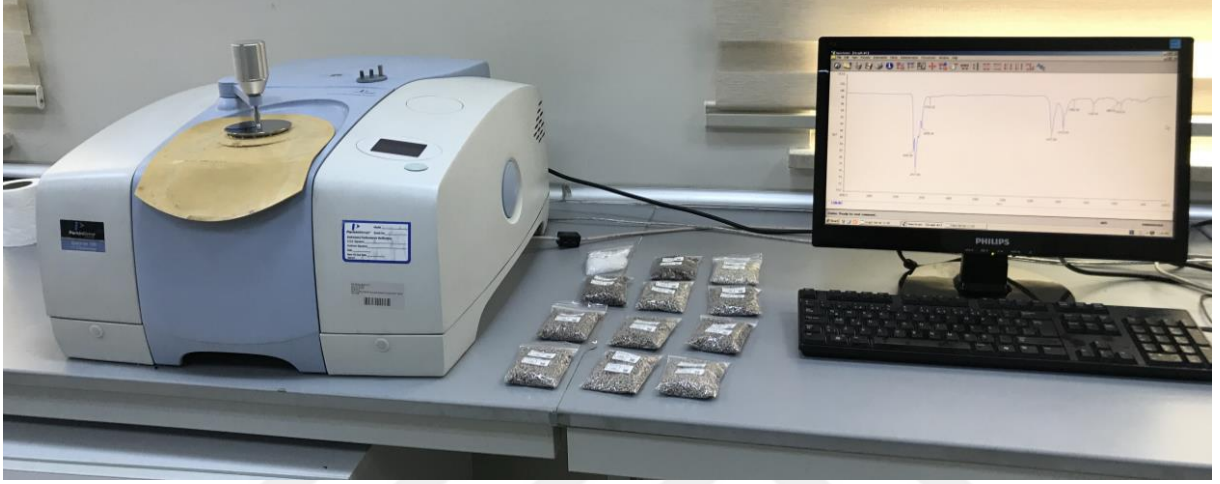


Şekil 2.17. Çalışmada kullanılan altın kaplama ve SEM cihazı

2.12. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FT-IR) Analizi

Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FT-IR), bir tür titreşim spektroskopisidir. FTIR matematiksel Fourier dönüşümü yöntemi ile ışığın infrared yoğunluğuna karşı dalga sayısını ölçen bir kimyasal analitik yöntemdir. IR ışınları molekülün titreşim hareketleri tarafından soğurulmaktadır. Matematiksel Fourier dönüşümü spektroskopisinde ışın şiddeti, zamanın bir fonksiyonu olarak alınır. Her boyunu ayrı ayrı tarama gerekmeksizin hızlı ve yüksek çözünürlükte spektrumlar elde edilebilir. Bu yöntem ile, moleküler bağ karakterizasyonu yapılarak; katı, sıvı, gaz veya çözelti halindeki organik bileşiklerin yapısındaki fonksiyonel gruplar, iki bileşiğin aynı olup olmadığı, yapıdaki bağların durumu, bağlanma yerleri ve yapının aromatik ya da alifatik olup olmadığı belirlenebilir. FT-IR malzeme karakterizasyonu için en sık

kullanılan yöntemlerden biridir. Analiz süresinin kısa olması, elde edilen detaylı bilgiler, analizleri gerçekleştirmek için herhangi bir sarf malzeme maliyetinin olmaması bu yöntemi oldukça avantajlı kılmaktadır. FT-IR spektroskopisi her türlü organik ve inorganik maddeler, plastikler, polimerler, harmanlar, dolgu maddeleri, boyalar, kauçuklar, kaplamalar, reçineler ve yapışkanlar gibi bileşikler hızla ve kesin olarak tespit etmek için kullanılır. FT-IR analizini Şekil 2.18’de görülen PERKIN ELMER Spectrum 100 cihazında yapılmıştır.



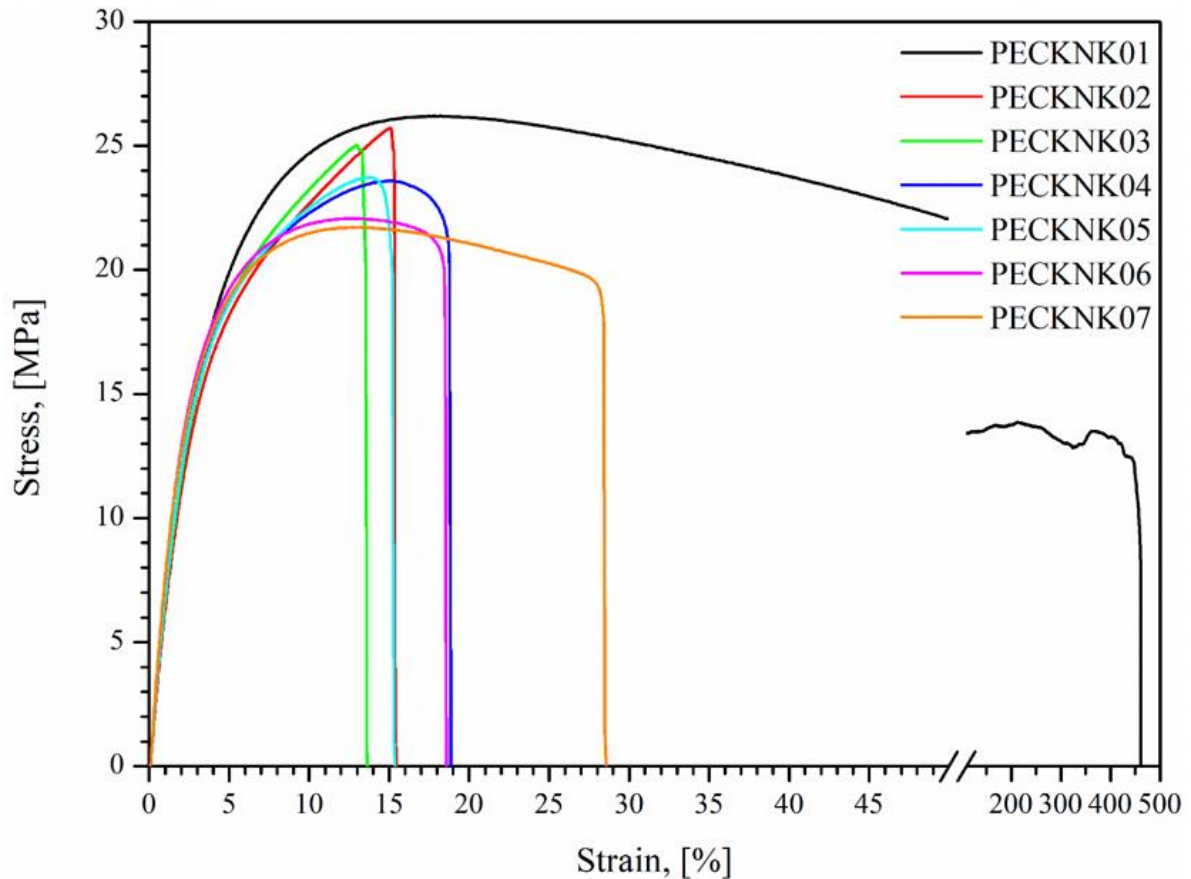
Şekil 2.18. Çalışmada kullanılan FT-IR Cihazı



3. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

3.1. Çekme ve Üç Nokta Eğme Test Sonuçları

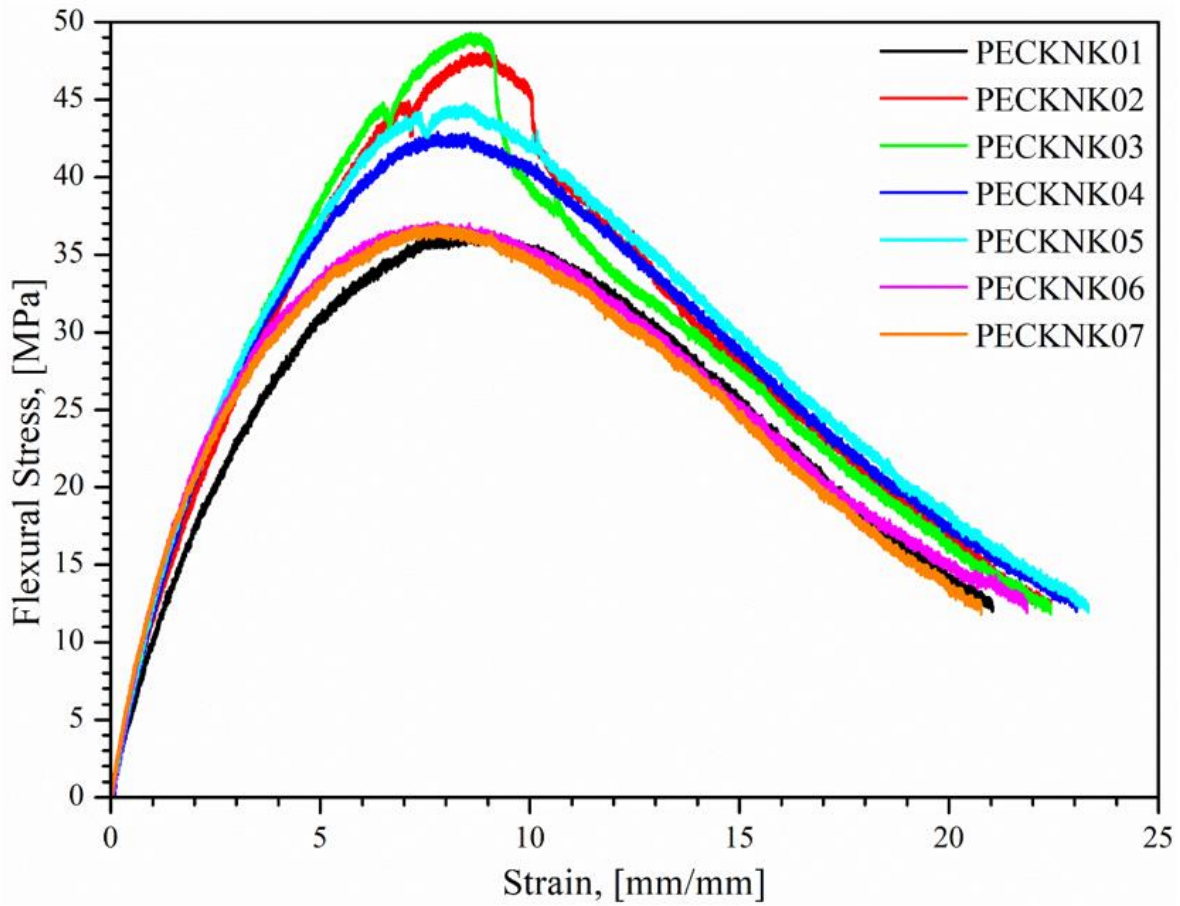
Çekme testine ait sayısal sonuçlar Tablo 3.1’de toplu şekilde verilmiştir. Çekme grafiklerinin toplu şekilde karşılaştırılması Şekil 3.1’de, üç nokta eğme grafiklerinin toplu şekilde karşılaştırılması ise Şekil 3.2’de gösterilmiştir. Çekme değerlerini analiz ettiğimizde, çekme dayanımı 26,02 MPa ile en yüksek saf YYPE’de elde edilmiştir. Ceviz kabuğu ve nanokil katkılı numunelerde bu dayanım 21,66 MPa’a kadar düşüş göstermektedir. Çekme elastisite modülü nanokil ve ceviz kabuğu katkılı numunelerde 604,66 - 700,50 MPa arası olup saf YYPE ise 601,78 MPa değerine göre daha düşük bir çekme dayanımı olduğu soylenebilir. Eğilme Değerleri analiz ettiğimizde YYPE’nin elastik uzama özelliğinin yüksek olduğu ama eğilme dayanımının nano kil ve ceviz kabuğu katkılı numunelere göre daha düşük olduğu görülmüştür. Saf YYPE’nin eğilme dayanımı 793,37 MPa iken diğer katkılı numunelerin dayanımı 855,42 – 953,96 MPa arasında değişiklik göstermektedir.



Şekil 3.1. Çekme test sonuçlarının grafiksel olarak karşılaştırılması

Tablo 3.1. Çekme test sonuçlarına ait sayısal veriler

Numune Kodu	Elastik Modül (MPa)	Çekme Mukavemeti (MPa)	Kopma Uzaması (%)
PECKNK01	601,78±12,31	26,02±0,16	600,62±167,74
PECKNK02	595,35±12,30	25,59±1,11	15,18±0,31
PECKNK03	604,66±12,24	24,75±0,66	14,41±1,00
PECKNK04	634,48±4,87	23,26±0,26	17,58±1,73
PECKNK05	635,63±8,26	23,50±0,74	17,51±1,61
PECKNK06	696,82±37,76	22,02±0,84	18,89±1,48
PECKNK07	700,50±15,37	21,66±0,27	23,91±3,61



Şekil 3.2. Üç nokta eğme test sonuçlarının grafiksel olarak karşılaştırılması

Tablo 3.2. Üç nokta eğme test sonuçlarına ait sayısal veriler

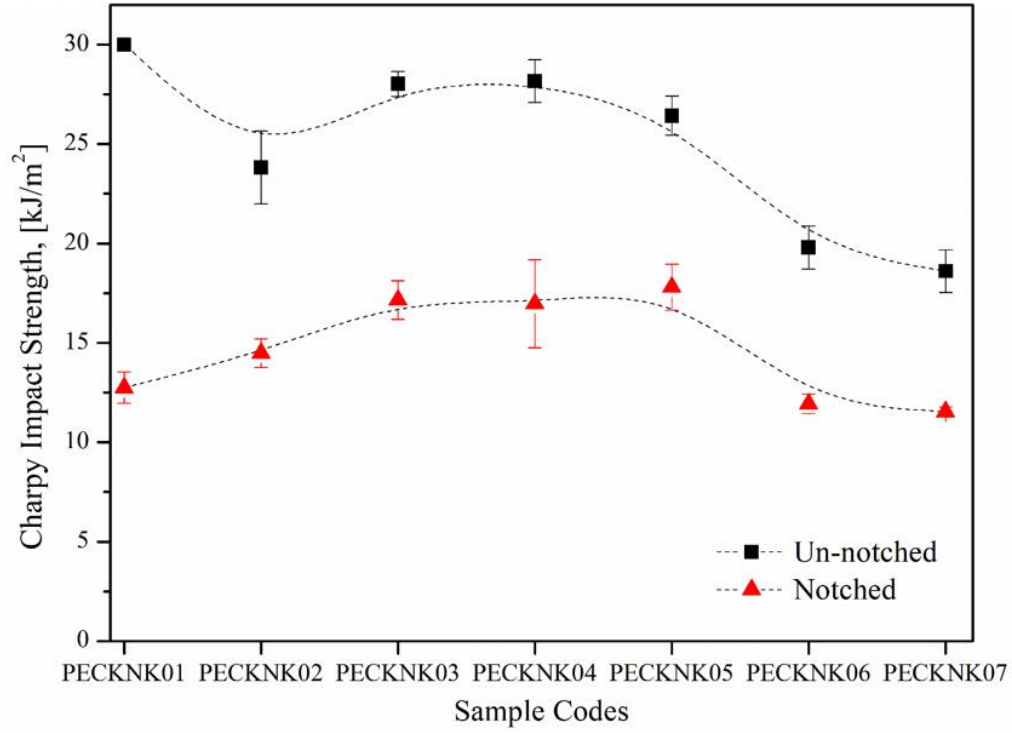
Numune Kodu	Elastik Modül (MPa)	Eğilme Mukavemeti (MPa)	Uzama (mm/mm)
PECKNK01	793,37±22,73	36,09±0,18	20,81±0,36
PECKNK02	855,42±28,55	45,98±1,34	22,36±0,31
PECKNK03	919,58±12,63	47,92±0,87	22,62±0,72
PECKNK04	910,12±38,92	42,66±0,82	22,82±0,18
PECKNK05	926,91±42,17	43,34±2,42	22,81±0,53
PECKNK06	953,96±112,22	37,12±2,62	21,53±0,44
PECKNK07	925,38±26,52	36,10±0,67	21,32±0,32

3.2. Darbe Testi Sonuçları

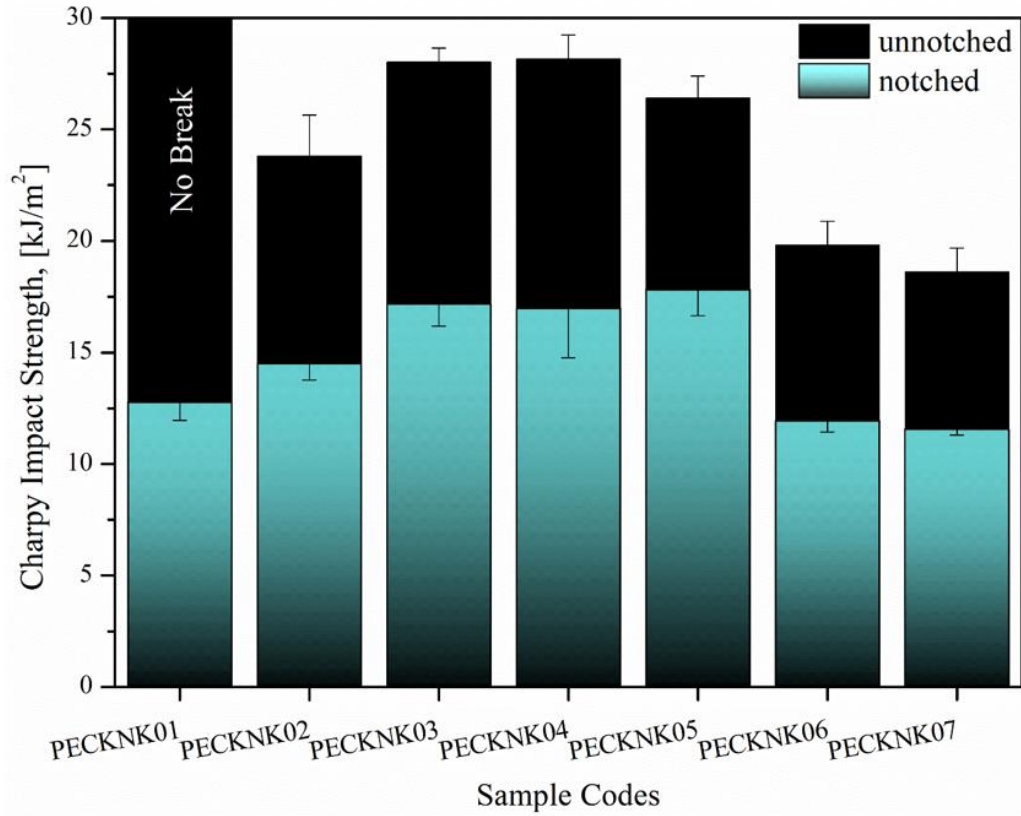
Izod ve Charpy darbe testlerine ait sayısal sonuçlar Tablo 3.3’de toplu şekilde verilmiştir. Kompozitlerin Charpy darbe sonuçları Şekil 3.3’te x-y grafiği şeklinde ve Şekil 3.4’te ise sütun grafiği şeklinde karşılaştırılmıştır. Sonuçlar incelendiğinde; ceviz kabuğun eklenmesi numunelerin darbe dayanımını arttırmıştır. Yapıda nanokil oranı arttıkça darbe mukavemet değeri de artmıştır. En yüksek darbe dayanımı çentiksiz numunelerde PECNK04 kodlu numunede ve çentikli numunelerde ise PECNK04 kodlu numunede elde edilmiştir.

Tablo 3.3. Çentikli ve Çentiksiz Charpy darbe test sonuçları

Numune Kodu	Charpy Darbe Özellikleri	
	Çentiksiz	V-Çentikli
	Darbe Mukavemeti, kJ/m ²	Darbe Mukavemeti, kJ/m ²
PECKNK01	Kırılmadı	12.75±0.79
PECKNK02	23.82±1.84	14.48±0.72
PECKNK03	28.02±0.64	17.16±0.98
PECKNK04	28.16±1.07	16.97±2.21
PECKNK05	26.42±0.98	17.81±1.16
PECKNK06	19.80±1.08	11.93±0.49
PECKNK07	18.60±1.08	11.54±0.24



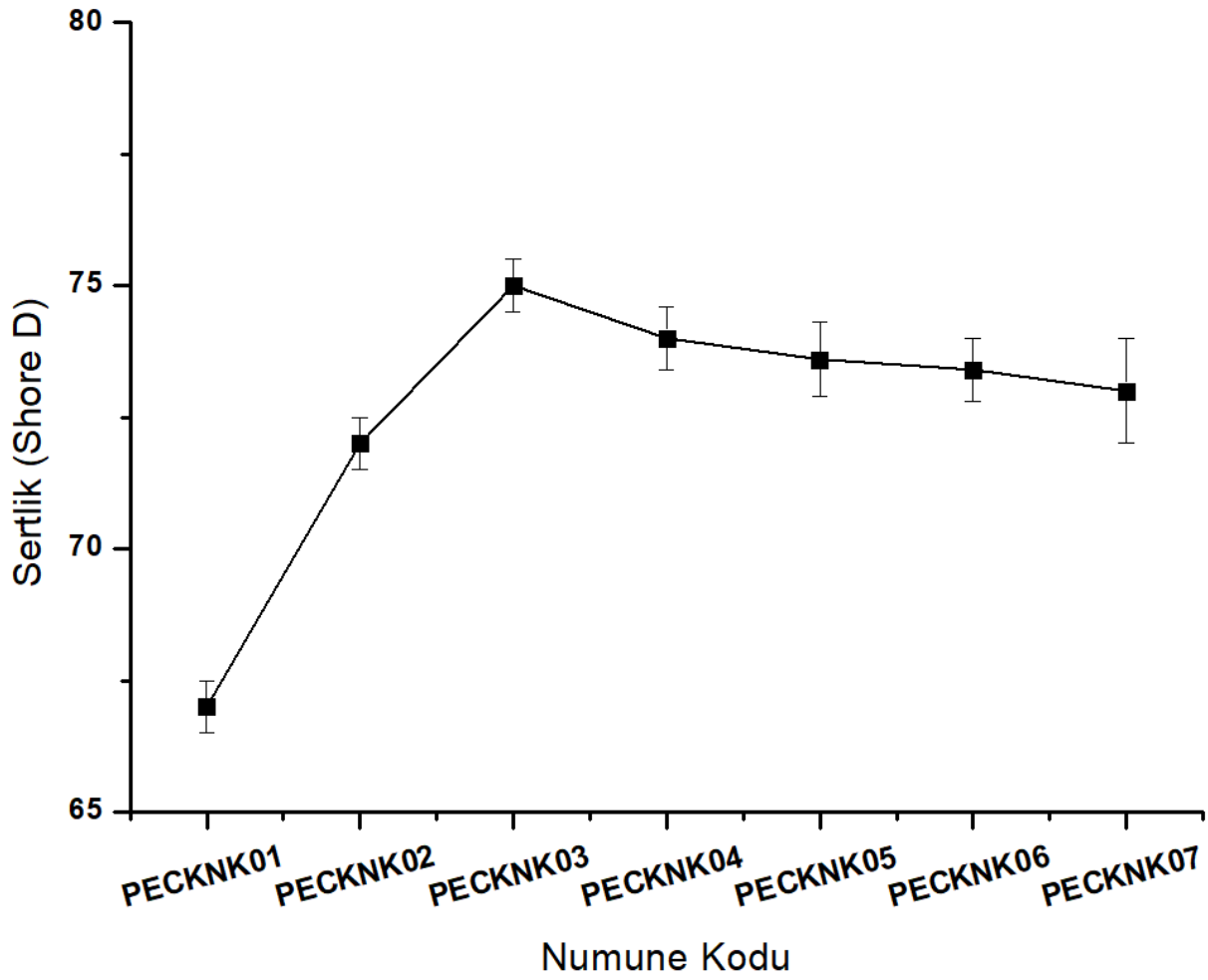
Şekil 3.3. Çentikli ve çentiksiz darbe test sonuçlarının x-y grafiği şeklinde karşılaştırılması



Şekil 3.4. Çentikli ve çentiksiz darbe test sonuçlarının sütun grafiği şeklinde karşılaştırılması

3.3. Sertlik Ölçüm Sonuçları

Sertlik ölçüm sonuçları Şekil 3.5'te verilmiştir. PECKNK01 (saf YYPE), PECKNK02 ve PECKNK03 olarak kodlanan kompozitlerin ortalama sertlik ölçümleri sırasıyla 67, 72 ve 75 Shore D olarak gerçekleşti. %20 WS ilavesi sertliği yaklaşık %7,5, %1 NC ilavesi ise yaklaşık %12 arttırmıştır. Ceviz kabuğu ve nanokil içerikleri bir arada kullanıldığında sertliği artırıcı etki sergilemiştir.



Şekil 3.5. Sertlik ölçüm sonuçlarının karşılaştırılması

3.4. Gloss Ölçüm Sonuçları

YYPE, ceviz kabuğu ve nanokil katkılı kompozitlerinin yüzey parlaklığı ölçüm sonuçları Tablo 3.4'te sunulmaktadır. Saf YYPE'nin yüzey parlaklığı 77 GU olarak ölçülmüştür. Kompozite eklenen ceviz kabuğunun gözenekli yapısı ve kısmen lifli görünümü yüzey pürüzlülüğünü

arttırmıştır. Yüzey pürüzlülüğündeki bu artışa bağlı olarak yüzeyden yansıyan ışık dağılarak yüzey parlaklığının azalmasına neden olmuştur. Bu, saf YYPE'ye kıyasla parlaklıktaki %90,6'lık azalmayla doğrulanır. Nanokil içeriğinin parlaklık üzerinde daha olumlu bir etkiye sahip olduğu görülmektedir. Nanokil içeriği arttıkça yüzey parlaklık değeri de artar. Bu, nano kilin yapı içinde iyi dağıldığını ve katkı sağladığını gösterir.

Tablo 3.4. Parlaklık ölçüm sonuçları

Numune Kodu	Yüzey Parlaklık Değeri (GU 60°)	Parlaklık Kaybı (%)	Parlaklık sınıfı
PECKNK01	77	-	Yarı parlak
PECKNK02	7	90.6	Kadifemsi
PECKNK03	21	72.7	Yumurta kabuğu
PECKNK04	18	76.6	Yumurta kabuğu
PECKNK05	15	80.5	Yumurta kabuğu
PECKNK06	13	83.1	Yumurta kabuğu
PECKNK07	11	85.7	Yumurta kabuğu

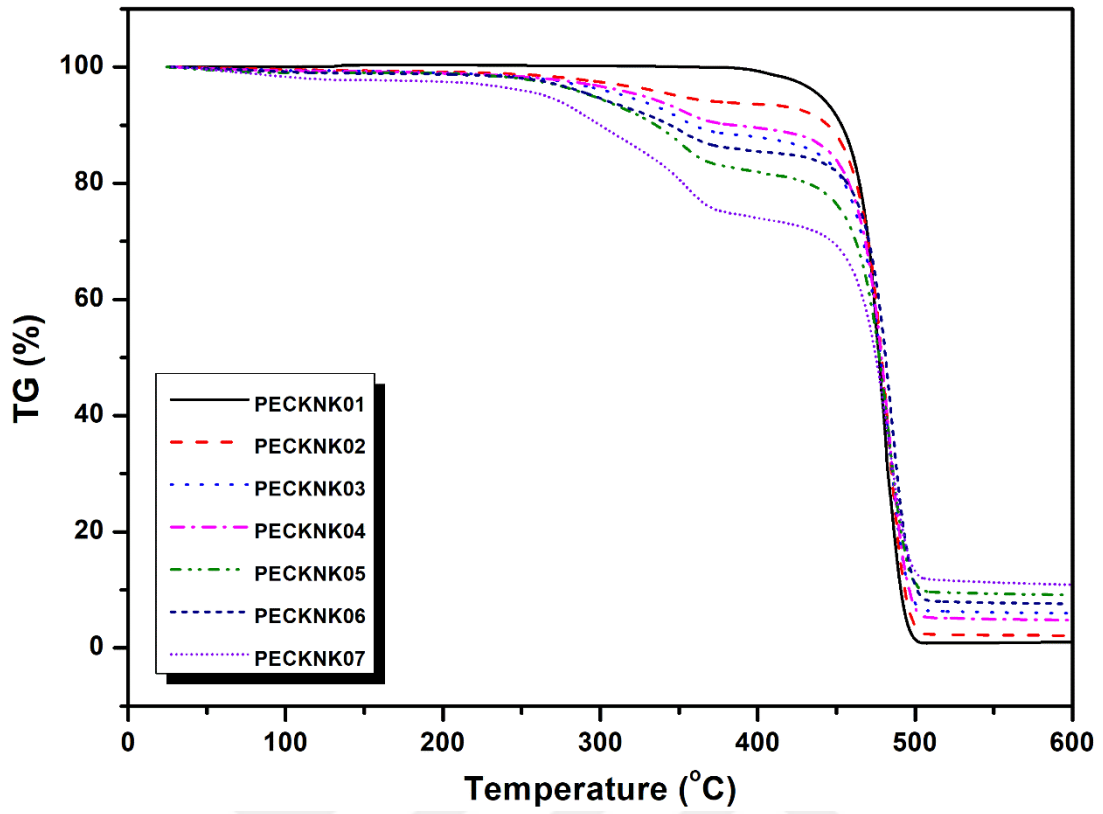
3.5. Termogravimetrik Analiz (TGA) Testi Sonuçları

Saf YYPE ve YYPE/CK/NC kompozitlerin TGA testlerine ilişkin sayısal veriler Tablo 3.5 ve TG eğrileri Şekil 3.6'da ve DTG eğrileri Şekil 3.7'de verilmektedir. Saf YYPE'de tek bir ana bozunma zirvesi bulunurken diğer tüm YYPE/CK/NC kompozitlerinde iki ana bozunma zirvesi bulundu. Saf YYPE'nin kalıntı miktarı %1'dir ve bozunma yaklaşık 430-500 °C arasında gerçekleşir. Hem saf HDPE hem de YYPE/CK/NC kompozitlerinde yaklaşık 430 °C'de gözlemlenen zirve, polietilenin bozunmasını temsil eder. Kompozitlerdeki ilk termal bozunma hemiselüloz, selüloz ve ligninin bozunmasını içerir. 40-140 °C aralığındaki kütle kaybı, yapıdaki suyun ve ekstraktif maddelerin buharlaşmasıyla ilgilidir. WS'nin bozunması 220 °C'de hemiselülozun bozunması ile başlar ve 320 °C'de selülozun bozunması ile devam eder (Karagöz ve diğ., 2024). Bu sıcaklık, düşük sıcaklık aşamasında selüloz ve hemiselülozun, yüksek sıcaklık aşamasında ise ligninin bozunmasına karşılık gelir.

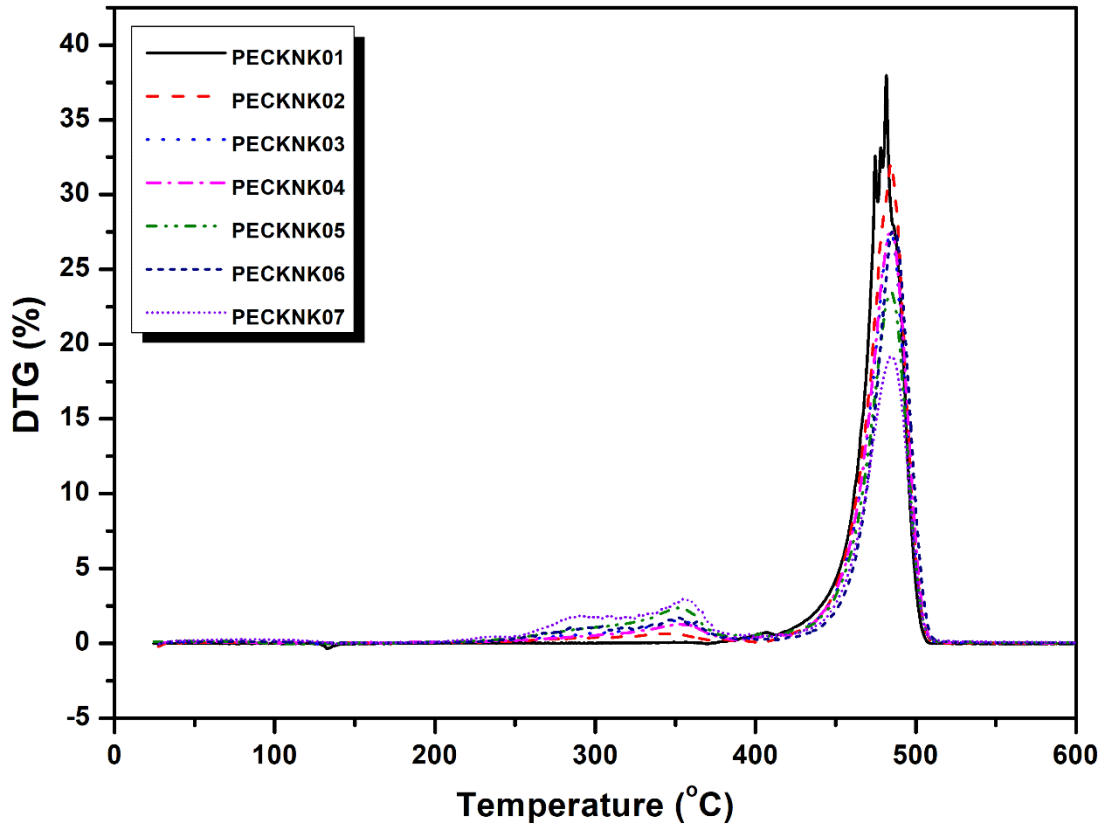
NC içeriği, bozunmanın başlangıç sıcaklıklarını iyileştirerek kompozitlerin termal stabilitesini arttırmıştır. Termal stabilitedeki bu artış, yapı içinde homojen bir şekilde dağılan ve YYPE matrisinde uçucu bozunma ürünlerinin difüzyonunu engelleyen dolambaçlı bir yol oluşturan NC parçacıklarıyla açıklanabilir. Bu parçacıklar ayrıca polimer zincirleri arasında güçlü etkileşimler oluşturarak zincir hareketlerini kısıtlar ve termal bozunma sırasında oluşan serbest radikallerin taşınmasını geciktirir (Kord, 2017. Anjana 2014 ve Kebritchi 2018). DTG eğrisinin analizi, NC içerikli numunelerin iki aşamalı bir bozunma davranışı sergilediğini ve daha yüksek bir bozunma sıcaklığına sahip olduğunu gösterdi.

Tablo 3.5. TGA analizine ait sayısal sonuçlar

Numune Kodu	T ₅ (°C)	T ₅₀ (°C)	T _{max} (°C)	Kalıntı miktarı 600 °C (%)
PECKNK01	452.0	481.8	501.5	1,1
PECKNK02	457.6	484.7	502.7	2,1
PECKNK03	353.4	484.1	503.3	5,9
PECKNK04	353.6	484.9	501.3	4,8
PECKNK05	351.2	485.0	502.0	9,1
PECKNK06	465.3	486.2	505.3	7,5
PECKNK07	354.3	484.9	501.2	10,8



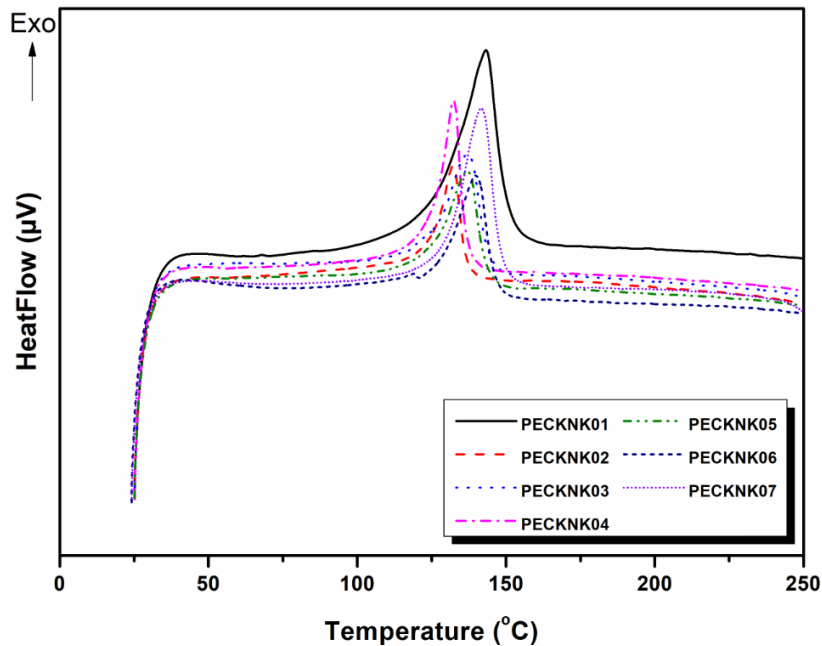
Şekil 3.6. TG analizi sonuçlarının grafiksel olarak karşılaştırılması



Şekil 3.7. DTG analizi sonuçlarının grafiksel olarak karşılaştırılması

3.6. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Testi Sonuçları

YYPE, Ceviz Kabuğu ve Nanokil kompozitlere ait DSC eğrileri Şekil 3.8'de ve DSC test sonucuna ait sayısal veriler Tablo 3.6'da verilmiştir. Saf YYPE'nin T_m sıcaklığı 143.22 °C ve kristalizasyon yüzdesi %24.50 ve lamel kalınlığı 30.77 nm olarak bulunmuştur. %20 CK eklendiğinde T_m sıcaklığı yaklaşık %13 oranında azalmıştır. Ck içeriği T_m sıcaklığını düşürücü, nanokil içeriği ise T_m sıcaklığını arttırıcı bir etki göstermiştir. Nanokil katkılı numunelerde ise nanokil içeriği azaldıkça T_m sıcaklığı ve kristalizasyon yüzdesi daha yüksek olarak elde edilmiştir. Nanokil içeriğinin çekirdekleştirici ajan gibi davrandığı ve polimerin kristallenme hızını arttırarak daha fazla kristal çekirdeğinin oluşmasını sağladığı düşünülmektedir (Chen ve Wong, 2013). Nanokil içeriğiyle artan kristallenme oranı bu sonucu doğrulamaktadır. Nanokil içeriği düşük oranlarda daha fazla kristallenme fraksiyonu üzerinde etkiliyken oran arttıkça etkisi daha az olmuştur (TP, 2012). Ck ve nanokil içeriği YYPE zincirlerinin düzenlenmesini ve kristal yapıların oluşumunu etkilemiştir. Nanokilin yüzey alanının ve yüzey enerjisinin, YYPE'nin kristal yapısının düzenlenmesinde CK'ya oranla daha önemli bir rol oynadığı T_m sıcaklığındaki değişime ek olarak, hem kristallenme oranından hem de kristal lamel kalınlıklarının değişiminden görülmektedir (Lei, 2007). NC içeriği düşük oranlarda daha büyük boyutlarda kristaller oluşturmuş ve oran arttıkça daha küçük ve homojen kristaller oluşturarak kompozitin yüzey özelliklerini etkilemiştir (Wong, 2013). Yüzey parlaklık ölçüm sonuçlarındaki değişimde bu sonucu doğrulamaktadır.



Şekil 3.7. DSC analizi sonuçlarının grafiksel olarak karşılaştırılması

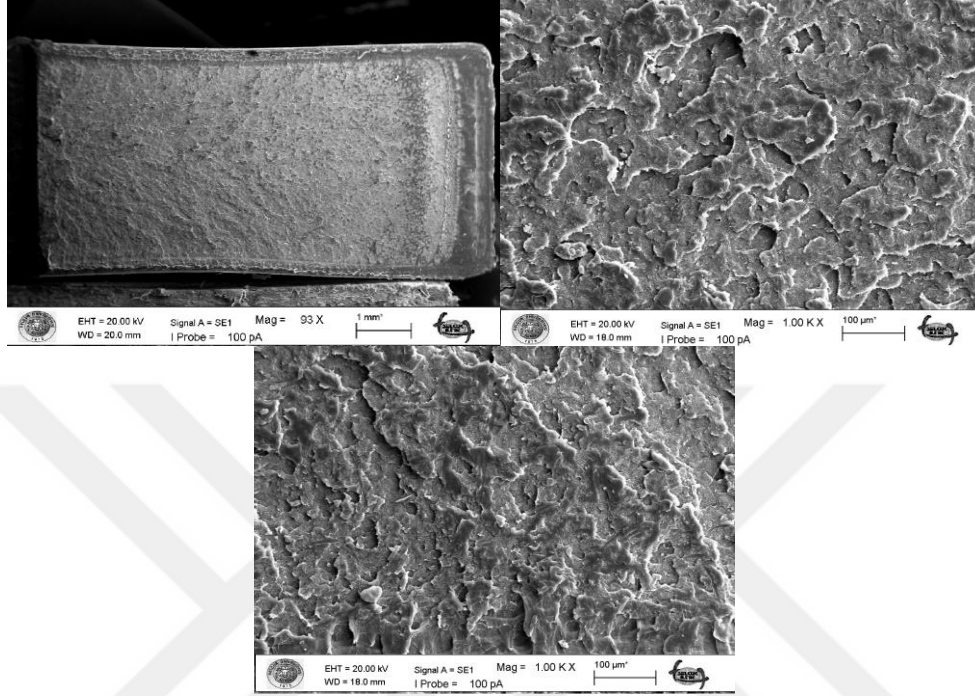
Tablo 3.6. DSC analizine ait sayısal sonuçlar

Numune Kodu	ΔH (J/g)	T_m (°C)	$T_{full\ melt}$	X_c	λ (nm)
PECKNK01	71.78	143.22	170.70	24.50	30.77
PECKNK02	57.10	132.07	153.96	24.36	45.12
PECKNK03	65.79	136.97	156.43	28.42	40.76
PECKNK04	66.33	132.36	166.15	28.57	47.17
PECKNK05	67,14	136.95	151.99	28.81	46.60
PECKNK06	72.07	139.79	152.46	30.84	43.41
PECKNK07	71.02	141.64	163.86	30.35	44.05

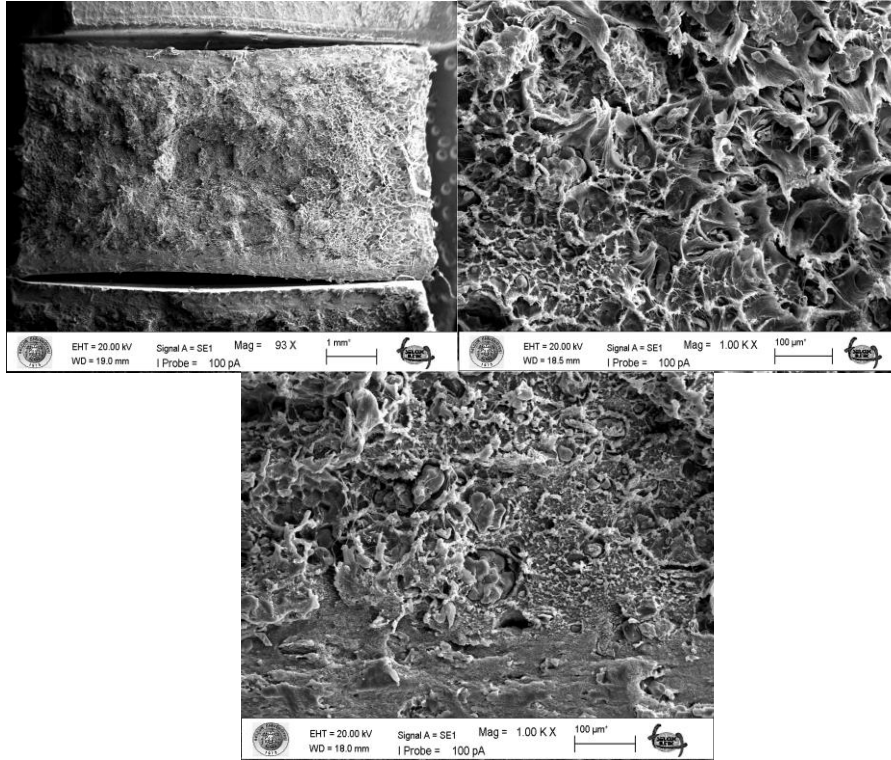
3.7. Morfolojik İnceleme Sonuçları

Saf YYPE (Şekil 3.8), ve PECKNK02 (Şekil 3.9), PECKNK03 (Şekil 3.10), PECKNK04 (Şekil 3.11), PECKNK05 (Şekil 3.12), PECKNK06 (Şekil 3.13), PECKNK07 (Şekil 3.14) kodlu kompozitlerinin SEM görüntüleri sırasıyla altta verilmiştir. Saf YYPE, hiçbir önemli boşluk veya çatlak gözlenmeden pürüzsüz ve homojen bir yapı sergilediği görülmektedir. Bu özellik, özellikle darbe dayanımı ve YYPE 'nin yapısal bütünlüğü ile ilgili olarak mekanik testlerden elde edilen sonuçları desteklemektedir. YYPE matrisi ile nanokil arasındaki arayüz özelliklerinin oldukça olumlu olduğu görülmektedir. Ceviz kabuğu yapı içinde homojen bir dağılım göstermekte ve YYPE 'nin kırılma yüzeyi morfolojisini değiştirmektedir. Ceviz kabuğu'nun eklenmesiyle yapı, küçük boyutlarda da olsa fibrillerin oluşmasıyla gözenekli hale gelir. Nanokil içeriği arttıkça Ceviz kabuğu ve YYPE arasındaki arayüz özellikleri iyileşmektedir. Artan nanokil içeriğiyle birlikte değişen lamel kalınlıklarına bağlı olarak morfoloji değişmekte ve yapıdaki gözeneklilik yerini katmanlı bir yapıya bırakmaktadır. Darbe sonrası bazı ceviz kabukları yapı içinde yerinden çıkarak küresele yakın bir boşluk oluşturduğu görülmüştür. Bu ceviz kabuklarının pürüzlü yüzeyine rağmen kısmen küresel veya küresele yakın bir yapı sergilemesini sağlar. NC içeriği azaldıkça yapıda çatlaklar oluşmaya başladığı

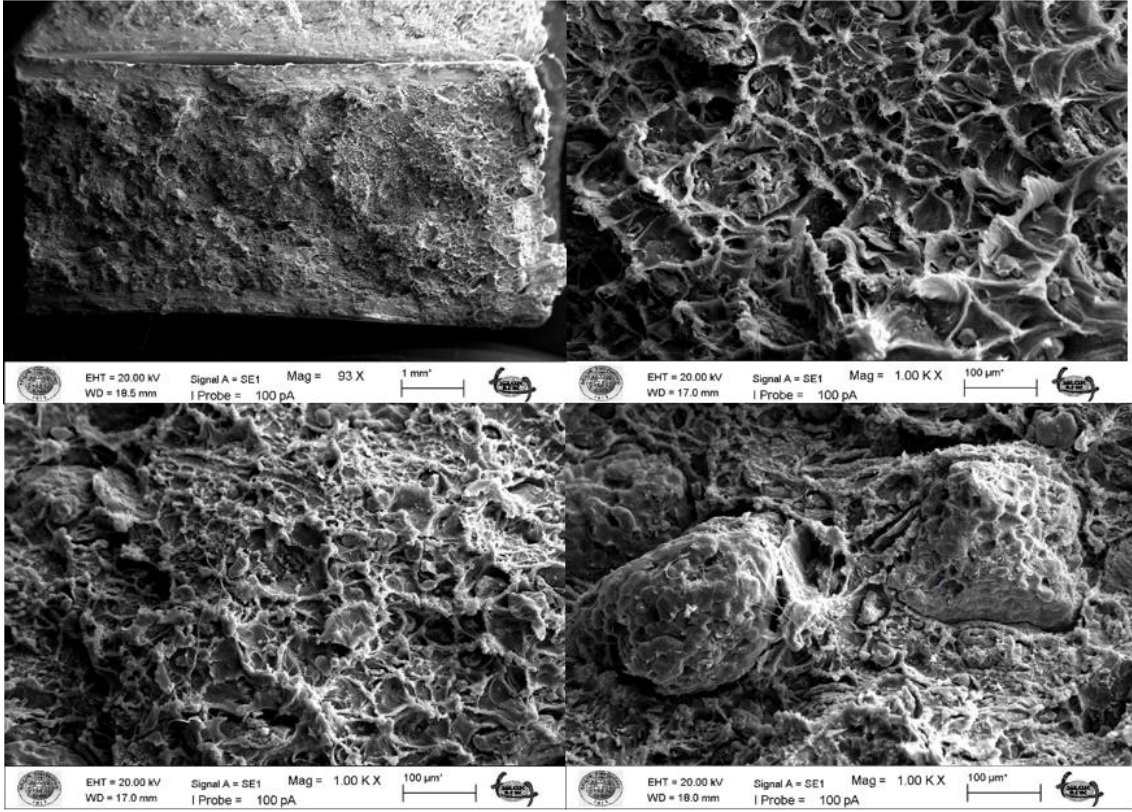
görülmüştür. Bu durum kompozitin mekanik özelliklerinin azalmasına neden olmaktadır. Benzer şekilde, nanokil içeriğinin azalmasıyla birlikte ceviz kabuğu ve YYPE arasındaki arayüz uyumluluğu bozularak yapıda kısmi boşluklara yol açmaktadır.



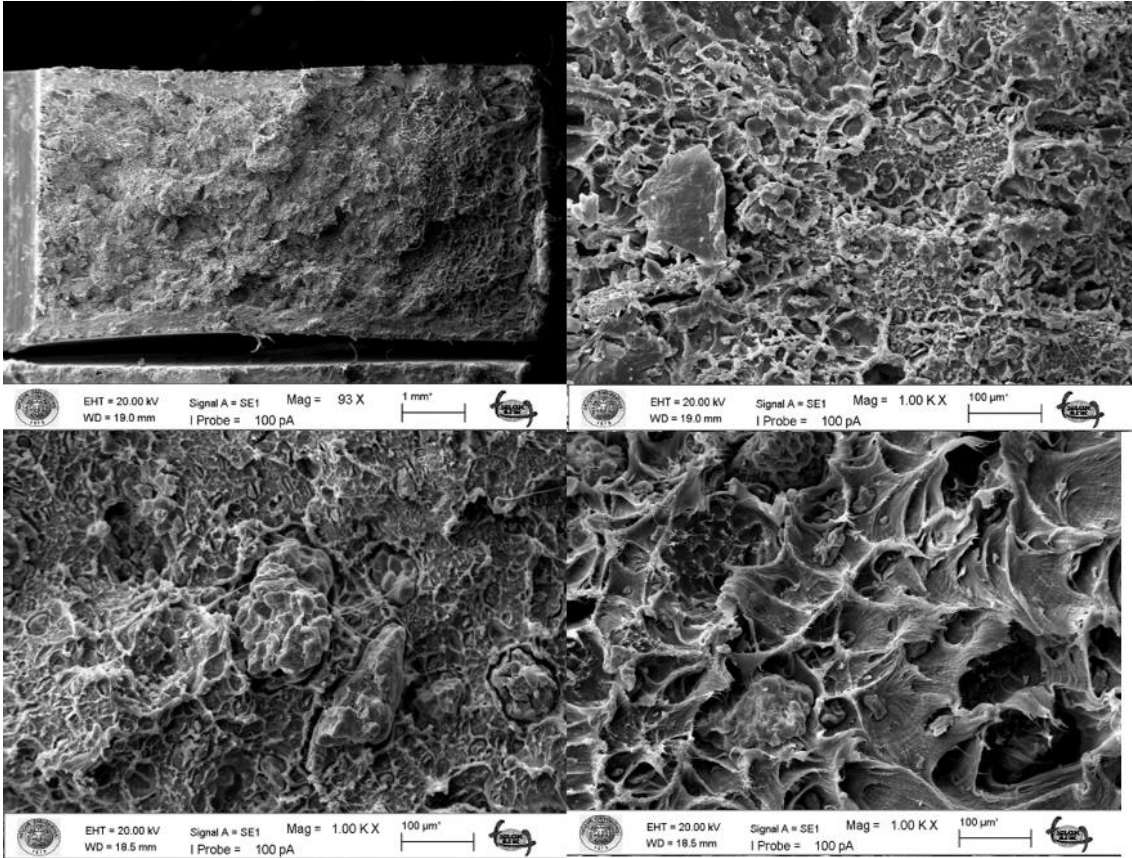
Şekil 3.8. Saf HDPE - 93X ve 1000X büyütme mikroyapı fotoğrafları



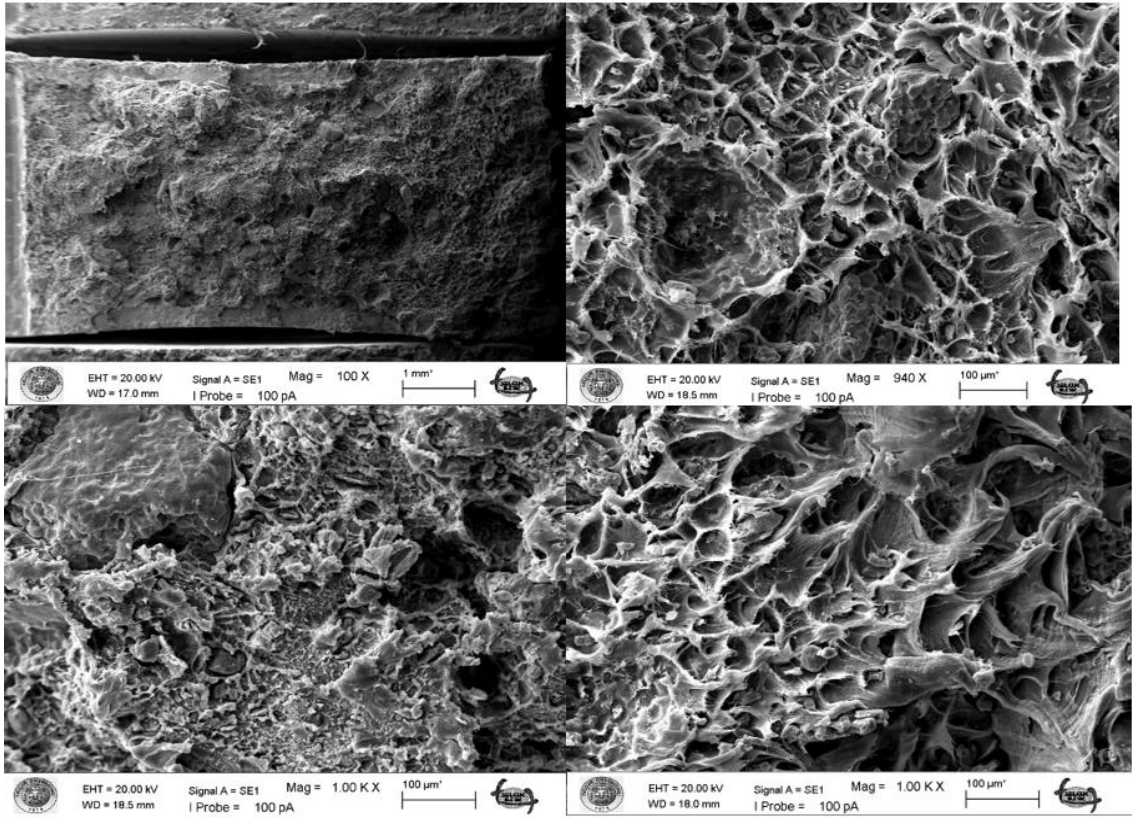
Şekil 3.9. PECKNK02 kodlu kompozitin 93X ve 1000X büyütme mikroyapı görüntüleri



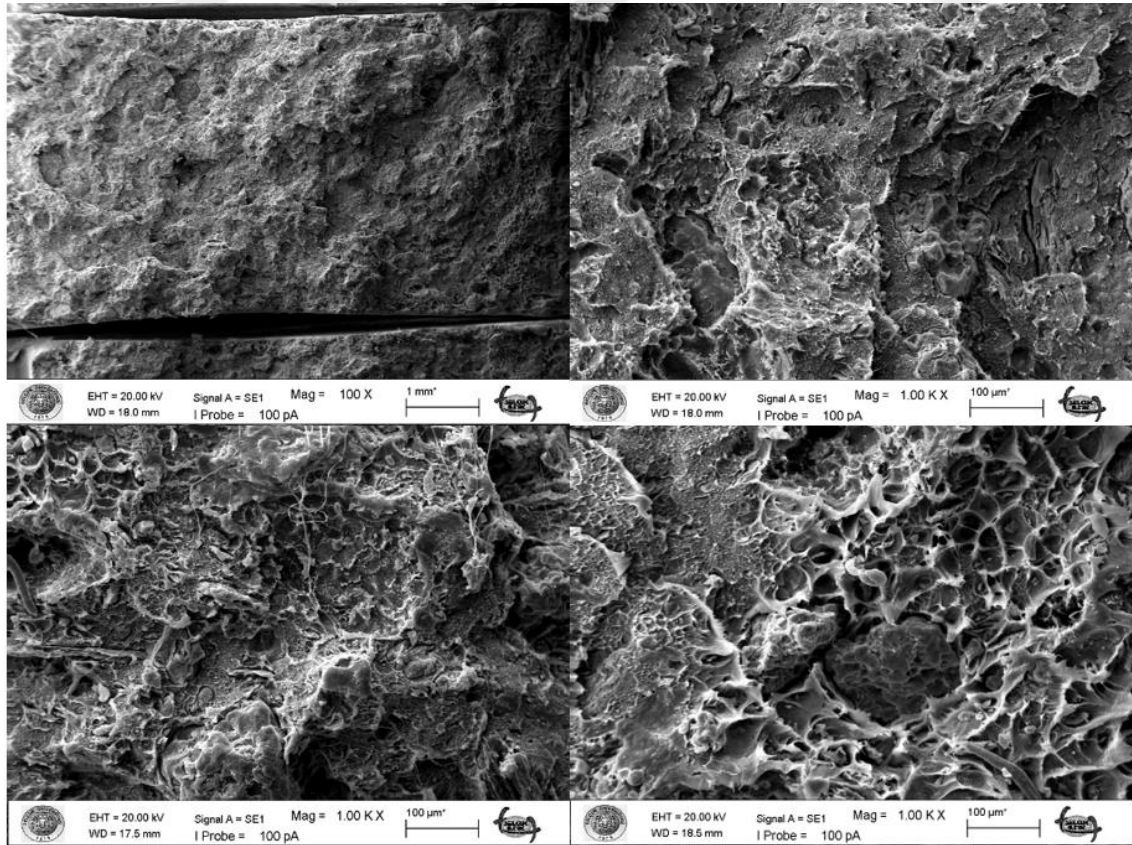
Şekil 3.10. PECKNK03 kodlu kompozitin 93X ve1000X büyütme mikroyapı görüntüleri



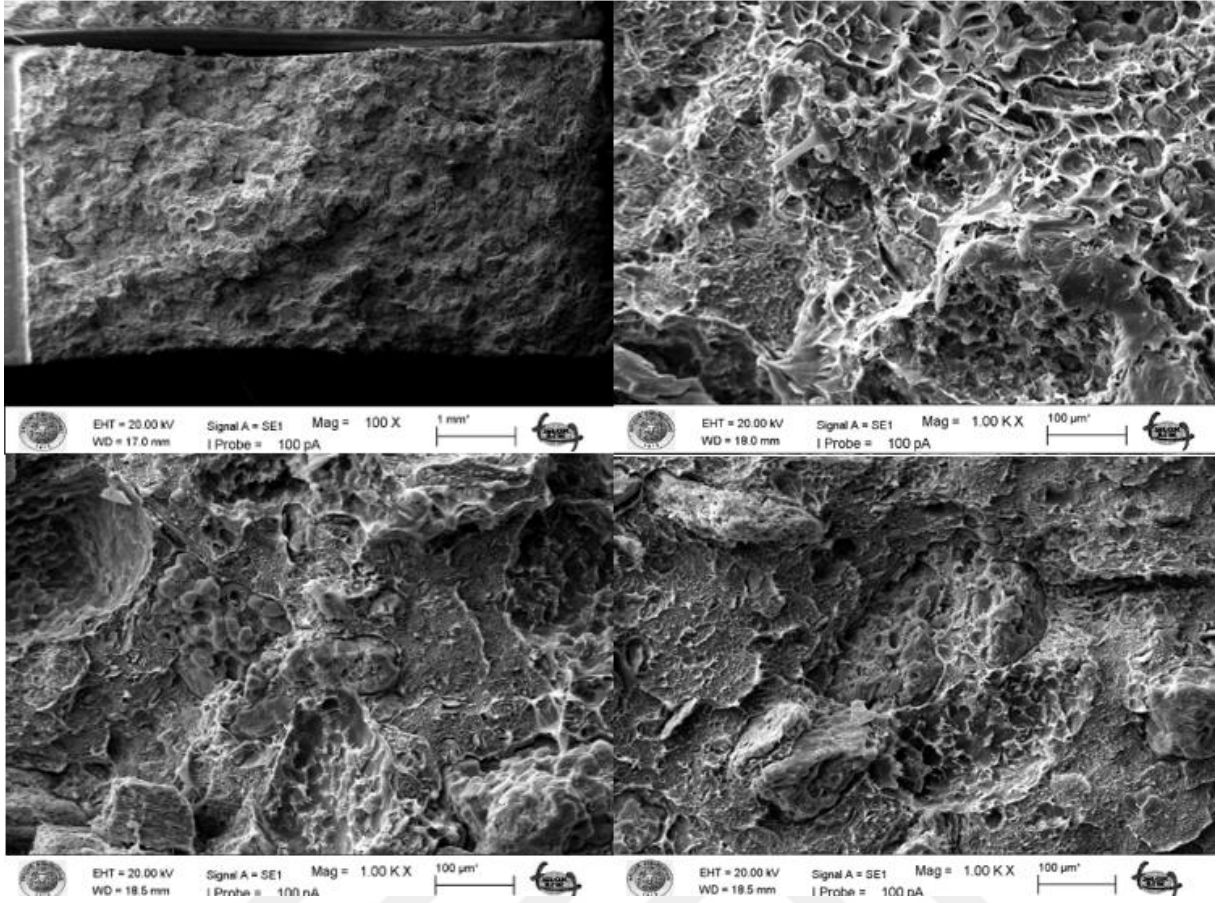
Şekil 3.11. PECKNK04 kodlu kompozitin 93X ve1000X büyütme mikroyapı görüntüleri



Şekil 3.12. PECKNK05 kodlu kompozitin 93X ve1000X büyütme mikroyapı görüntüleri



Şekil 3.13. PECKNK06 kodlu kompozitin 93X ve1000X büyütme mikroyapı görüntüleri

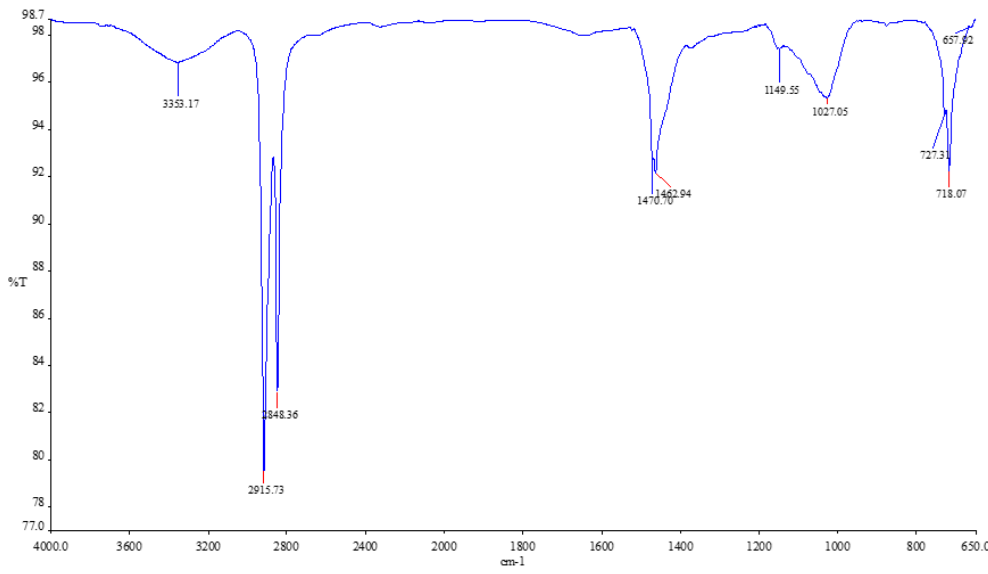


Şekil 3.14. PECKNK07 kodlu kompozitin 93X ve 1000X büyütme mikroyapı görüntüleri

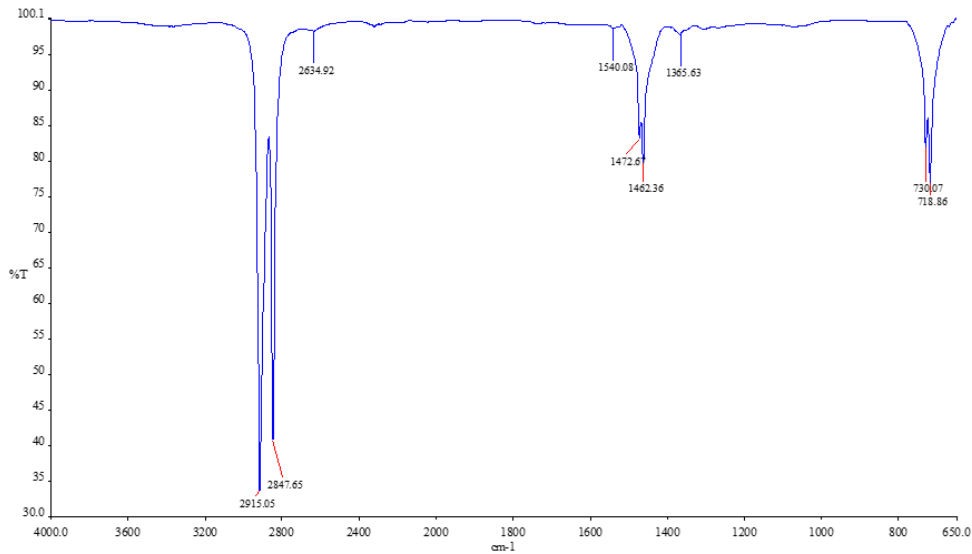
3.8. FT-IR Sonuçları

PECKNK01 kodlu saf YYPE (Şekil 3.15), PECKNK02 (Şekil 3.16), PECKNK03 (Şekil 3.17) ve PECKNK07 (Şekil 3.18) kodlu kompozitlere ait FT-IR grafikleri sırasıyla altta gösterilmektedir. Saf YYPE'nin FT-IR spektrumunda (Şekil 3.15), birkaç farklı tepe noktası gözlenir: 2915 cm^{-1} ve 2848 cm^{-1} 'de alifatik C-H gerilme titreşimleri, 1462 cm^{-1} 'de metilen gruplarının bükülme (makaslanma) titreşimleri, 1470 cm^{-1} , metilen gruplarının sallanma titreşimleri 1365 cm^{-1} ve metilen gruplarının sallanma titreşimleri 723 cm^{-1} ve 718 cm^{-1} 'dir. Bu tepe noktaları YYPE'nin karakteristiğidir ve tekrarlayan $-\text{CH}_2-$ birimleriyle basit hidrokarbon yapısını yansıtır. PECKNK02 kodlu kompozitin FT-IR spektrumunda (Şekil 3.16), birkaç farklı tepe gözlenir: 3341 cm^{-1} 'de uzanan O-H, 2915 cm^{-1} 'de uzanan alifatik C-H, karbonil C=Hemiselüloz ve pektindeki karboksilik grupların 1737 cm^{-1} 'de gerilmesi, 1540 ve 1505 cm^{-1} 'de aromatik C=C gerilmesi, 1470 cm^{-1} 'de alifatik C-H gerilmesi, 1462 cm^{-1} 'de C-H aromatik halka titreşimleri, ve lignindeki asetil gruplarının 1234 cm^{-1} 'de C-O gerilmesi. Nano

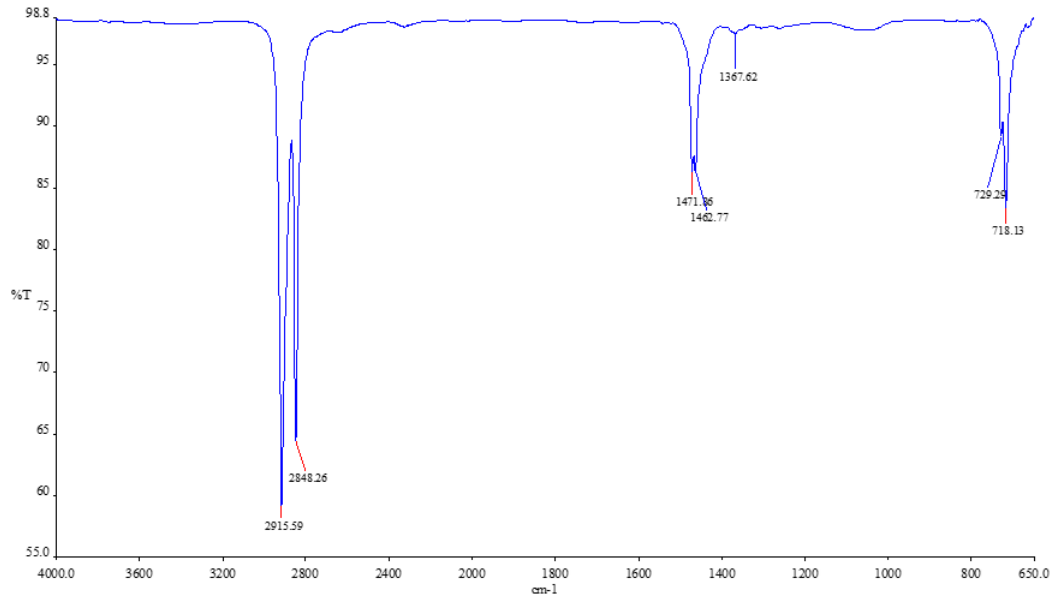
kil takviyeli YYPE'nin FT-IR spektrumunda (Şekil 3.17 ve Şekil 3.18), çeşitli karakteristik tepe noktaları gözlenir. Spektrum hem HDPE'nin hem de nano kilin özelliklerini birleştirir. Nano kilin varlığı, nano kildeki silika (SiO_2) yapısından kaynaklanan Si-O gerilme titreşimlerine atfedilen $1000\text{--}1150\text{ cm}^{-1}$ civarında yeni zirveler ortaya çıkarır. Nano kilde bulunan hidroksil grupları nedeniyle 3353 cm^{-1} civarında geniş bir tepe gözlemlenebilir. Bu zirveler, hem YYPE'nin karakteristik titreşimlerini hem de nano kilin getirdiği ek fonksiyonel grupları yansıtarak, nano kilin YYPE matrisine başarılı bir şekilde dahil edildiğini gösterir.



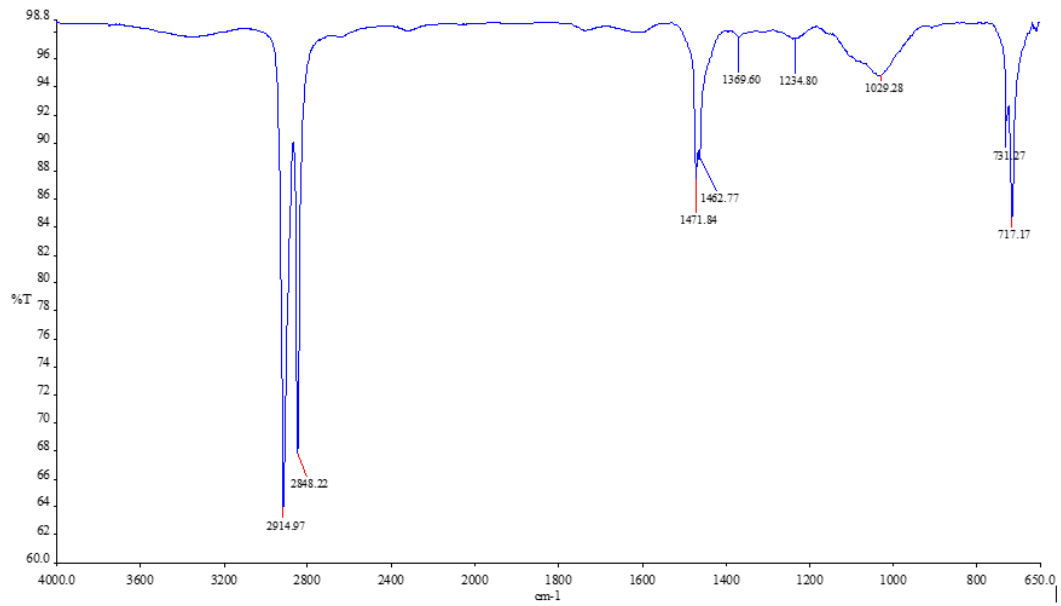
Şekil 3.15. PECKNK01 kodlu saf YYPE'nin FT-IR grafiği



Şekil 3.16. PECKNK02 kodlu kompozitin FT-IR grafiği



Şekil 3.17. PECKNK03 kodlu kompozitin FT-IR grafiği



Şekil 3.18. PECKNK07 kodlu kompozitin FT-IR grafiği



4. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

4.1. Sonuçlar

Yapılan mekanik test sonuçlarını analiz ettiğimizde HDPE malzemesine nano kil ve ceviz kabuğu dolgusu uygulandığımızda bunun Elastik modül, Eğilme modülü, Sertlik ölçümü ve Charpy darbe dayanımı artırdığı saptanmıştır.

Elastik modülümüz saf HDPE numunede 601,78 MPa iken, HDPE + CK + NK karışımımızda 700,50 MPa değerine kadar çıktığı saptanmıştır. eğilme modülümüz saf HDPE numunede 793,37 MPa iken, HDPE + CK + NK karışımımızda 953,96 MPa değerine kadar çıktığı saptanmıştır. Shore D değeri saf HDPE numunede ortalama 67,6 sertliğe sahip iken HDPE + CK + NK karışımımızda ortalama 74,2 sertlik değerine çıktığı saptanmıştır. Charpy darbe dayanımı saf HDPE numunede 12,75 kJ/m² iken, HDPE + CK + NK karışımımızda 17,81 kJ/m² değerine kadar çıktığı saptanmıştır.

Yapılan termal test sonuçlarını analiz ettiğimizde HDPE malzemesine nano kil ve ceviz kabuğu dolgusu uygulandığımızda bunun bozunma dayanımı artırdığı saptanmıştır. 600 C değerinde Saf HDPE 1.1 % kalıntı bırakmıştır, HDPE + CK + NK eklendiği durumda bu 10.8 % kalıntı olarak saptanmıştır. Ayrıca HDPE + CK + NK numunemizde bozunma başlangıcı daha düşük sıcaklıkta başladığı görülmüştür. Saf HDPE numunede bozunma 452 C başlarken, HDPE + CK + NK numunesinde 351 C kadar düştüğü görülmüştür.

Saf HDPE'nin Tm sıcaklığı 143.22 C ve kristalizasyon yüzdesi %24.50 ve lamel kalınlığı 30.77 nm olarak bulunmuştur. %20 CK eklendiğinde Tm sıcaklığı yaklaşık %13 oranında azalmıştır. CK içeriği Tm sıcaklığını düşürücü, NK içeriği ise Tm sıcaklığını arttırıcı bir etki göstermiştir. NK katkılı numunelerde ise NK içeriği azaldıkça Tm sıcaklığı ve kristalizasyon yüzdesi daha yüksek olarak elde edilmiştir.

4.2. Öneriler

YYPE matrisine eklenen nano kil ve ceviz kabuğu oranlarının mekanik ve termal özellikler üzerindeki etkilerinin daha detaylı incelenmesi, optimum dolgu maddesi oranlarının belirlenmesine katkı sağlayacaktır. Ceviz kabuğu dışında diğer doğal dolgu maddelerinin ceviz kabuğu ya da nanokille birlikte kullanılmasıyla (örneğin, fındık kabuğu, pirinç kabuğu) YYPE kompozitler üzerindeki etkileri incelenebilir ve elde edilen sonuçlar bu çalışmanın sonuçlarıyla karşılaştırılabilir. SEM analizlerine ek olarak, benzer çalışmalarda diğer mikro yapı analiz teknikleri (örneğin, XRD, TEM) kullanılarak dolgu maddelerinin HDPE matrisi ile olan

etkileşimleri daha detaylı incelenebilir. Kompozitlerin uzun vadeli dayanıklılık, yaşlanma ve çevresel etkiler (UV, nem, sıcaklık değişimleri) altındaki performanslarının incelenmesi, malzemenin gerçek hayatta kullanım potansiyelini değerlendirmek için önemlidir. UV testleri bir sonraki çalışmalarda ayrı bir parametre olarak incelenebilir. Araştırmacılara devam çalışması olarak, geliştirilen YYPE+CK+NK kompozit malzemelerin sanayi uygulamalarındaki performanslarının test edilmesi ve potansiyel kullanım alanlarının belirlemeleri önerilmektedir. Özellikle, yeni geliştirilen kompozitlerin otomotiv, inşaat ve ambalaj sektörlerinde kullanım potansiyelleri değerlendirilebilir. Bu önerilerin uygulanması, YYPE kompozit malzemelerin daha geniş bir yelpazede kullanımını sağlayacak ve malzeme biliminde önemli ilerlemelere katkıda bulunacaktır.



KAYNAKLAR

- Alizada, A. (2020). *Alkali ve çeşitli asitlerle modifiye ceviz kabuğu atığının fenolik epoksi reçinede dolgu olarak kullanımı*, Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya, Türkiye.
- Anjana, R., Krishnan, A. K., Goerge, T. S., & George, K. E. (2014). Design of experiments for thermo-mechanical behavior of polypropylene/high-density polyethylene/nanokaolinite clay composites. *Polymer bulletin*, 71, 315-335.
- Anonim, (2004), *Polietilen film işleme şartları ve film özellikleri*, PETKİM Petrokimya Holding A.ş., Kalite Kontrol ve Teknik Servis Müdürlüğü Yayın No:1, izmir, 01-09.
- Azeez A.A., Rhee K.Y., Park S.J., Hui D. (2013). “Epoxy clay nanocomposites – processing, properties and applications: A review”, *Composites: Part B* 45 308–320.
- Barczewski, M., Salasińska, K. and Szulc, J. (2019). “Application of sunflower husk, hazelnut shell and walnut shell as waste agricultural fillers for epoxy-based composites: A study into mechanical behavior related to structural and rheological properties”, *Polymer Testing*, 75, 1-11.
- Bartczak, Z., (2005), Effect of chain entanglements on plastic deformation behavior of linear polyethylene, *Macromolecules*, 38, 7702-7713.
- Bensason, S., Minick, J., Moet, A., Chum, S., Hiltner, A., Baer, E., (1996), Classification of homogeneous ethylene-octene copolymers based on comonomer content, *Journal of Polymer Science, Part B: Polymer Physics*, 34, 1301-1315.
- Boriaa, S., Pavlovich, A., Fragassab, C., Santullic C. (2016). “Modeling of falling weight impact behavior of hybrid basalt/flax vinylester composites”, *Prodecia Engineering*, 167, 223-230.
- Cengiz, Ö., Karagöz, İ., Demirel, H. (2021). *Findik Kabuğu ve Nano kil Dolgulu Polipropilen Kompozitlerin Mekanik ve Isıl Özelliklerinin İncelenmesi*. 8. Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu. ss. 152-159. 18-19 Haziran, Eskişehir, Türkiye.
- Chen, J., & Yan, N. (2013). Crystallization behavior of organo-nanoclay treated and untreated kraft fiber–HDPE composites. *Composites Part B: Engineering*, 54, 180-187.
- Cheng, J.J., (2008), Mechanical and chemical properties of high density polyethylene: effects of microstructure on creep characteristics, *Doktora Tezi*, Waterloo, Ontario, Canada, 9-15.
- Croccolo, D., De Agostinis, M., Fini, S., Liverani, A., Marinelli, N., Nisini, E. (2015). “Mechanical characteristics of two environmentally friendly resins reinforced with flax fibers”. *Strojniški Vestnik - Journal of Mechanical Engineering*, 61, 217-226.
- Członka, S., Strąkowska, A. and Kairytė, A. (2020). “Effect of walnut shells and silanized walnut shells on the mechanical and thermal properties of rigid polyurethane foams”, *Polymer Testing*, 87, 106534.

- Çağla Ceren Aydın, Gizem Karadirek, Münir Taşdemir - investigation of mechanical properties of montmorillonite nanoclay added low density polyethylene/polystyrene/styrene butadiene styrene polymer composite , International Journal of Innovative Engineering Applications vol. 6, issue 2 (2022)
- Çakır Yiğit, N., Karagöz, İ. (2021). “Ceviz Kabuğu Esaslı Polilaktik Asit (PLA) Kompozit Filamentlerin Hazırlanması ve Karakterizasyonu”, 9. Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu, 19-20 Kasım, Uşak, Türkiye, 51-58.
- Düşünceli, N., Çolak, Ö.Ü., (2007), imalat yöntemlerinin yüksek yoğunluklu polietilen’in (YYPE) tek eksenli çekme davranışı üzerindeki etkisi, 8. Uluslar Arası Kirilma Konferansı Bildiriler Kitabı, İstanbul, 290-301.
- Gairola, S., Gairola, S., Sharma, H., & Rakesh, P. K. (2019). “Impact behavior of pine needle fiber/pistachio shell filler based epoxy composite”, In Journal of Physics: Conference Series (Vol. 1240, No. 1, p. 012096). IOP Publishing.
- Huo, S., Thapa, A., Ulven, C. (2013). “Effect of surface treatments on interfacial properties of flax fiber reinforced composites”, Adv Compos. Mater., 22, 109- 121.
- Hussain, F., Hojjati, M., Okamoto, M., Gorga, R.E. (2006). “Polymer-matrix nanocomposites, processing, manufacturing, and application: An Overview”, Journal of Composite Materials, 40, 1511-1549.
- Isam Bakr Albaker, R., Kocaman, S., Marti, M. E., Ahmetli G. (2021). “Application of various carboxylic acids modified walnut shell waste as natural filler for epoxy-based composites”, J Appl Polym Sci., 138 (31), 50770.
- İ. Karagöz, Production and characterization of sustainable biocompatible PLA/walnut shell composite materials, Polymer Bulletin (2024) 1-21.
- Jiang, L., Lam, Y.C., Tam, K.C., Chua, T.H., Sim, G.W., Ang, L.S. (2005). “Strengthening Acrylonitrile-Butadiene-Styrene (ABS) With Nano-Sized And Micron-Sized Calcium Carbonate”, Polymer 46, 243–252.
- Kaya, N. (2017). “Findik ve çeltik kabukları ve odun talaşı ile takviye edilmiş termoset kompozitlerde reçine türünün fiziksel özelliklere etkisi”, Afyon Kocatepe University Journal of Science and Engineering, 17, 1076-1087.
- Kebritchi, A., Nekoomansh, M., Mohammadi, F., & Khonakdar, H. A. (2018). Effect of microstructure of high density polyethylene on catalytic degradation: a comparison between nano clay and FCC. Journal of Polymers and the Environment, 26, 1540-1549.
- Kord, B., Ravanfar, P., & Ayilimis, N. (2017). Influence of organically modified nanoclay on thermal and combustion properties of bagasse reinforced HDPE nanocomposites. Journal of Polymers and the Environment, 25, 1198-1207.
- Lalwani, G., Henslee, AM., Farshid, B., Lin, L., Kasper, F.K., Qin, Y.X., Mikos, A.G., Sitharaman, B. (2013). “Two-dimensional nanostructure-reinforced biodegradable polymeric nanocomposites for bone tissue engineering”, Biomacromolecules, 14 (3), 900-9009.

- Lei, Y., Wu, Q., Clemons, C. M., Yao, F., & Xu, Y. (2007). Influence of nanoclay on properties of HDPE/wood composites. *Journal of applied polymer science*, 106(6), 3958-3966.
- Liu, X., Zou, Y., Cao, G., Luo, D. (2007). "The preparation and properties of biodegradable polyesteramide composites reinforced with nano-CaCO₃ and nano-SiO₂", *Materials Letters*, 61, 4216–4221.
- Manikandan, K.C., Diwan, S.M., Thomas, S. (1996). "Tensile properties of short sisal fiber reinforced polystyrene composites", *Journal of Applied Polymer Science*, 60, 1483-1497.
- Muralidhar, B., Giridev, V., Raghunathan, K. (2012). "Flexural and impact properties of flax woven, knitted and sequentially stacked knitted/woven preform reinforced epoxy composites", *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 31, 379-388.
- Nitin, S., Singh V.K. (2013). "Mechanical behavior of walnut reinforced composite", *Journal of Materials and Environmental Science*, 4 (2), 233-238.
- Onat, A., Pazarlioglu, S. S., Sancak, E., Ersoy, S., Beyit, A., Erdem, R. (2013). "Thermal and mechanical properties of walnut shell and glass fiber reinforced thermoset polyester composites", *Asian Journal of Chemistry*, 25 (4), 1947-1952.
- Orue, A., Eceiza, A. and Arbelaiz, A. (2020). "The use of alkali treated walnut shells as filler in plasticized poly(lactic acid) matrix composites", *Industrial Crops and Products*, 145, 111993.
- Parija, S., Nayak, S.K., Jena, S. (2007). "Linear low density polyethylene/clay nanocomposites: Influence of MAH-g-PE as compatibilizer loading on the physico-mechanical properties and crystallization characteristics", *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 46, 183–189.
- Phang, I.Y., Liu, T.X., Mohamed, A., Pramoda, K.P., Chen, L., Shen, L. (2005). "Morphology, thermal and mechanical properties of nylon 12/organoclay nanocomposites prepared by melt compounding", *Polymer Institute*, 54, 456.
- Qiu S., Dong J., Chen G., (2000). "Wear and friction behavior of CaCO₃ nanoparticles used as additives in lubricating oils", *Lubrication Science*, 12 (2), 05- 212.
- Ramnath, V., Manickavasagam, B., Elanchezhian, V. M. C., Krishna, V., Karthik, C., Saravanan, K. (2014). "Determination of mechanical properties of intra-layer abaca-jute-glass fiber reinforced composite", *Materials and Design*, 60, 643-652.
- Sağbaşı, A., Kahraman, F. ve Koyuncu, M. (2009). "Keten lifleri ile takviye edilmiş polyester esaslı kompozit malzemelerin mekanik özelliklerinin araştırılması", *Çukurova Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 24, 185-192.
- Salasinska, K., Barczewski, M., Górny, R., Kłodziński, A. (2018). "Evaluation of highly filled epoxy composites modified with walnut shell waste filler", *Polymer Bulletin*, 75, 2511-2528.
- Sapuan, S.M., Leenie, A., Harimi, M., Beng, Y.K. (2006). "Mechanical properties of woven banana fibre reinforced epoxy composites", *Materials & Design*, 27, 689-693.

- Seguela, R., 2005, Critical review of the molecular topology of semicrystalline polymers: the origin and assessment of intercrystalline tie molecules and chain entanglement, *Journal of Polymer Science Part B: Polymer. Physics*, 43, 1729- 1748.
- Shejkar, S. K., Agrawal, A., Agrawal, B. (2020). “Walnut shell particulates as filler material in polymeric matrix: A review”, *International Journal of Engineering Research in Current Trends*, 2 (3), 41-43.
- Shepherd, J.E., McDowell, D. L., Jacob, K. I., (2006), Modeling morphology evolution and mechanical behavior during thermo-mechanical processing of semi-crystalline polymers, *Journal of Mechanics and Physics Solids*, 54, 467-489.
- Singh, V.K. (2015). “Mechanical behavior of walnut (*Juglans L*) shell particles reinforced bio-composite”, *Science and Engineering of Composite Materials*, 22 (4), 383-390.
- Tanniru, M., Yuan, Q., Misra, R.D.K., (2006), On significant retention of impact strength in clay-reinforced high-density polyethylene (HDPE) nanocomposites, *Polymer*, 47, 2133–2146
- TP, M., & Kanny, K. (2012). Effect of nanoclay in HDPE–glass fiber composites on processing, structure, and properties. *Advanced Composite Materials*, 21(4), 315-331.
- Usta, I., Akalin, M., Koçak, D., Merdan, N. (2003). “Farkli oranlardaki pamuk atıkları ile desteklenmiş PP polimerinin oluşturduğu kompozit yapının mekanik ve akış özelliklerinin incelenmesi”, *G.Ü. Fen Bilimleri Dergisi*, 16, 405-410.
- Venkatesh, B. (2015). “Fabrication and testing of coconut shell powder reinforced epoxy composites”, *International Journal of Advance Engineering and Research Development*, 2 (2), 89-95.
- William, D., Callister, Jr., (2003), *Materials science and engineering an introduction*, John Wiley & Sons, New York, 01-852.
- Wong, A., Wijnands, S. F., Kuboki, T., & Park, C. B. (2013). Mechanisms of nanoclay-enhanced plastic foaming processes: Effects of nanoclay intercalation and exfoliation. *Journal of Nanoparticle Research*, 15, 1-15.
- Yöney H., Yükseloğlu S. M. ve Demirer H. (2008). “Keten lif takviyesinin vinilester matrisli kompozitlerin darbe mukavemeti üzerindeki etkisinin incelenmesi”, 2. Ulusal Polimer Bilim ve Teknoloji Kongresi ve Sergisi, 30 Nisan- 02 Mayıs, Şanlıurfa, Türkiye.
- Zhang, C., Moore, I.D., (1997), Nonlinear mechanical response of high density polyethylene. Part I: experimental investigation and model evaluation, *Polymer Engineering and Science*, 37 (2), 404-41.
- Zhang, Y., Li, Y., Ma, H. ve Yu, T. (2013). “Tensile and interfacial properties of unidirectional flax/glass fiber reinforced hybrid composites”, *Composites Science and Technology*, 88, 172-177.

ÖZGEÇMİŞ

İlk ve orta öğrenimini Hollanda’da tamamladı. 2016 yılında girdiği Sakarya üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümünden 2020 yılında mezun oldu. 2021 yılında Yalova Üniversitesi Polimer Mühendisliği Bölümüne yüksek lisans programına başlamıştır. 6 yıldır otomotiv sektöründe özel firmalarda proje mühendisi olarak çalışmaktadır.

TEZDEN TÜRETİLEN YAYIN VE ESERLER

1. Tamer, İ.M., Çavuşoğlu, A., Sepetçioğlu, H., Karagöz, İ. (2024). Nanokil ve ceviz kabuğu dolgulu polimer kompozitlerin mekanik ve ısı özelliklerinin incelenmesi. 14. Uluslararası lif ve polimer araştırmaları sempozyumu, 24-25 Mayıs, Bursa Teknik Üniversitesi.

