



**OTOMOTİV ENDÜSTRİLERİ İÇİN
DOĞAL LİFLER İLE GÜÇLENDİRİLMİŞ
POLİMER MATRİSLİ
KOMPOZİTLERİN GELİŞTİRİLMESİ**

**Yüksek Lisans Tezi
AYŞE NUR ERYILMAZ
Eskişehir 2020**

**OTOMOTİV ENDÜSTRİLERİ İÇİN DOĞAL LİFLER İLE GÜÇLENDİRİLMİŞ
POLİMER MATRİSLİ KOMPOZİTLERİN GELİŞTİRİLMESİ**

AYŞE NUR ERYILMAZ

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

Danışman: Prof. Dr. Hasan Ferdi GERÇEL

Eskişehir

Eskişehir Teknik Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü

Ocak 2020

JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

Ayşe Nur Eryılmaz'ın Otomotiv Endüstrileri için Doğal Lifler ile Güçlendirilmiş Polimer Matrisli Kompozitlerin Geliştirilmesi başlıklı tezi 20/01/2020 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından değerlendirilerek "Eskişehir Teknik Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliği'nin ilgili maddeleri uyarınca, Kimyasal Teknolojiler Anabilim dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

Unvan Adı Soyadı

İmza

Üye (Tez Danışmanı)

: Prof. Dr. Hasan Ferdi GERÇEL

Üye

: Doç. Dr. Sema AKYALÇIN

Üye

: Doç. Dr. Belgin KARABACAKOĞLU

Prof. Dr. Murat TANIŞLI

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü

ÖZET

OTOMOTİV ENDÜSTRİLERİ İÇİN DOĞAL LİFLER İLE GÜÇLENDİRİLMİŞ POLİMER MATRİSLİ KOMPOZİTLERİN GELİŞTİRİLMESİ

Ayşe Nur ERYILMAZ

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Eskişehir Teknik Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Ocak 2020

Danışman: Prof. Dr. Hasan Ferdi GERÇEL

Doğal kaynaklara erişiminin kolay ve maliyetinin düşük olması nedeniyle, son yıllarda kompozit malzeme geliştirme üzerine yapılan araştırmalar, sentetik malzemeler yerine alternatif doğal katkı malzemelerin geliştirilmesi üzerine yoğunlaşmıştır. Lif takviyeli polimer matrisli kompozit malzemelerin üretiminde bitki liflerinin kullanımı çevre dostu ve sürdürülebilir bir süreçtir. Düşük ağırlık, düşük maliyet, üretim ekipmanlarına zarar vermeme ve iyi mekanik dayanım gibi özelliklerinden dolayı, doğal bitkilerden elde edilen selüloz liflerinin, sentetik liflere alternatif olarak polimer matrisli kompozit malzemelerin üretiminde takviye elemanı olarak kullanımı birçok endüstriyel alanda artmıştır. Bu çalışmanın amacı, otomotiv endüstrisinde birçok otomobil bileşeninin yapısında yer alan polistiren (PS) ve polivinil klorür (PVC) gibi polimerleri ve doğal bitki liflerini kullanarak, mekanik özellikleri iyileştirilmiş yeni bir kompozit malzeme geliştirmektir.

Bu çalışmada doğal selüloz liflerinin eldesi için atık enginar sapları kullanılmıştır. Çalışmanın ilk aşamasında enginar sapının yapısal bileşimi tayin edilmiş ve mikrokristalin selüloz (MCC) elde edilmiştir. Elde edilen MCC'nin Fourier dönüşümlü infrared spektroskopisi (FTIR) ile kimyasal yapısı, X ışını kırınım (XRD) yöntemi ile kristal yapısı ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile morfolojik yapısı incelenmiştir. Mikrografikler incelendiğinde, MCC'nin bir eksen boyunca yönlenmiş, mikro düzeyde çapa sahip liflerden oluşan düzenli bir yapı sergilendiği belirlenmiştir. Daha sonra çözelti döküm yöntemi ile MCC katkılı polimer matrisli kompozitler üretilmiştir. Kompozit malzemeleri oluşturan bileşenler arasındaki kimyasal etkileşimler FTIR ile analiz edilmiştir. PS ana matrisine; PVC, gliserol ve MCC katkılarının ve katkı oranlarının, kompozit malzemelerin, mekanik özellikleri, termal

bozunma davranışları, morfolojik yapıları ve dielektrik özellikleri üzerindeki etkileri sırasıyla çekme testleri, termogravimetrik analiz (TGA), SEM ve dielektrik sabiti ölçümleri ile incelenmiştir. Yapılan çekme testleri sonucuna göre PS:PVC kütle oranı 5:3 olan ve %3 MCC katkısı içeren kompozit filmin en iyi çekme dayanımına (20,32 MPa) sahip olduğu ve saf PS filmine göre çekme dayanımının %55 arttığı belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Polimer matrisli kompozit malzemeler, Polistiren, Doğal lifler, Mikrokristal selüloz, Mekanik özellikler



ABSTRACT

DEVELOPMENT OF POLYMER MATRIX COMPOSITES REINFORCED WITH NATURAL FIBERS FOR AUTOMOTIVE INDUSTRIES

Ayşe Nur ERYILMAZ

Department of Chemical Engineering

Eskişehir Technical University, Institute of Graduate Programs, January 2020

Supervisor: Prof. Dr. Hasan Ferdi GERÇEL

Recently, researchs on the development of the composite materials have focused on the development of alternative natural additives, instead of the synthetic materials due to easy access and low cost of natural resources. The use of plant fibers in the production of fiber reinforced polymer matrix composite materials is an environmentally friendly and sustainable process. The use of cellulose fibers from natural plants as an alternative to synthetic fibers as an additive in the production of polymer matrix composite materials has increased in many industrial fields due to their low weight, low cost, non-destructive properties for production equipments and good mechanical strength.

The aim of the present study is to develop a new composite material with improved mechanical properties by using polymers such as polystyrene (PS) and polyvinyl chloride (PVC) which are used in the structure of many automobile components in the automotive industry with natural plant fibers. In this study, waste artichoke stalks were used to obtain natural cellulose fibers. In the first stage of the study, the structural composition of the artichoke stalks was determined and microcrystalline cellulose (MCC) was obtained. The chemical structure, crystal structure and morphological structure of the obtained MCC were examined by Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), X-ray diffraction (XRD) method and scanning electron microscopy (SEM), respectively. Based on the SEM micrographs, MCC exhibits an ordered structure consisting of fibers with diameter in micro level and oriented along an axis. Then, MCC reinforced polymer matrix composites were produced by solution casting method. The chemical interactions between the

constituents of the composite materials were analyzed by FTIR. The effects of PVC, glycerol and MCC additives and also the additive ratios on the mechanical properties, thermal decomposition behavior, morphological structures and dielectric properties of the PS matrix were investigated by tensile tests, thermogravimetric analysis (TGA), SEM and dielectric constant measurements, respectively. According to the tensile tests, it was determined that the composite film having a PS:PVC mass ratio of 5: 3 and containing 3% MCC exhibits the highest tensile strength (20,32 MPa) and the tensile strength increased by 55% compared to the neat PS film.

Keywords: Polymer matrix composite materials, Polystyrene, Natural fibers, Microcrystalline cellulose, Mechanical properties

TEŞEKKÜR

Yüksek Lisans Tez çalışmalarında, Kimya Mühendisliği'nin çeşitli ve güncel akademik alanlarında çalışma fırsatı tanıyan, Lisans bitirme tezimde de birlikte çalıştığım danışmanım Prof. Dr. Hasan Ferdi Gerçel'e destekleri ve akademik olarak yönlendirmesi adına, Yüksek Lisans tezimin, hem deneysel, tez yazım aşamalarında hem de manevi olarak yanımda olan tüm yardım ve destekleri için Araş. Gör. Çağla Gül Güldiken'e, yardım ve destekleri için yüksek lisans dönem ve laboratuvar çalışma arkadaşım Merve Şener'e, her daim yanımda olarak desteklerini ve güvenlerini hissettiren aileme teşekkürlerimi sunarım.

Ayşe Nur ERYILMAZ

20/01/2020

ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ

Bu tezin bana ait, özgün bir çalışma olduğunu; çalışmamın hazırlık, veri toplama, analiz ve bilgilerin sunumu olmak üzere tüm aşamalarında bilimsel etik ve kurallara uygun davrandığımı; bu çalışma kapsamında elde edilen tüm veri ve bilgiler için kaynak gösterdiğimi ve bu kaynaklara kaynakçada yer verdiğimi; bu çalışmanın Eskişehir Teknik Üniversitesi tarafından kullanılan “bilimsel intihal tespit programı”yla tarandığını ve hiçbir şekilde “intihal içermediğini” beyan ederim. Herhangi bir zamanda, çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun saptanması durumunda, ortaya çıkacak tüm ahlaki ve hukuki sonuçları kabul ettiğimi bildiririm.

Ayşe Nur ERYILMAZ

İÇİNDEKİLER

Sayfa

BAŞLIK SAYFASI	i
JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI	ii
ÖZET.....	iii
ABSTRACT	v
TEŞEKKÜR.....	vii
ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ.....	viii
İÇİNDEKİLER.....	ix
ÇİZELGELER DİZİNİ	xi
ŞEKİLLER DİZİNİ	xii
GÖRSELLER DİZİNİ	xiii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	xiv
1. GİRİŞ	1
1.1. Doğal Lifler.....	2
1.2. Polimer Matrisli Kompozitler	3
1.2.1. Polistiren (PS).....	4
1.2.2. Polivinil klorür (PVC).....	5
1.2.3. Gliserol	5
1.3. Doğal Lif ile Güçlendirilmiş Polimer Kompozitler	6
1.4. Doğal Lif Uygulamalarının Endüstride Kullanım Alanları	8
1.5. Çözelti Döküm Yöntemi	9
2. DOĞAL LİFLERLE GÜÇLENDİRİLMİŞ POLİMER MATRİSLİ KOMPOZİTLERİN GELİŞTİRİLMESİ İLE İLGİLİ ÇALIŞMALAR	11
3. DENEYSEL YÖNTEM	16
3.1. Malzemeler	16
3.2. Enginar Saplarının Ön İşlemleri.....	16
3.3. Enginar Saplarının Yapısal Bileşim Tayini.....	16
3.3.1. Ekstraksiyon işlemi	17

	<u>Sayfa</u>
3.3.2. Holoselüloz içeriğinin belirlenmesi	18
3.3.3. α -Selüloz içeriğinin belirlenmesi.....	18
3.4. Mikrokristal Selülozun Elde Edilmesi (MCC)	19
3.5. Fourier dönüşümlü infrared (FTIR) spektroskopisi	19
3.6. X-Işını kırınım (XRD) yöntemi	19
3.7. Termogravimetrik analiz (TGA)	19
3.8. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)	20
3.9. Çekme testi.....	20
3.10. Dielektrik sabiti ölçümleri	20
3.11. Polimer Matrisli Kompozit Film Üretimi	21
3.11.1. PS/Gliserol kompozit filmlerin hazırlanması	21
3.11.2. PS/PVC kompozit filmlerin hazırlanması	22
3.11.3. PS/PVC/MCC kompozit filmlerin hazırlanması.....	23
4. SONUÇ VE YORUMLAR	25
4.1. Enginar Saplarının Kimyasal Analiz Sonucu Yapısal Bileşimi.....	25
4.2. MCC ve Kompozit Filmlerin FTIR Analizleri.....	25
4.3. MCC'nin XRD Analizi	27
4.4. PS ve Kompozit Filmlerin TGA Analizleri	28
4.5. MCC ve Kompozit Filmlerin Morfolojik Analizleri	31
4.6. PS ve Kompozit Filmlerin Mekanik Test Sonuç ve Yorumları	34
4.7. PS ve Kompozit Filmlerin Dielektrik Sabiti Sonuçları.....	37
5. TARTIŞMA VE ÖNERİLER	39

KAYNAKÇA

ÖZGEÇMİŞ

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa

Çizelge 1.1. Polistirenin özellikleri	4
Çizelge 1.2. Doğal liflerin ağırlıkça yapısal bileşimleri.....	6
Çizelge 1.3. Doğal lif ile güçlendirilmiş polimerler	7
Çizelge 1.4. Doğal liflerin endüstride kullanım alanları	8
Çizelge 3.1. Üretilen kompozit filmlerin kütlece yüzde bileşimleri	21
Çizelge 3.2. Hazırlanan kompozit filmlerin PS:PVC kütle oranları	22
Çizelge 3.3. PS/PVC/MCC kompozit filmlerin yapısındaki kütlece yüzde MCC oranı.....	24
Çizelge 4.1. Enginar sapı yapısındaki holoselüloz, α -selüloz, hemiselüloz ve ekstrat bileşenlerinin kütlece yüzde oranları.....	25
Çizelge 4.2. PS/Gliserol kompozit filmlerinin ve PS5 kontrol filminin TGA verileri ..	29
Çizelge 4.3. PS/PVC kompozit filmlerinin ve PS5 kontrol filminin TGA verileri	30
Çizelge 4.4. PS/PVC/MCC kompozit filmlerinin TGA verileri.....	31
Çizelge 4.5. PS/Gliserol kompozit filmlerin mekanik test sonuçları	35
Çizelge 4.6. PS/PVC kompozit filmlerin mekanik test sonuçları	36
Çizelge 4.7. PS/PVC/MCC kompozit filmlerin mekanik test sonuçları	37
Çizelge 4.8. PS5 kontrol filmi, PSG25 ve PS5PVC3 kompozit filmlerinin kapasitans, dielektrik sabiti ve kalınlık değerleri	37
Çizelge 4.9. PS/PVC/MCC kompozit filmlerinin kapasitans, dielektrik sabiti ve kalınlık değerleri	38

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 1.1. Polistirenin kimyasal formülü	4
Şekil 1.2. Polivinil klorürün kimyasal formülü	5
Şekil 1.3. Gliserolün kimyasal formülü	5
Şekil 3.1. Enginar saplarının yapısal bileşim tayini aşamaları	17
Şekil 4.1. MCC'nin FTIR spektrumu	26
Şekil 4.2. PS/Gliserol (PSG15) kompozit filmin FTIR spektrumu	26
Şekil 4.3. PS5PVC3 (a) ve PS5PVC3 MCC0.50 (b) kompozit filmlerinin FTIR spektrumları	27
Şekil 4.4. Enginar saplarından üretilen MCC'nin XRD difraktogramı	28
Şekil 4.5. PS5 Kontrol filmi ve PS-Gliserol kompozit filmlerinin TGA termogramları	29
Şekil 4.6. PS/PVC kompozit filmlerinin TGA termogramları	30
Şekil 4.7. PS/PVC/MCC kompozit filmlerinin TGA termogramları	31
Şekil 4.8. MCC'nin SEM mikrogafikleri	32
Şekil 4.9. PSG15 kompozit filminin SEM mikrogafikleri	32
Şekil 4.10. PS5/PVC3 kompozit filminin SEM mikrogafığı	33
Şekil 4.11. PS5PVC3 MCC1.00 kompozit filminin SEM mikrogafikleri	33
Şekil 4.12. PS5PVC3 MCC3.00 kompozit filminin SEM mikrogafığı	34
Şekil 4.13. PS/Gliserol kompozit filmlerin gerilim/gerinim grafiği	35
Şekil 4.14. PS/PVC kompozit filmlerin gerilim/gerinim grafiği	36
Şekil 4.15. PS/PVC/MCC kompozit filmlerinin gerilim/gerinim grafiği	37

GÖRSELLER DİZİNİ

Sayfa

Görsel 1.1. Doğal lif ile güçlendirilmiş kompozit malzeme üretiminde çözelti döküm yöntemi	10
Görsel 3.1. Kesilen enginar saplarının halkalı değirmendeki görüntüsü (a) ve öğütülen enginar saplarının görüntüsü (b)	16
Görsel 3.2. Soxhlet ekstraksiyon düzeneği	17
Görsel 3.3. PSG30 kompozit filmi	22
Görsel 3.4. PS5 kontrol filmi (a) ve PS5PVC3 kompozit filmi (b)	23
Görsel 3.5. PS5PVC3 MCC3.00 kompozit filmi	24

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

α : Alfa

β : Beta

MCC : Mikrokristal Selüloz

SEM : Tarayıcı Elektron Mikroskopisi

PP : Polipropilen

NaClO : Sodyum Hipoklorit

NFRPC : Doğal Lif ile Güçlendirilmiş Polimer Kompozitler

MPa : Mega Paskal

XRD : X-Işını Kırınım

FTIR : Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi

μm : Mikrometre

ASTM : (American Society for Testing Materials) Amerikan Test ve Materyalleri Topluluğu

1. GİRİŞ

Hızla gelişen günümüz üretim endüstrisi ile birlikte birçok sanayi alanında kullanılmak üzere daha iyi mekanik dayanım ve daha düşük ağırlık özelliklerine sahip malzemelere olan ihtiyaç ön plana çıkmaktadır. Sürekli üretim süreçlerinde metal gibi işlem zorlulukları olmayan ve yüksek üretim verimi sağlayan polimer, seramik ve kompozit malzemeler bu alanda baskın olarak yer almaktadır [1,2]. Matris olarak bilinen daha az dayanıklı polimer malzemeler, dolgu maddeleri veya lif katkılarının yapıda dağıtılmasıyla modifiye edilerek, dayanıklılık ve sertlik gibi özellikleri güçlendirilmiş kompozit malzemeler elde edilebilir [2,3]. Biyobozunurluk, geridönüşüm, olumlu çevresel etkiler ve sürdürülebilirlik gibi konulardaki avantajları nedeniyle, doğal liflerin hem termoplastik hem de termoset matrisli kompozit malzemelerde katkı malzemesi olarak kullanılmaya başlanması araştırmacıları ve endüstriyi bu çalışma alanına yönlendirmiştir [4,5]. Bunun yanında sentetik lifler yerine doğal liflerin kullanımı, düşük yoğunluk, düşük maliyet ve kolay işleme gibi önemli avantajları da beraberinde getirmektedir [4,6,7]. Doğal lifler hayvansal protein içerikli kaynaklardan da elde edilebilmekte ancak yapılan çalışmalarda polimer kompozitlerde güçlendirici olarak kullanılmak üzere bitkilerden elde edilen ve bitkisel selüloz içeren doğal lifler ön plana çıkmaktadır [2]. Doğal liflerin içeriğinde bulunan ve doğal bir polimer olan selüloz, biyobozunur, toksik olmayan, düşük maliyetli, düşük yoğunluklu ve yüksek mekanik dayanıma sahip bir biyopolimerdir. Selüloz, bazı asidik kimyasallarla muamele edilerek, yapısındaki amorf yapılar giderilebilmekte ve mikro veya nano boyutta selülozik lifler elde edilebilmektedir [8].

Enginar (Globe Artichoke), genellikle taze sebze olarak, bunun yanında çiftlik hayvanları için yem, alkollü içeceklerin hazırlanmasında hammadde ve inulin kaynağı olarak kullanılan papatya türünden bir bitkidir. Enginar üretiminde ekonomik olarak İtalya ön sırada yer almakta ve sırasıyla İspanya ve Fransa takip etmektedir [7]. Bu çalışmada atık enginar saplarından elde edilen lifler, mikrokristal selüloz yapısında güçlendirici olarak kullanılmıştır. MCC, kozmetik, gıda ve ilaç gibi çeşitli sektörlerde stabilizatör ve su tutucu olarak kullanılan, bunun yanında maliyeti düşürmek ve üretim verimini arttırmak üzere termoplastik, termoset ve elastomerlerde dolgu maddesi olarak yaygın bir şekilde kullanılan kokusuz bir malzemedir [8,9]. Bu çalışmada, doğal bitki liflerini otomotiv endüstrisinde birçok otomobil bileşeninin yapısında yer alan polistiren (PS) ve polivinil klorür (PVC) gibi polimerlerin yapısında potansiyel güçlendirici olarak

kullanılarak mekanik özellikleri iyileştirilmiş, otomotiv endüstrisinde kullanıma aday yeni bir kompozit malzeme geliştirilmesi amaçlanmaktadır.

1.1. Doğal Lifler

Bitkilerden elde edilen lifler, doğa tarafından tasarlanmış birer kompozit malzemelerdir. Lifler temel olarak amorf lignin takviyeli mikrokristal selüloz ve hemiselülozik matristen oluşmaktadır. Pamuk hariç, bitki liflerinin birçoğu selüloz, hemiselüloz, lignin, mumlar; selüloz, hemiselülozlar ve ligninin ana bileşenler olduğu durumlarda bazı suda çözünür bileşiklerden oluşmaktadır.

Kompozitlerin güçlendirilmesi için doğal lif kullanımı hem akademik alanda hem de endüstri tarafından giderek artan bir ilgi görmektedir. Doğal lifler, sentetik liflere göre çok önemli avantajlara sahiptir. Plastiklerde dolgu malzemesi olarak kullanılmak üzere keten, kenevir, jüt, saman, odun, pirinç kabuğu, buğday, arpa, yulaf, kamış (şeker ve bambu), çimen, saz, kenaf, rami ve palmye gibi birçok doğal lif araştırılmıştır [3].

Doğal lifler oyuk hücreli yapıya sahip olduklarından, lif katkılı kompozit malzemeler ısıya ve gürültüye karşı yüksek yalıtım göstermektedir. Bu nedenle çeşitli endüstriyel uygulamalar için kullanılmaktadırlar. Doğal lifler, hayvan, bitki ya da mineral kaynaklardan elde edilebilmektedir. Doğal lifler keçe ve kağıt gibi dokusuz katmanlara veya eğirme ile iplik ve dokuma kumaşa da dönüştürülebilmektedir. Doğal lifler cam veya karbon lifleri katkı malzemelerine kıyasla sağlamlık, düşük yoğunluk ve yüksek yenilenebilirlik gibi avantajlar sağlamaktadır. Çevre dostu olmayan ve sera etkisi gibi dezavantajları olan cam ve karbon liflerinin kullanımının azaltılması ve alternatif olarak doğal liflerin kullanımının genişletilmesi çevrenin korunmasına katkı sağlayacaktır [10].

Selüloz, dünyadaki en yaygın olarak bulunan biyopolimerdir. Molekül içi ve moleküller arası bağlarla birbirine bağlanan hem kristal hem de amorf özelliklere sahiptir. Kristalin bölgedeki selüloz, selüloz kristalitleri olarak adlandırılır ve Van der Waals etkileşimi ve hidrojen bağlarından dolayı selüloz zincirleri tarafından oluşturulur. Amorf bölgede ise selüloz zayıf ve aşırı miktarda mineral asitlere maruz kaldığında kolayca hidrolize olur. Böylece, kristal selüloz, α -selülozun mikro liflerinde amorf bölgelerin hidrolize edilmesiyle elde edilir. Kristalin selüloz, okaliptüs, huş ağacı (sert ağaç), çam (yumuşak ağaç), pamuk şeritleri, mısır koçanı, kenaf kabuğu, portakal orta kabuğu, meyve demeti, pirinç samanı, bambu, lif kabağı, hint keneveri, muz lifi, pirinç

kabuğu ve şeker kamışı küspesi gibi odunsu ve odunsu olmayan birçok çeşitli biyo kütlelerden elde edilebilir. Bununla birlikte farklı lignoselülozik kaynaklardan elde edilen kristalin selüloz genellikle kristallik, nem içeriği, yüzey alanı, moleküler ağırlık ve gözenekli yapı gibi özelliklerinde farklılık gösterir. Bu nedenle, kristalin selülozun verimini ve diğer fiziko kimyasal özelliklerini arttırmak için lignin uzaklaştırma gibi işlemler uygulanmaktadır [11].

Selüloz hücre duvarında takviye malzemesi görevi gören doğal liflerdeki ana yapıdır. Selüloz molekülleri, güçlü bir kristal yapı oluşturan, selüloz zincirleri arasında yoğun hidrojen bağının olduğu mikro liflerin yapısında yer alır. Lignoselülozik liflerin ana bileşimleri selüloz, hemiselüloz ve lignin; minör bileşenler ise mineraller, pektin ve suda çözünür içeriklerdir [12].

1.2. Polimer Matrisli Kompozitler

Polimerler, monomer olarak adlandırılan küçük moleküllerin kovalent bağlarla birbirine bağlanmasıyla oluşan kimyasal yapılardır. Polimerler çoğunlukla tek başına kullanılmayarak, farklı dolgu ve katkı maddeleri ile kompozit malzemeler oluşturulmaktadır. Kompozitler sürekli ve süreksiz olmak üzere iki fazdan oluşmaktadırlar. Sürekli olan faz ‘matris’, süreksiz faz ise takviye elemanı veya güçlendirici olarak adlandırılmaktadır. Doğal lif takviyeli kompozitlerde polimer matrisin rolü, lifler arasındaki stresi transfer etmek, bir bariyer sağlamak ve liflerin yüzeyini mekanik aşınmadan korumaktır. Bağlayıcı eleman ise matris ve takviye elemanının arayüz oluşumuna yardımcı olmak üzere kimyasal bağ oluşturmaktadır [13].

En yaygın olarak geliştirilen kompozitler; düşük maliyet, yüksek mukavemet ve basit üretim prensipleri ile polimer matrisli kompozitlerdir. Bu malzemeler çeşitli şekil ve boyutlarda üretilir ve korozyona karşı dayanıklılık ile birlikte büyük mukavemet ve sertlik sağlarlar. Polimer matrisli kompozitler; korozyona dirençli, uzun süreli kullanımlara uygun, işlenmeleri kolay, hafif, karmaşık geometrilerde şekillendirilebilen ve birim kütle başına yük taşıma kapasiteleri yüksek malzemelerdir. Bunların dışında, polimer matrisli kompozitler, metal ve seramik kompozitlerine göre sıvılarla etkileşime daha uygun ve dayanıklıdır. Bu nedenle otomotiv sanayinde ve makine parçalarında, sıvılarla temas halindeki malzemelerin üretiminde polimer matrisli kompozitler daha çok tercih edilir [3].

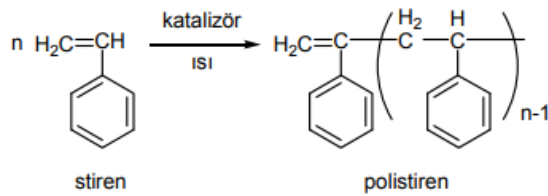
1.2.1. Polistiren (PS)

Polistiren (PS); saydamlık, akışkanlık davranışı, iyi mekanik özellikleri ve elektrik yalıtımı gibi çok yönlü özellikleriyle polimer matrisli kompozit uygulamalarında en çok tercih edilen termoplastik polimerlerden biridir [14]. Çizelge 1.1’de polistirenin özellikleri verilmiştir.

Çizelge 1.1. Polistirenin özellikleri [13]

Özellik	Polistiren PS
Yumuşama Sıcaklığı (°C)	94-104
Deformasyon Sıcaklığı (°C)	81-92
Çekme Dayanımı (MPa)	15-20
Kopmada Uzama (%)	20-40
Darbe Direnci (J/m)	37-80
Sertlik (Rockwell, M skala)	25-65

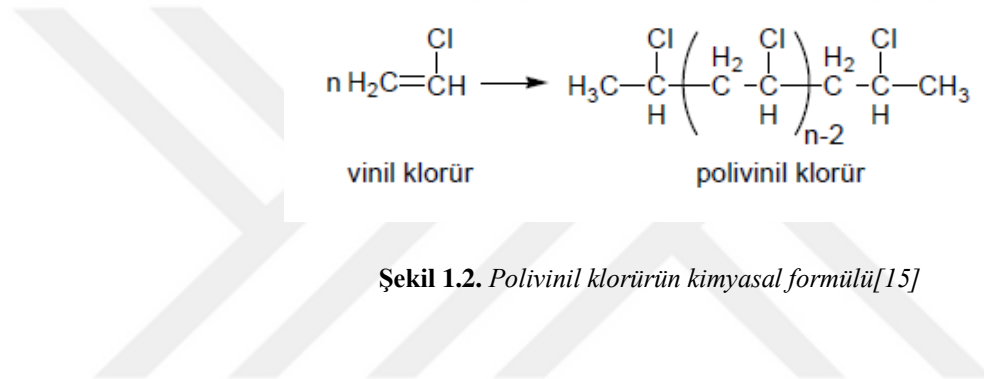
Apolar molekül yapısına sahip PS elektrik izolasyon özellikleri en iyi olan polimerler arasındadır. Polistirenin dielektrik sabiti 20-80°C aralığında sıcaklıktan bağımsız olarak sabit kalmaktadır. Polistiren yapısından kaynaklı olarak metallere göre, kimyasal ve çevresel etkenlere karşı daha dayanıklıdır ve demirin paslanması, alüminyumun bazlara karşı ve bakırın da asitlere karşı dayanıksız olması gibi durumlarda alternatif olarak polistiren kullanılabilir [13]. Şekil 1.1’de polistirenin kimyasal formülü verilmiştir.



Şekil 1.1. Polistirenin kimyasal formülü [15]

1.2.2. Polivinil klorür (PVC)

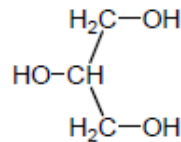
PVC birçok alanda yaygın olarak kullanılan iyi mekanik özellikler, yüksek kimyasal kararlılık ve aşınma direnci gösteren bir termoplastik polimerdir. Polimer matrisli kompozitlerin üretiminde PVC, matris olarak en yaygın kullanılan polimerlerden biridir [16]. Polimer kompozitler farklı polimerik malzemelerin hidrojen bağı, iyonik ve dipol-dipol etkileşimi gibi ikincil kuvvetlerinin etkisiyle oluşan bir karışımdır. PVC, düşük maliyeti, hazırlık kolaylığı nedenleriyle otomobil, inşaat, ambalajlama vb. alanlarda kullanılan en yaygın polimerlerden biridir [17]. Şekil 1.2’de polivinil klorürün kimyasal formülü verilmiştir.



Şekil 1.2. Polivinil klorürün kimyasal formülü[15]

1.2.3. Gliserol

Yenilenebilir kaynaklardan üretilen, toksik olmayan, biyolojik olarak çözünebilen ve geri dönüştürülebilir bir sıvı olan gliserol, iyonik sıvılar ile benzer özellikler gösterir ve organik sentezler için yeşil çözücü olma potansiyeli yüksektir. İlaç ve gıda endüstrisinden biyodizel gibi alternatif yakıtlara kadar birçok alanda kullanılmaktadır. Ayrıca gliserol çok yüksek kaynama noktasına ve ihmal edilebilir buhar basıncına sahiptir. Çoğu organik ve inorganik bileşik ile uyumludur. Özel kullanım veya depolama gerektirmemektedir [18]. Şekil 1.3’te gliserolün kimyasal formülü verilmiştir.



Şekil 1.3. Gliserolün kimyasal formülü[15]

1.3. Doğal Lif ile Güçlendirilmiş Polimer Kompozitler

Doğal lifli polimer kompozitler; palm, sisal, kenaf gibi doğal liflerin polimer matrisle bütünleşmesiyle oluşturulmaktadır. Genellikle kullanılan termoplastik polimerler polistiren, polietilen, polipropilen (PP) ve PVC'dir. Poliester ve epoksi reçineler ise termoset matris olarak değerlendirilmektedir. Doğal liflerin hidrofilik yapısı ve lif yapısı kompozitin özelliklerinin değişiminde oldukça etkilidir. Kompozitin yüzey karakteristiği ve özelliklerini etkileyen bir diğer önemli etken süreç parametreleridir. Bu yüzden en iyi özelliklerde kompozit üretimi için uygun proses teknikleri ve parametreleri seçilmelidir. Doğal liflerin kimyasal yapısının kompozit malzemenin özelliklerine büyük bir etkisi vardır. Bu kimyasal yapı selüloz, hemiselüloz, lignin ve mum yüzdesiyle ifade edilmektedir [19]. Çizelge 1.2'de bazı doğal liflerin ağırlıkça yapısal bileşimleri verilmiştir.

Çizelge 1.2. Doğal liflerin ağırlıkça yapısal bileşimleri [19]

Doğal Lif Kaynağı	Selüloz (%)	Hemiselüloz (%)	Lignin (%)	Mum (%)
Bambu	26–43	30	21–31	—
Keten	71	18,6–20,6	2,2	1,5
Kenaf	72	20,3	9	—
Jute (Hint Keneviri)	61–71	14–20	12–13	0,5
Kenevir	68	15	10	0,8
Ramie (Çin Keneviri)	68,6–76,2	13–16	0,6–0,7	0,3
Sisal	65	12	9,9	2
Hindistan Cevizi	32–43	0,15–0,25	40–45	—
Palm	65	—	29	—
Ananas	81	—	12,7	—
Curaua (Ananas Yaprak)	73,6	9,9	7,5	—
Buğday Samanı	38–45	15–31	12–20	—
Pirinç Çeltiği	35–45	19–25	20	—

Kompozitlerin mekanik özellikleri, lif ve polimer matrisin mukavemet ve elastik modülüne ek olarak lif-matris birleşimine bağlıdır. Kompozitlerin gerilme özelliklerinin artırılması için lif ve matrisin birbiriyle uyumlu olması gerekir. Yüzey modifikasyonu işlemleri, lif yüzeyinde birçok yapısal ve kimyasal değişiklik meydana getirerek lif ve matris arasındaki arayüzey bağlama mekanizmasını iyileştirir. Örneğin, lifin alkalizasyonu, yüzey pürüzlülüğünü artırarak lif ve matris arasında daha iyi mekanik kilitlenme sağlar [20].

Doğal lifler yapısal olarak selüloz, hemiselüloz, lignin, pektin ve mumsu malzemeler içermektedir. Çevreden kaynaklanan nem, polimer ve lif arasında zayıf bağlanmaya neden olmaktadır. Sonuç olarak, yüzey modifikasyonu, lif ve polimer matrisin arasındaki uyuşmazlığın iyileştirilmesinde ve nem absorpsiyonunun azaltılmasında etkili olmaktadır.

Termoplastik polimer matrisler ile doğal lifler arasında en önemli engel birbirleri ile bağlanmasına engel olan uyuşmama sorunudur. Polimer ve doğal lif arayüzü arasında zayıf bir bağ oluşması yetersiz mekanik özelliklerle sonuçlanmaktadır. Araştırmacılar polimer ve lif arasındaki bağlanmayı iyileştirmek için fiziksel ve kimyasal bazı uygulamalar yapmışlardır. Alkali veya ağartma işlemleri en çok uygulanan iyileştirmelerdir. Alkali işlemi, polimer matris ve lif arasındaki uyumluluğun geliştirilmesi ile kompozit malzemenin mekanik özelliklerini ve farklı uygulamalarda kullanılması imkanını arttırmaktadır [14].

Lifin polimerle birleşmesi ne kadar iyi olursa, kompozitin homojenliği ve mekanik tepkisi de o kadar büyük olmaktadır. Alkali işlemi ile elde edilen doğal liflerin kullanılmasıyla çekme ve eğilme dayanımı özelliklerinin artması, işlemin lif ile matris arasında daha iyi bağlanmaya yol açtığını göstermektedir. Elastik modülü malzemenin sertliği ile ilgilidir, yani modülün değeri ne kadar yüksekse malzeme o kadar sert olmaktadır. Liflerin termoplastik polimer matrise dahil edilmesi sertliği arttırmaktadır [21]. Çalışmalarda kullanılan bazı doğal lifler ile güçlendirilmiş polimerler Çizelge 1.3'te verilmiştir.

Çizelge 1.3. Doğal lif ile güçlendirilmiş polimerler[2]

Termoplastikler		Termosetler	
Polimer	Lifler	Reçine	Lifler
Polipropilen (PP)	H. cevizi kabuğu, kenevir, sisal, jüt, şeker kamışı	Poliester	Bambu, muz, H. cevizi, keten, ananas, kenevir
Polietilen (PE)	Muz, pirinç kabukları, şeker kamışı	Poliüretan	H.cevizi, muz, sisal
Yüksek yoğunluk Polietilen(HDPE)	Muz, sisal lifi, odun	Epoksi (Sentetik yapıştırıcı)	Pamuk, keten, kenevir, jüt, sisal
Polistiren (PS)	H. cevizi kabuğu, sisal, şeker kamışı	Fenolik	Keten, sisal, jüt, muz

1.4. Doğal Lif Uygulamalarının Endüstride Kullanım Alanları

Doğal liflerle güçlendirilmiş polimer matrisli kompozitlerin en önemli avantajı düşük ağırlık ve yüksek dayanımı özelliklerini bir arada bulundurmalarıdır. Bu özellik kompozitin birçok farklı uygulamada kullanıma elverişli olmasını sağlamaktadır. Doğal liflerle güçlendirilmiş inşaat malzemeleri düşük yoğunluk ve maliyetleri ile çatı, tavan ve duvar malzemelerinin yapımı için ideal malzemelerdir [19]. Çizelge 1.4'te doğal liflerin endüstride kullanım alanları verilmiştir.

Çizelge 1.4. Doğal liflerin endüstride kullanım alanları [19]

Lif Kaynağı	Uygulamalar
Kenevir	Yapı malzemeleri, tekstil, kağıt ve paketlenme, mobilya, elektrik malzemeleri ve boru üretim malzemeleri
Palm Yağı	İnşaat malzemeleri, pencere, kapı çerçeveleri, yalıtım panel yapı sistemleri
Odun Lifi	Pencere çerçevesi, paneller, kapı kenarları, ray sistemleri
Keten Lifi	Tenis raket, bisiklet iskeleti, kar kayağı ve laptop parçaları, pencere çerçevesi, paneller, ray sistemleri
Sisal lifi	İnşaat malzemelerinde, kağıt ve kağıt hamuru üretimi
Sap lifi	Boru hatları, yapı panelleri, su yolu yapı malzemeleri
Kenaf lifi	Ambalaj malzemesi, yalıtım, yağ ve sıvıları absorbe edebilen malzemeler
Hindistan cevizi lifi	Depolama tankları, ambalaj malzemeleri, cam ağırlığı, koruyucu kaplamalar, araba koltuk döşemelerde dolgu malzemesi

Kompozit filmlerdeki son gelişmeler, doğal lifler ile güçlendirilmiş termoplastiklerin otomotiv endüstrisi için ilerleyen süreçte önemli bir alan olabileceğini doğrulamaktadır. BMW i3, termoplastik bir dış kabuğa sahip ilk seri üretilen otomobil olmuştur. BASF, 2011 yılında uzun cam elyaflarla güçlendirilmiş termoplastik jantlar sunarken, bir Alman otomotiv şirketi için dünyanın ilk karbon lif takviyeli termoplastik (polieterimid) kompozit tekerleğini geliştirmiştir.

Otomotiv endüstrisinde hafif ağırlık çözümü olarak araçların iç kısımlarında cam elyaflara alternatif olarak giderek daha fazla doğal lif takviyesi kullanılmaktadır. 2012 yılında küresel çapta otomotiv amacına uygun 124.000 tondan fazla doğal lif katkıli kompoziti kullanılmıştır [22].

Polistiren, genellikle sert ve nispeten ucuz olan amorf, camsı bir polimerdir. Doldurulmamış polistiren ışıltılı bir görünüme sahiptir ve genellikle kristal PS veya genel amaçlı polistiren (GPPS) olarak adlandırılmaktadır. Yüksek etkili polistiren

(HIPS), polimerin tokluğunu ve darbe mukavemetini arttıran kauçuk veya bütadien kopolimeri ilave edilerek üretilir. Polistiren, degradasyon aralıklarının altındaki sıcaklıklarda iyi akış özelliklerine sahiptir ve kolayca ekstrüde edilebilir, enjeksiyonla veya basınçla kalıplanabilmektedir [4]. Doğal olarak berrak olan polistiren çok iyi kimyasal ve elektriksel direnç göstermektedir. Özel yüksek parlaklığa ve yüksek darbe derecelerine sahiptir. Bu durum, UV ışığına karşı zayıf dirence sahip plastiklerin üretimini kolaylaştırmaktadır. Otomotiv alanındaki uygulamalardan bazıları; ekipman muhafaza gövdeleri, sinyal butonları, araba parçaları, ekran tabanlarıdır.

PVC kalıplama bileşikleri, kullanılan plastikleştiricilerin miktarına ve tipine bağlı olarak sert veya esnek çok çeşitli ürünler oluşturmak üzere ekstrüde edilebilir, enjeksiyonla, sıkıştırma, kalenderleme ve üfleyme kalıplama yöntemleri kullanılmaktadır. Kimyasal ve çözücü etkilerine karşı iyi direnç göstermektedir. Vinil içeriği iyi gerilme mukavemeti ve esneklik sağlar. Otomotiv alanındaki uygulamalardan bazıları; otomobil gösterge panelleri, elektrik kablolarının kaplanması, borular, kapılar ve alt taban korunması, araçtaki iç balatalardır [23].

1.5. Çözelti Döküm Yöntemi

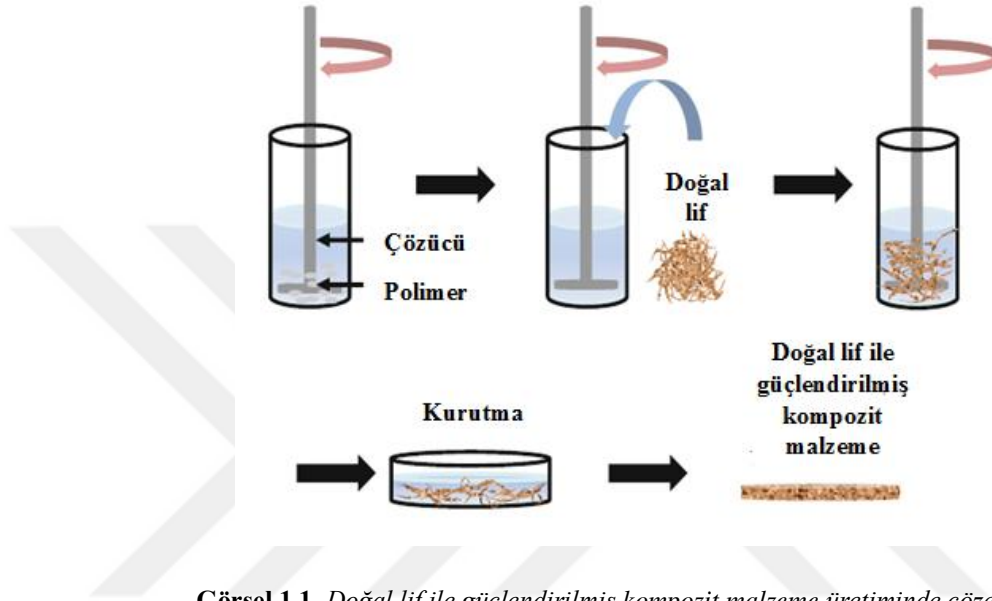
Çözelti döküm yöntemi, zaman zaman çözelti döküm ya da ıslak yöntem olarak da adlandırılan özel ekipman ihtiyacı olmayan ve yıllar boyunca kolay uygulanabilirliği nedeniyle yaygın olarak kullanılmaktadır. Genellikle çözelti döküm yöntemi, polimer matris ve katkı maddesinin devamlı bir mekanik hız ile karıştırma yöntemidir. Sonrasında döküm işlemi takip edilerek çözücünün buharlaşması ya da kuruma aşamaları sağlanır.

Bu yöntem geniş alanda endüstriyel ambalaj kaplamalarında ve biyolojik uygulamalarda kullanılmaktadır. Standart çözelti döküm yönteminin ilk aşamasında Polimer uygun bir çözücü içerisinde çözündürülerek polimer çözeltisi hazırlanır. Alkol, su veya herhangi bir organik çözücü kullanılabilir. Filmin özelliklerini geliştirmek ve uygun bir film elde etmek için polimer çözeltisi ısıtılır veya pH ayarlanır. Elde edilen polimer istenilen kalıba dökülerek film matris üretimi yapılır. Çözücüsü de uzaklaştırılır. Filmin gerilimi azalmak için termal iyileştirme gibi işlemler yapılabilir.

Polimer çözeltisinin dökme sürecinde kullanılacak hammaddeler için bazı ön koşullar bulunmaktadır. Daha iyi sonuçlar elde etmek için, düşük katı içerik ve

viskozite dengeli bir şekilde oluřturulmalıdır. Dięer bir gereklilik m¼mk¼n olduęu kadar homojen bir film oluřturmaktır [24].

En önemli kořullardan biri, kullanılan ç¼z¼c¼n¼n uęucu olması gerekmektedir. Daha iyi sonuęlar elde etmek ięin uygun minimum katı ięerięe ve viskoziteye sahip kararlı homojen bir ç¼zelti oluřturulmalıdır [4]. G¼rsel 1.1’de doęal lif ile g¼ęlendirilmiř kompozit malzeme ¼retiminde ç¼zelti d¼k¼m y¼ntemi verilmiřtir.



G¼rsel 1.1. Doęal lif ile g¼ęlendirilmiř kompozit malzeme ¼retiminde ç¼zelti d¼k¼m y¼ntemi [4]

2. DOĞAL LİFLERLE GÜÇLENDİRİLMİŞ POLİMER MATRİSLİ KOMPOZİTLERİN GELİŞTİRİLMESİ İLE İLGİLİ ÇALIŞMALAR

Naduparambath ve Purushothaman (2016, s. 1803) çalışmalarında, sago çekirdek kabuklarının ASTM standartları kullanılarak yapısal kimyasal içeriğini belirlemişlerdir. Ekstraktlar (ASTM D1107-96), Klason lignin (ASTM D1106-96), α -selüloz (ASTM D 1103-60), hemiselüloz ve kül içeriğini (T211 om 02) metodunu kullanarak hesaplamışlardır. Mikrokristal selülozu (MCC) takviye dolgu maddesi olarak polimer matrisine eklemişlerdir. Bu işlem sonrası elde ettikleri MCC için FTIR, TGA, XRD, SEM karakterizasyonlarını uygulamışlardır. Sonuç olarak sago kabuklarının yüksek lignin ve selüloz içerdiğini ve biyokompozitlerin hazırlanmasında etkili bir katkı maddesi olarak kullanılabileceğini bildirmişlerdir [8].

Ashvinder ve Amar (2015, s. 221) çalışmalarında, doymamış poliester polimer matrisinde, sırasıyla ham, silanize işlemi yapılmış ve akrilonitril (AN) ile kopolimerize edilmiş kenevir indica liflerini katkı malzemesi olarak kompozit malzeme üretiminde kullanmışlardır. Kompozitlerin üretiminde, lifleri farklı ağırlık oranlarında (%10, 20, 30 ve 40) doymamış poliester matrisi ile hazırlamışlardır. Kompozit numunelerinin hazırlanmasında konvensiyonel el yatırması yöntemini kullanmışlardır. Polimer kompozitlerle güçlendirilmiş doğal lifler son zamanlarda, dielektrik ve otomobil sektöründe yaygın olarak kullanıldığını belirtmişlerdir. Yüzey modifikasyonu yapılan kompozit malzemelerin daha iyi dielektrik özellikler verdiğini bildirmişlerdir [25].

Sullins vd., (2017, s. 15) çalışmalarında, polipropilen ve kenevir liflerinin güçlendirilmesiyle üretilen kompozit malzemelerin özelliklerini incelemişlerdir. Polipropilen matrisine ağırlıkça %15 ve %30 kenevir lifi eklenmiş ve çift helezonlu ekstrüderde kompozitleri hazırlamışlardır. Üretilen filmlere SEM, FTIR ve mekanik testlerini uygulamışlardır. Doğal lif katkısı yapılan kompozitlerin, katkı yapılmayan kompozitlere göre daha iyi mekanik özellikler gösterdiğini bildirmişlerdir. Ağırlıkça %30 lif katkılı kompozitin, daha iyi mekanik özellikler gösterdiğini bildirmişlerdir [26].

Fogorasi ve Barbu (2017, s. 1) çalışmalarında, çevresel sürdürülebilirlik düzenlemeleri nedeniyle, malzeme biliminde son yıllarda yeşil teknolojinin gelişmesinde biyokompozitlerin katkısını incelemişlerdir. Doğal kaynaklardan üretilen malzemelerin önemli bir konu haline geldiğinden düşük maliyet, düşük ağırlık ve az hasarlı malzemeler üretilmesi, iyi mekanik özellikler, biyobozunurluk, verimli ve geri dönüşümlü kaynaklara ihtiyacın doğduğunu bildirmişlerdir. Otomobil üreticilerinin,

standart kompozit malzemelere göre daha hafif ağırlıkta aynı performansı vermesinden dolayı biyokompozitlerin potansiyelini kullanmak için çeşitli çalışmalar uygulandığının sonucuna varmışlardır [27].

Amir, Abidin ve Shiri (2017, s. 573) çalışmalarında, yüksek performanslı polipropilen matrisli kompozitleri malzeme üretimi için güçlendirici ve katkı olarak muz liflerini kullanmışlardır. PP/ham muz lifi, PP/muz ipliği ve PP/muz hasırı lif katkılı polimer kompozitleri karşılaştırıldığında; PP/muz iplik kompozitlerinin, güçlendirilmemiş kompozitlere göre sırasıyla % 294'lik artışla 77,74 MPa değeri ile en yüksek gerilme ve gerinim dayanımına sahip olduğu belirtmişlerdir. Sonuç olarak %50 muz lifi katkısı içeren kompozitlerinin en yüksek çekme dayanımına 112,6 MPa değerinde sahip olduğunu bildirmişlerdir [28].

Terzopoulou vd., (2016, s. 407) çalışmalarında, doğal liflerin otomotiv, inşaat ve tarımsal çalışmalarda kullanımını incelemişlerdir. Takviye elemanı olarak kenevir liflerini, polimerik matris olarak polibütilen süksinat (PBSu) kullanarak eriyik karıştırma metodunu uygulamışlardır. FTIR, XRD, DSC ve SEM ile kompozit malzemelerin karakterizasyonlarını gerçekleştirmişlerdir. Lif katkısı arttıkça ağırlıkça %30'a kadar PBSu/kenevir lifi kompozitlerinin çekme dayanımının düştüğünü bildirmişlerdir. Katkı maddesinin yüksek boyutlarda olmasından dolayı daha düşük mekanik özellikler sergilediğini belirtmişlerdir [29].

Bharat, Abhishek ve Palanikumar (2017, s. 1) çalışmalarında, kompozit malzemelerin gelişiminde hibrit kompozit malzeme sentezinin bazı eksik özelliklerinin giderilmesini incelemişlerdir. Aloe vera-seramik lif yünü-cam lifi ve sisal lifi-seramik lif yünü-cam lifi ile epoksi reçine matris kullanılarak iki katlı yapıda hibrit kompozit malzeme üretmişlerdir. Test sonuçlarına göre sisal lifi ile güçlendirilmiş hibrit kompozit malzemelerin, aloe vera ile güçlendirilmiş kompozitlere göre daha iyi mekanik özellikler gösterdiği sonucuna varmışlardır. Sisal ile güçlendirilmiş kompozitlerin çekme dayanımının 101,86 MPa değerinde olduğunu belirtmişlerdir [30].

Wahyuningsih, Iriani ve Fahma (2016, s. 181) doğal lifleri kullanarak plastik ürünler yerine güçlendirilmiş kompozit film malzeme üretimi üzerinde çalışmışlardır. Çalışmada polivinil alkol (PVA), ananas yaprak lifleri, teknik gliserol ve saf su kullanmışlardır. Ağırlıkça %10 PVA çözeltisinde, nanoselülozları % 10, 20, 30, 40 ve 50 ağırlıkça oranlarında katkı malzemesi olarak kullanmışlardır. Ağırlıkça %1 gliserolu karışımda homojen olana kadar eklemişlerdir. Kompozit filmleri çözelti döküm yöntemi

ile hazırlamışlardır. Kompozit filmlerinin kristallik yüzdesinin nanoselüloz ilavesiyle birlikte arttığını görmüşlerdir. Nanoselüloz kristallik değerini %55,4 olarak rapor etmişlerdir [31].

Boudjema ve Bendaikha (2015, s. 419) çalışmalarında, Atriplex halimus (deniz semizotu) bitkisinden elde ettikleri doğal lifleri TPS (termoplastik nişasta) matrisinde dolgu maddesi olarak kullanmışlardır. Kompozit malzemeleri çözelti döküm yöntemi ile hazırlamışlardır. Kısa lifler (SF) ve uzun lifler (LF) olacak şekilde hazırlamışlardır. Sırasıyla %0, 5, 10 ve 15 ağırlık oranlarında daha öncesinde hazırlanan selüloz liflerini matrise eklemişlerdir. SF içeren kompozitlerin küçük boyutları nedeniyle matriste daha iyi bir dağılım sağladığını ve bu nedenle SF kompozitlerinin daha iyi mekanik özelliklere sahip olduklarını görmüşlerdir [32].

Salaman (2012, s. 114) çalışmasında, doğal lifleri kompozit malzemeleri güçlendirmek için katkı malzemesi olarak kullanmıştır. Bu çalışmada palmiye doğal lifi ve karbon lifi ile güçlendirilmiş polistiren matris kompozitleri hazırlamıştır. Ağırlık oranları palmiye ve karbon lifi için ağırlıkça (%10, 20, 30, 40, 50 ve 60) şeklindedir. Palmiye ve karbon lifleri ile güçlendirilmesinden sonra mekanik özelliklerinin geliştiğini rapor etmişlerdir. Polistiren ile karşılaştırıldığında, ağırlıkça %60 lif yüklenmiş kompozit malzemenin, maksimum darbe dayanımının 19 KJ/m² iken 175 KJ/m² olarak arttığını görmüşlerdir [33].

Sah, Noor ve Abbas (2017, s. 49) çalışmalarında, hindistan cevizi ve PVC polimer matrisi arasındaki yüzeysel bağlılığı iyileştirerek mekanik özellikleri geliştirmeyi amaçlamışlardır. Termoplastik PVC ve H. cevizi kabuğunun tozu (CSP) ve silan bağlayıcı kullanmışlardır. CSP/PVC kompozitlerini, PVC'ye farklı oranlarda doğal lif katkısı eklenerek hazırlamışlardır. Ağırlıkça %1 silane hazırlamış ve karışıma eklemişlerdir. Otomotiv sektöründe iç parçaları için koltuk kılıfları ve gösterge panelleri gibi kısımlarda bu kompozitlerin kullanılmasıyla parçaların toplam mukavemetinin de artırabileceğini bildirmişlerdir. CSP'nin düşük yoğunluğu sayesinde, kompozit malzemenin de yoğunluğunu azaltılarak dolayısıyla yakıt verimliliğini sağlayabileceğini belirtmişlerdir [34].

Zizumbo vd., (2011, s. 33) çalışmalarında, şeker kamışı küspesi liflerinin yüzeyinde graft-polimerizasyon kullanılması lif-matris arası bağı ve özellikleri güçlendirmesini incelemişlerdir. Polimer matris olarak polistiren kullanmışlardır. Şeker kamışı küspesi güçlendirici malzeme olarak kullanmışlardır. Tolueni çözücü olarak ve

bařlatıcı olarak benzoil peroksit kullanmışlardır. Kompozitleri, matris olan polistirene iyileřtirme yapılan ve yapılmayan kamış lifleri ekleyerek hazırlamışlardır. Film yüzeyinin vinil-silanize ve PS-ařılama işlemi yapılan kompozitlerde, polistiren matrisine çok iyi bir şekilde gömülmüş olduğunu görmüşlerdir. Polistiren ile silanize edilmiş liflerin kullanıldığı kompozit malzemelerin termal stabilitesinin daha yüksek olduğunu belirtmişlerdir [35].

Ratanawilai ve Taneerat (2018, s. 349) çalışmalarında, mekanik özellikler üzerinde doğal lif katkılı polimer kompozitlerinin etkilerini arařtırmışlardır. Polistiren (PS) ve odun unu içeren polimer-doğal lif kompozit malzemelerini incelemişlerdir. Odunsu lif-polimer kompozitlerinin polimer içeriğini ağırlıkça %40-60 ve katkı maddesinin %3-5 aralığında eklemişlerdir. Esneklik dayanımı ve katsayısını, kompozitlerde beř farklı polimer (HDPE, LDPE, PP, PVC ve PS) kullanılarak incelemişlerdir. Sonuç olarak, PS'nin birçok iyi mekanik özellikler, yüksek boyutsal kararlılık ve yüksek kimyasal dayanım gösterirken kırılma gibi bazı sorunlarla karşılaşmışlardır. Bu sonuçlar ile kompozit malzeme üretiminde PS ve PP'nin odunsu liflerle birleřtirilecek polimerler arasında en iyi seçenek olduğunu ispatlamışlardır [36].

Sreejith vd., (2018, s. 3033) çalışmalarında, polivinil alkol (PVA) ve mikrokristal selülozun (MCC) kullanılması ile biyopolimerlerle güçlendirilmiş yeřil kompozitleri incelemişlerdir. Bu çalışmada, sago tohum kabuğundan elde edilen ağırlıkça farklı oranında kullanılan MCC ve PVA polimer matrisini cam plakaya çözelti döküm yöntemiyle hazırlamışlardır. Kompozitlere ağırlıkça %1,2 ve 3 MCC ekleyerek hazırlamışlardır. Çözelti dökümü sonrasındaki filmlerin FTIR, XRD analizleri ile MCC'nin matrise dahil edildiğini ispatlamışlardır. Kompozit filmlerin çekme dayanımının düşük MCC konsantrasyonunda arttığını belirlemişlerdir [37].

Nahar ve Hasan (2013, s. 61) çalışmalarında, bambu liflerini, ulařılabilirliği ve iyi mekanik özelliklerinden dolayı doğal lif katkısı olarak tercih etmişlerdir. Bambunun yaygın olarak bulunan doğal lifler arasında en hızlı büyüme oranına sahip olduğunu belirtmişlerdir. Kimyasal analiz sonucunda α -selülozu %50,23 olarak hesaplamışlardır. Yumuřak çeliğe kıyasla yüksek çekme dayanımı, yüksek spesifik yük taşıma kapasitesi ve üretim için daha az enerji gerektirdiğini belirtmişlerdir. Çekme testi sonuçlarında ise, çekme dayanımı, lif aralık uzunluğundaki artışla azaldığını görmüşlerdir. Bunun nedeninin, geniş aralık uzunluğundaki liflerin daha fazla yüzey kusurlarına ve yüzey alanına sahip olmasından kaynaklandığını sonucuna varmışlardır [38].

Junidah vd., (2017, s. 513) alışmalarında, palmiye ağacı gövdesi (OPT) liflerinden mikrokristal selüloz elde etmişlerdir. Palmiye gövdesinin, yaygın olarak topaklanma önleyici madde, yağ ikame maddesi, emülgatör, katkı maddesi ve dolgu maddesi olarak kullanılmaktadır. Asit hidroliz işleminden sonra, OPT P1'in ve OPT P2'nin mikrokristal selülozu için kristallik indeksinin sırasıyla %64,66 ve %64,63 olarak hesaplamışlardır. Sonuçlardan, sülfürik asidin, selülozun amorf bölgesine etki ettiğini ve böylece kristallik yüzdesini arttırdığını görmüşlerdir [39].

Poletto (2016, s. 552) alışmasında, polistirenin (PS) mekanik ve dinamik özelliklerinin selüloz lifli kompozitlerin işlem hızına etkisini araştırmıştır. Ağırlıkça %0, 10, 20 ve 30 selüloz lifi içeren kompozit malzemeler bir çift helezonlu ekstrüderde hazırlamışlardır. Selüloz lif içeriğinin %10 ve %20 katkı yüzdesinde kompozitlerin esneklik dayanımını arttırdığı ancak %30 lif içeriğinde bu özelliğın azaldığını görmüşlerdir. Esneklik modülü sonuçlarında, alışma boyunca selüloz liflerinin dahil edilmesiyle PS matrisinin mekanik özelliklerinde bir artış olduğunu görmüşlerdir. Bu, arayüzde daha büyük bir gerilim transferine izin veren liflerin yol açtığı etkisinden dolayı polimer matrisinin sertliğindeki artışla ilişkilendirmişlerdir. Sonuç olarak esneklik dayanımı 400 rpm dönüş hızında üretilen kompozitlerde %30 daha yüksek olduğunu bildirmişlerdir [40].

3. DENEYSEL YÖNTEM

3.1. Malzemeler

Polistiren (MA: 192,000 g/mol), polivinil klorür (MA: 48.000 g/mol) ve HCl (%36,5-38) Sigma Aldrich'ten, Tetrahidrofuran (THF) (%99,5) Carlo Erba ve gliserol (%99,5) Fisher Scientific'ten, Toluen (%99,9) ve etanol (%96) Merck'ten, Sodyum hipoklorit (NaClO) ve sodyum hidroksit (NaOH) Riedel de Haen'den temin edilmiştir.

3.2. Enginar Saplarının Ön İşlemleri

Enginar sapları küçük parçalar halinde kesilmiştir ve 40°C'de etüvde 72 saat kurutulmuştur. Kurutulan enginar sapları AS-TEK halkalı değirmende öğütülmüştür. Görsel 3.1(a)'da kesilen enginar saplarının halkalı değirmendeki görüntüsü verilmiştir. Öğütülen saplar 300 µm elekten geçirilmiştir. Elekten geçirilen enginar sapları elek üstü ve altı olarak ayrılarak numune poşetlerine alınmıştır. Görsel 3.1 (b)'de öğütülen enginar saplarının görüntüsü verilmiştir.

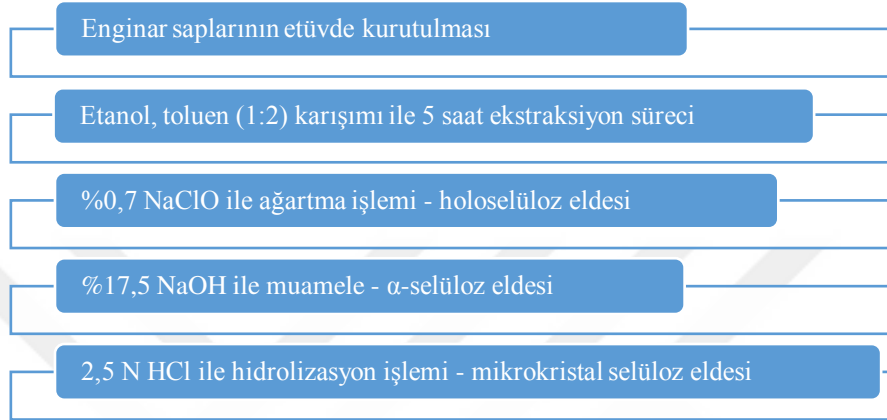


Görsel 3.1. Kesilen enginar saplarının halkalı değirmendeki görüntüsü (a) ve öğütülen enginar saplarının görüntüsü (b)

3.3. Enginar Saplarının Yapısal Bileşim Tayini

Enginar saplarının selüloz, hemiselüloz ve holoselüloz bileşimi standartlara göre belirlenmiştir. Enginar saplarının kimyasal içeriğini belirlemek üzere kullanılan standartlar ve kaynaklar aşağıda verilmiştir. Şekil 3.1'de enginar saplarının yapısal bileşim tayini aşamaları gösterilmiştir.

- Ekstraktlar (ASTM D1107-96)
- Holoselüloz [41]
- α -selüloz (ASTM D1103-60)
- Hemiselüloz [8]
- MCC (Mikroselüloz kristal) [42]



Şekil 3.1. Enginar saplarının yapısal bileşim tayini aşamaları

3.3.1. Ekstraksiyon işlemi

Görsel 3.2’de verilen Soxhlet ekstraksiyon düzeneği kullanılarak, öğütülen enginar sapı örneğine ekstraksiyon işlemi uygulanmıştır. Ekstraksiyon işleminden önce, öğütülen 5 gram enginar sapı örneği 105°C’de etüvde 3 saat kurutulmuştur. Soxhlet ekstraksiyon düzeneğinde kullanılan kartuşun nemi giderilerek tartılmıştır. Ekstraksiyon işlemi hacimce 1:2 oranında toluen-etanol çözücüsü kullanılarak 120°C’de 5 saat boyunca sürdürülmüştür.



Görsel 3.2. Soxhlet ekstraksiyon düzeneği

Ekstraksiyon işleminden sonra, özütlenen enginar sapı örneği kartuş ile birlikte 105°C’de 24 saat kurutulmuştur. Ekstraksiyon işlemi üç kez tekrarlanmıştır. Ekstrat yüzdesi ASTM D1107-96 standardı kullanılarak üç ayrı deney için belirlenmiş ve ortalama değer denklem (3.1) ile hesaplanmıştır.

$$\%Ekstrat = \frac{W_2}{W_1 \times P} \times 100 \quad (3.1.)$$

W_2 ; kurutulmuş ekstrat ağırlığı (g), W_1 ; işlemde kullanılan numune ağırlığı (g), P ; oran (1) olarak kullanılmıştır.

3.3.2. Holoselüloz içeriğinin belirlenmesi

Ekstraksiyon işleminden sonra, kurutulmuş kartuş içerisindeki katı örnekten 1 gram alınarak ağartma işlemi uygulanmıştır. Ağartma işlemi için katı örneğe %0,7 NaClO (20 mL) eklenmiş ve sıcaklık 80°C’ye yükseltilmiştir. Daha sonra elde edilen karışıma asetik asit eklenerek pH 5’e ayarlanmış ve 5 saat karıştırılmıştır. Elde edilen çökelek 5000 dev/dk hızında 5 dakika santrifüj işlemi ile ayrılmış ve yıkama suyunun pH’ı yaklaşık 7 olana kadar saf su ile yıkanmıştır. Son olarak elde edilen holoselüloz 105°C’de 4 saat boyunca kurutulmuştur. Lignini uzaklaştırmak ve holoselülozu elde etmek için gerçekleştirilen bu deney aşamaları üç kez tekrarlanmıştır [41].

3.3.3. α -Selüloz içeriğinin belirlenmesi

Elde edilen holoselülozün yapısındaki α -selüloz içeriğini belirlemek üzere ASTM D1103-60 standartı takip edilerek aşağıda belirtilen işlem basamakları gerçekleştirilmiştir. Ağartma işleminden sonra elde edilen holoselüloza (2 g), %17,5 NaOH (25 mL) eklenerek, elde edilen heterojen karışım 1 saat boyunca karıştırılmış ve NaOH konsantrasyonunu %8,3’e indirmek üzere saf su eklenmiştir. Karışım filtrelenmiş ve saf su ve %10 asetik asit ile yıkanmıştır. 5000 dev/dk hızında 5 dakika santrifüj işlemi uygulanarak, yıkama suyu nötralize oluncaya kadar yıkama işlemine devam edilmiştir. Son olarak elde edilen α -selüloz 105°C’de 4 saat kurutulmuştur. Deney aşamaları üç kez tekrarlanmıştır. Enginar sapı içeriğindeki hemiselüloz yüzdesi ise holoselüloz (%) ve α -selüloz (%) farkından bulunmuştur [8].

3.4. Mikrokristal Selülozun Elde Edilmesi (MCC)

Elde edilen α -selüloza (1 g), 2,5 N HCl (17 mL) eklenmiş ve 100°C’de 15 dk boyunca karıştırılarak hidrolize işlemi gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sıcak asit ve α -selüloz karışımı oda sıcaklığına soğutulmuş, 12 saat çökmeye bırakılmıştır. Karışım 5000 dev/dk hızında 5 dakika santrifüj işlemi uygulanarak, yıkama suyu nötralize olana kadar saf su ile yıkanmış ve 60°C’de 48 saat kurutulmuştur [8].

3.5. Fourier dönüşümlü infrared (FTIR) spektroskopisi

FTIR spektrumları, Eskişehir Teknik Üniversitesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, Polimerik ve Karbonlu Malzemeler Araştırma Laboratuvarı’nda, Perkin Elmer/Frontier cihazında 550-4000 cm⁻¹ dalga sayısı aralığında kaydedilmiştir. Analizden önce enginar sapından elde edilen MCC ve kompozit filmler 24 saat boyunca 50°C’de etüvde kurutulmuştur.

3.6. X-Işını kırınım (XRD) yöntemi

X-ray ışını kırınım yöntemi kullanılarak MCC’nin kristal özellikleri incelenmiştir. Eskişehir Teknik Üniversitesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü X-ışınları Laboratuvarı’nda, Rigaku (Miniflex 600) XRD difraktometresi ile, XRD difraktogramı 40 kV ve 15 mA koşullarında, 15-105° aralığında ve 4°/dk tarama hızında kaydedilmiştir. MCC’nin kristallik yüzdesi denklem (3.2) ile hesaplanmıştır [44].

$$\%Kristallik = \frac{I_{kristal} - I_{amorf}}{I_{kristal}} \times 100 \quad (3.2)$$

Burada $I_{kristal}$ kristal yansımaların şiddetini ve I_{amorf} ise amorf yansımaların şiddetini temsil etmektedir.

3.7. Termogravimetrik analiz (TGA)

Hazırlanan kompozit filmlerin termal bozunma davranışları, 50 mL/dk hızındaki azot gazı akışı altında, 10°C/dk ısıtma hızıyla, 30-600°C sıcaklık aralığında, Eskişehir Teknik Üniversitesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, Aletli Analiz Laboratuvarı’nda bulunan Perkin Elmer 6000 TGA cihazında kaydedilmiştir. Analizlerde alümina pan içerisinde yaklaşık olarak 5 mg örnek kullanılmıştır.

3.8. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

MCC'nin SEM mikrografikleri, Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi, Merkezi Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan Carl Zeiss/Supra 40 VP model cihaz ile 15 kV'ta ve 1000-2000x ölçeklerinde alınmıştır. Kompozit filmlerin SEM mikrografikleri ise Eskişehir Osmangazi Üniversitesi bünyesindeki Merkezi Araştırma Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde bulunan Hitachi Regulus 8230 taramalı elektron mikroskobu ile alınmıştır. Analizden önce örnekler Agar Sputter Coater kaplama cihazı kullanılarak altın-paladyum ile kaplanmıştır.

3.9. Çekme testi

Üretilen filmlerin mekanik özellikleri; ASTM D882 standardı takip edilerek ve Eskişehir Teknik Üniversitesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, Polimer ve Kompozit Süreçler Laboratuvarı'nda bulunan Instron 5944 Evrensel test sistemi kullanılarak incelenmiştir. Her örnek için mekanik testler en az 3 kez tekrar edilmiş ve elde edilen değerlerin ortalamaları verilmiştir.

3.10. Dielektrik sabiti ölçümleri

Eskişehir Teknik Üniversitesi, Elektrik ve Elektronik Mühendisliği Bölümü, Ölçme ve Dijital Elektrik Devreleri-Elektronik Laboratuvarı'nda ölçümleri yapılmıştır. Üretilen kompozit filmler bir mandal yardımıyla 2x2 cm bakır levhalar arasına boşluk kalmayacak şekilde yerleştirilerek bir kondansatör hazırlanmıştır. Üretilen kompozit filmlerin dielektrik katsayısını belirlemek için jeneratör (Tektronix CFG250, 2MHz), multimetre (HP Agilent 33120A 15 MHz Function/Arbitrary Waveform Generator), osiloskop (Tektronix 2205, 20MHz), direnç, bobin ($9,7 \times 10^{-3}$ Henry) ve kapasitörden oluşan bir bobin kondensatör (LC) devresi oluşturulmuştur. Sinyal üreticide giriş frekansı değiştirilerek her bir örnek için osiloskop ekranında rezonans frekansı görüldüğü anda multimetreden okunmuştur. Aşağıda verilen denklem 3.3 ile kapasitans (C) değeri hesaplanmıştır. Daha sonra denklem 3.4 ile dielektrik katsayısı (ϵ_0) hesaplanmıştır.

$$f_o = \frac{1}{2\pi\sqrt{LC}} \quad (3.3)$$

$$C = \epsilon_0 \frac{A}{d} \quad (3.4)$$

Burada, f_0 ; frekansı (Hz), L; bobin direncini (Hz), C; kapasitansı (F), A; kapasitör alanını (m^2), d; film kalınlığını (mm) ve ϵ_0 dielektrik sabitini (F/m) ifade etmektedir.

3.11. Polimer Matrisli Kompozit Film Üretimi

3.11.1. PS/Gliserol kompozit filmlerin hazırlanması

Bu çalışmada otomotiv sektöründe kullanılan polistiren (PS); kompozit filmlerin üretiminde polimer matris olarak kullanılmıştır. PS, 30 mL THF çözücüsünde 50°C’de 300 dev/dk karıştırma hızında 24 saat karıştırılarak %5’lik (ağırlık/hacim) polimer çözeltisi hazırlanmıştır. Hazırlanan çözelti petri kabına dökülmüş ve çözeltinin kalıba homojen olarak yayılması sağlanmıştır. Son olarak 50°C’de 24 saat kurutularak polimer filmin petri kabından ayrılması sağlanmıştır. Elde edilen film PS5 olarak isimlendirilmiştir.

PS matrisine katılmak üzere biyobazlı bir plastikleştirici olan gliserol kullanılmıştır. PS/Gliserol kompozit filmlerin hazırlanma süreci şu şekilde özetlenebilir: THF içerisinde %5’lik PS çözeltisi hazırlandıktan sonra kütlece sırasıyla %15, 20, 25 ve 30 oranında gliserol karışıma eklenmiştir. Bu karışım 300 dev/dk karıştırma hızında 24 saat karıştırılmıştır. Hazırlanan çözelti petri kabına dökülerek çözücünün uzaklaşması sağlanmıştır. Belirtilen işlem basamakları takip edilerek, gliserol içeriği 15, 20, 25 ve 30 olarak ayarlanan PSG15, PSG20, PSG25 ve PSG30 kodlu kompozit filmler hazırlanmıştır. Üretilen kompozit filmlerin kütlece yüzde bileşimleri Çizelge 3.1’de verilmiştir. Görsel 3.3’te PSG30 kompozit filmin görüntüsü verilmiştir.

Çizelge 3.1. Üretilen kompozit filmlerin kütlece yüzde bileşimleri

Numune	İçerik	(%)
PS5	PS	100
PSG15	PS/Gliserol	85/15
PSG20	PS/Gliserol	80/20
PSG25	PS/Gliserol	75/25
PSG30	PS/Gliserol	70/30



Görsel 3.3. *PSG30 kompozit filmi*

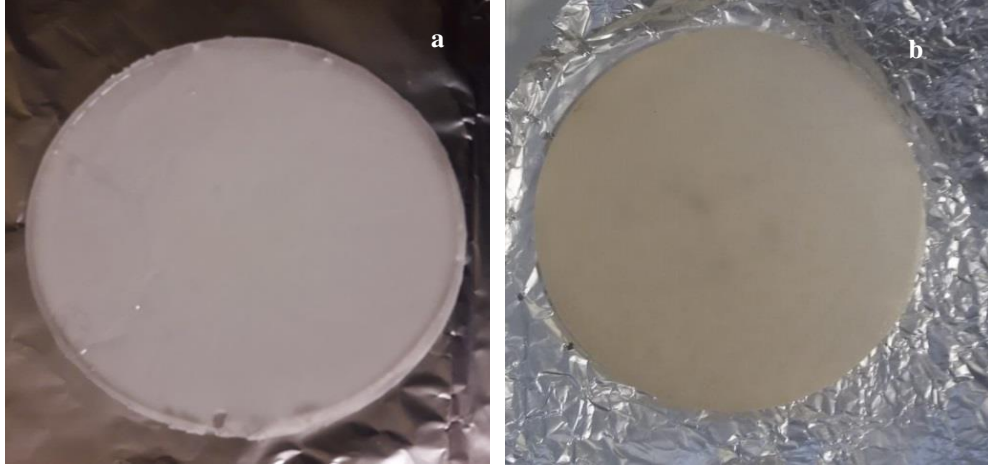
3.11.2. PS/PVC kompozit filmlerin hazırlanması

PS/PVC kompozit filmleri hazırlama sürecinde aşağıda belirtilen adımlar takip edilmiştir. PS çözeltisi PS5 filminin hazırlanma sürecinde belirtildiği gibi hazırlanmış, daha sonra 30 mL THF çözücüsüne PVC eklenerek 50°C’de 300 dev/dk karıştırma hızında 24 saat karıştırılarak kütlece %1 PVC çözeltisi hazırlanmıştır. Hazırlanan çözelti daha önce hazırlanan PS çözeltisi ile birleştirilerek 50°C’de 24 saat 300 dev/dk karıştırma hızında karıştırılarak homojen bir çözelti elde edilmiştir. Hazırlanan kompozit çözelti petri kabına dökülerek çözücünün uzaklaşması sağlanmış ve kompozit film elde edilmiştir. Elde edilen film PS5PVC1 olarak isimlendirilmiştir.

PS5PVC1 hazırlama basamakları takip edilerek ve iki polimer çözeltisi birleştirilmeden önce PVC polimer çözeltisi yüzdeleri %3 ve %5 olarak ayarlanarak sırasıyla PS5PVC3 ve PS5PVC5 kompozit filmleri elde edilmiştir. Çizelge 3.2’de hazırlanan kompozit filmlerin PS:PVC kütle oranları verilmiştir. Görsel 3.4.’te PS5 kontrol filmi ve PS5PVC3 kompozit filmi verilmiştir.

Çizelge 3.2. *Hazırlanan kompozit filmlerin PS:PVC kütle oranları*

Numune	İçerik	PS:PVC (Kütle Oranı)
PS5PVC1	PS:PVC	5:1
PS5PVC3	PS:PVC	5:3
PS5PVC5	PS:PVC	1:1



Görsel 3.4. *PS5 kontrol filmi (a) ve PS5PVC3 kompozit filmi (b)*

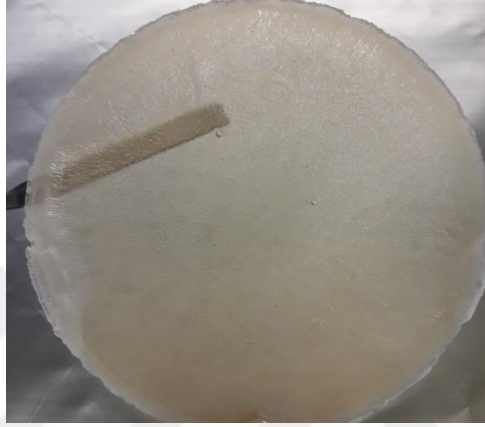
3.11.3. PS/PVC/MCC kompozit filmlerin hazırlanması

Bu aşamaya kadar elde edilen kompozit filmlerin mekanik test sonuçları PS5 kontrol filmi ile karşılaştırıldığında PS/PVC kompozit filmlerden PS5PVC3 kodlu kompozit filmin mekanik özelliklerinde iyileşme görüldüğü için kompozit film hazırlama işlemine bu oran kullanılarak devam edilmiştir. Enginar saplarından elde edilen MCC katkısı PS:PVC oranı 5:3 olan polimer kompozit film yapısına eklenmiştir.

Yapılan mekanik çekme testleri sonucunda en iyi mekanik özellikleri sergileyen PS5PVC3 kompozit filmin yapısına aşağıda belirtilen işlem basamakları uygulanarak, enginar saplarından elde edilen MCC katılmış ve PS/PVC/MCC kompozit filmler elde edilmiştir. 30 mL THF çözücüsü içerisinde PS5PVC3 kompozit filmi ile aynı bileşime sahip PS/PVC kompozit çözeltisi hazırlanmıştır. Daha sonra %0,25, 0,50, 0,75, 1, 2, 3 ve 5 kütlece yüzde oranlarında MCC çözeltiye eklenmiştir. MCC'nin yapıya homojen dağılımını sağlamak için, MCC 10 mL THF içerisinde ultrasonik homojenizatör (Bandelin Sonoplus) kullanılarak dağıtılmış ve polimer kompozit çözeltisine ilave edilmiştir. Hazırlanan kompozit karışım 50°C'de 300 dev/dk karıştırma hızında 24 saat boyunca karıştırılmış ve petri kabına dökülerek çözücünün uzaklaşması sağlanmış, böylelikle kompozit filmler elde edilmiştir. Çizelge 3.3'te PS/PVC/MCC kompozit filmlerin yapısındaki kütlece yüzde MCC oranı verilmiştir. Görsel 3.5'te PS5PVC3 MCC3.00 kompozit filminin görseli verilmiştir.

Çizelge 3.3. *PS/PVC/MCC kompozit filmlerin yapısındaki kütlece yüzde MCC oranı*

Numune	MCC Oranı (Kütlece %)
PS5PVC3 MCC0.25	0,25
PS5PVC3 MCC0.50	0,50
PS5PVC3 MCC0.75	0,75
PS5PVC3 MCC1.00	1,00
PS5PVC3 MCC2.00	2,00
PS5PVC3 MCC3.00	3,00
PS5PVC3 MCC5.00	5,00



Görsel 3.5. *PS5PVC3 MCC3.00 kompozit filmi*

4. SONUÇ VE YORUMLAR

4.1. Enginar Saplarının Kimyasal Analiz Sonucu Yapısal Bileşimi

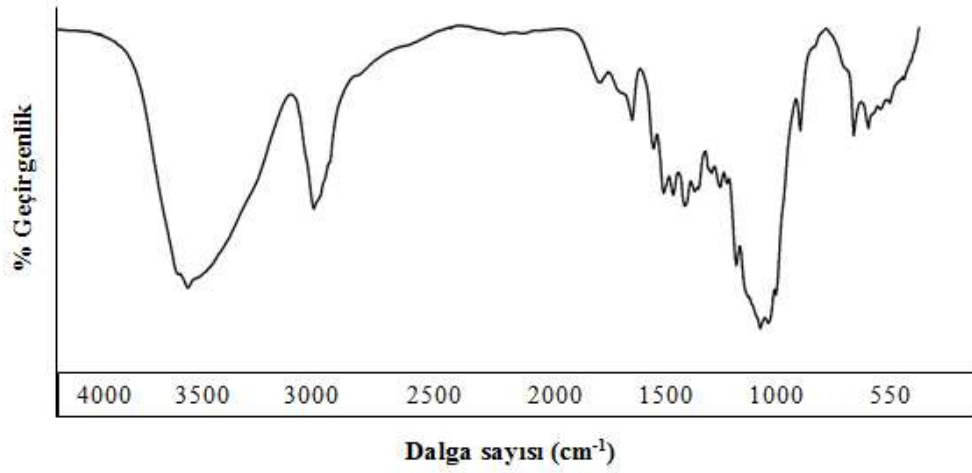
Enginar saplarına uygulanan belirli kimyasal analiz aşamaları ve hesaplamalar sonucunda, enginar sapı yapısındaki holoselüloz, α -selüloz, hemiselüloz ve ekstrat bileşenlerinin kütlece yüzde oranları Çizelge 4.1.'de verilmiştir. Ortalama ekstrat içeriği %6,94, holoselüloz içeriği %82,37, α -selüloz içeriği %73,23, hemiselüloz içeriği holoselüloz ve α -selüloz içerik yüzdesinin farkı ile %9,14 olarak hesaplanmıştır. Diğer yüzde nem, kül gibi bileşenler içermektedir [8].

Çizelge 4.1. Enginar sapı yapısındaki holoselüloz, α -selüloz, hemiselüloz ve ekstrat bileşenlerinin kütlece yüzde oranları

İçerik	Ekstratlar	Holoselüloz	α -Selüloz	Hemiselüloz	Diğer
Kütlece %	6,94 $\pm$ 1	82,37 $\pm$ 1	73,23 $\pm$ 1	9,14 $\pm$ 1	10,69 $\pm$ 1

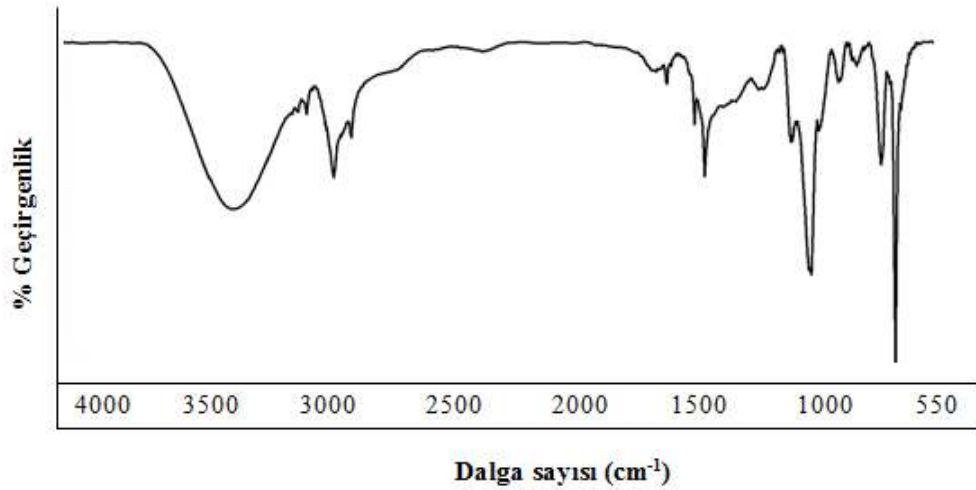
4.2. MCC ve Kompozit Filmlerin FTIR Analizleri

Öğütülen enginar saplarından elde edilen MCC'nin FTIR spektrumu Şekil 4.1'de verilmiştir. Spektrum incelendiğinde 3445 cm^{-1} 'de hidroksil gruplarının O-H gerilim titreşimlerinden kaynaklanan geniş bir bant görülmektedir. C=C gerilmesi 1594 cm^{-1} 'de, lignin aromatik zincir gerilmesi 1505 cm^{-1} 'de ve O-CH₃ gerilmesi 1423 cm^{-1} 'de görülmektedir. 2919 cm^{-1} 'de karakteristik C-H titreşim bandı görülmektedir ve selüloz yapısında bulunan alifatik C-H gruplarına karşılık gelmektedir. Yaklaşık 2850 cm^{-1} 'de CH₂ titreşimlerinin bulunmaması ağartma işlemi sonucunda hemiselüloz içeriğinin yapıdan ayrıldığını göstermektedir. Yaklaşık 1700 cm^{-1} 'de karboksilik asit veya hemiselüloz içindeki ester gruplarının titreşimi olarak bilinen şiddetli pikin görülmemesi lignin uzaklaştırma işleminin başarıyla tamamlandığına işaret etmektedir. 1594 cm^{-1} 'de görülen pik lifler içerisinde absorplanan sudan kaynaklanmaktadır. 1157 cm^{-1} 'deki pik C-O-C titreşim gerilimine, 1061 cm^{-1} 'deki geniş bant ise selüloz yapısındaki C-O gerilmesine karşılık gelmektedir [7, 43, 44].



Şekil 4.1. MCC'nin FTIR spektrumu

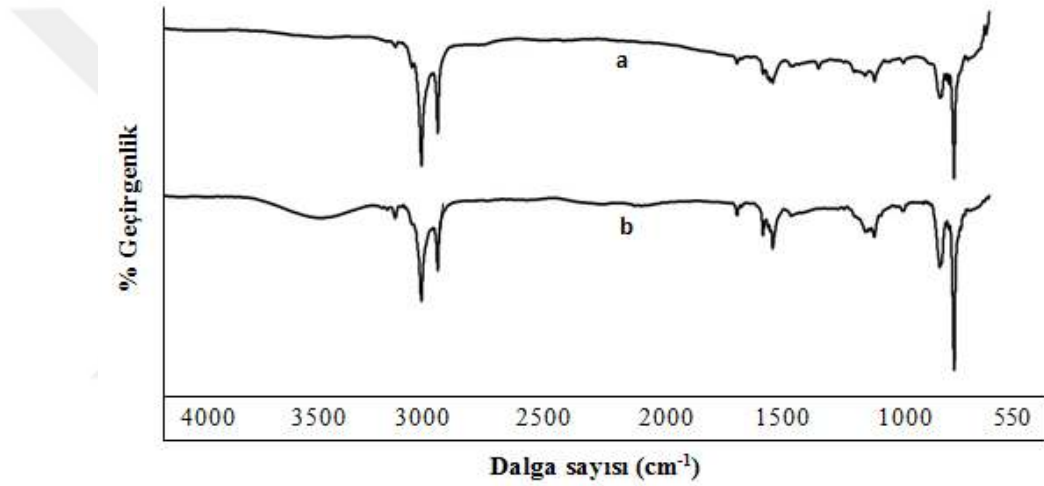
Şekil 4.2'de PS/Gliserol (PSG15) kompozit filmin FTIR spektrumu verilmiştir. 3318 cm^{-1} 'de görülen geniş O-H gerilme bandı ve 923 cm^{-1} 'de görülen O-H eğilmesine ait pik, kompozit filmin gliserol içeriğinden kaynaklanmaktadır. 3028 cm^{-1} 'deki pik ise PS yapısındaki C=C gerilmesini işaret etmektedir. Alifatik grupların C-H gerilmesi 2810-2950 cm^{-1} arasında görülmektedir. 1031 cm^{-1} 'de görülen pik gliserolün yapısında yer alan C-O gruplarına karşılık gelmektedir. 695 cm^{-1} 'de görülen pik ise PS matrisinde yer alan aromatik C-H eğilmesini temsil etmektedir [45,46].



Şekil 4.2. PS/Gliserol (PSG15) kompozit filmin FTIR spektrumu

Şekil 4.3'te PS5PVC3 ve PS5PVC3 MCC0.50 kompozit filmlerinin FTIR spektrumları verilmiştir. 3024 cm^{-1} 'deki zayıf pik aromatik C-H gerilmesine, 2916 ve

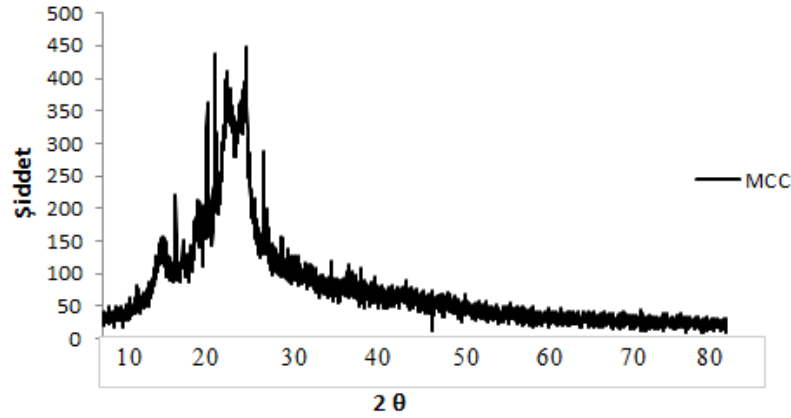
2848 cm^{-1} 'deki pikler ise alifatik C-H gerilmesine karşılık gelmektedir. 1600 cm^{-1} 'de görülen pik aromatik halkadaki C=C gerilmesini işaret etmektedir. 1452 cm^{-1} 'de alifatik C-H eğilmesine ait pik görülmektedir. 1260 cm^{-1} 'deki pik Cl-C-H salınım titreşimine karşılık gelmektedir. C-Cl titreşim bandı 696 cm^{-1} 'de görülmektedir [45,47,53]. PS/PVC kompozit filmi yapısına MCC eklenmesi sonucunda 3342 cm^{-1} 'de geniş OH bandı oluştuğu görülmektedir. Bu durum MCC'nin yapısında bulunan OH gruplarından kaynaklanmaktadır. 1260 cm^{-1} 'deki Cl-C-H salınım titreşimine karşılık gelen pikin MCC katkısından sonra kaybolduğu görülmüştür. Bu durumun, MCC'nin selüloz içeriğindeki OH- grupları ile PVC'nin karakteristik Cl-C-H grubunda yer alan hidrojen ile arasındaki etkileşimden kaynaklandığı düşünülmektedir [47,48].



Şekil 4.3. PS5PVC3 (a) ve PS5PVC3 MCC0.50 (b) kompozit filmlerinin FTIR spektrumları

4.3. MCC'nin XRD Analizi

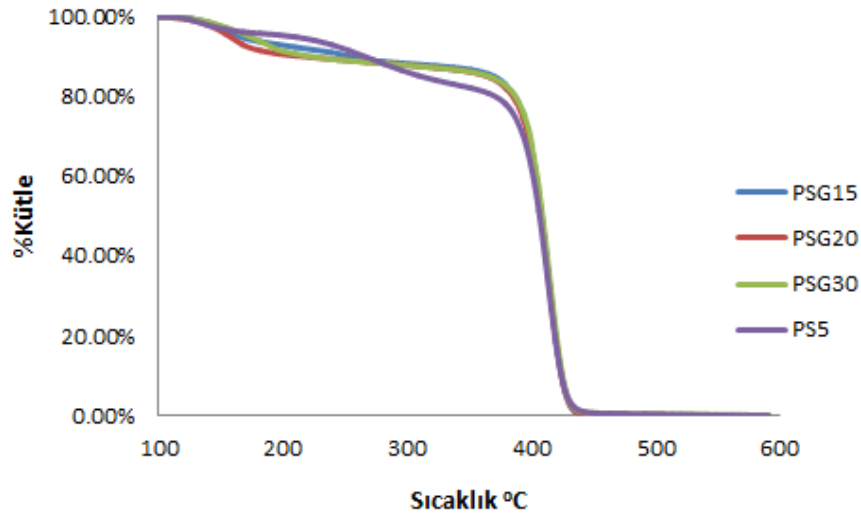
Enginar saplarından üretilen MCC'nin XRD difraktogramı Şekil 4.4'te verilmiştir. XRD difraktogramı incelendiğinde MCC yapısında kristal ve amorf bölgeler olduğu görülmektedir. Denklem 3.1 kullanılarak yapılan hesaplama sonucunda kristallik değeri %65,5 olarak hesaplanmıştır. Li vd. (2009), selüloz için %kristallik değerinin lignin ve hemiselülozun yapıdan uzaklaştırılması ile yükseldiğini bildirmişlerdir. XRD difraktogramında görülen $2\theta=18,54^\circ$ ve $22,26^\circ$ 'deki kristal yansımalar α -selüloz yapısına karşılık gelmekte ve literatür ile uyum göstermektedir [8,48].



Şekil 4.4. Enginar saplarından üretilen MCC'nin XRD difraktogramı

4.4. PS ve Kompozit Filmlerin TGA Analizleri

Şekil 4.5'te PS5 Kontrol filmi ve PS/Gliserol kompozit filmlerinin TGA termogramları verilmiştir. TGA termogramları incelendiğinde, film örneklerinin tek basamaklı termal bozunma davranışı sergilediği ve 500°C'den önce tamamen bozunduğu görülmektedir. 100-200°C sıcaklık aralığında absorplanan su yapıdan uzaklaştığı görülmektedir. Hazırlanan kompozit filmlerin TGA termogramları karşılaştırıldığında, yapıya gliserol katkısı yapılması sonucunda termal kararlılıkta belirgin bir değişim olmadığı görülmektedir. Kompozit filmlerin ana bozunma sıcaklığı yaklaşık 414°C olarak ölçülmüş ve gliserol katkısı ile birlikte değişmediği tespit edilmiştir. Çizelge 4.2'de PS/Gliserol kompozit filmlerinin ve PS5 kontrol filminin TGA verileri verilmiştir. Şekil 4.5 ve Çizelge 4.2 incelendiğinde, PS matris yapısına %30 gliserol katkısının 200°C'de bozunmadan kalan kütle oranını %2,7 azalttığı görülmektedir. Bu durum gliserolün nem absorplama özelliğinden kaynaklanmaktadır [49]. Ayrıca %30 gliserol katkısının 400°C'de bozunmadan kalan kütle oranını %7 arttırdığı görülmüştür. Sonuç olarak gliserol katkısı ile termal kararlılığı geliştirilmiş bir kompozit malzeme elde edilmiştir.

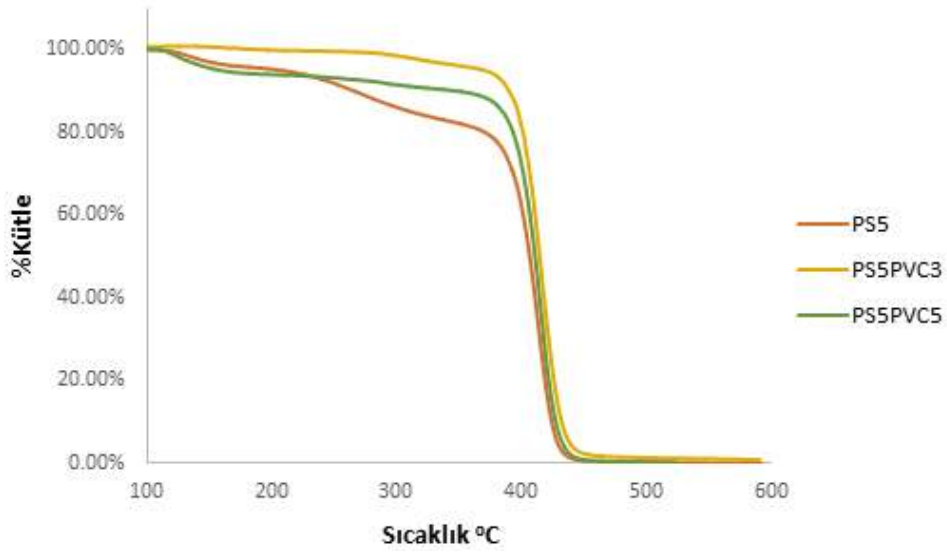


Şekil 4.5. PS5 Kontrol filmi ve PS/Gliserol kompozit filmlerinin TGA termogramları

Çizelge 4.2. PS/Gliserol kompozit filmlerinin ve PS5 kontrol filminin TGA verileri

Numune	Kalan Kütle (%)		
	200 °C	300 °C	400 °C
PS5	94	86	62
PSG15	93	88	66
PSG20	90,5	88	64,6
PSG30	91,5	88	66,9

Şekil 4.6’da PS/PVC kompozit filmlerinin ve PS5 kontrol filminin TGA termogramları ve Çizelge 4.3.’te PS/PVC kompozit filmlerinin ve PS5 kontrol filminin TGA verileri görülmektedir. PS/PVC kompozit filmlerinin ana bozunma sıcaklığının yaklaşık 374°C olduğu görülmüştür. TGA termogramı ve Çizelge 4.3 incelendiğinde, 100-200°C sıcaklık aralığında absorplanan suyun uzaklaştığı görülmektedir. PS5 matrisine, kütlece %3 PVC katkısının 200°C’de bozunmadan kalan kütle oranını %4,5 arttırdığı, 400°C’de bozunmadan kalan kütle oranını ise %21 arttırdığı görülmüştür.

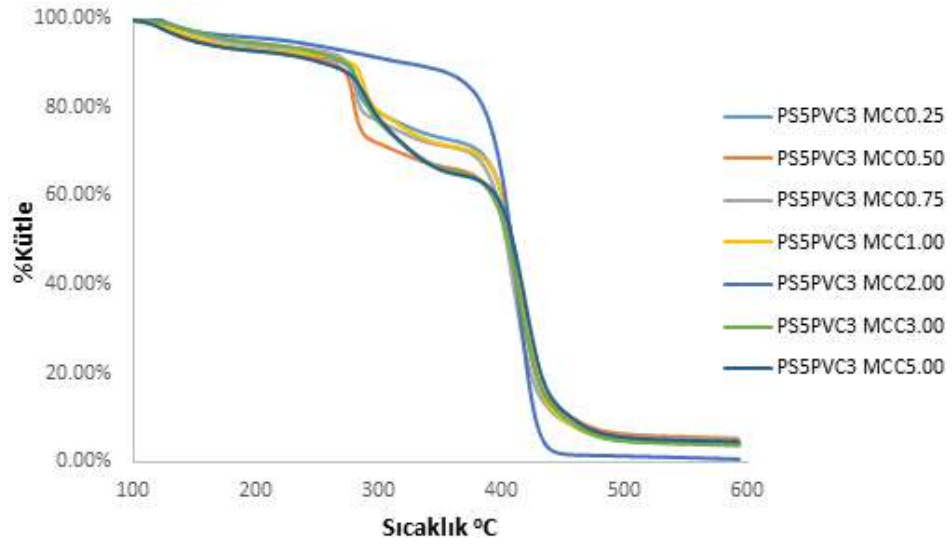


Şekil 4.6. PS/PVC kompozit filmlerinin TGA termogramları

Çizelge 4.3. PS/PVC kompozit filmlerinin ve PS5 kontrol filminin TGA verileri

Numune	Kalan Kütle (%)		
	200 °C	300 °C	400 °C
PS5	94	86	62
PS5PVC3	98,5	98	79
PS5PVC5	94	91,5	71,5

Şekil 4.7’de PS/PVC/MCC kompozit filmlerinin TGA termogramları ve Çizelge 4.4’te PS/PVC/MCC kompozit filmlerinin TGA verileri görülmektedir. Şekil 4.7 ve Çizelge 4.4 incelendiğinde, MCC katkısının 300°C ve 400°C’de bozunmadan kalan kütle oranını azalttığı görülmektedir. Dolayısıyla yapıya MCC eklenmesi ile kompozit filmlerin termal kararlılığın azaldığı sonucuna varılmıştır. İşlem görmemiş lif ile karşılaştırıldığında mikro boyutlardaki selülozun termal kararlılığının daha düşük olduğu görülmektedir. Mikro boyutlardaki yapısına bağlı olarak daha yüksek yüzey alanının ısıya maruz kalmasının sonucu olarak termal kararlılık azalmaktadır. MCC katkısından sonra kompozit filmlerin termal kararlılığın azalmasının, mikro düzeyde lif çapına sahip MCC’nin matris içerisinde dağılımı sonucunda ısı transferi yüzey alanının artmasından ve MCC’nin düşük ısıl direncinden kaynaklandığı düşünülmektedir [50,51].



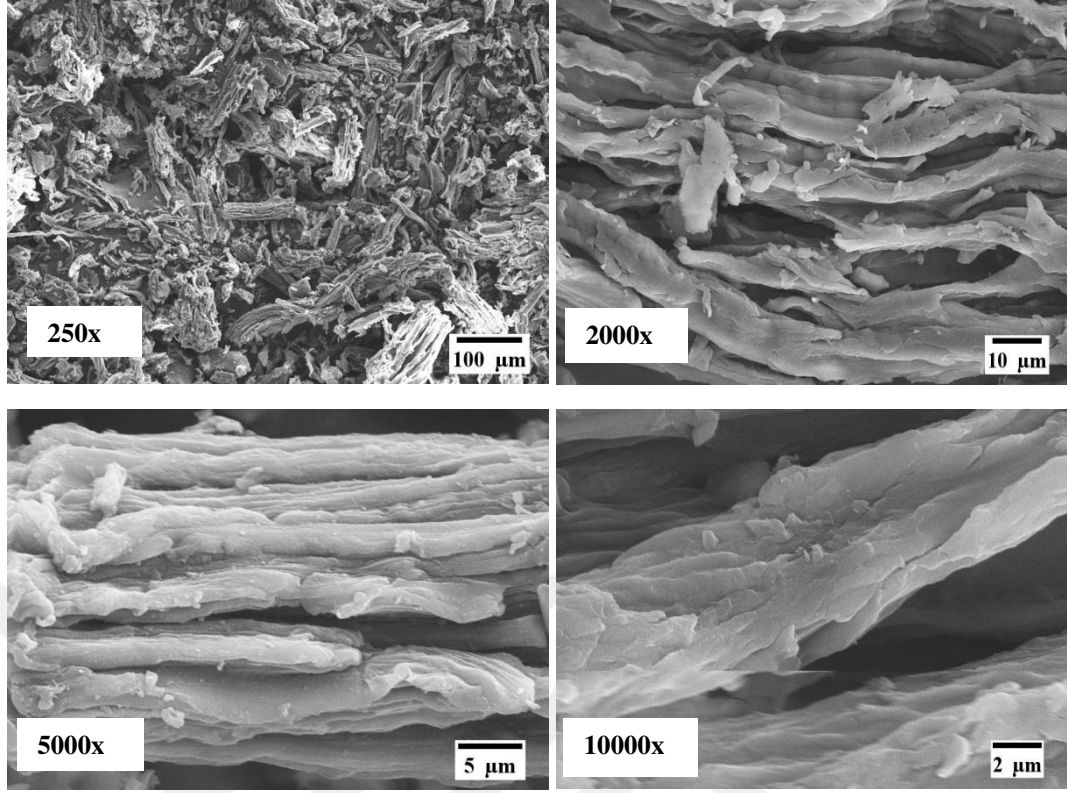
Şekil 4.7. PS/PVC/MCC kompozit filmlerinin TGA termogramları

Çizelge 4.4. PS/PVC/MCC kompozit filmlerinin TGA verileri

Numune	Kalan Kütle (%)		
	200 °C	300 °C	400 °C
PS5PVC3 MCC0.25	93,5	78,5	59
PS5PVC3 MCC0.50	92,85	72	54,5
PS5PVC3 MCC0.75	94	76	54,3
PS5PVC3 MCC1.00	93,3	78	59,8
PS5PVC3 MCC2.00	93,5	74,5	51,3
PS5PVC3 MCC3.00	94,75	76,5	54,3
PS5PVC3 MCC5.00	92,75	77,3	57,3

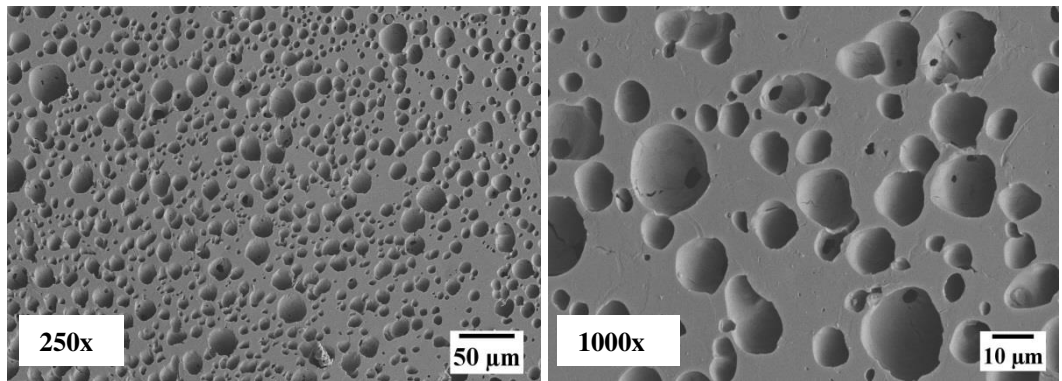
4.5. MCC ve Kompozit Filmlerin Morfolojik Analizleri

Şekil 4.8’de sırasıyla MCC’nin SEM mikrografikleri verilmiştir. Enginar saplarından elde edilen MCC’nin mikrografikleri incelendiğinde bir eksen boyunca yönlendirilmiş, mikrofiberlerden oluşan düzenli bir yapı görülmektedir. Bu düzenli yapı XRD analizi sonucunda elde edilen yüksek kristalite derecesine (%65,5) açıklık getirmektedir. Bazı bölgelerde ise fiber eksenine boyunca yönlendirilmeyen rastgele konumda amorf yapılar göze çarpmaktadır. Bu amorf yapıların MCC yapısında eser miktarda kalan hemisüloz ve lignin içeriklerinden kaynaklandığı düşünülmektedir.



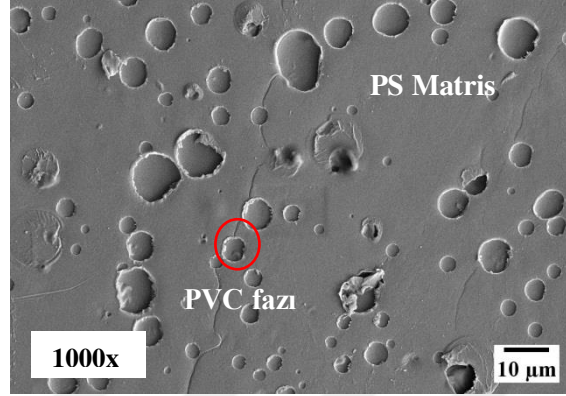
Şekil 4.8. *MCC'nin SEM mikrogafikleri*

Şekil 4.9'da sırasıyla PSG15 kompozit filminin SEM mikrogafikleri verilmiştir. SEM mikrogafikleri incelendiğinde, gliserolün PS matrisi içerisinde küre benzeri mikro fazlar halinde homojen bir dağılım sergileyerek, iki fazlı kompozit yapıyı oluşturduğu görülmüştür.



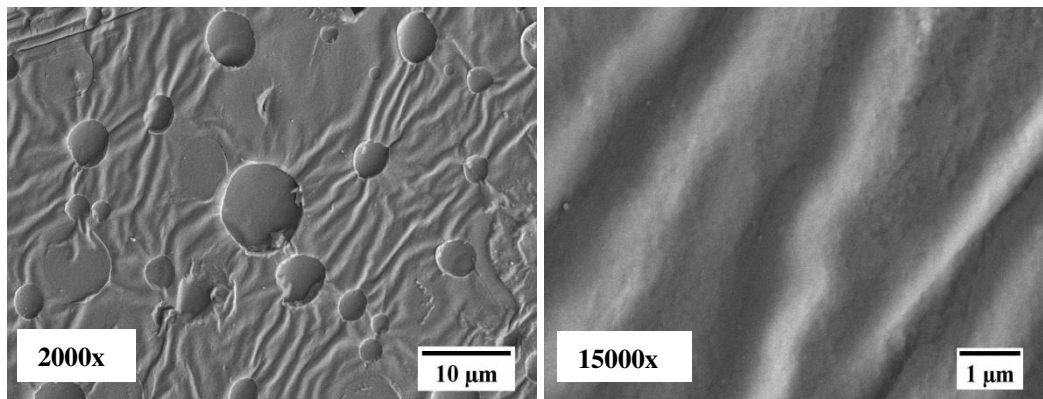
Şekil 4.9. *PSG15 kompozit filminin SEM mikrogafikleri*

Şekil 4.10'da PS5PVC3 kompozit filminin SEM mikrografigi verilmiştir. SEM mikrografikleri incelendiğinde PS matrisinde rastgele dağılmış PVC fazı göze çarpmaktadır. PS/Gliserol yapısında da görülen bu faz ayrımı, matris ile minör faz arasındaki zayıf arayüzey bağlanmasından kaynaklanmaktadır [52].



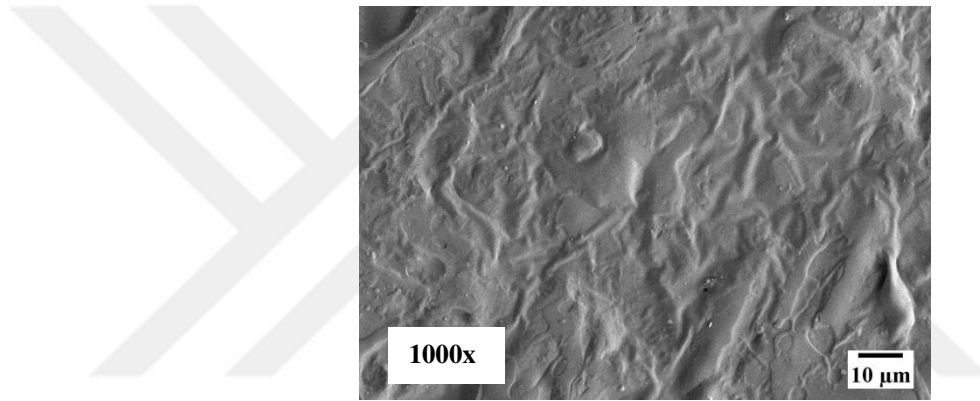
Şekil 4.10. PS5/PVC3 kompozit filminin SEM mikrografigi

Şekil 4.11'de PS5PVC3 MCC1.00 kompozit filminin SEM mikrografikleri verilmiştir. PS5PVC3 kompozit film yapısına, kütlece %1 MCC eklendiğinde, daha önce pürüzsüz bir yüzey sergileyen PS matrisinde (Şekil 4.11) kıvrımlı yüzeyler oluşturduğu ve yüzey alanını arttırdığı görülmektedir. Yapıya eklenen MCC katkısı arayüzey geriliminin azalması [52] ve PS ile PVC polimerlerinin karışabilirliğinin gelişmesiyle sonuçlanmıştır.



Şekil 4.11. PS5PVC3 MCC1.00 kompozit filminin SEM mikrografikleri

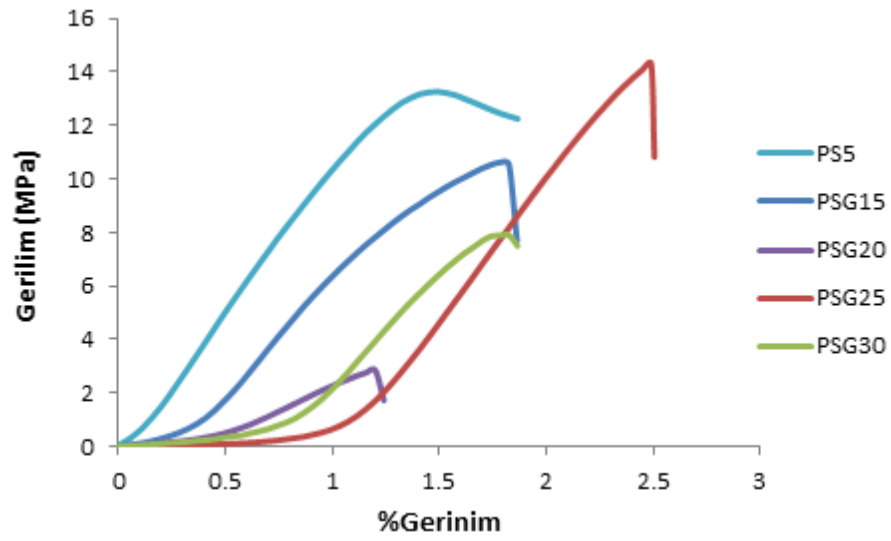
Şekil 4.12’de PS5PVC3 MCC3.00 kompozit filminin SEM mikrografı verilmiştir. PS5PVC3 kompozitine kütlece %3 MCC katkısı yapılması sonucunda, polimer matrisinde homojen bir şekilde dağılmış MCC lifleri görülmektedir. Ayrıca PS matrisi ile PVC polimeri arasındaki faz ayrımının giderildiği ve sürekli (tek fazlı) [52] morfolojiye sahip bir kompozit yapıya dönüştüğü görülmüştür. FTIR analizinde belirtildiği üzere MCC’nin yapısındaki OH- grupları ile PVC’nin karakteristik Cl-C-H grubunda yer alan hidrojen arasında güçlü bir etkileşim bulunmaktadır ve bu durum ara yüzey yapışmasının iyileşmesi ile sonuçlanmıştır. PVC ile etkileşim halinde olan ve oldukça yüksek yüzey alanına sahip olan MCC katkısının, PVC’nin bir araya toplanarak ayrı mikro fazlar oluşturmaya engel olduğu düşünülmektedir.



Şekil 4.12. PS5PVC3 MCC3.00 kompozit filminin SEM mikrografı

4.6. PS ve Kompozit Filmlerin Mekanik Test Sonuç ve Yorumları

Şekil 4.13’te PS-Gliserol kompozit filmlerin gerilim/gerinim grafikleri ve Çizelge 4.5’te PS/Gliserol kompozit filmlerin mekanik test sonuçları verilmiştir. Mekanik test sonuçlarına göre gliserol katkısı yapılan kompozit filmlerden sadece PSG25 kompozit filmi, kontrol filmine göre daha yüksek çekme dayanımı göstermiş, ancak gliserol katkı oranının artırılması çekme dayanımının azalması ile sonuçlanmıştır. Bu sonucun SEM mikrografiklerinde görülen iki fazlı kompozit yapıdan kaynaklandığı düşünülmektedir. Mikro küreler halinde polimer matris içinde dağılım sergileyen gliserol, malzeme içerisinde stres merkezleri oluşturarak, uygulanan gerilimin malzeme içerisinde heterojen dağılımına neden olduğu düşünülmektedir.

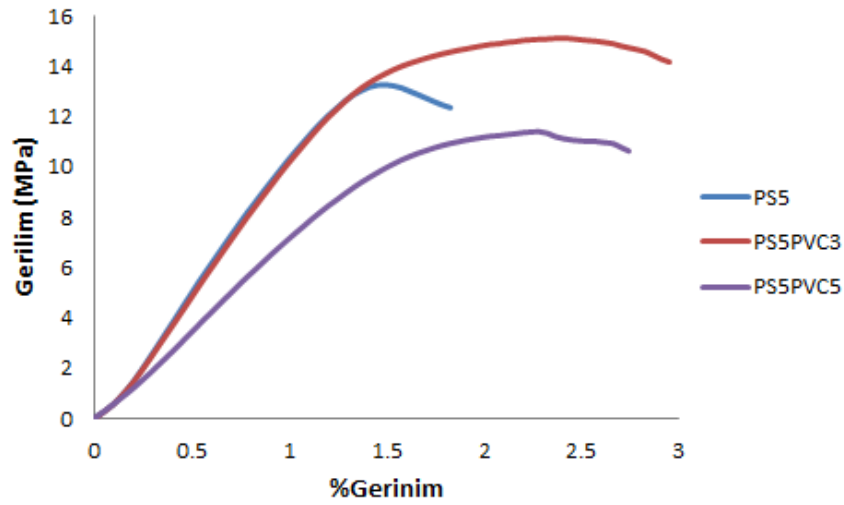


Şekil 4.13. PS/Gliserol kompozit filmlerin gerilim/gerinim grafikleri

Çizelge 4.5. PS/Gliserol kompozit filmlerin mekanik test sonuçları

Numune	Çekme Dayanımı (MPa)	Young Modülü (MPa)	Film Kalınlık (mm)
PS5	13,09	1261,20	0,37
PSG15	10,62	973,82	0,27
PSG20	2,85	396,48	0,40
PSG25	14,31	1099,49	0,25
PSG30	7,91	907,83	0,20

Şekil 4.14'te PS/PVC kompozit filmlerin gerilim/gerinim grafikleri verilmiştir. PS5 kontrol filmi ile karşılaştırıldığında PVC katkısının malzemenin mekanik özelliklerini olumlu yönde etkilediği görülmektedir. Çizelge 4.6'da PS-PVC kompozit filmlerin mekanik test sonuçları verilmiştir. PS5PVC3 kompozit filminin mekanik özellikleri diğer kompozit filmlerle karşılaştırıldığında en iyi mekanik özelliği (15,12 MPa) sağladığı için MCC katkısı bu bileşimdeki polimer kompozit yapıya eklenmiştir.

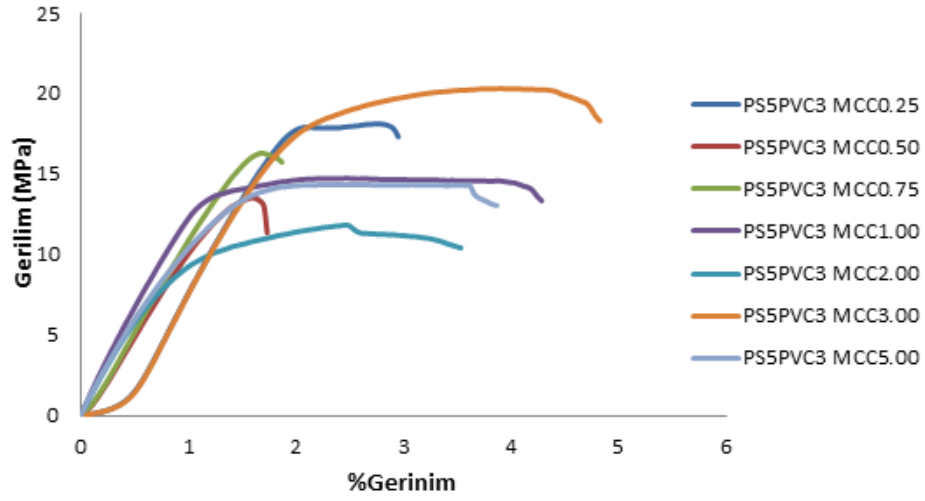


Şekil 4.14. PS/PVC kompozit filmlerin gerilim/gerinim grafiği

Çizelge 4.6. PS/PVC kompozit filmlerin mekanik test sonuçları

Numune	Çekme Dayanımı (MPa)	Young Modülü (MPa)	Film Kalınlık (mm)
PS5	13,09	1261,20	0,37
PS5PVC3	15,12	1148,66	0,51
PS5PVC5	11,40	777,76	0,76

Şekil 4.15'te PS/PVC/MCC kompozit filmlerinin gerilim/gerinim grafikleri verilmiştir. Çizelge 4.7'de PS/PVC/MCC kompozit filmlerinin mekanik test sonuçları verilmiştir. PS/PVC kompozit yapısına MCC katkısı yapılması, kompozit malzemeye daha iyi mekanik özelliklerin kazandırılmasıyla sonuçlanmıştır. Bu durum FTIR analizinde belirtildiği gibi MCC'nin yapısındaki OH grupları ile PVC'nin yapısındaki Cl-C-H grubu arasındaki etkileşimler sonucunda ara yüzey bağlanmasının iyileşmesi ve faz ayrımının giderilerek tek fazlı bir kompozit yapının elde edilmesinden kaynaklanmaktadır. Böylece malzeme içerisinde stres merkezleri oluşturan PVC mikro küreleri elimine edilmiştir. Şekil 4.15'te görüldüğü gibi %3 MCC katkı oranı en iyi çekme dayanımı sonucunu (20,32 MPa) vermiştir.



Şekil 4.15. PS/PVC/MCC kompozit filmlerinin gerilim/gerinim grafiği

Çizelge 4.7. PS/PVC/MCC kompozit filmlerin mekanik test sonuçları

Numune	Çekme Dayanımı (MPa)	Young Modülü (MPa)	Film Kalınlık (mm)
PS5PVC3 MCC0.25	18,77	1249,31	0,48
PS5PVC3 MCC0.50	13,51	1117,90	0,50
PS5PVC3 MCC0.75	16,28	1196,17	0,41
PS5PVC3 MCC1.00	16,68	1145,39	0,36
PS5PVC3 MCC2.00	11,83	1295,86	0,58
PS5PVC3 MCC3.00	20,32	1299,86	0,49
PS5PVC3 MCC5.00	14,36	1297,67	0,54

4.7. PS ve Kompozit Filmlerin Dielektrik Sabiti Sonuçları

Çizelge 4.8’de PS5 kontrol filmi, PSG25 ve PS5PVC3 kompozit filmlerinin kapasitans, dielektrik sabiti ve kalınlık değerleri verilmiştir. PS matrisine katkısı sonucunda mekanik özelliklerde gelişme sağlayan gliserol ve PVC katkı oranlarının dielektrik özelliklere etkisi araştırılmıştır. Sonuç olarak dielektrik sabitinin gliserol (%25) ve PVC (PS:PVC=5:3) katkısı ile sırasıyla %18 ve %31 arttığı görülmüştür.

Çizelge 4.8. PS5 kontrol filmi, PSG25 ve PS5PVC3 kompozit filmlerinin kapasitans, dielektrik sabiti ve kalınlık değerleri

Numune	Kapasitans $C \times 10^{11}$	Dielektrik Sabiti $\epsilon_r \times 10^{10}$	Kalınlık (mm)
PS5	9,34	0,86	0,37
PSG25	10,18	1,02	0,40
PS5PVC3	8,88	1,13	0,51

Çizelge 4.9’da PS/PVC/MCC kompozit filmlerinin kapasitans, dielektrik sabiti ve kalınlık değerleri verilmiştir. MCC’nin PS5PVC3 kompozit film yapısına eklenmesiyle dielektrik katsayısının düştüğü görülmektedir. PS matrisine göre daha yalıtkan olan PVC polimerinin yapıya katkısıyla geliştirilen dielektrik katsayısı, MCC’nin yapıya katılmasıyla azalmıştır. Bu durumun MCC’nin ara yüzey yapışmasını geliştirerek yapıda ayrı mikro fazlar oluşturup dielektrik polariteyi arttıran PVC kürelerinin oluşumunu engellemesinden kaynaklandığı düşünülmektedir.

Çizelge 4.9. PS/PVC/MCC kompozit filmlerinin kapasitans, dielektrik sabiti ve kalınlık değerleri

Numune	Kapasitans $C \times 10^{11}$	Dielektrik Sabiti $\epsilon_r \times 10^{10}$	Kalınlık (mm)
PS5PVC3 MCC0.25	9,09	1,09	0,48
PS5PVC3 MCC0.50	9,00	1,12	0,50
PS5PVC3 MCC0.75	8,95	0,92	0,41
PS5PVC3 MCC1.00	9,31	0,84	0,36
PS5PVC3 MCC2.00	8,99	1,30	0,58
PS5PVC3 MCC3.00	8,86	1,08	0,49
PS5PVC3 MCC5.00	8,97	1,21	0,54

5. TARTIŞMA ve ÖNERİLER

Doğal liflerin farklı oranlarda polimer matris içerisinde dağıtılmasıyla otomotiv sektöründe kullanılan kompozit malzemeler üzerine çalışma gerçekleştirilmiştir. Bu kompozit malzemelerde, otomotiv sektöründe yakıt tüketiminin önemli olması ve çevreye duyarlılık gibi ihtiyaçlardan dolayı geliştirmeler gerekli duruma gelmiştir. Günümüzün yeni geliştirebilir teknolojisi de kullanılarak atık tarımsal ürünlerin değerlendirilmesiyle ve içerisindeki selüloz içeriği ile malzemeye esneklik, düşük ağırlık, düşük maliyet gibi özellikler yüklemektedir. Polimerin de matris olarak malzemeye sağlamlık, dayanıklılık gibi özellikler yüklemesi beklenmektedir.

Enginar sapları birer tarımsal atık olarak değerlendirilmişlerdir. Literatürde enginar gövde saplarının kimyasal içeriği ile ilgili bir bilgi olmadığından, selüloz, hemiselüloz ve lignin gibi yüzdesel oranları bazı deneysel aşamalar uygulanarak ve ASTM standartları kullanılarak bulunmuştur. Ortalama ekstrat içeriği %6,94, holoselüloz içeriği %82,37, α -selüloz içeriği %73,23, hemiselüloz içeriği %9,14 olarak hesaplanmıştır. Daha sonrasında mikrokristal boyutunda selüloz elde edilmiştir. Mikrokristal selüloz için SEM, XRD ve FTIR testleri yapılmıştır. Lignin uzaklaştırılması ile morfolojik yapıda SEM analizlerinde farklılıklar gözlenmiştir. Dolgu maddesi olarak kullanılan MCC ile üretilen kompozit filmler için SEM, XRD, FTIR, TGA, Mekanik test ve dielektrik sabiti testi uygulanmıştır.

Polimer olarak, otomotiv sektöründe parçalarda kullanılan bir polimer olan polistiren ve polivinil klorür kullanılmıştır. Çözücüsü olarak oda sıcaklığında çözülebildiğinden Tetrahidrofuran kullanılmıştır. Polistiren otomotiv sektöründe tamponlarda, araç bağlantılarında, araç kontrol butonlarında, ekipman muhafazı, gösterge tabanında kullanılmaktadır. Otomotiv sektöründe iç döşemelerde, kapı panellerinde, kablo izolasyonunda PVC kullanılmaktadır.

FTIR testine göre PS/PVC kompozit filmi yapısına MCC eklenmesi sonucunda, OH bandı olduğu görülmüştür. Bu durum MCC'nin kompozit film yapısında bulunduğunu göstermektedir. XRD difraktogramı MCC yapısında kristal ve amorf bölgeler olduğu görülmüştür. %kristallik değeri %65,5 olarak hesaplanmıştır. TGA termogramlarına göre yapıya MCC eklendikten sonra kompozit filmlerin termal kararlılığın azaldığı sonucuna varılmıştır. MCC katkısının 300°C ve 400°C'de bozunmadan kalan kütle oranını azalttığı görülmektedir. Mikro yapısına bağlı olarak daha yüksek yüzey alanının ısıya maruz kalmasının sonucu olarak termal kararlılık

azalmıştır. SEM mikroskopiklerine göre polimer matrisinde homojen bir şekilde dağılmış MCC liflerinin, PS matrisi ile PVC polimeri arasındaki faz ayrımının giderdiği ve tek fazlı morfolojiye sahip bir kompozit yapıya dönüştürdüğü görülmüştür. Mekanik testler sonucunda PS/PVC kompozit yapısına MCC katkısı yapılması, kompozit malzemeye mekanik özelliklerinin geliştirilmesiyle sonuçlanmıştır. PS5PVC3 kompozit filminin çekme dayanımı 15,12 MPa iken MCC katkısı sonrasında %3 MCC katkı oranı ile çekme dayanımını arttırarak 20,32 MPa olarak geliştirdiği görülmüştür. Dielektrik testleri sonucunda dielektrik sabitinin gliserol (%25) ve PVC (PS:PVC=5:3) katkısı ile sırasıyla %18 ve %31 arttığı görülmüştür. MCC'nin kompozit film yapısına katılmasıyla dielektrik katsayısının düştüğü görülmektedir. Yalıtkan olan PVC polimerinin yapıya katkısıyla geliştirilen dielektrik katsayısı, MCC'nin yapıya eklenmesi sonucu kompozit film ile karşılaştırıldığında azalmıştır.

Doğal lif ile güçlendirilmiş polimer matrisli kompozitler, malzemenin yoğunluğunu azaltarak otomotiv sektöründe kullanılan parçaların toplam ağırlığını azaltarak ve dolayısıyla yakıt verimliliğini artırabilmektedir. Bu kompozitleri kullanarak baz polimer maliyetini azaltılmakta ve ayrıca enerji ile ilgili çevresel sorunların etkileri azaltılmaktadır. Bu nedenle, otomotiv endüstrisinde kullanılabilecek polimer matris kompozit film yapısına MCC'nin katılmasının malzemenin özelliklerinin iyileştirilmesinde katkıda bulunduğu görülmüştür.

KAYNAKÇA

- [1] Md Sah, M. H., Mohd Noor, A., Abbas, M.R., Bakar, A.A. (2017). Mechanical Properties of Coconut Shell Powder Reinforced PVC Composites in Automotive Applications. *Journal of Mechanical Engineering*, 14(2), 49-61.
- [2] Yashas Gowda, T.G., Sanjay, M.R., Subrahmanya Bhat, K., Madhu, P., Senthamaraikannan, P., Yogesha, B. (2018). Polymer Matrix-Natural Fiber Composites: An Overview. *Cogent Engineering*, 5, 1-13.
- [3] Taj, S., Munawar, M. A., Khan, S. (2007). Natural Fiber-Reinforced Polymer Composites. *Proceedings-Pakistan Academy of Sciences*, 44(2), 129-144.
- [4] Kong, I., Tshai, K.Y., Enamul Hoque, M. (2015). Manufacturing of Natural Fibre-Reinforced Polymer Composites by Solvent Casting Method. *Springer, Cham*, 331-349.
- [5] Karkhanis, S.S., Matuana, L.M., Stark, N.M., Sabo, R.C. (2017). Effect of Compounding Approaches on Fiber Dispersion and Performance of Poly(Lactic Acid)/Cellulose Nanocrystal Composite Blown Films. *SPE ANTEC Anaheim*, 1271-1277.
- [6] Luo, H., Ji, D., Xiong, G., Xiong, L., Zhang, C., Zhu, Y., Wan, Y. (2016). Effect of Sisal Fibre Hybridisation on Static and Dynamic Mechanical Properties of Corn/Sisal/Poly lactide Composites. *Polymers & Polymer Composites*, 25, 6, 463-470.
- [7] Fiore, V., Valenza, A., Di Bella, G. (2011). Artichoke (*Cynara cardunculus* L.) Fibres as Potential Reinforcement of Composite Structures. *Composites Science and Technology*, 71, 1138–1144.
- [8] Naduparambath, S. ve Purushothaman, E. (2016). Sago Seed Shell: Determination of the Composition and Isolation of Microcrystalline Cellulose (MCC). *Cellulose*, 23, 1803–1812.
- [9] Ofora, P.U., Eboatu, A.N., Arinze, R.U., Nwokoye, J.N. (2014). Effects of Natural Fillers on Some Properties of Polystyrene. *International Journal of Scientific and Research Publications*, 4, 7, 2250-3153.
- [10] Jamian, S., Ayob, S.N., Abidin, M.R.Z., Nor, N.H.M. (2016). Fabrication of Functionally Graded Natural Fibre/Epoxy Cylinder Using Centrifugal Casting Method. *Journal of Engineering and Applied Sciences*, 11, 4, 2327-2331.

- [11] Abdul Khalil, H.P.S., Lai, T.K., Tye, Y.Y., Paridah, M.T., Fazita, M.R.N., Azniwati, A.A., Dungani, R., Rizal, S. (2018). Preparation and Characterization of Microcrystalline Cellulose from Sacred Bali Bamboo as Reinforcing Filler in Seaweed-based Composite Film. *Fibers and Polymers*, 19, 2, 423-434.
- [12] Fan, M., Dai, D., Huang, B. (2011). Fourier Transform Infrared Spectroscopy for Natural Fibres. *IntechOpen, Fourier Transform – Materials Analysis*, 45-68.
- [13] Uluşen, T. (2008). Plastik Esaslı Kompozit Malzemelerin Kimyasal Kaplama İşlemlerinin İncelenmesi. *Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi*.
- [14] Borsoi, C., Menin, C., Lavoratti, A., Zattera, A.J. (2019). Grape Stalk Fibers as Reinforcing Filler for Polymer Composites with a Polystyrene Matrix. *J. Appl. Polym. Sci.*, 2019, 136, 47427.
- [15] http-1 : http://bilsenbesergil.blogspot.com/p/blog-page_635.html (Erişim tarihi: 11.01.2020)
- [16] Iulianelli, G.C.V., Maciel, P.M.C., Tavares, M.I.B. (2011). Preparation and Characterization of PVC/Natural Filler Composites. *Macromol. Symp.* 2011, 299/300, 227–233.
- [17] Aman, I.K., Doaa, E.E.N., Fahima, M.H., Abdelmohsen, S. (2018). Evaluation of Controlled Release PVC/PEG Polymeric Films Containing 5-Fluorouracil for Long-Term Antitumor. *Polymer Bulletin*, 76, 3555–3568.
- [18] Wolfson, A., Dlugy, C., Shotland, Y. (2007). Glycerol as A Green Solvent for High Product Yields And Selectivities. *Environ. Chem. Lett.*, 5, 67–71.
- [19] Mohammed, L., Ansari, M.N.M., Pua, G., Jawaid, M., Islam, M.S. (2015). A Review on Natural Fiber Reinforced Polymer Composite and Its Applications. *Hindawi Publishing Corporation International Journal of Polymer Science*, 243947, 1-15.
- [20] Nedjma, S., Djidjelli, H., Boukerrou, A., Grohens, Y., Chibani, N., Benachour, D., Pillin, I. (2016). Effect of Chemical Treatment on Newspaper Fibers Reinforced Polymer Poly(vinyl chloride) Composites. *Journal Of Vinyl & Additive Technology*, 22, 173–181.
- [21] Machaka, M., Basha, H., Chakra, H.A., Elkordi, A. (2014). Alkali Treatment of Fan Palm Natural Fibers for Use in Fiber Reinforced Concrete. *European Scientific Journal*, 10, 12, 1857 – 7881.

- [22] Bax, L., Vasiliadis, H., Magallon, I., Ong, K. (2017). Polymer Composites for Automotive Sustainability. *SusChem European Technology Platform for Sustainable Chemistry*, 1-52.
- [23] Patila, A., Patela, A., Purohit, R. (2017). An overview of Polymeric Materials for Automotive Applications. *Materials Today: Proceedings*, 4, 3807–3815.
- [24] Siemann, U. (2005). Solvent Cast Technology – A Versatile Tool for Thin Film Production. *Progr. Colloid. Polym. Sci*, 130, 1–14.
- [25] Rana, A.K., Singha, A.S. (2015). Dielectric, Flammability and Physico-Chemical Properties of Surface Functionalized Cannabis Indica Fibers Reinforced Composite Materials. *Polymer Science Series*, 57, 221-232.
- [26] Sullins, T., Pillay, S., Komus, A., Ning, H. (2017). Hemp Fiber Reinforced Polypropylene Composites: The Effects of Material Treatments. *Composites Part B-Engineering*, 114, 15-22.
- [27] Fogorasi, M. S. ve Barbu, I. (2017). The Potential of Natural Fibres for Automotive Sector – Review. *International Congress of Automotive and Transport Engineering - Mobility Engineering and Environment*, 252, 1-10.
- [28] Amir, N., Abidin, K.A., Shiri, F.B.M. (2017). Effects of Fibre Configuration on Mechanical Properties of Banana Fibre/PP/MAPP Natural Fibre Reinforced Polymer Composite. *Advances in Material and Processing Technologies Conference*, 184, 573-580.
- [29] Terzopoulou, Z.N., Papageorgiou, G.Z., Papadopoulou, E., Athanassiadou, E., Reinders, M., Bikiaris, D.N. (2016). Development and Study of Fully Biodegradable Composite Materials Based on Poly(butylene succinate) and Hemp Fibers or Hemp Shives. *Polymer Composites*, 37, 407-421.
- [30] Bharat, K.R., Abhishek, S., Palanikumar, K. (2017). Mechanical Property Analysis on Sandwich Structured Hybrid Composite Made from Natural Fibre, Glass Fibre and Ceramic Fibre Wool Reinforced with Epoxy Resin. *IOP Conference Series- Materials Science and Engineering*, 205, 1-5.
- [31] Wahyuningsih, K., Iriani, E.S., Fahma, F. (2016). Utilization of Cellulose from Pineapple Leaf Fibers as Nanofiller in Polyvinyl Alcohol-Based Film. *Indonesian Journal Of Chemistry*, 16, 181-189.

- [32] Boudjema, H.L. ve Bendaikha, H. (2015). Composite Materials Derived from Biodegradable Starch Polymer and Atriplex Halimus Fibers. *E-Polymers*, 15, 419-426.
- [33] Salaman, A.J. (2012). Tensile And Impact Properties of Polystyrene Matrix Composites Reinforced by Palm Natural Fibers and Carbon Fibers. *Academic Research International*, 3, 2, 114-116.
- [34] Md Sah, M., Noor, A.M., Abbas, M.R. (2017). Mechanical Properties of Coconut Shell Powder Reinforced PVC Composites in Automotive Applications. *Journal of Mechanical Engineering*, 14(2), 49-61.
- [35] Zizumbo, A., Licea-Claveríe, A., Lugo-Medina, E., García-Hernández, E., Madrigal, D., Zitzumbo, R. (2011). Polystyrene Composites Prepared with Polystyrene Grafted-fibers of Sugarcane Bagasse as Reinforcing Material. *J. Mex. Chem. Soc.*, 55(1), 33-41.
- [36] Ratanawilai, T. ve Taneerat, K. (2018). Alternative Polymeric Matrices for Wood-Plastic Composites: Effects on Mechanical Properties and Resistance to Natural Weathering. *Construction and Building Materials*, 172, 349–357.
- [37] Naduparambath, S., Sreejith, M.P., Jinita, T.V., Shaniba, V., Aparna, K.B., Purushothaman, E. (2018). Development of Green Composites of Poly (Vinyl Alcohol) Reinforced with Microcrystalline Cellulose Derived from Sago Seed Shells. *Polymer Composites*, 3033-3039.
- [38] Nahar, S. ve Hasan, M. (2012). Effect of Chemical Composition, Anatomy and Cell Wall Structure on Tensile Properties of Bamboo Fiber. *Engineering Journal*, 17, 1, 61-68.
- [39] Lamaming, J., Chew, S.C., Hashim, R., Sulaiman, O., Sugimoto, T. (2017). Extraction of Microcrystalline Cellulose from Oil Palm Trunk. *Journal of the Japan Institute of Energy*, 96, 513-518.
- [40] Poletto, M. (2016). Polystyrene Cellulose Fiber Composites: Effect of The Processing Conditions on Mechanical and Dynamic Mechanical Properties. *Revista Matéria*, 21, 3, 552 – 559.
- [41] Wise, L.E., Murphy, M., D'Addieco, A.A. (1946). Chlorite Holocellulose, Its Fractionation and Bearing on Summative Wood Analysis and Studies on The Hemicelluloses. *Paper Trade J.*, 122, 35-43.

- [42] Achor, M., Oyeniyi, Y.J., Yahaya, A. (2014). Extraction and Characterization of Microcrystalline Cellulose Obtained From The Back of The Fruit of Lageriana Siceraria (Water Gourd). *Journal of Applied Pharmaceutical Science*, 4, 057-060.
- [43] Kiana, L. K., Jawaida, M., Ariffina, H., Alothmanb, O. Y. (2017). Isolation and Characterization of Microcrystalline Cellulose From Roselle Fibers. *International Journal of Biological Macromolecules*, 103, 931–940.
- [44] Yahya, M., Lee, H.V., Hamid, S.B.A. (2015). Preparation of Nanocellulose via Transition Metal Salt – Catalyzed Hydrolysis Pathway. *Bio Resources*, 10, 7627-7639.
- [45] Wu, J., Chen, T., Luo, X., Han, D., Wang, Z., Wu, J. (2014). TG/FTIR Analysis on Co-Pyrolysis Behavior of PE, PVC and PS. *Waste Management*, 34, 676–682.
- [46] Danish, M., Mumtaz, M.W., Fakhar, M., Rashid, U. (2016). Response Surface Methodology Based Optimized Purification of the Residual Glycerol from Biodiesel Production Process. *Chiang Mai J. Sci.*, 43,1-13.
- [47] Aouak, T., Alghamdi, A.A., Alrashdi, A.A., Ouladsmame, M., Alam, M.M., Alothman, Z., Naushad M. (2016). Miscibility Enhancement of Poly(Vinyl Chloride)/Polystyrene Blend: Application to Membrane Separation of Benzene from Benzene/Cyclohexane Mixture by Pervaporation. *Separation Science and Technology*, 51:14, 2440-2454.
- [48] Youssef, B., Soumia, A., Mounir, E.A., Omar, C., Abdelaziz, L., Mehdi, E.B., Mohamed, Z. (2015). Preparation and Properties of Bionanocomposite Films Reinforced with Nanocellulose Isolated from Moroccan Alfa Fibres. *AUTEX Research Journal*, 10, 1515.
- [49] Karasu Yalçın, S. ve Özbaş, Z. Y. (2003). Gliserinin Biyokimyasal Yollarla Üretimi ve Şarap Fermentasyonlarındaki Önemi. *Gıda Teknolojisi Derneği*, 28, 339-347.
- [50] Ashori, A. ve Nourbakhsh, A. (2010). Performance Properties of Microcrystalline Cellulose as a Reinforcing Agent in Wood Plastic Composites. *Composites: Part B*, 41, 578–581.
- [51] Nair, S.S. ve Yan, N. (2015). Effect of High Residual Lignin on The Thermal Stability of Nanofibrils and Its Enhanced Mechanical Performance in Aqueous Environments. *Cellulose*, 22, 137–3150.

- [52] Aseeri, J., Alandis, N.M., Mekhamer, W., Alam, M. (2019). Miscibility Studies of Polystyrene/Polyvinyl Chloride Blend in Presence of Organoclay. *Open Chem.*, 17, 927–935.
- [53] Hasan, B.H., Hasan, A.A., Aumran, D. (2013). AC Electrical Conductivity Analysis of (PVC-PS) Blend Film. *International Journal of Application or Innovation in Engineering & Management*, 2,11, 86-95.



ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Ayşe Nur ERYILMAZ

Yabancı Dil : İngilizce

Doğum Yeri ve Yılı : 09.11.1993/ESKİŞEHİR

E-Posta : ayserylmz15@gmail.com

Eğitim ve Mesleki Geçmişi:

2020, Eskişehir Teknik Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Kimya Mühendisliği
Anabilim Dalı, Kimyasal Teknolojiler Bölümü

2019, Anadolu Üniversitesi, Açıköğretim Fakültesi, İşletme

2016, Anadolu Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

2017, Sarp Havacılık Lojistik, Satış-Kimya Mühendisi

Bilimsel Faaliyetler/Sertifikalar:

2020, İlk Yardım Sertifikası

2017, Havuz Operatörlüğü Sertifikası, GETOB Marmaris

2017, International Conference on Chemical and Biochemical Engineering (ICCBE) in
Krakow, Poland.

2016, VSCHT, Prague (University Of Chemistry and Technology) (Prag / Çek
Cumhuriyeti) Erasmus Proje Stajı - Proje Araştırma Stajyeri