

DOKUZ EYLÜL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

DOĞAL LİF TAKVİYELİ KOMPOZİT LİFLERİN
ÜRETİM VE KULLANIM ÖZELLİKLERİNİN
ARAŞTIRILMASI

Yasemin SEKİ

Eylül, 2016
İZMİR

DOĞAL LİF TAKVİYELİ KOMPOZİT LİFLERİN ÜRETİM VE KULLANIM ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü

Doktora Tezi

Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı

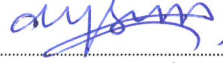
Yasemin SEKİ

Eylül, 2016

İZMİR

DOKTORA TEZİ SINAV SONUÇ FORMU

YASEMİN SEKİ tarafından PROF. DR. AYSUN AKŞİT yönetiminde hazırlanan “DOĞAL LİF TAKVİYELİ KOMPOZİT LİFLERİN ÜRETİM VE KULLANIM ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI” başlıklı tez tarafımızdan okunmuş, kapsamı ve niteliği açısından bir doktora tezi olarak kabul edilmiştir.



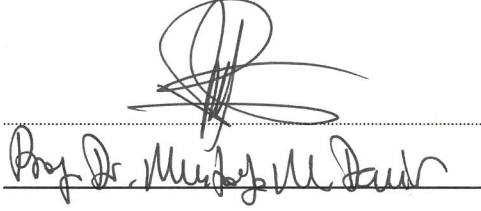
Prof. Dr. Aysun AKŞİT

Yönetici



Prof. Dr. Ayşe OKUR

Jüri Üyesi

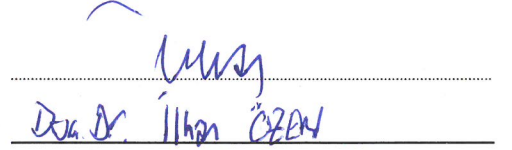


Jüri Üyesi



Yrd. Doç. Dr. Mehmet SARIKANAT

Jüri Üyesi



Jüri Üyesi



Müdür

Fen Bilimleri Enstitüsü

TEŞEKKÜR

Doktora tezi konusunun belirlenmesini sağlayan hocam Sayın Prof. Dr. Nilüfer ERDEM' e, tezin yürütülmesi ve tamamlanması sürecinde bilgi ve deneyimlerini esirgemeyen danışman hocam Sayın Prof. Dr. Aysun AKŞİT' e teşekkürü bir borç bilirim.

Tez çalışmam sırasında değerli görüşleri ve fikirleri ile beni sürekli yönlendiren, her zaman yardım ve desteklerini gördüğüm tez izleme komitesi üyesi hocalarım Sayın Prof. Dr. Ayşe OKUR ve Ege Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü öğretim üyesi Sayın Yrd. Doç. Dr. Mehmet SARIKANAT' a teşekkürlerimi sunarım.

Gerek tez çalışmamda gerek akademik hayatımda bana her türlü maddi ve manevi desteği ve yardımıyla yanımda olan, bilgisini ve tecrübesini her daim benimle paylaşan hocam Sayın Doç. Dr. Ümit Halis ERDOĞAN' a teşekkür ederim.

Akademik hayatıma başladığım ilk günden itibaren akademik çalışmalarımın yanı sıra, her konuda ilgisini esirgemedi beni destekleyen, değerli fikirleri ile bana her zaman yol gösteren ve motive eden hocam Sayın Doç. Dr. Vildan SÜLAR' a teşekkür ederim.

Doktora tezimin deneysel çalışmalarının farklı aşamalarında katkıda bulunarak bana destek veren İzmir Katip Çelebi Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü öğretim üyesi Sayın Doç. Dr. Özgür SEYDİBEYOĞLU' na, İzmir Katip Çelebi Üniversitesi Makina Müh. Bölümü öğretim üyesi Sayın Doç. Dr. Kutlay SEVER' e, İzmir Katip Çelebi Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü öğretim üyesi Sayın Yrd. Doç. Dr. Mustafa EROL' a, Sayın Yrd. Doç. Dr. Aylin Ziylan' a, Dr. Aylin ALTINIŞIK' a, Dr. Aslıhan SÜSLÜ TUNA' ya, Ege Üniversitesi Kimya Bölümü öğretim elemanı Arş. Gör. Yasemin İŞLEK COŞKUN' a, Arş. Gör. Gülşah Ekin KARTAL' a, Teks. Yük. Müh. Gözde AYDOĞDU' ya, Teks. Yük. Müh. Sinem ÖZTÜRK' e, Tekn. Özlem ERGÜN' e, Tekn. Tuğba Can AKKURT' a, Uzman Serdar Yıldırım' a, Dokuz Eylül Üniversitesi Metalurji ve

Malzeme Mühendisliği Bölümü asistanlarına, bölümümüz yüksek lisans ve doktora öğrencilerine teşekkür ederim.

Tez kapsamında katkı materyali olarak kullanılan jüt liflerinin temini için Atlantik Halı A.Ş.'ye, granül ve lif üretimlerinin gerçekleştirilmesini sağlayan Senkroma Global Colors çalışanı Sayın Ünal AKSOY' a ve Clariant A.Ş. üretim müdürü Sayın Yakup KOLCU' ya ve ekiplerine teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmam Dokuz Eylül Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Şube Müdürlüğü tarafından 2013.KB.FEN.037 numaralı proje ve Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu tarafından 111M498 numaralı proje ile desteklenmiştir.

Hiçbir fedakârlıktan kaçınmadan beni bu noktaya kadar getiren, her zaman her anlamda desteklerini gördüğüm sevgili annem Nilgün BULUT' a ve sevgili babam Musa BULUT' a, sevgili kardeşim Müge BULUT' a, tüm aileme ve dostlarıma en içten sonsuz teşekkürlerimi sunarım. Hayatımın her anında sevgi ve sabırla her zaman yanımda olduğunu hissettiren, değerli görüşlerini ve tecrübeleri ile beni her zaman destekleyen, en umutsuz olduğum anlarda bile beni yılmadan sürekli teşvik eden, değerleri fikirleri ile tezime yön veren, kendisinden çok şey öğrendiğim sevgili eşim D.E.Ü. Kimya bölümü öğretim üyesi Sayın Prof. Dr. Yoldaş SEKİ' ye yürekten şükranlarımı sunarım.

Son olarak bu doktora tez çalışmamı, her zaman her koşulda beni destekleyen sevgili annem Nilgün BULUT' a ithaf ediyorum.

Yasemin SEKİ

DOĞAL LİF TAKVİYELİ KOMPOZİT LİFLERİN ÜRETİM VE KULLANIM ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

ÖZ

Bu doktora tezi çalışmasında, ülkemizde ve dünyada önemli bir tekstil hammaddesi olan polipropilen liflerinin üretimi sırasında polimer içerisine selüloz esaslı doğal lifler eklenerek kompozit lifler üretilmesi ve polipropilen liflerinin yapısal ve fiziksel özelliklerine olan etkisinin değerlendirilmesi amaçlanmaktadır.

Kompozit liflerin üretim aşamasında öncelikle polipropilene eklenecek olan jüt lifleri toz hale getirilmiş ve sonrasında polipropilen içerisindeki dağılımını sağlamak için farklı kimyasal maddeler ve farklı işlem parametrelerinde modifikasyon çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Uygulanan yüzey kimyası analiz sonuçları dikkate alınarak jüt lifi yüzey hidrofiliğinin azaltılmasında en etkili olan modifikasyon parametreleri belirlenmiş ve modifiye edilmiştir. Tez çalışması kapsamında, farklı modifikasyon işlem parametrelerinin jüt lifinin yüzey kimyasına olan etkilerinin analiz edilmesi sonucu, yüzey hidrofiliğinin azaltılması dikkate alınarak jüt lifleri sodyum perborat trihidrat ve silikon yağı ile modifiye edilmiştir. Modifiye jüt lifleri çift vidalı ekstrüderde ağırlıkça farklı oranlarda polipropilene eklenerek polipropilen kompozit granülleri üretilmiş, eriyikten lif çekim makinesinde kompozit liflerin üretimi gerçekleştirilmiş ve analiz edilmiştir. Ayrıca çalışma kapsamında, halı atkı ipliği olarak kullanılan jüt atıklarının da modifiye edilerek polipropilene katkılandırılması ile polipropilen kompozit lifleri üretilmiş ve analizleri gerçekleştirilmiştir.

Yapılan lif üretim denemeleri sonucu kompozit filamentlerin üretilebilirliği açısından en yüksek jüt katkı oranı belirlenmiştir. Daha düşük katkı oranlarında polipropilen liflerinin özellikleri önemli derecede değişmezken, daha yüksek katkı oranlarında eriyikten lif çekimi sırasında ekstrüderde filtrelerde meydana gelen tıkanmalar ve alınan filamentlerin godet çıkırıklarına sarılamayıp kristalizasyonun ve oryantasyonun geliştirilememesi gibi teknik sorunlarla karşı karşıya kalınmıştır.

Modifiye jüt katkısının polipropilen liflerinin yapısal ve mekaniksel özelliklerine etki ettiği, hidrofob karakterdeki polipropilenin nem alımını ve hidrofilliğini önemli derecede arttırdığı belirlenmiştir. Elde edilen sonuçların, benzer konularda çalışan araştırmacılara ve sektördeki sentetik lif üretiminde faaliyet gösteren üreticilere doğal malzeme katkılı sentetik liflerinin geliştirilmesi ile ilgili çalışmalara katkı sağlayacağı öngörülmektedir.

Anahtar kelimeler: Polipropilen, jüt, kompozit lif, selüloz, modifikasyon, eriyikten lif çekimi, sodyum perborat trihidrat, nem alımı, kristalizasyon, silikon yağı, floresans mikroskop.

AN INVESTIGATION ON PRODUCTION AND PROPERTIES OF NATURAL FIBRES REINFORCED COMPOSITE FIBRES

ABSTRACT

In this doctorate dissertation, it is purposed to manufacture composite fibers by adding cellulose based natural fibers into molten polymer during spinning of polypropylene fibers which are very important textile raw material in both our country and world and to assess effect of addition on structural and physical properties of polypropylene fibers.

In production of composite fibers, jute fibers are converted into particulate and surface treatments by using different chemicals and parameters were performed in order to provide distribution of particles in polypropylene fiber. The most effective modification process parameters for decreasing surface hydrophilicity were determined by taking into account results of surface chemistry analysis and jute fibers were modified. In this study, jute fibers were modified with sodium perborate trihydrate and silicone oil by considering decreasing surface hydrophilicity as a result of evaluating effect of different modification parameters on surface chemistry of jute by different analysis methods. Polypropylene granules having modified jute fibers in different contents were produced by using twin screw extruder, filaments were spun by melt spinning and analyzed. Additionally, composite fibers were manufactured by adding modified waste jute fibers which are used as weft yarn in carpets and analyzed.

The maximum weight ratio of jute fibers was determined for spinnability of polypropylene filaments. In lower contents of particles, properties of filament slightly affected whereas technical problems such as blockage of filters in extruder in melt spinning and not developing of crystallization of filaments as a result of nonstretching occurred in case of higher contents. It is determined that modified jute influenced structural and mechanical properties and also increased moisture absorption and hydrophilicity of polypropylene fibers significantly. It is thought that

obtained findings will contribute researchers who study similar issues and manufacturers performing in synthetic fiber production on development of chemical fibers doped with natural additives.

Keywords: Polypropylene, jute, composite fiber, cellulose, modification, melt fiber spinning, sodium perborate trihydrate, moisture absorption, crystallization, silicone oil, fluorescence microscope.



İÇİNDEKİLER

	Sayfa
DOKTORA TEZİ SINAV SONUÇ FORMU	ii
TEŞEKKÜR	iii
ÖZ	v
ABSTRACT	vii
ŞEKİLLER LİSTESİ	xv
TABLolar LİSTESİ	xx
BÖLÜM BİR-GİRİŞ	1
1.1 Polipropilen Lifleri	2
1.1.1 Polipropilenin Polimerizasyonu.....	3
1.1.2 Polipropilenin Temel Özellikleri	8
1.1.3 Polipropilen Lif Üretim Yöntemleri	12
1.1.4 Modifiye Polipropilen Liflerinin Üretim Yöntemleri	19
1.1.5 Polipropilen Liflerinin Kullanım Alanları.....	20
1.2 Bitkisel Esaslı Doğal Lifler ile İlgili Genel Bilgiler ve Jüt Lifleri.....	22
1.3 Kompozit ve Arayüzey Kavramları	34
1.3.1 Selüloz Esaslı Doğal Liflere Uygulanan Kimyasal Modifikasyon Yöntemleri.....	35
1.3.1.1 Alkali İşlem.....	36
1.3.1.2 Bağlayıcı Maddeler ile Modifikasyon	37
1.3.1.3 Asetilasyon Modifikasyonu	39
1.3.1.4 Benzoilasyon Modifikasyonu.....	40
1.3.1.5 Aşılama Polimerizasyonu	40
1.3.1.6 Selüloz Esaslı Liflerin Oksidasyonu.....	43
1.3.1.7 Liflerin Sıvı Polimer Çözeltileri ile Emdirilmesi	44
1.3.1.8 Selüloz Esaslı Liflerin Metanol Grubu (-CH ₂ OH) İçeren Bileşenler ile Modifikasyonu	45

1.3.2 Selüloz Esaslı Doğal Liflere Uygulanan Fiziksel Modifikasyon Yöntemleri.....	45
1.4 Önceki Çalışmalar	46
1.4.1 Farklı Modifikasyon İşlemlerinin Selüloz Esaslı Liflerin Özelliklerine Etkisinin İncelenmesi ile İlgili Çalışmalar.....	47
1.4.2 Selüloz Esaslı Lif Takviyeli Kompozit Malzemeler ile İlgili Çalışmalar	54
1.4.3 Partikül Katkılı Polipropilen Liflerinin Özelliklerinin İncelenmesi ile İlgili Çalışmalar	62
1.5 Çalışmanın Amacı	65
BÖLÜM İKİ-MATERYAL VE METOT.....	68
2.1 Materyal	68
2.2 Jüt İpliklerinin Modifikasyon İşlemleri ve Karakterizasyonu	70
2.2.1 Modifikasyon İşlemleri	70
2.2.2 Ham ve Modifiye Jüt İpliklerinin Karakterizasyonu	70
2.2.2.1 X-ışını Fotoelektron Spektroskopisi (XPS) Analizi	71
2.2.2.2 Fourier Dönüştürümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) Analizi	71
2.2.2.3 Nem Absorpsiyon Özelliklerinin Belirlenmesi	71
2.2.2.4 Mekanik Özelliklerin Belirlenmesi	71
2.2.2.5 Jüt İpliklerinin Yüzey Özelliklerinin Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) ile İncelenmesi	71
2.2.2.6 Jüt İplikleri ile Polipropilenin Arayüzey Kayma Dayanımının (IFSS) Belirlenmesi (Pull-out Test)	72
2.3 Toz Haldeki Jüt Liflerinin Sodyum Perborat Trihidratın Farklı Konsantrasyonlarındaki Sulu Çözeltileri ile Düşük Sıcaklıkta Modifikasyon İşlemleri ve Karakterizasyonu	73
2.3.1 Öğütme İşlemleri ve Partikül Boyut Analizi	73
2.3.2 Modifikasyon İşlemleri	75
2.3.3 Karakterizasyon Analizleri ve Uygulanan Testler.....	75
2.3.3.1 XPS Analizi.....	75
2.3.3.2 FTIR Analizi	75

2.3.3.3 X-ışını Difraktometresi (XRD) Analizi	75
2.3.3.4 Liflerin Renk Analizi	76
2.4 Toz Haldeki Jüt Liflerinin Sodyum Perborat Trihidratın Farklı Konsantrasyonlarındaki Sulu Çözeltileri ile Yüksek Sıcaklıkta Modifikasyon İşlemleri ve Karakterizasyonu	77
2.4.1 Modifikasyon İşlemleri	77
2.4.2 Karakterizasyon Analizleri ve Uygulanan Testler	77
2.4.2.1 XPS Analizi	77
2.4.2.2 FTIR Analizi	77
2.5 Sodyum Perborat Trihidrat (SPJ) ile Modifiye Edilen Jüt Katkılı Kompozit Lif Üretimi ve Karakterizasyonu	78
2.5.1 Modifiye Jüt Lifi Katkılı Polipropilen Granüllerinin Üretimi	78
2.5.2 Modifiye Jüt Lifi Katkılı Polipropilen Liflerinin Üretimi	79
2.5.3 Karakterizasyon Analizleri ve Uygulanan Testler	81
2.5.3.1 Polipropilen Liflerinin Numara Tayini ve Lif Numaraları	81
2.5.3.2 FTIR Analizi	81
2.5.3.3 Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analizi	81
2.5.3.4 XRD Analizi	81
2.5.3.5 Polipropilen Liflerinin Tek Lif Mukavemetinin Belirlenmesi	82
2.5.3.6 Polipropilen Liflerinin Nem Absorpsiyon Özelliklerinin Belirlenmesi	82
2.5.3.7 Polipropilen Liflerinden Örme Kumaş Üretimi	82
2.5.3.8 Polipropilen Örme Kumaşların Kılcal Yükselmelerinin Belirlenmesi (Dikey Islanma Testi)	82
2.5.3.9 Polipropilen Örme Kumaşların Isıl İletkenlik Özelliklerinin Belirlenmesi	83
2.5.3.10 Termogravimetrik Analiz (TGA)	83
2.5.3.11 Renk Analizi	83
2.5.3.12 Polipropilen Liflerinin Floresans Mikroskop ile İncelenmesi	83
2.6 Toz Haldeki Jüt Liflerinin Farklı Yöntemler ile Modifikasyon İşlemleri ve Karakterizasyonu	84
2.6.1 Modifikasyon İşlemleri	84

2.6.1.1 Enzimatik Modifikasyon.....	84
2.6.1.2 Stearik Asit ve Silikon Yağı ile Modifikasyon	84
2.6.1.3 Tetra Etoksi Silan Bağlayıcı Maddesi ile Modifikasyon	85
2.6.2 Karakterizasyon Analizleri ve Uygulanan Testler	85
2.6.2.1 XPS Analizi.....	85
2.6.2.2 FTIR Analizi	85
2.6.2.3 TGA Analizi.....	85
2.6.2.4 Jüt Liflerinin Nem İçeriğinin Belirlenmesi.....	86
2.6.2.5 Jüt Liflerinin Yüzey Özelliklerinin Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile İncelenmesi.....	86
2.7 Silikon Yağı (ScJ) ile Modifiye Edilen Jüt Katkılı Kompozit Lif Üretimi ve Karakterizasyonu.....	86
2.7.1 Modifiye Jüt Lifi Katkılı Polipropilen Granüllerinin Üretimi.....	86
2.7.2 Modifiye Jüt Lifi Katkılı Polipropilen Liflerinin Üretimi.....	87
2.7.3 Karakterizasyon Analizleri ve Uygulanan Testler.....	88
2.7.3.1 Polipropilen Liflerinin Numara Tayini ve Lif Numaraları	88
2.7.3.2 FTIR Analizi	89
2.7.3.3 DSC Analizi	89
2.7.3.4 TGA Analizi.....	89
2.7.3.5 Polipropilen Liflerinin Nem Absorpsiyon Özelliklerinin Belirlenmesi.....	89
2.7.3.6 Polipropilen Liflerinin Boyarmadde Alımının İncelenmesi ve Renk Analizi	89
2.7.3.7 Dispers Boyarmadde ile Boyanan Polipropilen Liflerinin Yıkama Haslığının Belirlenmesi.....	90
2.7.3.8 Polipropilen Liflerinin Floresans Mikroskop İle İncelenmesi	90
2.8 Toz Haldeki Halı Atığı Jüt Liflerinin Farklı Kimyasal Maddeler ile Modifikasyonu ve Karakterizasyonu	91
2.9 Farklı Kimyasal Maddeler ile Modifiye Edilen Halı Atığı Jüt Partikülleri Katkılı Polipropilen Liflerinin Üretimi ve Karakterizasyonu.....	93

BÖLÜM ÜÇ–SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ.....96

3.1 Modifikasyonun Jüt İpliklerine Etkisi	96
3.1.1 XPS Analizi	96
3.1.2 FTIR Analizi	101
3.1.3 Jüt İpliklerinin Nem Absorpsiyon Özellikleri	103
3.1.4 Jüt İpliklerinin Mekanik Özellikleri.....	103
3.1.5 Jüt Liflerinin AFM Görüntüleri.....	105
3.1.6 Jüt İplikleri ile Polipropilenin Arayüzey Kayma Dayanımı (IFSS).....	107
3.2 Sodyum Perborat Trihidratın Farklı Konsantrasyonlarındaki Sulu Çözeltileri ile Modifikasyonun Toz Haldeki Jüt Liflerine Etkisi.....	108
3.2.1 XPS Analizi	108
3.2.2 FTIR Analizi	112
3.2.3 XRD Analizi	113
3.2.4 Renk Analizi	115
3.3 Sodyum Perborat Trihidratın Farklı Konsantrasyonlarındaki Sulu Çözeltileri ile Yüksek Sıcaklıkta Yapılan Modifikasyonun Toz Haldeki Jüt Liflerine Etkisi	117
3.3.1 XPS Analizi	117
3.3.2 FTIR Analizi	123
3.4 Sodyum Perborat Trihidrat (SPJ) ile Modifiye Edilen Jüt Katkısının Polipropilen Liflerine Etkisi	124
3.4.1 SPJ Katkılı Polipropilen Liflerinin FTIR Analizi.....	124
3.4.2 SPJ Katkılı Polipropilen Liflerinin DSC Analizi.....	126
3.4.3 SPJ Katkılı Polipropilen Liflerinin XRD Analizi	129
3.4.4 SPJ Katkılı Polipropilen Liflerinin Mekanik Özellikleri	131
3.4.5 SPJ Katkılı Polipropilen Liflerinin Nem İçeriği	132
3.4.6 SPJ Katkılı Polipropilen Örme Kumaşların Kılcal Yükselmesi.....	133
3.4.7 SPJ Katkılı Polipropilen Örme Kumaşların Termal İletkenlikleri.....	134
3.4.8 SPJ Katkılı Polipropilen Liflerinin TGA Analizi	135
3.4.9 SPJ Katkılı Polipropilen Liflerinin Renk Analizi	137
3.4.10 SPJ Katkılı Polipropilen Liflerinin Floresans Mikroskop İncelemesi	138
3.5 Farklı Kimyasal Modifikasyon İşlemlerinin Toz Haldeki Jüt Liflerine Etkisi	139

3.5.1 XPS Analizi	139
3.5.2 FTIR Analizi	144
3.5.3 TGA Analizi	147
3.5.4 Toz Haldeki Jüt Liflerinin Nem İçeriği	148
3.5.5 Toz Haldeki Jüt Liflerinin SEM Görüntüleri	149
3.6 Silikon Yağı (ScJ) ile Modifiye Edilen Jüt Katkısının Polipropilen Liflerine Etkisi	151
3.6.1 ScJ Katkılı Polipropilen Liflerinin FTIR Analizi	151
3.6.2 ScJ Katkılı Polipropilen Liflerinin DSC Analizi	152
3.6.3 ScJ Katkılı Polipropilen Liflerinin TGA Analizi	154
3.6.4 ScJ Katkılı Polipropilen Liflerinin Nem İçeriği	155
3.6.5 %100 Polipropilen, %1,4 SPJ/PP ve Silikon Yağı ile Modifiye Edilen Jüt Partikülleri Katkılı Polipropilen Liflerinin Boyarmadde Alımının İncelenmesi, Renk Analizi ve Yıkama Haslığı	156
3.6.6 Dispers Boyarmadde ile Boyanan Renkli %100 Polipropilen, %1,4 SPJ/PP ve %1,4 ScJ/PP Liflerinin FTIR Analizi	159
3.6.7 ScJ Katkılı Polipropilen Liflerinin Floresans Mikroskop İncelemesi..	161
BÖLÜM DÖRT–SONUÇ VE ÖNERİLER	165
KAYNAKLAR	170

ŞEKİLLER LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1 Polipropilenin liflerinin dünya üretim miktarlarının yıllara göre değişimi ...	3
Şekil 1.2 Propilen ve polipropilenin polimerizasyon denklemi	3
Şekil 1.3 Propilen polimerizasyonu	5
Şekil 1.4 Farklı stereoimerik yapılarıdaki polipropilen	7
Şekil 1.5 Monoklinik polipropilenin birim ünitesi	9
Şekil 1.6 İzotaktik polipropilenin farklı kristal formlarının X-ışını difraktogramı	9
Şekil 1.7 Polipropilen lifleri için üretim yöntemleri.....	13
Şekil 1.8 Eriyikten lif çekim yöntemi.....	14
Şekil 1.9 Tek vidalı ekstrüder.....	15
Şekil 1.10 Çift vidalı ekstrüder.....	15
Şekil 1.11 Düzelerden fışkırtılan eriyik haldeki polimer madde.....	15
Şekil 1.12 Düzce	16
Şekil 1.13 Film yarma (şişme yöntemi) üretim hattı	17
Şekil 1.14 Sentetik çim halı.....	17
Şekil 1.15 Dokusuz yüzey üretimi için eriyikten üfleme yöntemi	18
Şekil 1.16 Dokusuz yüzey üretimi için filament serme yöntemi.....	19
Şekil 1.17 Renk pigmenti katkılı polipropilen granülleri	20
Şekil 1.18 Masterbatch ve kompozit liflerin üretim aşamalarının şematik olarak gösterimi	20
Şekil 1.19 Medikal tekstiller	21
Şekil 1.20 Jeotekstiller.....	21
Şekil 1.21 Otomotiv tekstiller	22
Şekil 1.22 Glikozun genel yapı formülü	24
Şekil 1.23 Selülozun genel yapı formülü.....	24
Şekil 1.24 Glikozun ünitesinin $^4C_1$ sandalye konformasyonunda bağlanması.....	25
Şekil 1.25 Bitkisel liflerin içyapısının şematik olarak gösterimi	27
Şekil 1.26 Bitkisel liflerin kimyasal bileşenlerinin lif içerisinde yerleşiminin şematik olarak gösterimi.....	28
Şekil 1.27 Jüt liflerinin yıllara göre dünya üretim miktarları.....	29

Şekil 1.28 Jüt bitkisi ve jüt bitkilerinin hasadı	30
Şekil 1.29 Jüt bitkilerinin havuzlanması ve elle soyulmasının şematik olarak gösterimi	30
Şekil 1.30 Havuzlama sonrası elde edilen jüt lifleri	30
Şekil 1.31 Jüt liflerinin enine kesit şekli	31
Şekil 1.32 Jüt lifinin hücre yapısı	31
Şekil 1.33 Jüt lifinin boyuna (x5000) ve enine (x180) görünüşü	32
Şekil 1.34 Kompozit malzemelerde arayüzün şematik olarak gösterimi.....	35
Şekil 1.35 Ham ve alkali ile muamele edilen jüt liflerinin şematik olarak gösterimi	36
Şekil 1.36 Selüloz esaslı lifler ile alkali etkileşimi.....	36
Şekil 1.37 Silan bileşiğinin hidroliz reaksiyonu ve jüt lifi ile etkileşimi.....	38
Şekil 1.38 Selülozik lif ile isosiyanat etkileşimi	38
Şekil 1.39 Selülozik lif ile triazin türevlerinin etkileşimi	39
Şekil 1.40 Selülozik lif ile asetik anhidrid etkileşimi	40
Şekil 1.41 Selülozik lif ile benzoil klorit etkileşimi	40
Şekil 1.42 Selülozik liflerin hidroksil grupları ile akrilonitril etkileşimi.....	41
Şekil 1.43 Selülozik lif ile MAPP etkileşimi	42
Şekil 1.44 Jüt, MAPP ve polipropilen (PP) etkileşimi	42
Şekil 1.45 Selüloz ile potasyum permanganat etkileşimi	43
Şekil 1.46 Selülozik lifler ile polietilen radikal etkileşimi.....	44
Şekil 1.47 Mikrokristalin selüloz ve selüloz nano çubukları	64
Şekil 2.1 IFSS testi için hazırlanan test numunesinin şematik olarak gösterimi.....	72
Şekil 2.2 Retsch Cutting Mills SM 100 marka öğütücü	73
Şekil 2.3 Fritsch Pulverisette 7 marka öğütücü	74
Şekil 2.4 Jüt partiküllerinin boyut dağılımı ve yüzdesel oranları.....	74
Şekil 2.5 Çift vidalı ekstrüderin şematik olarak gösterimi.....	78
Şekil 2.6 Kompozit lifler için üretim aşamaları	80
Şekil 2.7 Polipropilen kompozit liflerin üretim şeklinin şematik olarak gösterimi ...	80
Şekil 2.8 C-Therm TCI termal iletkenlik test cihazı.....	83
Şekil 2.9 Polipropilen liflerinin dispers boyarmadde ile boyama grafiği	90
Şekil 2.10 Halı atığı jüt partiküllerinin boyut dağılımı ve yüzdesel oranları.....	91
Şekil 3.1 J kodlu jüt lifinin C1s dekonvülasyonu.....	99

Şekil 3.2	PDJ kodlu jüt lifinin C1s dekonvüasyonu	99
Şekil 3.3	PMJ kodlu jüt lifinin C1s dekonvüasyonu.....	99
Şekil 3.4	SPJ kodlu jüt lifinin C1s dekonvüasyonu	100
Şekil 3.5	J kodlu jüt lifinin O1s dekonvüasyonu	100
Şekil 3.6	PDJ kodlu jüt lifinin O1s dekonvüasyonu	100
Şekil 3.7	PMJ kodlu jüt lifinin O1s dekonvüasyonu	101
Şekil 3.8	SPJ kodlu jüt lifinin O1s dekonvüasyonu.....	101
Şekil 3.9	Ham ve modifiye jüt liflerinin FTIR spektrumları	102
Şekil 3.10	Ham ve modifiye jüt ipliklerinin nem içeriği ve nem geri kazanımı	103
Şekil 3.11	Ham ve modifiye jüt ipliklerinin kopma mukavemeti	104
Şekil 3.12	Ham ve modifiye jüt ipliklerinin elastisite modülü	104
Şekil 3.13	Ham jüt lifinin AFM görüntüsü	105
Şekil 3.14	PDJ kodlu jüt lifinin AFM görüntüsü	106
Şekil 3.15	PMJ kodlu jüt lifinin AFM görüntüsü.....	106
Şekil 3.16	SPJ kodlu lifin AFM görüntüsü	106
Şekil 3.17	J kodlu jüt lifinin C1s dekonvüasyonu.....	110
Şekil 3.18	%0,5 SPJ kodlu jüt lifinin C1s dekonvüasyonu.....	110
Şekil 3.19	%1 SPJ kodlu jüt lifinin C1s dekonvüasyonu.....	110
Şekil 3.20	%2 SPJ kodlu jüt lifinin C1s dekonvüasyonu.....	111
Şekil 3.21	Ham jüt lifinin O1s dekonvüasyonu	111
Şekil 3.22	%0,5 SPJ kodlu jüt lifinin O1s dekonvüasyonu	111
Şekil 3.23	%1 SPJ kodlu jüt lifinin O1s dekonvüasyonu	112
Şekil 3.24	%2 SPJ kodlu jüt lifinin O1s dekonvüasyonu	112
Şekil 3.25	Ham ve SPJ kodlu jüt liflerinin FTIR spektrumları.....	113
Şekil 3.26	Ham ve modifiye jüt liflerinin XRD desenleri	114
Şekil 3.27	Sodyum perboratın kimyasal formülü.....	116
Şekil 3.28	J kodlu jüt lifinin C1s dekonvüasyonu.....	119
Şekil 3.29	%5 SPJ kodlu jüt lifinin C1s dekonvüasyonu.....	119
Şekil 3.30	%10 SPJ kodlu jüt lifinin C1s dekonvüasyonu.....	119
Şekil 3.31	%15 SPJ kodlu jüt lifinin C1s dekonvüasyonu.....	120
Şekil 3.32	%20 SPJ kodlu jüt lifinin C1s dekonvüasyonu.....	120
Şekil 3.33	%30 SPJ kodlu jüt lifinin C1s dekonvüasyonu.....	120

Şekil 3.34 J kodlu jüt lifinin O1s dekonvülasyonu.....	121
Şekil 3.35 %5 SPJ kodlu jüt lifinin O1s dekonvülasyonu	121
Şekil 3.36 %10 SPJ kodlu jüt lifinin O1s dekonvülasyonu	121
Şekil 3.37 %15 SPJ kodlu jüt lifinin O1s dekonvülasyonu	122
Şekil 3.38 %20 SPJ kodlu jüt lifinin O1s dekonvülasyonu	122
Şekil 3.39 %30 SPJ kodlu jüt lifinin O1s dekonvülasyonu	122
Şekil 3.40 Ham ve %10 SPJ jüt liflerinin FTIR spektrumları.....	124
Şekil 3.41 Farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin FTIR spektrumları ..	125
Şekil 3.42 Farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin (a) ekzotermik (kristalizasyon) ve (b) endotermik (erime) pikleri	128
Şekil 3.43 Farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin XRD desenleri	131
Şekil 3.44 Farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin nem içeriği	133
Şekil 3.45 Farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin kılcal yükselmesi	134
Şekil 3.46 Farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin termal iletkenliği	135
Şekil 3.47 Ham jüt ve farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin TGA grafikleri.....	137
Şekil 3.48 Jüt (x100) ve farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin (x50) floresans mikroskop görüntüleri.....	139
Şekil 3.49 Ham ve modifiye jüt liflerinin XPS grafikleri	141
Şekil 3.50 Ham jüt lifinin C1s ve O1s pikleri	141
Şekil 3.51 Lakkaz/tween 20 ile modifiye edilen jüt lifinin C1s ve O1s pikleri	142
Şekil 3.52 Silikon yağı ile modifiye edilen jüt lifinin C1s, O1s ve Si2p pikleri	142
Şekil 3.53 Silan bağlayıcı maddesi ile modifiye edilen jüt lifinin C1s, O1s ve Si2p pikleri.....	143
Şekil 3.54 Stearik asit ile modifiye edilen jüt lifinin C1s ve O1s pikleri	143
Şekil 3.55 Ham ve modifiye jüt liflerinin FTIR spektrumları.....	146
Şekil 3.56 Toz haldeki jüt liflerinin DTG-TGA grafikleri.....	148
Şekil 3.57 Toz haldeki jüt liflerinin nem içeriği.....	149
Şekil 3.58 Jüt liflerinin SEM görüntüleri (x500).....	150
Şekil 3.59 %100 PP ve ScJ katkılı polipropilen liflerinin FTIR spektrumları.....	152
Şekil 3.60 %100 PP ve ScJ katkılı polipropilen liflerinin DSC grafikleri.....	153
Şekil 3.61 %100 PP lifinin TGA-DTG grafikleri.....	154

Şekil 3.62 Farklı oranlarda ScJ katkılı polipropilen liflerinin DTG grafikleri.....	155
Şekil 3.63 ScJ katkısının polipropilen lifinin nem içeriğine etkisi.....	156
Şekil 3.64 Dispers boyarmadde ile boyanmış ve ham polipropilen liflerinin FTIR spektrumlarının karşılaştırmalı gösterimi	160
Şekil 3.65 Dispers boyarmadde ile boyanmış polipropilen liflerinin FTIR spektrumları	161
Şekil 3.66 %1,4 ScJ/PP liflerinin floresans mikroskop görüntüleri (x50)	162
Şekil 3.67 %1,7 ScJ/PP liflerinin floresans mikroskop görüntüleri (x50)	163
Şekil 3.68 %2 ScJ/PP liflerinin floresans mikroskop görüntüleri (x50).....	163

TABLÖLAR LİSTESİ

Sayfa

Tablo 1.1 Farklı molekül ağırlıklarına sahip izotaktik polipropilen polimerinin farklı çözgenlerdeki çözünürlüğünün sıcaklık etkisine göre değişimi	11
Tablo 1.2 Polipropilenin temel fiziksel özellikleri	12
Tablo 1.3 Kompozit malzeme yapımında en çok kullanılan selüloz esaslı doğal liflerin kimyasal içerikleri.....	27
Tablo 1.4 Jüt liflerinin bazı fiziksel özellikleri	33
Tablo 2.1 Polipropilen liflerinin üretim parametreleri.....	79
Tablo 2.2 Polipropilen liflerinin numaraları	81
Tablo 2.3 Polipropilen liflerinin üretim parametreleri.....	88
Tablo 2.4 Polipropilen liflerinin numaraları	88
Tablo 2.5 Farklı kimyasal maddeler ile modifiye edilen halı atığı jüt lifleri katkılı polipropilen liflerinin bileşenleri, ağırlıkça bileşim oranları (%) ve kodlamaları.....	93
Tablo 2.6 Polipropilen liflerinin üretim parametreleri.....	94
Tablo 2.7 Polipropilen liflerinin lif numaraları	95
Tablo 3.1 Ham ve modifiye jüt liflerinin yüzeyinde tespit edilen atomik konsantrasyonlar ve C/O oranı.....	97
Tablo 3.2 Ham ve modifiye jüt liflerinin yüzeyinde tespit edilen fonksiyonel gruplar ve oranları	98
Tablo 3.3 Ham ve modifiye jüt liflerinin ortalama yüzey pürüzlülük değerleri	105
Tablo 3.4 Ham ve modifiye jüt ipliklerinin IFSS değerleri	107
Tablo 3.5 Ham ve 25 dakika süre ile modifiye edilen toz haldeki jüt liflerinin yüzey bileşimi.....	108
Tablo 3.6 Ham ve 25 dakika süre ile modifiye edilen toz haldeki jüt liflerinin yüzeyinde tespit edilen fonksiyonel gruplar ve oranları.....	109
Tablo 3.7 Ham ve 25 dakika süre ile modifiye edilen toz haldeki jüt liflerinin kristalinite indeks değerleri.....	114
Tablo 3.8 Ham ve 25 dakika süre ile modifiye edilen toz haldeki jüt liflerinin kolorimetrik değerleri	115

Tablo 3.9 Ham ve 30 dakika süre ile 75°C sıcaklıkta modifiye edilen toz haldeki jüt liflerinin yüzeyinde tespit edilen atomik konsantrasyonlar	117
Tablo 3.10 Ham ve 30 dakika süre ile 75°C sıcaklıkta modifiye edilen jüt liflerinin yüzeyinde tespit edilen fonksiyonel gruplar ve oranları.....	118
Tablo 3.11 Farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin DSC verileri.....	126
Tablo 3.12 Farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin kristal yüzeyleri ve boyutları	130
Tablo 3.13 Farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin farklı ölçüm uzunluklarında test edilen özgül mukavemet değerleri	132
Tablo 3.14 Farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin nem içeriği ve nem geri kazanımı değerleri	132
Tablo 3.15 Farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin ortalama kılcal yükselme değerleri.....	134
Tablo 3.16 Farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin TGA sonuçları	136
Tablo 3.17 Farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin renk değerleri.....	138
Tablo 3.18 SPJ partiküllerinin polipropilen lifleri içerisindeki boyut değerleri	138
Tablo 3.19 Ham ve modifiye jüt liflerinin atomik konsantrasyonları	140
Tablo 3.20 Ham ve modifiye jüt liflerinin LOI değerleri	147
Tablo 3.21 Toz haldeki jüt liflerinin kalorimetrik verileri.....	148
Tablo 3.22 %100 PP ve ScJ katkılı polipropilen liflerinin DSC verileri.....	153
Tablo 3.23 %100 PP ve ScJ katkılı polipropilen liflerinin kalorimetrik verileri	154
Tablo 3.24 %100 PP ve ScJ katkılı polipropilen liflerinin nem içeriği	155
Tablo 3.25 Dispers boyarmadde ile boyanan polipropilen liflerinin UV-Vis spektrofotometre analizi sonuçları	157
Tablo 3.26 Dispers boyarmadde ile boyanan polipropilen liflerinin renk analizi değerleri	157
Tablo 3.27 Dispers boyarmadde ile boyanan %100PP, %1,4SPJ/PP ve %1,4ScJ/PP liflerinin yıkama sonrası renk analizi değerlerinin karşılaştırmalı gösterimi	158
Tablo 3.28 Dispers boyarmadde ile boyanan %100PP, %1,4SPJ/PP ve %1,4ScJ/PP liflerinin yıkama haslığı test sonuçları.....	159
Tablo 3.29 ScJ partiküllerinin polipropilen lifleri içerisindeki boyut değerleri.....	162

BÖLÜM BİR

GİRİŞ

Dünyada tekstil ürünlerinin üretiminin ve tüketiminin artması nedeni ile doğal liflerin yetersiz kalması sonucu 1900’lü yıllarda keşfedilen kimyasal liflerin kullanımı sürekli artmaktadır. Aynı zamanda fonksiyonel özellikleri iyileştirilen kimyasal liflerin kullanım alanları ve performans özellikleri de her geçen gün artış göstermektedir.

Medikal tekstillerden spor giysilerine, otomotiv tekstillerinden inşaat uygulamalarına kadar teknik tekstillerin pek çok farklı alanında kullanım potansiyeli yaratmak ve beklenen özellikleri karşılamak amacı ile kimyasal liflere fonksiyonel özellikler kazandırmak için lifler modifiye edilmektedir. Kimyasal liflerin modifikasyonu, üretim sırasında ve üretim sonrasında yapılabilmektedir.

Üretim sırasında liflerin modifikasyonu lif üretim parametrelerinde değişikliğe gitmek, lif kesit şekillerini ve inceliğini değiştirmek ve lif içerisine çeşitli oranlarda farklı katkı maddeleri eklemek şeklinde yapılabilirken, üretim sonrasında ise lif yüzeyine çeşitli bitim işlemleri uygulamak ya da lif yüzeyini kaplamak şeklinde olabilir. Bu tekniklerden kimyasal liflerin farklı oranlarda farklı katkı maddeleri ile modifikasyonu özellikle son yıllarda çok kullanılmakta ve üzerinde yapılan bilimsel çalışmaların sayısı ve çeşitliliği gün geçtikçe artış göstermektedir. Kimyasal liflerin özellikle üretim aşamasında lif çekilecek polimer içerisine uygun partikül boyutlarına sahip katkı maddelerinin eklenmesi liflere termal ve elektriksel iletkenlik, renk, antibakteriyellik, çevre şartlarına dayanıklılık, nem ve su absorpsiyonu gibi farklı fonksiyonel özellikler kazandırabileceği gibi liflerin iç yapı özelliklerini de etkileyerek liflerin mekanik dayanımlarını da kullanım alanına uygun olarak değiştirebilmektedir. Bu yöntem kullanılarak üretilen ve kompozit lifler olarak nitelendirilen kimyasal lifler, hem lif çekilecek polimerin hem de katkı maddelerinin özelliklerini taşımakta, aynı zamanda farklı fonksiyonlar da sergilemektedir.

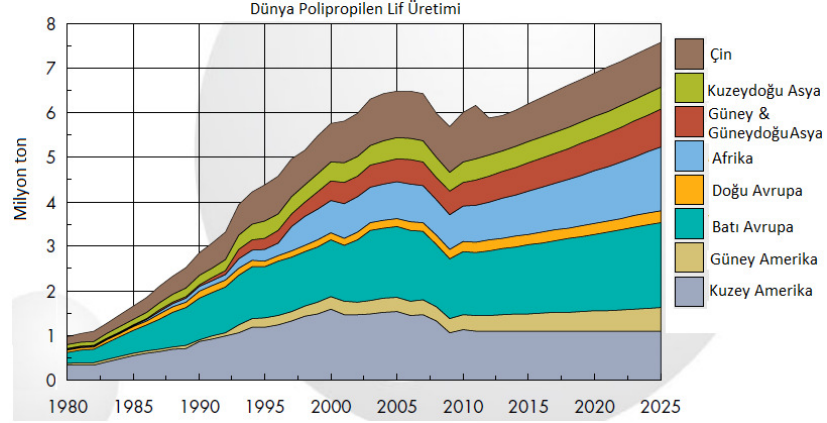
Bu çalışmada, ülkemizde ve dünyada poliesterden sonra en çok kullanılan kimyasal lif olan polipropilen liflerinin nem absorpsiyonunu arttırmak ve yapısal özelliklerini incelemek için jüt liflerinin farklı oranlarda eklenmesi ile kompozit lif üretimi gerçekleştirilmiştir.

1.1 Polipropilen Lifleri

Günümüzde dünyadaki ve ülkemizdeki kimyasal lif üretim sektörünün durumu ve gelişim ivmesi mercek altına alındığında polipropilen liflerinin üretim oranlarının hızla arttığı ve poliesterden sonra en fazla üretim ve kullanım potansiyeline sahip tekstil lifi konumuna geldiği görülmektedir. Yüksek kimyasal dayanımı, düşük yoğunluğu, kolay işlenebilirliği ve hammaddesinin ucuz olması gibi diğer sentetik liflere göre olan üstün özellikleri polipropilen liflerinin teknik tekstiller başta olmak üzere tekstilin birçok alanında kullanım potansiyelini artırmıştır.

2014 yılı istatistik verilerine göre dünya poliolefin lif (kesikli lif ve filament) üretim miktarı yaklaşık 4,9 milyon ton, Türkiye poliolefin lif (kesikli lif ve filament) üretim miktarı ise yaklaşık 0,6 milyon tondur. (Van Bonn, 2015). Polipropilen lif üretim miktarının yıllar bazında artış gösterdiği, 10 yıllık süreç içerisindeki üretim veri tahminlerine göre 2025 yılında yaklaşık 7,5 milyon ton kadar polipropilen lifi üretileceği öngörülmektedir (Şekil 1.1).

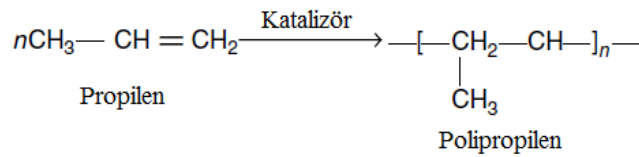
Tekstil üretimindeki yeni teknolojiler ve sürekli gelişerek artan AR-GE faaliyetleri ile birlikte farklı kullanım alanlarına da hitap eden çeşitli teknik ve fonksiyonel özelliklere sahip polipropilen liflerinin üretimine ve geliştirilmesine yönelik çalışmalar da artarak devam etmektedir.



Şekil 1.1 Polipropilen liflerinin dünya üretim miktarlarının yıllara göre değişimi (Qin, 2014; Van Bonn, 2015)

1.1.1 Polipropilen Polimerizasyonu

Polimer endüstrisinde etilenden sonra en fazla kullanılan propilen, çok sayıda polimerin üretiminin temel girdisini oluşturmaktadır. Termoplastik bir polimer olan ve uzun hidrokarbon zincirine sahip olan polipropilen, propilen ($\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_3$) moleküllerinin katılma polimerizasyonu ile üretilmektedir. Polimerizasyon reaksiyonu monomerlerin zincir reaksiyonları ile doğrudan doğruya polimer molekülüne katılması şeklinde gerçekleşmektedir. Zincir oluşmasının sağlanması için taşıyıcı bir iyon ya da serbest radikal olarak adlandırılan çiftleşmemiş bir elektronu bulunan etkin bir madde kullanılabilmektedir (Erdoğan, 2008). Ekzotermik bir reaksiyon olan polipropilenin polimerizasyonunun reaksiyon ısısı 20,0 kcal/mol ya da 83,6 kJ/mol'dür (Lewin, 2006). Polipropilenin polimerizasyon reaksiyonu genel olarak 60-80°C sıcaklıkta gerçekleşmektedir (Erdoğan, 2008). Propilen ve polipropilenin açık yapı formülleri ve polimerizasyon denklemi Şekil 1.2' de yer alan denklemde görülmektedir.

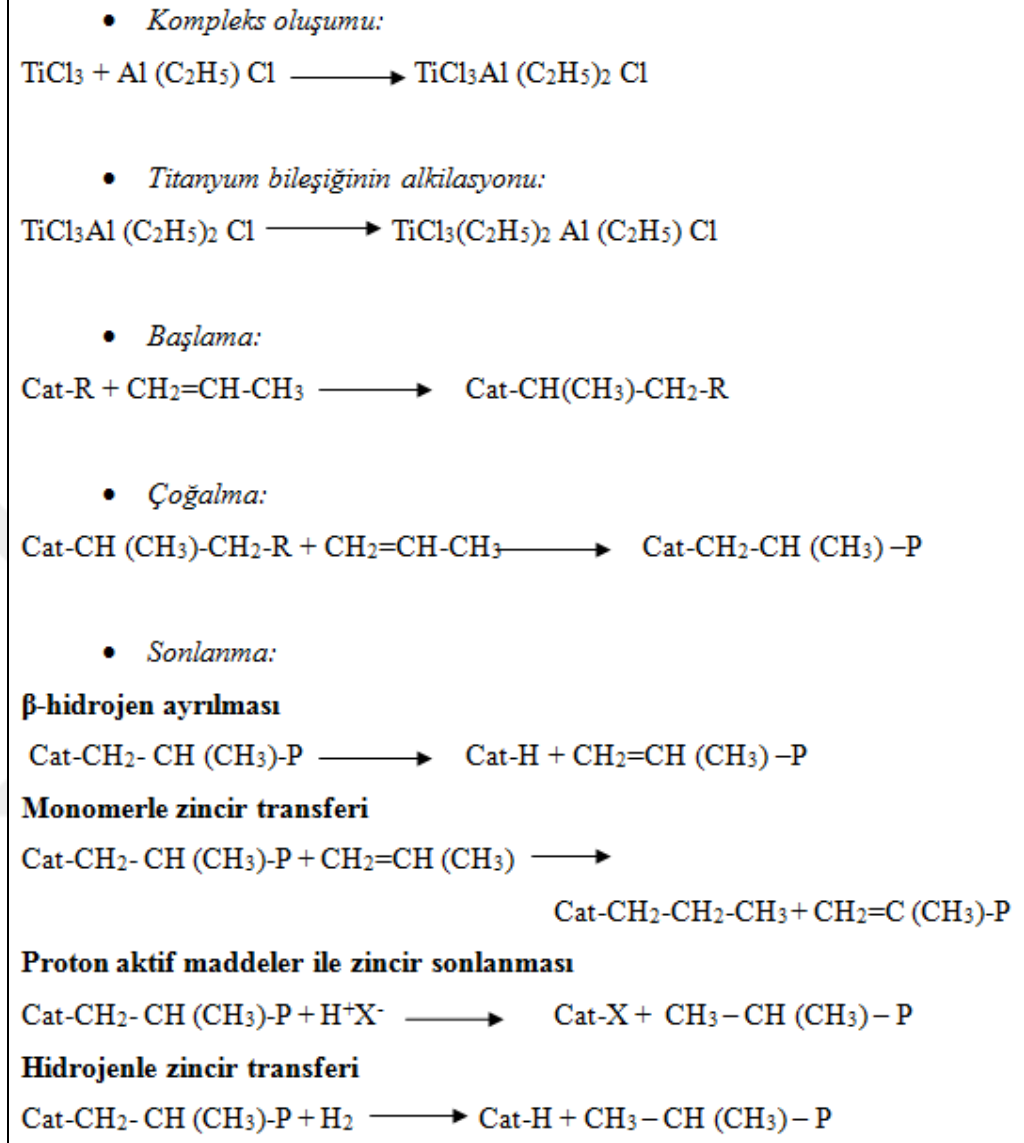


Şekil 1.2 Propilen ve polipropilenin polimerizasyon denklemi

1951 yılında Paul Hogan ve Robert Bank bilim adamları tarafından keşfedilen kristalin polipropilen, 1954 yılında yeni bir polimerizasyon mekanizması geliştiren Giulio Natta tarafından sentezlenmiştir (Türkçü, 2004). Karl Ziegler'in 1953 yılında metal katalizörleri eşliğinde düşük sıcaklıklarda, normal basınç altında ve aşırı dallanma göstermeyen polietilenin polimerizasyonu için geliştirdiği yöntemi kullanan Giulio Natta, laboratuvar ortamında polimer zinciri üzerindeki metil gruplarının aynı doğrultuda yönlendiği izotaktik polipropilenin üretimini gerçekleştirmiştir (Erdoğan, 2008). Giulio Natta tarafından geliştirilen bu polimerizasyon mekanizmasında, olefin birimlerinin tekrar tekrar polimere katılabilirliğinin sağlanması için metal karbon bağı içeren bir geçiş metal bileşiği bulunmaktadır. Böylece rasgele yapısal düzene sahip yeterince kristalleşmeyen polimerlerin daha iyi kimyasal ve geometrik düzene sahip yapılara dönüştürülebilmesi sağlanabilmektedir (Türkçü, 2004). Giulio Natta'nın kullandığı Ziegler katalizörü olarak da bilinen bu bileşiğin kullanılması ile yüksek kristallikte polipropilenin elde edilmesi sayesinde polipropilen polimerinden tekstil lifi üretilbilir hale gelmiştir (Kara, 2011).

Polipropilen, propilen monomerinde bulunan çift bağı açılması ile meydana gelen $-\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)-$ ünitesinin tekrarlanmasından oluşmaktadır. Polimer zincirinin büyümesi, bir geçiş metali-karbon bağı yardımı ile alkenil çift bağı tekrarlanan ters dönmeleri ile gerçekleşmektedir (Beşergil, 2008). Polimerizasyon işleminde tekrarlanan birçok işlem adımından sonra yüksek molekül ağırlığına sahip polipropilen zincirleri meydana gelmektedir.

Polipropilenin polimerizasyon mekanizmasının adımları aşağıda Şekil 1.3'de verilmektedir (Lewin, 2006; Beşergil, 2008):



Şekil 1.3 Propilen polimerizasyonu

Günümüzde çok yüksek izotaktisiteye sahip polipropilen eldesinde katalizör olarak işlev gören metallocenler yaygın olarak kullanılmaktadır (Türkçü, 2004). 1980'li yıllarda kullanımı artan metallocenler titanyum ve zirkonyum gibi 4.grup geçiş metalleri içeren organometalik bileşiklerdir. Metallocen katalizörleri ile sadece izotaktik polipropilen zincirleri üretilebilecek şekilde ayarlanabilirken, Ziegler Natta katalizörleri ile %5'e kadar ataktik zincirler içeren polipropilen üretilebilmektedir. Metallocen katalizörleri kullanılarak zincir uzunlukları daha uniform bir dağılım gösteren ve reolojisi eriyikten lif çekim yöntemine uygun polipropilen

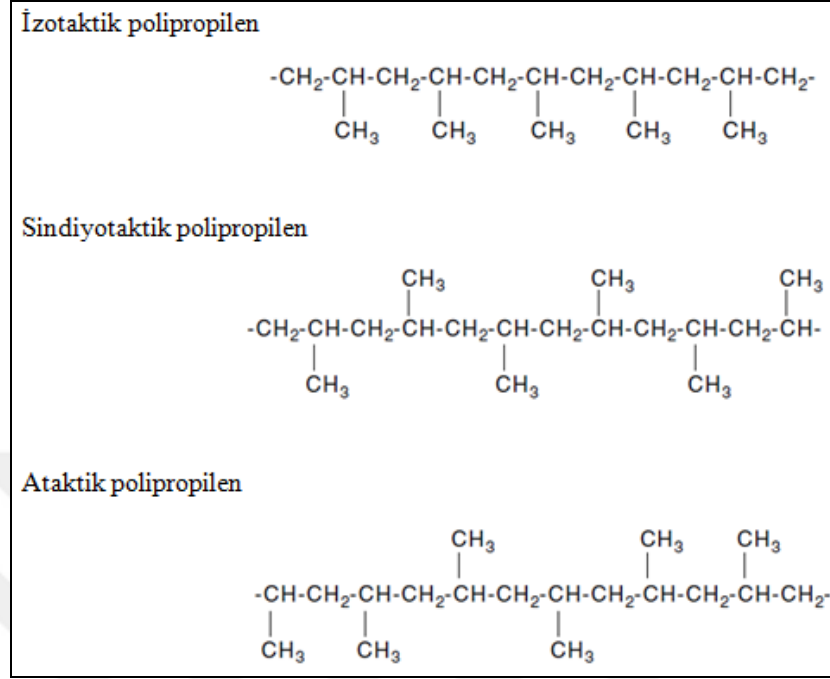
üretilebilmektedir. Metallosen katalizörleri polimerizasyonda komonomer kullanımına olanak tanıyarak farklı yapıda ve farklı özelliklere sahip polipropilen üretimi gerçekleştirilebilmektedir (McIntyre, 2005; Kara, 2011). Metallosen katalizörleri kullanılarak üretilen polipropilenin kristalizasyonu hem daha yavaş gerçekleşmekte hem de boyutları daha küçük kristaller oluşturulabilmektedir (Lewin, 2006).

Polipropilen, propilenin kontrollü ısı ve basınç altında organometalik ve stereospesifik katalizörlerle polimerizasyonu ile elde edilmektedir. Uygulanan polimerizasyon prosesine ve kullanılan katalizör sistemine bağlı olarak üretilen polimerin molekül yapısı 3 farklı şekilde stereokimyasal konfigürasyon göstermektedir (Beşergil, 2008):

- ✓ İzotaktik
- ✓ Sindiyotaktik
- ✓ Ataktik

Polimerizasyon reaksiyonunda mezo monomer katılımı ile metil gruplarının hidrokarbon zincirinin aynı tarafında bulunacak şekilde üretilen polipropilene *izotaktik polipropilen* adı verilmektedir. Polimerizasyon reaksiyonunda rasemik monomer katılımında ise metil grupları polimer zincirin her iki tarafında ancak belli bir simetrik düzene bağlı olarak bulunduğu *sindiyotaktik polipropilen* üretilmektedir. Son olarak metil gruplarının hidrokarbon zinciri üzerinde rasgele bulunduğu ve herhangi bir sistematik diziliş göstermediği polipropilene *ataktik polipropilen* adı verilmektedir (Lewin, 2006).

Şekil 1.4' de farklı stereoizomerik yapı gösteren polipropilen polimerlerinin açık yapı formülleri görülmektedir.



Şekil 1.4 Farklı stereoizomerik yapılarıdaki polipropilen

Polipropilenin farklı stereoizomerik yapılar göstermesi, polimer maddenin özelliklerini önemli derecede etkilemektedir. Yüksek taktisite gösteren polipropilen materyaller katı fazda çok iyi termal, fiziksel ve mekanik özellikler göstermektedir. Düzgün bir zincir yapısına sahip olan izotaktik ve sindiyotaktik polipropilen polimerlerinde molekül zincirlerinin düzenli paketlenmesi kristalin polimerleri oluşturmaktadır. Ataktik polipropilende ise moleküllerin düzgün olmayan yerleşim göstermesi nedeni ile kristallenme meydana gelmediğinden amorf bir yapı görülmektedir (Harmancıoğlu, 1981; Karian, 2003). Amorf yapıdaki polipropilenin özgül ağırlığı $0,85 \text{ g/cm}^3$, yüksek derecede kristallenen polipropilen liflerinin özgül ağırlığı ise $0,94 \text{ g/cm}^3$ 'e kadar çıkabilmektedir (Kissel ve ark., 2003, Lewin, 2006).

Polimerizasyon reaksiyonunu etkileyen koşullara değinecek olursak, Natta diğer bütün koşulların aynı olması durumunda polipropilen polimerizasyonunun direk olarak katalizör konsantrasyonuna bağlı olduğunu belirtmiştir. Polimerizasyon oranı alüminyum trialkil (AlR_3) konsantrasyonunun artışı ile birlikte belli bir değere kadar hızlıca artmakta, ancak konsantrasyonun daha da artması polimerizasyonu olumsuz yönde etkilemektedir. Polimerizasyon koşullarını etkileyen diğer bir parametre de

monomer konsantrasyonudur. Sisteme hidrojen eklenmesi polipropilen molekül ağırlığını düzenlediği gibi aynı zamanda polimerizasyon oranına da etki etmektedir. Ancak hidrojen eklenmesinin nasıl etki edeceği kullanılan katalizöre göre değişim göstermektedir. Sıcaklık da polimerizasyonu etkileyen diğer bir parametredir. Polimerizasyon oranı belirli bir noktaya kadar, sıcaklık artışı ile birlikte artarken, çok yüksek sıcaklıklarda katalizörlerin deaktive olması nedeni ile olumsuz yönde etkilenmektedir (Lewin, 2006).

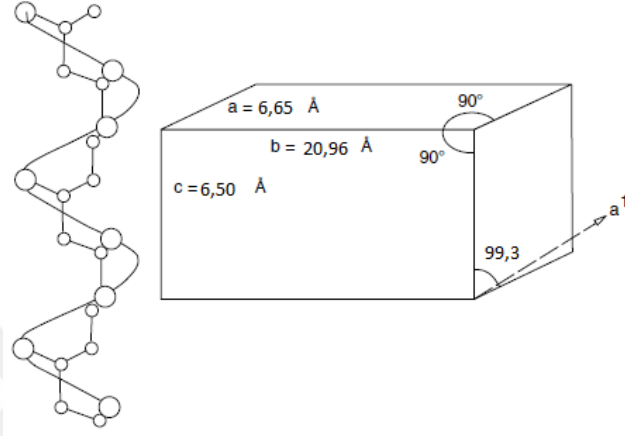
1.1.2 Polipropilenin Temel Özellikleri

Polimerler içerisinde $0,905 \text{ g/cm}^3$ yoğunluğa sahip olarak en hafif polimer olarak sınıflandırılan polipropilen semikristalin bir polimerdir. Hem kristalin hem amorf bölgeler içeren polipropilenin camsı geçiş sıcaklığı (T_g) yaklaşık -15°C , erime sıcaklığı (T_m) ise $160-170^\circ\text{C}$ arasında olup ısı iletkenliği diğer lif üretiminde kullanılan polimerlere göre daha düşüktür (Türkçü, 2004).

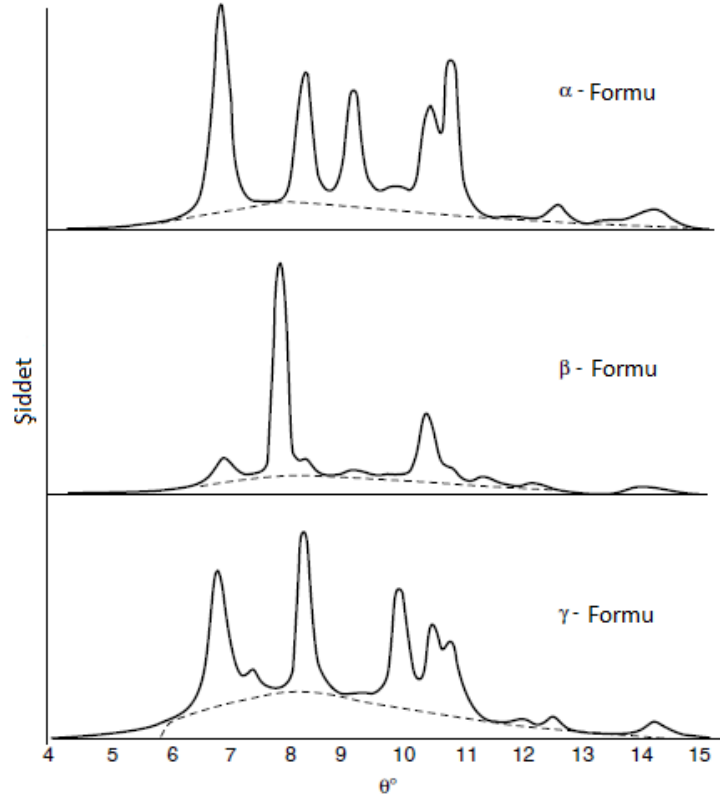
Polipropilenin kristalinitesi üretim koşullarına bağlı olmakla birlikte kristalizasyon oranı genellikle %50-65 değerleri arasında bir değişim göstermektedir. Polipropilenin kristal formu genel olarak monoklinik olup, heliks yapısı monoklinik birim ünitenin "c" eksenine doğrultusunda yerleşim göstermektedir. Katlanmış zincir lamelar tipi kristal yapısına sahip olan polipropilen kristalleri işlem koşullarına bağlı olarak sferülitler oluşturacak şekilde bir araya gelmektedir (Lewin, 2006). Sferülitler, eriyik halden kristalize olan polimerlerin genellikle oluşturduğu küresel kristallerdir. Karmaşık yapıda olan sferülitler kristalleşmiş zincirleri, kristalitleri ve amorf haldeki düzensiz polimer zincirlerini de içermektedir (Kissel ve ark., 2003).

Polipropilenin α -monoklinik, β -hegzagonal ve γ -ortorombik olmak üzere 3 farklı kristalin formu bulunmaktadır. Bu üç formun yaygın şekli heliks konformasyonudur. Polipropilen lifleri için α -formu en stabil olan kristalin formudur. β -formu kristalleri, çekirdekleştirme etkisi gösteren maddelerinin kullanımı ile elde edilmektedir. Ortorombik γ -formu, polipropilenin yüksek basınçta kristalize edilmesi veya küçük oranda komonomer eşliğinde düşük basınçta kristalize edilmesi ile elde edilmektedir

(Kara, 2011). Şekil 1.5’de monoklinik polipropilenin birim ünitesinin şematize edilmiş hali ve Şekil 1.6’da izotaktik polipropilenin farklı kristal formlarının X-ışını difraksiyon diyagramları gösterilmektedir (Lewin, 2006).



Şekil 1.5 Monoklinik polipropilenin birim ünitesi (Lewin, 2006)



Şekil 1.6 İzotaktik polipropilenin farklı kristal formlarının X-ışını difraktogramı (Lewin, 2006)

Polipropilenin ince yapısı hem kristalin hem de amorf bölgeden oluşmaktadır. Amorf bölgede polimer zincirleri gelişigüzel birbiri içine girmiş bir şekilde bulunurken, kristalin bölgelerde ise polimer zincirleri belli bir düzende sıralı halde bulunmaktadır (Morton ve Hearle, 1990). Polipropilenin kristalin bölgesi hem katlanmış zincir moleküllerden hem kristalitlerden meydana gelmektedir. Kristal yüzeylerinde düzensiz halde katlanmış zincir molekülleri bulunabilmektedir. Polipropilen liflerinin oryantasyonu, kristalin ve amorf bölge oranları mekanik özelliklerine önemli derecede etki etmektedir (Lewin, 2006). Polipropilenin morfolojisi, amorf matris içinde fiziksel çapraz bağlar olarak hareket eden kristalitler topluluğu olarak da tanımlanabilmektedir. Ekstrüzyondan geçirilen polipropilen granüllerinin ortalama kristalinitesi %60-70 arasında değişim göstermektedir (Karian, 2003).

Polipropilenin mekanik özellikleri molekül ağırlığına da bağlı olarak değişmektedir (Türkçü, 2004; Erdoğan, 2008). Aynı zamanda molekül ağırlığı ve molekül ağırlığı dağılımı polimerin reolojik özelliklerini ve polimer maddeden lif çekilebilirliğine de etki etmektedir. Polimer maddelerde polar grupların varlığı, düşük molekül ağırlıklarında bile istenilen özelliklere sahip lif üretimine olanak tanımaktadır. Ancak polipropilen gibi polar gruplar içermeyen polimer maddelerde linear gruplar arası kaymayı önlemek için molekül ağırlığının büyük olması gerekmektedir. Bu nedenle lif çekiminde kullanılan polipropilenin molekül ağırlığı polar grup içeren polimerlere göre daha yüksektir. Lif üretimi için kullanılan izotaktik polipropilenin molekül ağırlığı 200.000-300.000 arasındadır (Koch, 2000; Erdoğan, 2008). Polipropilenin reolojik özellikleri, lif, film ve kompozit malzeme üretiminde uygulanan ekstrüzyon işlemi, enjeksiyon kalıplama ve ısıl işlem gibi yöntemlerin uygulanabilirliği açısından önem taşımaktadır. Eriyikten lif çekim yöntemindeki ekstrüzyon işleminde polimer maddenin eriyik haldeki elastisitesi polipropilenin işlenebilirliği ve filament formuna dönüştürülebilirliği açısından önem taşımaktadır.

Uzun bir hidrokarbon zincirine sahip olan apolar polipropilen çeşitli organik ve inorganik kimyasal maddelere karşı dayanıklıdır. Oda sıcaklığında polipropilen

molekül ağırlığına bağlı olarak organik çözünlere dayanıklı iken, genellikle sıcaklık artışı ile birlikte çözünme miktarının arttığı Tablo 1.1’de görülmektedir. Ancak yüksek konsantrasyondaki sülfürik asit ve nitrik asit çözeltilerinden zarar görmektedir (Türkçü, 2004; Tripathi, 2002; McIntyre, 2005). Tablo 1.2’de polipropilenin temel fiziksel özellikleri verilmektedir.

Tablo 1.1 Farklı molekül ağırlıklarına sahip izotaktik polipropilenin farklı çözümlerdeki çözünürlüğünün sıcaklık etkisine göre değişimi (Van der Ven, 2012)

	Çözgen	Sıcaklık (°C)	Çözünürlük (%m/m)
M _v =1.600	İzooktan	20	38
		70	70
		100	90
	İzopentan	20	41
	Tetrahidrofuran	20	42
	Ksilen	20	38
	Sikloheksan	82 (geri soğutma)	100
M _v =3.000	İzooktan	20	20
		70	49
	İzopentan	20	21
	Tetrahidrofuran	20	21
	Ksilen	20	20
	Sikloheksan	82 (geri soğutma)	100

*Ekstrasyon yöntemi: 2 g ağırlığındaki polimer madde 100 ml çözgen içerisinde 2 saat boyunca karıştırılmaktadır.

Tablo 1.2 Polipropilenin temel fiziksel özellikleri (Türkçü, 2004; Erdoğan, 2008, Lewin, 2006; Loan, 2006)

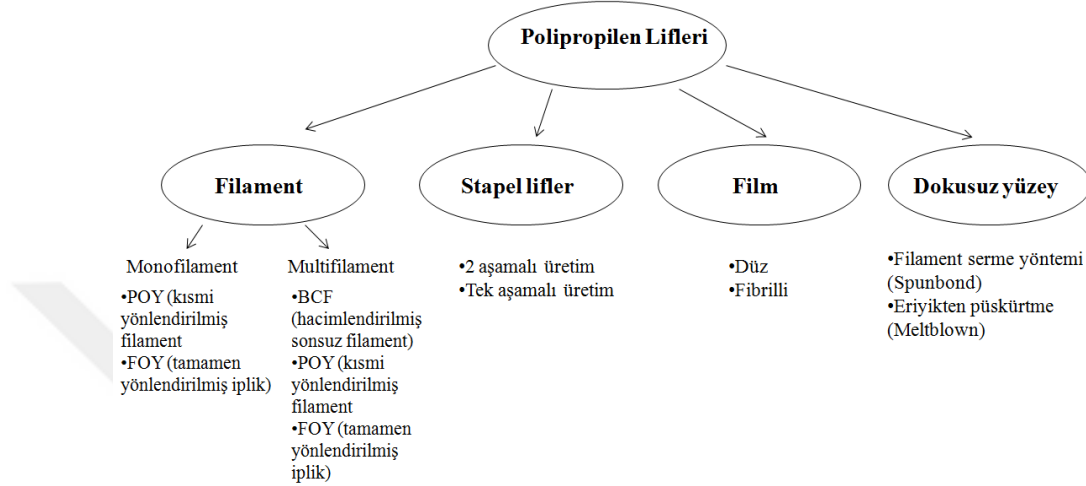
Özellik	Değer
Yoğunluk (g/cm ³)	0,905
Erime noktası (°C)	160-170
Camsı geçiş sıcaklığı (°C)	-15
Erime ısısı (cal/g)	21
Nem alma (%)	0,1
Limit oksijen indeksi (%)	17,4
Bozunma sıcaklığı aralığı (°C)	328-410
Dielektrik sabiti (0,1 MHz)	2,25
Kristalinite (%)	60-70

Polipropilen diğer termoplastik polimerlere göre daha yüksek termal genleşmeye, daha düşük kalıp büzülmesine ve darbe dayanımına sahiptir. Düşük UV dayanımına sahip olan polipropilenin ana polimer zincirinde bulunan tersiyer karbon atomu, polipropilenin polietilene kıyasla daha az oksidasyon dayanımına sahip olmasına neden olmaktadır. Düşük güç tutuşurluk özelliğine sahip polipropilenin en önemli dezavantajlarından biri de, apolar karakteri nedeni ile özellikle laminasyon işleminde aradaki yapıştırıcı madde ile bağlanma zorluğu ve konvensiyonel yaş terbiye işlemleri ile çalışılamaması ve boyanamamasıdır. Polietilen ile kıyaslandığında ise daha düşük yoğunlukta bile daha yüksek rijitliğe sahiptir ve daha yüksek sıcaklıklara dayanıklıdır. Aynı zamanda çevresel gerilim kaynaklı çatlamalara olan dayanımı, sertliği, kolay işlenebilirliği ve ucuz ham madde temini polipropilenin avantajları olarak gösterilebilmektedir (Tripathi, 2002; Türkçü, 2004).

1.1.3 Polipropilen Lif Üretim Yöntemleri

Termoplastik karakterde olan polipropilenden eriyikten lif çekim yöntemine göre lif üretilmektedir. Tekstil endüstrisinde film, dokusuz yüzey, stapel iplik, monofilament ya da multifilament formunda üretilen polipropilen lifi ürünlerinin

yanı sıra, özellikle sentetik çim halılarda kullanılan kalın monofilamentlerin üretiminde film yarma metodu kullanılmaktadır (Şekil 1.7).

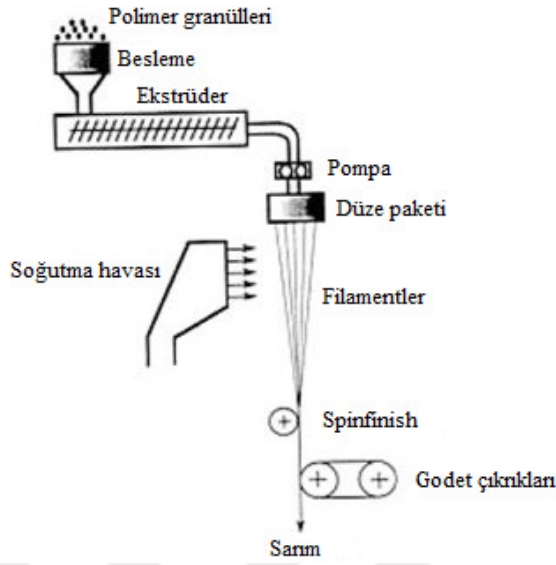


Şekil 1.7 Polipropilen lifleri için üretim yöntemleri (Erdoğan, 2008)

Polipropilen liflerinin üretiminde genel olarak eriyikten lif çekim yöntemi kullanılmaktadır. Bu çekim sistemi yaş ve kuru çekim yöntemlerine göre çok daha kolay ve çözücü bir madde gerektirmediği için çok daha ucuz işlemidir.

Eriyikten lif çekim yöntemi, ekstrüderde toz ya da granül haldeki polimer maddenin eritilmesini ve homojenleştirilmesini, düzelerden geçirilerek filament hale getirilmesini ve çekim silindirlerinde germe-çekmeye tabi tutularak kristalizasyonu ve oryantasyonu tamamlanan tekstil lifi üretimini kapsamaktadır.

Şekil 1.8’de eriyikten lif çekim yönteminin şematik gösterimi yer almaktadır.

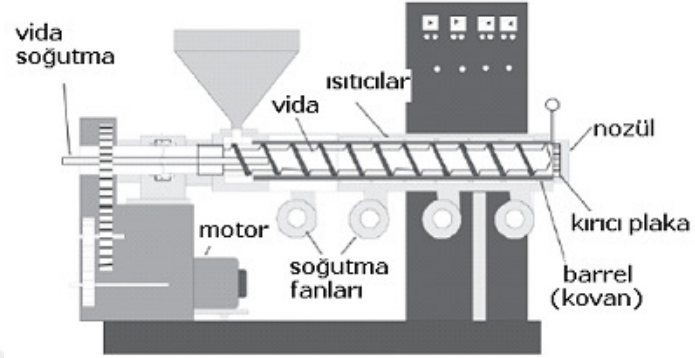


Şekil 1.8 Eriyikten lif çekim yöntemi (Textile Innovation Knowledge Platform, 2015)

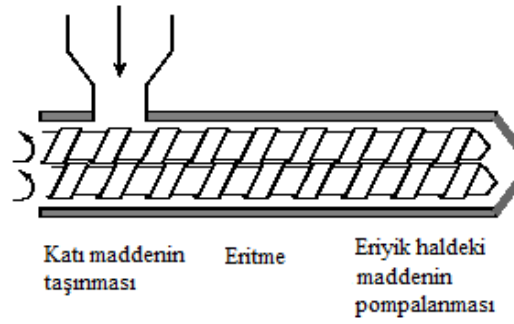
Eriyikten lif çekim yönteminde öncelikle polimerlerin degradasyonunu engellemek için ekstrüderde ekstrüzyon işleminden önce kurutulması gerekmektedir. Poliamid, poliester ve polikarbonat gibi nem alabilen polimerlerin içerdiği nem ekstrüzyon işlemi esnasında yüksek sıcaklıklara çıktığında, polimerlerin zayıf özellikler gösteren daha düşük moleküler ağırlığa sahip polimerlere degrade olmasına neden olabilmektedir. Bu sebeple nihai üründe optimum özelliklere ulaşabilmek için uygun bir kurutma işleminin yapılması ve nemin uzaklaştırılması büyük önem taşımaktadır.

Kurutma işleminden sonra lif çekim makinesine beslenen polimer madde ekstrüderde farklı işlemlere tabi tutulmaktadır. Bunlar polimer maddenin eritilmesi, eriyik halinde karıştırılması, homojen hale getirilmesi ve ileriye doğru taşınmasıdır. Tek vidalı ya da çift vidalı ekstrüderler kullanılmaktadır (Şekil 1.9-Şekil 1.10). Ekstrüzyon sonrası homojen eriyik haldeki polimer madde basınçla düze paketine gönderilir. İçerisinde bulunabilecek safsızlıkların giderilmesi için filtrelerden geçirilen polimer madde düzelerden fışkırtılmaktadır (Şekil 1.11). Polipropilen liflerinin üretiminde kullanılan düzelerin delikleri lifin son kullanım yerine göre yuvarlak, üçgen, triloblu, delikli vb. şekillerde olabilmektedir (Şekil 1.12). Yuvarlak şekilli düzelerin çapları çoğunlukla 200-400 μm 'dir (Erdoğan, 2008). Tek delikli

düzelerden monofilament, çok delikli düzelerden multifilament halinde tekstil lifleri üretilmektedir.



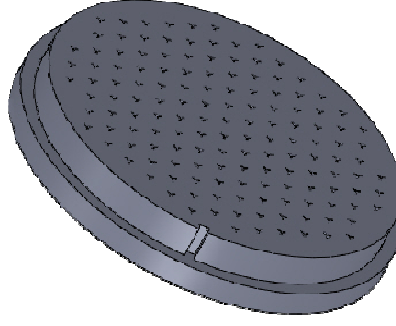
Şekil 1.9 Tek vidalı ekstrüder (Plastics, 2015)



Şekil 1.10 Çift vidalı ekstrüder (Polymer Processing, 2015)



Şekil 1.11 Düzelerden fışkırtılan eriyik haldeki polimer madde (Mennan Makina, 2015a)



Şekil 1.12 Düze (Mennan Makina, 2015b)

Düzelerden fışkırtılan eriyik haldeki polimer madde soğuk hava ile karşılaşarak katılaşır ve yağ veren elemanlar ile temas ettirilerek filamentlerin birbirine yapışması, karışması ve statik elektriklenmesi önlenmiş olmaktadır. Lif çekiminin son adımı olarak, lifin içyapısını iyileştirmek, kristalizasyonunu arttırmak, oryantasyonunu geliştirmek ve istenilen numarada lif elde etmek amacı ile filamentler godet çıkırıklarında germe-çekme işlemine tabi tutulmaktadır. Godet çıkırıklarının hızı, sıcaklığı ve çekim oranları gibi işlem parametreleri ayarlanarak kullanım alanına uygun istenilen kristaliniteye ve mukavemete sahip tekstil filamentleri üretilebilmektedir.

Monofilament ya da multifilament halindeki tekstil lifleri üretilecek iplik cinsine ve kullanım alanına göre kıvrım vermek ve hacim kazandırmak amacı ile tekstüre işleminden geçirilebilirler. Liflerin stapel formunda kullanılma durumunda ise liflerin kesilmesi ve kıvrım verilmesi işlemleri gerçekleştirilmektedir.

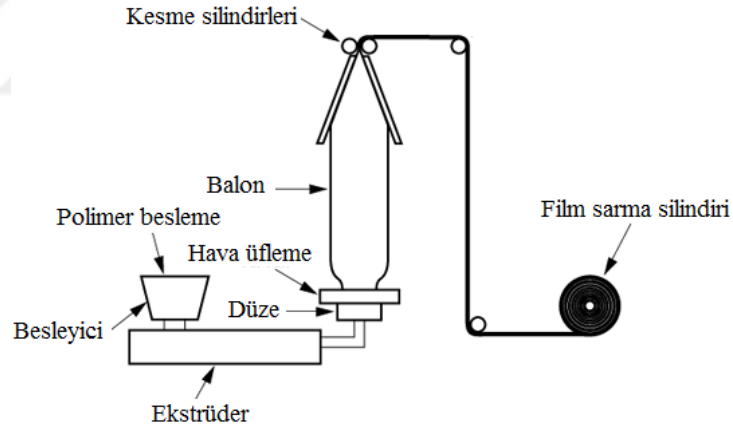
Polipropilen liflerinin tekstil endüstrisinde önem kazanmasını sağlayan ve uygulama alanında kullanım potansiyelini arttıran en büyük etkenin *film-yarma* teknolojisinin üretime katılmış olması olarak gösterilmektedir (Harmancıoğlu, 1981). Film yarma yönteminde, ekstrüderde eriyik hale getirilen polimer maddeden şişme ya da yayma yöntemi ile film elde edilmektedir.

Şişme yönteminde, eriyik haldeki polimer maddenin içerisine soğuyup katılaşmadan soğuk hava üflenerek balon gibi şişirilmekte, sonrasında katılaşan

balon halindeki polimer kesme silindirleri ile ortadan ikiye ayrılmakta ve silindirlerden geçirilerek polipropilen filmleri elde edilmektedir (Şekil 1.13). *Yayma yönteminde* ise, ekstrüderden çıkan eriyik haldeki polimer madde kalın bir şekilde düz bir yüzeye yayılır ve soğuk silindirlerden geçirilerek soğutulur ve rulo halinde sarılır ya da tabakalar halinde kesilmektedir.

Filmlerden iplik üretilecek ise, film tabakaları kesiciler vasıtası ile ince şeritler haline getirilir ve germe-çekme işleminden geçirilerek bobinler halinde polipropilen iplikleri (tape) elde edilmektedir.

Eğer üretilen polipropilen filmleri sentetik çim halı üretiminde kullanılacak ise, kesilen şeritler mekanik ya da kimyasal yöntemler ile fibrilize edilebilmektedir (Şekil 1.14).



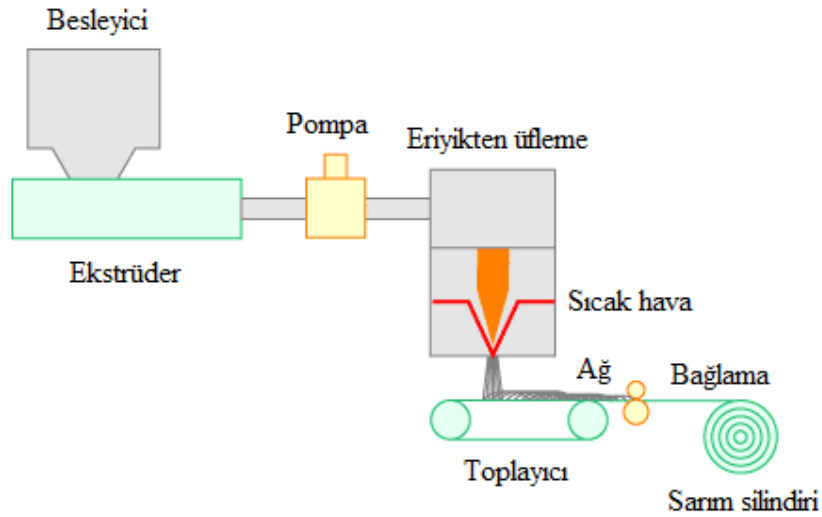
Şekil 1.13 Film yarma (şişme yöntemi) üretim hattı (Skypack, 2015)



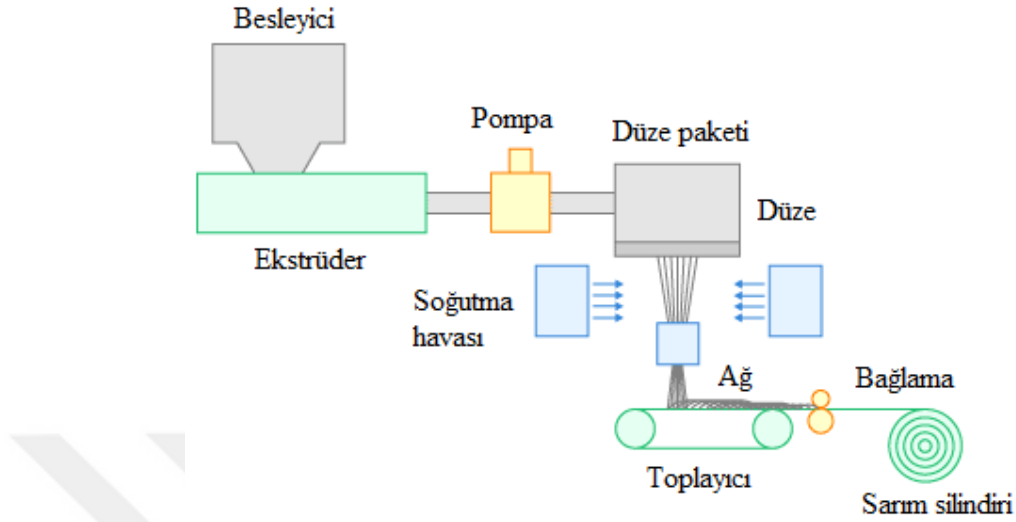
Şekil 1.14 Sentetik çim halı (Çeçen Plastik, 2015)

Eriyikten lif çekim yönteminde filament üretimi için eriyik akış oranı (MFI-Melt Flow Index) 10-35 gr/10 dakika olan polipropilen tercih edilirken, film üretimi için genellikle eriyik akış oranı 1-4 gr/10 dakika olan polipropilen kullanılmaktadır.

Polipropilenden aynı zamanda tülbent formunda da lif elde edilebilmektedir. Bu amaçla en çok *eriyikten üfleme (meltblown)* ve *filament serme yöntemi (spunbond)* yöntemleri kullanılmaktadır. *Eriyikten üfleme yönteminde*, filamentlerin oluşturulduğu özel bir kısım bulunmaktadır. Polipropilen gibi düşük viskoziteye sahip polimer maddeler ekstrüderde eritilmekte, filament halinde çekildikten sonra hızlı hava ile dağıtılmakta ve katılaşarak kesikli hale getirilmektedir. Lifler, bir yüzeyde toplanır, doku oluşturulur ve uygulanan farklı işlemlerle de dokusuz yüzey haline getirilir. *Filament serme yönteminde* ise, termoplastik polimer cipsleri ekstrüderde eritilir ve basınçla düzeden püskürtülür. Filamentler soğuk hava yardımı ile soğutulur ve çekime maruz bırakılır. Sonrasında taşıyıcı bant üzerine serilir, mekanik, termal ya da kimyasal metotlar ile dokusuz yüzey oluşumu gerçekleştirilir (Çinçik, 2010). Şekil 1.15 ve Şekil 1.16’da eriyikten püskürtme ve sonsuz elyaf serme yöntemlerinin şematik gösterimleri yer almaktadır.



Şekil 1.15 Dokuz yüzey üretimi için eriyikten üfleme yöntemi (Kasen Nozzle, 2015)



Şekil 1.16 Dokuz yüzey üretimi için filament serme yöntemi (Kasen Nozzle, 2015)

1.1.4 Modifiye Polipropilen Liflerinin Üretim Yöntemleri

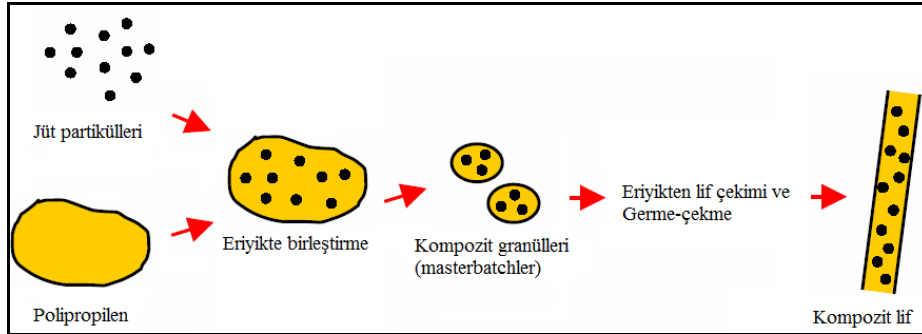
Günümüzde çok farklı alanlarda kullanılan polipropilen liflerinin özelliklerinin çeşitli teknikler ile modifikasyonu ile ilgili yapılan çalışmalar giderek artmaktadır. Polipropilen lifleri diğer kimyasal liflerde de olduğu gibi üretim esnasında ya da sonrasında modifiye edilebilmektedir. Lif üretim esnasında yapılan modifikasyon yöntemleri, düzelerin enine kesidi değiştirmek, lif çekim koşullarını değiştirmek ya da polimer içerisine fonksiyonel özellik kazandıracak katkı maddeleri eklemek olarak sıralanabilir. Ayrıca eriyikten çekip ayırma, okyanus-ada ve elektro-eğirme gibi yöntemler kullanılarak da farklı özellikler gösteren mikro lif ve nano lif formunda polipropilen lifleri elde edilebilmektedir. Üretim sonrasında spinfinish işlemi olarak da adlandırılan yöntemde, filament yüzeyine çekim sonrası istenilen performansı kazandırmaya yönelik bitim apreleri applike edilebilir. Ayrıca hem lif formunda hem de kumaş formunda polipropilen liflerinin yüzey özellikleri plazma teknolojisi kullanılarak da modifiye edilebilmektedir.

Yukarıda da bahsedildiği gibi polipropilen liflerini modifiye etmek için en çok kullanılan yöntemlerden biri, kullanım yerine ve kazandırılmak istenen performansa yönelik çeşitli katkı maddelerinin üretim esnasında polipropilene eklenmesidir. Polipropilen liflerinin apolar karakteri ve yapısında suyu ve boyar madde

moleküllerini bağlayacak polar gruplarının bulunmaması nedeni ile polipropilen liflerinin boyanmasında istenilen renge uygun olarak eriyik polimer içerisine renk pigmentleri eklenerek “*masterbatch*” adı verilen granüller halinde bir ara ürün elde edilmektedir (Şekil 1.17). Materbatch, farklı özelliklerdeki katkı maddelerinin polimere lif çekiminden önce yüksek konsantrasyonlarda eklenerek çift vidalı ekstrüderde homojen kompozit granüller halinde elde edilen bir ara üründür (Şekil 1.18). Daha sonra yüksek oranda katkı içeren granüller haldeki masterbatch lif çekilecek esas polimere eklenerek istenilen konsantrasyonda katkı maddesi içeren polipropilen lif çekimi gerçekleştirilmektedir. Böylece UV stabilizatörler, antioksidanlar, güç tutuşurluk, antibakteriyel ve antistatik özellik kazandıran maddeler eklenerek polipropilen liflerinin özellikleri geliştirilebilmektedir.



Şekil 1.17 Renk pigmenti katkılı polipropilen granülleri (Yapraksan Masterbatch, 2015)



Şekil 1.18 Masterbatch ve kompozit liflerin üretim aşamalarının şematik olarak gösterimi

1.1.5 Polipropilen Liflerinin Kullanım Alanları

1970'lerden bu yana en önemli termoplastik malzeme olarak kabul edilen polipropilen, tekstil lifi olarak poliesterden sonra dünyada en fazla üretilen ve

kullanılan lif haline gelmiştir. Plastik malzeme olarak oyuncak sektöründen beyaz eşya endüstrisine, tek kullanımlık ürünlerden, endüstriyel basınç borularında kullanılan polipropilen tekstil lifi olarak medikal tekstillerden (Şekil 1.19) jeotekstillere (Şekil 1.20), halı, döşemelik kumaşlar olmak üzere ev tekstillerinden otomotiv tekstillerine (Şekil 1.21) kadar tekstilin her alanında kullanım potansiyeline sahiptir. Polipropilen liflerinin en fazla kullanıldığı alanlar halatlar, inşaat tekstilleri ve çimento takviye malzemesi olarak sıralanabilmektedir (Lewin, 2006; Türkçü 2004).



Şekil 1.19 Medikal tekstiller (NDA Teknik Tekstil, 2015)



Şekil 1.20 Jeotekstiller (Delta Floraxx, 2015)



Şekil 1.21 Otomotiv tekstiller (Otohaus, 2015)

1.2 Bitkisel Esaslı Doğal Lifler ile İlgili Genel Bilgiler ve Jüt Lifleri

Bitkisel esaslı doğal lifler, botanik anlamı ile epidermik veya sklerankimatik hücre karakterindedirler. Bu hücreler bitkilerin farklı organlarında bulunarak onları koruyucu ve onlara desteklik sağlayıcı görevler üstlenmektedirler. Yüksek oranda selüloz içeren bitkisel esaslı doğal lifler, bulundukları bitki veya organların özelliklerine ve diğer kimyasal maddelerin oranlarına göre gerek mikroskobik görünüşleri gerekse fiziksel özellikleri itibari ile bazı farklılıklar sergilemekte ve kullanım alanları da değişim göstermektedir (Harmancıoğlu ve Yazıcıoğlu, 1979).

Selüloz esaslı doğal lifler, bulundukları bitkinin organlarına ve bu organlar ile olan ilişkilerine göre aşağıda gösterildiği şekilde sınıflandırılmaktadır (Harmancıoğlu ve Yazıcıoğlu, 1979; John ve Thomas, 2008):

- ✓ Tohum lifleri
 - Pamuk lifleri
 - Akund lifleri
 - Aselapias lifleri
 - Balsa lifleri
 - Cattail lifleri
- ✓ Sak lifleri
 - Keten lifleri

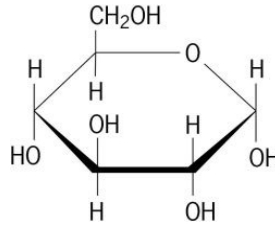
- Kenevir lifleri
 - Rami lifleri
 - Jüt lifleri
 - Güneş keneviri (Sunn) lifleri
 - Hibiscus ve benzeri lifleri
- ✓ Yaprak lifleri
- Sisal (Agave Sisalana) lifleri
 - Ananas yaprağı lifleri
 - Abaca (Musa Textiles) lifleri
 - Agave lifleri (Henequeen, Cantala, Letona ve diğer agave lifleri)
 - Palmiye lifleri ve benzeri lifler
- ✓ Meyve lifleri (Hindistan cevizi, lif kabağı...)
- Kapok (Ceiba pentandra) lifleri
 - Hindistan cevizi (cocos nucifera) lifleri
 - Lif kabağı (Luffa cylindrica L. Acutangula) lifleri

Yukarıda belirtilen 4 temel selüloz esaslı doğal lif grubunun yanı sıra pirinç kapsüllerinden, pirinç ve buğday saplarından elde edilen lifler de zirai esaslı bitkisel lifler olarak sınıflandırılmakta ve özellikle kompozit malzeme üretiminde önemli bir kullanım potansiyeline sahip olmaktadır (Bismarck, Mishra, ve Lampke, 2005).

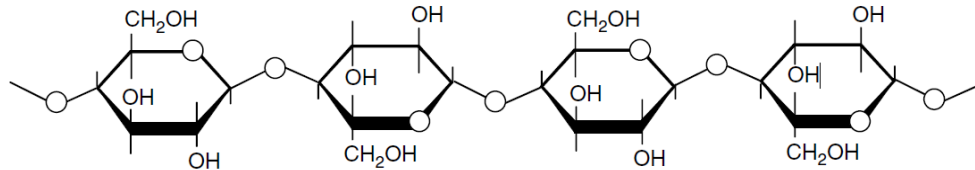
Selüloz esaslı lifler kimyasal madde içeriklerine göre de sınıflandırılmaktadır. Pamuk lifleri gibi saf selüloz oranı yüksek olan lifler normal selülozlu lifler; keten ve kenevir lifleri gibi saf selülozun yanında en çok pektin içeren lifler pekto selülozlu lifler; jüt ve sisal lifleri gibi saf selülozun yanında en çok lignin içeren lifler ligno selülozlu lifler olarak gruplandırılmaktadır.

Selüloz esaslı doğal liflerin en önemli bileşenleri, selüloz, hemiselüloz ve lignindir. Lifin içerdiği selüloz miktarı lifin elde edildiği bitkinin türüne ve yaşına göre değişkenlik göstermektedir. Selüloz, n tane β -D-anhidroglikoz yapıtaşımın 1. ve

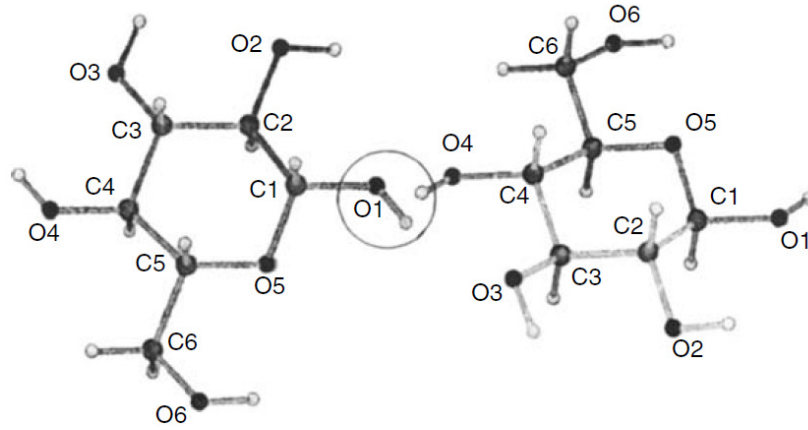
4. karbon atomları üzerinden birbirine bağlanması sonucu oluşan doğal bir polimerdir (Nevell ve Zeronian, 1985; Akşit, 2007; John ve Thomas, 2008). Şekil 1.22, Şekil 1.23 ve Şekil 1.24’de sırası ile glikozun ve selülozun açık yapı formülleri ve ayrıca 2 glikoz ünitesinin $^4C_1$ sandalye konformasyonunda bağlanması görülmektedir. Selüloz makromolekül zincirlerindeki her bir glikoz yapıtaşında 3’er tane serbest hidroksil grubu bulunduğu düşünülürse, selüloz makromoleküllerinin lif içerisinde tek başlarına bulunmayıp, hidrojen köprüleri ile birbirilerine bağlı durumda olduğu ortaya çıkmaktadır (Akşit, 2007). Hidrojen köprüleri lif içerisinde kristalin bölgelerin oluşumunda ve dolayısı ile lifin fiziksel özelliklerinin gelişmesinde önemli rol oynamaktadır. Selüloz liflerinde, selüloz makromolekül zincirlerinin düzenli bir şekilde bulunduğu kristalin bölgeler ve zincirlerin gelişigüzel düzensiz bir yapıda bulunduğu amorf bölgeler yer almaktadır. Selüloz esaslı liflerin genellikle 2/3’ü kristalin bölgeler, 1/3’ü de amorf bölgelerden oluşmaktadır. Selüloz esaslı doğal liflerde selüloz makromolekülleri birbirlerine paraleldir, ancak lif ekseninde spiral yerleşim düzeni içerisinde yer alırlar. Bu yapı lifin oryantasyon derecesini düşürmektedir. Oryantasyon derecesi selüloz esaslı liflerin cinsine göre değişim göstermektedir. Keten, kenevir gibi sak liflerinde yaklaşık 6° iken, tohum lifleri sınıfında yer alan pamuk liflerinde $20-30^\circ$ arasında değişmektedir (Hockenberger, 2004).



Şekil 1.22 Glikozun genel yapı formülü (Lewin, 2006)



Şekil 1.23 Selülozun genel yapı formülü (Lewin, 2006)



Şekil 1.24 2 Glikoz ünitesinin $^4C_1$ sandalye konformasyonunda bağlanması (Lewin, 2006)

β -D glikoz molekülleri tek başlarına bulunduklarında 1.karbon atomundaki aldehit grubu ile 5. karbon atomundaki hidroksil grubu iç yarı asetal oluşturacak şekilde dengede bulunması glikoza indirgen özelliği kazandırmaktadır. Ancak selüloz makromoleküllerinde ise glikoz yapıtaşlarının 1. ve 4. karbon üzerinden birbirine bağlandıklarında, iç yarı asetal durumun asetal duruma geçmesi selülozun kimyasal özelliklerinde belirleyici rol oynamaktadır. Selüloz %17,5 konsantrasyondaki kuvvetli alkali çözeltilere dayanıklı iken, asit çözeltileri ile suda çözülebilen şeker moleküllerine kolayca hidrolize olabilmektedir.

Selüloz esaslı doğal liflerde bulunan diğer bir doğal polimer de hemiselülozdur. Heksoz, pentoz ve üronik asit kalıntılarından oluşan düşük molekül ağırlıklı polisakkaritler içeren hemiselülozun molekül ağırlığı 24.000-27.000 arasında değişim göstermektedir (Lewin, 2006). Hidrofilik karakterli, alkalide çözünebilen ve asit çözeltilerinde kolaylıkla hidrolize olabilen hemiselüloz ile selüloz arasındaki farklar aşağıdaki gibi sıralanabilir:

- ✓ Selüloz sadece 1,4- β -D-glikozpiranoz ünitelerini içerirken, hemiselülozda farklı glikoz üniteleri içerebilir.
- ✓ Selüloz linear bir zincir yapısına sahip iken, hemiselüloz yan asılı gruplar içeren zincir dallanması gösteren bir yapıya sahiptir. Zincir dallanması hemiselülozda kristalin olmayan bölgelerin artmasına neden olmaktadır.

✓ Selülozun polimerizasyon derecesi hemiselülozun polimerizasyon derecesinden yaklaşık 10-100 kat daha fazladır. Hemiselülozun polimerizasyon derecesi 50-300 arasında değişim göstermektedir (John ve Thomas, 2008).

Lignin genellikle bitki hücrelerinin sekonder çeperinde meydana gelen ve selülozik olmayan bir polisakkarittir. Lignin hem alifatik hem aromatik bileşenler içeren yüksek molekül ağırlıklı 3 boyutlu bir kopolimerdir. Yapısında hidroksil, metoksil ve karbonil grupları bulunmaktadır. Ligninin tekrar eden her bir biriminde 5 hidroksil ve 5 metoksil grubu bulunmaktadır. Lignin, camlaşma ve erime sıcaklıkları sırası ile 90°C ve 170°C olan termoplastik bir polimer olarak da literatürde belirtilmektedir (Olesen ve Plackett, 1999; John ve Thomas, 2008). Lignin amorf bir polimer olup hidrofobik özelliktedir. Selüloz esaslı liflerde, selülozun miselleri veya fibrilleri arasında yerleşen lignin, liflerde yumuşaklığın kaybolmasına ve sert tutumlu bir hal almalarına neden olan çeper maddelerinden biridir. Lignin asit çözeltilerine dayanıklıdır, ancak sıcak alkali çözeltilerinde çözünebilir ve oksidasyon maddeleri ile kolaylıkla okside olabilir. Doğası gereği su itici özellikte olan lignin, lifte fibriller arası bağlanmayı etkilemekte ve selülozun molekül zincirleri arasında hidrojen bağlarının oluşmasını önleyerek hidrofob bir etki yaratmaktadır (Zhang ve ark., 2014).

Selüloz esaslı doğal liflerde bulunan bir diğer madde de pektindir. Pektin genellikle keten ve kenevir gibi pekto selülozlu lifler sınıfında yer alan liflerde bulunmaktadır. Pektin, sak liflerinde lif hücrelerinin birbirine yapışmasını, lif hüzmelerinin de birbirine bağlanmasını sağlamaktadır (Harmancıoğlu ve Yazıcıoğlu, 1979).

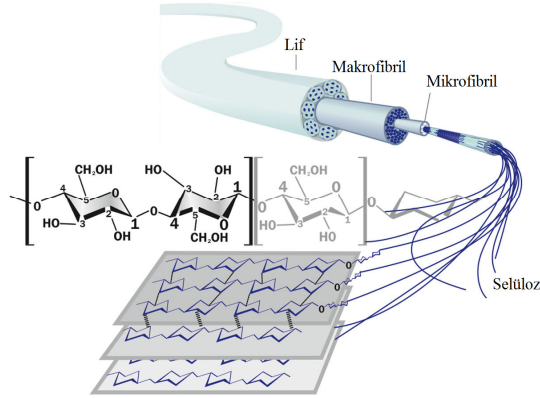
Selüloz, hemiselüloz, lignin ve pektin gibi selüloz esaslı liflerin ana bileşenlerini oluşturan maddelerin yanı sıra bitkisel liflerde yağlı mumlu maddeler, zamlı ve reçineli maddeler, inorganik esaslı maddeler ve renk pigmentleri de bulunabilmektedir. Bileşenlerin miktarı lifin cinsine, bitkide bulunduğu yere ve yetiştirildiği bölgeye farklılık gösterebilmektedir. Tablo 1.3'de kompozit malzeme

yapımında en çok kullanılan bazı selüloz esaslı doğal liflerin kimyasal içerikleri verilmektedir.

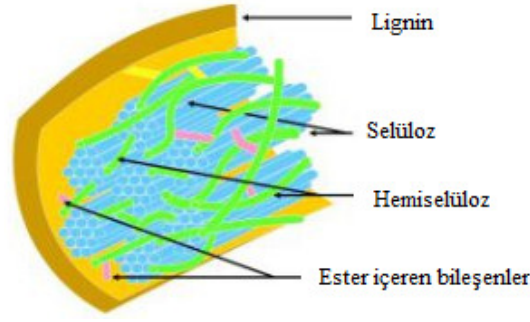
Tablo 1.3 Kompozit malzeme yapımında en çok kullanılan selüloz esaslı doğal liflerin kimyasal içerikleri (Lewin, 2006; Taj ve ark., 2007; Mohanty ve ark., 2000; Bulut ve Erdoğan, 2011)

	Selüloz (%)	Lignin (%)	Hemiselüloz (%)	Pektin (%)	Vaks (%)	Nem içeriği (%)
Pamuk	82-96	0,5-1	2-6	5-7	-	8,5
Jüt	61-71,5	12-13	13,6-20,4	0,2	0,5	12,6
Keten	71	2,2	18,6-20,6	2,3	1,7	10,0
Kenevir	70,2-74,4	3,7-5,7	17,9-22,4	0,9	0,8	10,8
Rami	68,6-76,2	0,6-0,7	13,1-16,7	1,9	0,3	8,0
Kenaf	31-39	15-19	21,5	2	-	-
Sisal	67-78	8,0-11,0	10,0-14,2	10,0	2,0	11,0
Hindistan cevizi	36-43	41-45	0,15-0,25	3-4		8,0
Ananas yaprağı	70-82	5-12,7	4-8	-	-	11,8
lifi						
Muz lifi	63-64	5	10	-	-	10-12

Bitkisel lifler yapıları gereği selüloz esaslı materyaller olup, amorf karakterli lignin ve hemiselüloz içerisinde mikrofibriller olarak bulunmaktadır. Bitkisel lifler, lif boyunca devam eden fibriller yapıdan oluşmaktadır (Şekil 1.25). Lifin iç yapısında bulunan mikrofibriller, lignin ve hemiselüloz matris içerisinde takviye elemanları konumunda bulunmaktadır. Bu nedenle bitkisel lifler doğaları gereği kompozit malzemeler olarak da kabul edilmektedir (Şekil 1.26).



Şekil 1.25 Selüloz esaslı liflerin yapısının şematik olarak gösterimi (JRS Products, 2015)

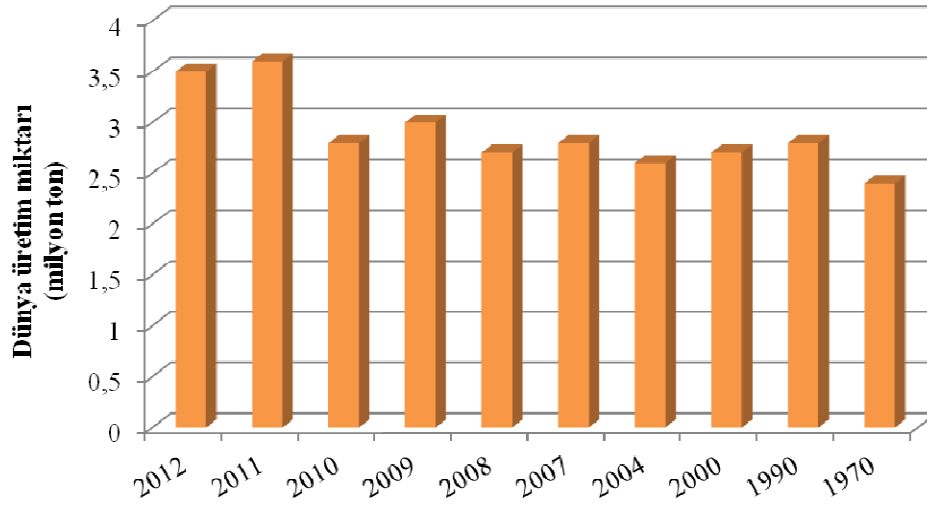


Şekil 1.26 Bitkisel liflerin kimyasal bileşenlerinin lif içerisinde yerleşiminin şematik olarak gösterimi (Ligno Fuel, 2015)

dünyada pamuktan sonra en fazla üretilen bitkisel lifler olan jüt liflerinin anavatanı Hindistan olup, Bangladeş, Çin, Myanmar, Nepal ve Tayland'da yetiştirilmektedir (Krishnan ve ark., 2005).

Bitkilerin gövde kısmından ekstrakte edilerek elde edilen jüt lifleri *Tiliaceae* familyasının *Corchorus* türüne aittir (Lewin, 2006). Yaklaşık 40 tane bilinen yabancı türü olmasına rağmen sadece *Cochorus capsularis* L. (white jute) ve *Cochorus olitorius* L. (tossa jute) türleri ticari olarak üretilmektedir. Jüt lifleri tahıl, kahve, kakao ve diğer besinlerin paketlenmesinde kullanılabildiği gibi pamuk balyalanmasında da kullanılmaktadır. Özellikle halı arkası ipliği olarak kullanılan jüt lifleri keçe yapımında ve dolgu malzemesi olarak da kullanılabilmektedir (Krishnan ve ark., 2005). Başta tekstil olmak üzere pek çok farklı alanda kullanım potansiyeline sahip olan jüt liflerinin dünya üretim miktarının 1970 yılından bu yana arttığı, 1990-2010 yılları arasında üretim miktarlarında az da olsa dalgalanmalar meydana gelse de 2012 yılında yaklaşık 3,5 milyon ton üretildiği belirlenmiştir.

Şekil 1.27'de jüt liflerinin yıllara göre dünya üretim miktarları görülmektedir.



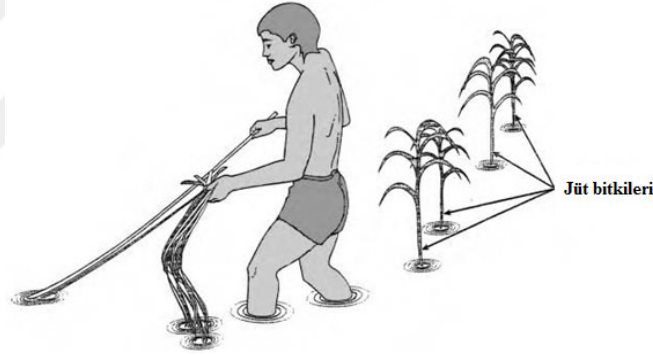
Şekil 1.27 Jüt liflerinin yıllara göre dünya üretim miktarları (FAO, 2014)

Tropik ve subtropik bölgelerde yetişen ve 2-4 m kadar boylan jüt, tek yıllık bir bitkidir (Şekil 1.28). Kazık şeklinde köklere sahip olan jütün kökleri toprak yapısına bağlı olmak üzere 1-1,5 m derine kadar inebilmektedir. Jüt bitkisi pH derecesi 6,6-7,0 olan toprakta optimum 18-33°C sıcaklıkları arasında yetiştirilmektedir (Lewin, 2006). Jüt ekimi elle veya makine ile yapılmaktadır. Jüt tarımında ekim sıklığının önemi büyüktür. Seyrek ekilirse, dallanma bitkinin dip kısmından başlamakta ve bitkinin üst kısmında küçük yaprakların yer aldığı görülmektedir. Sık ekildiğinde ise, dallanma uçtan başlar ve dallar yaprak koltuklarında almaşık bir düzende çıkmaktadır (Harmancıoğlu ve Yazıcıoğlu, 1979). Mart ve Nisan aylarında ekimi yapılan bitkilerin 4-5 ay sonra hasadı yapılmaktadır. Kök kısmından kesilerek toplanan jüt bitkilerinin yaprakları ayrılır ve demetlenir (Mutlu, 2014). Bitkinin gövde (sak) kısmından liflerin ekstrakte edilebilmesi için bitkilerin havuzlama işlemi gerçekleştirilir. Havuzlama işlemi, bitkinin yumuşaması için su içinde belirli bir süre bırakılan bitkinin odunsu gövde kısmının mikroorganizmalar tarafından parçalanması esasına dayanmaktadır. Genellikle durgun suda, akarsuda ve ılık suda yapılan havuzlama işlemi sonrası jüt liflerinin bitkinin sak kısmından ayrılması sağlanır ve kurutulur (Şekil 1.29-1.30). Jüt lifleri hüzmeler halinde bulunduğu için havuzlama sırasında bekleme süresine çok dikkat edilmelidir. Lif demetlerinin gövdeden kolaylıkla soyulabildiği yani lifleri gövdeye bağlayan dış pektinin parçalanması

durumunda işlem sonlandırılmalıdır. Süre daha da uzatılırsa hüzmeye içerisinde lif hücrelerini birbirine bağlayan iç pektin parçalanmakta ve lif zarar görebilmektedir.



Şekil 1.28 Jüt bitkisi ve jüt bitkilerinin hasadı (Demotix, 2015)

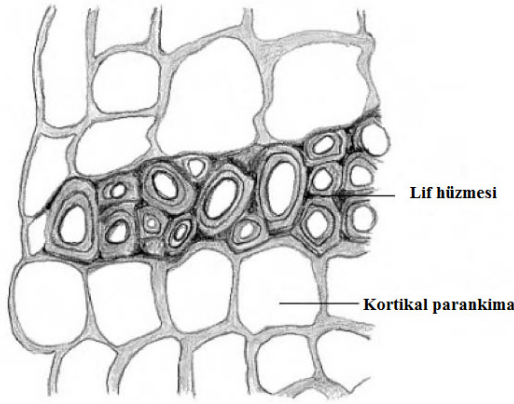


Şekil 1.29 Jüt bitkilerinin havuzlanmasının ve elle soyulmasının şematik olarak gösterimi (Krishnan ve ark., 2005)



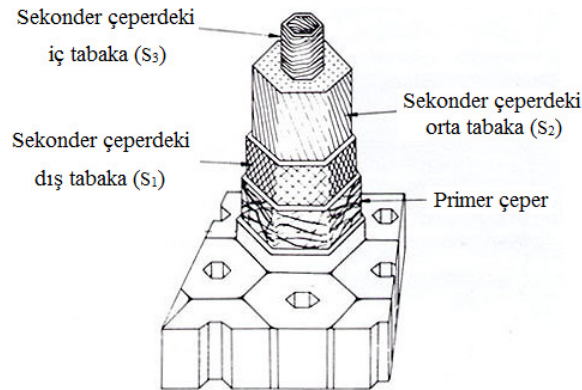
Şekil 1.30 Havuzlama sonrası elde edilen jüt lifleri (International Natural Fiber Organization, 2015)

Bitkinin floem ya da gövde kısmında yetişen jüt liflerinin enine kesidi incelendiğinde (Şekil 1.31), parankima dokuları ile iç içe birleşmiş beşgen veya altıgen şeklinde köşeli hücrelerden oluşan hüzmelerden meydana geldiği görülmektedir. Lif hücreleri hüzmeye içerisinde birbirine pektin maddesi (iç pektin) ile bağlanmaktadır. Lümen diğer sak liflerinden kolaylıkla ayırt edilebilecek şekilde geniştir.



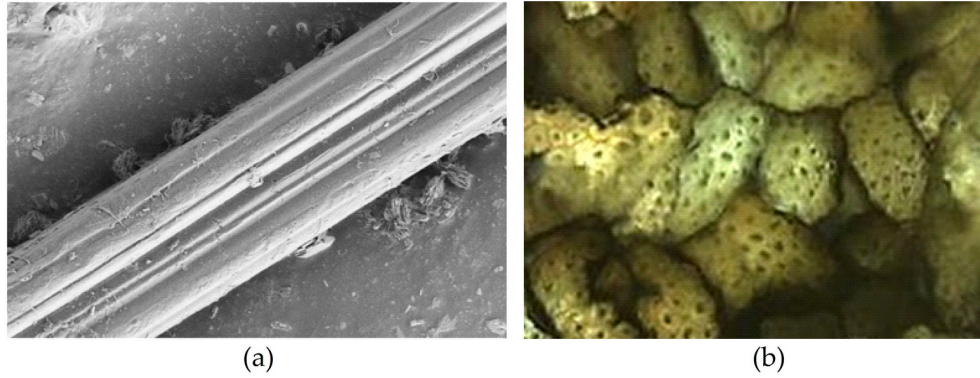
Şekil 1.31 Jüt liflerinin enine kesit şekli (Krishnan ve ark., 2005).

Bir jüt lifi hücrelerinin hücre duvarı katmanlı bir yapıdan oluşmaktadır (Şekil 1.32). Hücre gelişiminde ilk oluşan primer çeper ve içerisinde S_1 , S_2 ve S_3 olmak üzere 3 ayrı katman içeren sekonder çeperdir. Tüm ligno selülozik liflerde katmanların hepsi farklı oranlarda selüloz, hemiselüloz ve lignin içermektedir. Sekonder çeperdeki en yüksek oranda (yaklaşık %50) selüloz içeren orta katman (S_2) lifin özelliklerinde belirleyici rol oynamaktadır.



Şekil 1.32 Jüt lifinin hücre yapısı (Plant Biochemistry, 2015)

Doğada %100 bozunur olan jüt lifleri çevre dostu ve geri dönüşümlü bir lifdir. Jüt lifleri kendiliğinden altın rengine ve ipeksi bir parlaklığa sahiptir. Nem ve su absorpsiyonu yüksek olan jüt lifleri %100 nemli ortamda ağırlıkça yaklaşık % 34 oranında nem absorbe edebilir. Ticari rutubet haddi %12'dir. Jüt lifleri yaklaşık %12-13 oranında nem içermektedir. Kırılgan yapıda olan ve kopma uzaması düşük olan jüt lifleri yüksek kopma mukavemetine ve yüksek başlangıç modülüne sahiptir (Tablo 1.3). Jüt lifi hücrelerinin boyu 0,8-4 mm değerleri arasında değişmekte ve ortalama boyu 1,6-2 mm kadardır. Lif hücre genişlikleri ise 15-25 mikron değerleri arasında değişmekte ve ortalama inceliği 18 mikron değerindedir (Krishnan ve ark., 2005; Mutlu, 2014; Rowell ve Stout, 2006). Jüt liflerinin mikroskopik görünüşleri incelendiğinde, jüt liflerinin enine kesitlerinin boyutlarının, her bir lif hücrelerinin içerdiği hücre sayısının, duvar kalınlığının, lümen çapının ve şeklinin değiştiği görülmektedir. Jüt lifi hücreleri poligonal şekilde bir enine kesite ve ovalden yuvarlağa kadar farklı şekillerde bulunabilen lümenlere sahiptir (Şekil 1.33).



Şekil 1.33 Jüt liflerinin boyuna (x5000) ve enine (x180) görünüşü (Sfiligoj Smole ve ark., 2013)

Jüt lifleri yaklaşık %61-71,5 oranında selüloz, %12-13 oranında lignin, %13,6-20,4 oranında hemiselüloz, %0,2 oranında pektin ve %0,5 oranında vaks içermektedir (Tablo 1.3). Jüt liflerinin özellikle bazik ortamda klor ile muamele edilmesi esnasında selüloz zinciri parçalanmasının meydana gelmesi nedeni ile ağartılması oldukça zordur. Genellikle hidrojen peroksit veya sodyum klorit ile ağartılabilmektedir. Jüt lifleri diğer selülozik liflerde olduğu gibi alkalilere asitlere göre daha dayanıklıdır. Jüt lifleri diğer selüloz esaslı doğal lifleri boyayan boyar

maddeler ile boyanabilmektedir. Tablo 1.4’de jüt liflerinin ticarete ve tarımda en önemli olan türlerinin bazı fiziksel özellikleri verilmektedir.

Tablo 1.4 Jüt liflerinin bazı fiziksel özellikleri (Krishnan ve ark., 2005)

Özellik	<i>Corchorus capsularis L.</i>	<i>Corchorus olitorius L.</i>
Birim hücre boyu (mm)	0,8-6	0,8-6
Uzunluk/genişlik oranı	110	110
Nem geri kazanımı (%) (% 65 RH)	12,5	12,5
Suda dikey şişme oranı (%)	20-22	20-22
Özgül mukavemet (g/teks)	27-36	16-35
Kopma uzaması (%)	1-1,5	1-2

Jüt lifleri farklı sektörlerde lif, iplik ve kumaş olarak yaygın kullanım alanları bulmuşlardır. Çevre dostu, doğada tamamen bozunabilir ve sürdürülebilir olması, ucuz iplik üretimi gibi faktörler nedeni ile günümüzde üretim ve kullanılabilirlik açısından pamuktan sonra ikinci sırayı almaktadır. Jüt liflerinin hem kabukları hem de lifleri kullanılabilir. Jüt lifleri ambalaj tekstillerinden jeotekstillere, halı ve döşemelik kumaş üretiminden kâğıt üretim endüstrisine kadar çeşitli alanlarda kullanım potansiyeline sahiptir. Jüt lifleri maliyetinin uygun olması ve iyi fiziksel özelliklere sahip olması nedeniyle dokusuz yüzey üretim teknolojisinde de kullanılmaktadır. Tafting yüzeylerde ara tabaka veya esas tabaka olarak, yer kaplamaları için temel malzeme olarak, döşemeliklerde dolgu malzemesi olarak kullanılmaktadır. Çevre dostu olan jüt, sadece tekstil sektöründe değil, ambalaj, ayakkabı-çanta, giyim aksesuarları, tarım, inşaat, denizcilik, otomotiv ve ilaç sektörü gibi birçok alanda kullanılmaktadır (Mutlu, 2014). Ayrıca jüt lifleri kompozit malzeme üretiminde, lif takviyeli polimer karışımlarında, kalıpla şekillendirilen ürünlerin üretiminde de kullanılmaktadır.

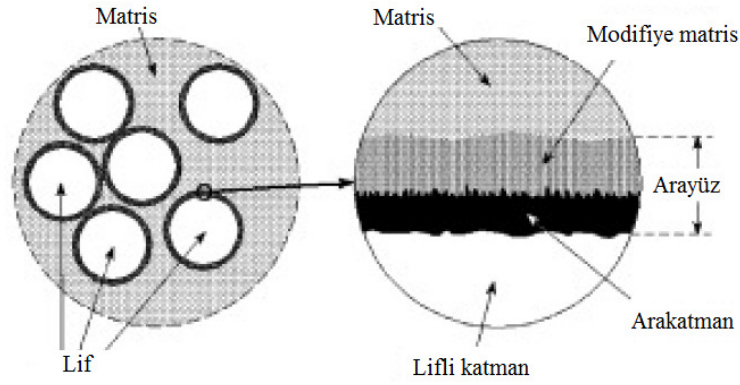
Jüt lifleri dünyada sürekli üretilen ve çeşitli sektörlerde kullanılan selüloz esaslı doğal bir lifdir. İşçilik maliyetlerinin ucuz olması nedeni ile özellikle Hindistan ve Pakistan’da üretilen jüt lifleri, ülkemizde Akdeniz ve Güneydoğu Anadolu bölgelerinde yetiştirilme koşullarına sahip olmasına rağmen, ekim zorluğu ve işçilik

ücretlerinin yüksek olması nedeni ile tamamen ithal edilmektedir. Ambalaj tekstilleri, çuval üretimi ve özellikle halı üretiminde kullanılan jüt lifleri tekstil sektöründe yapılacak teknolojik gelişmeler ile hazır giyim ürünlerinin üretiminde de kullanılabilecektir.

1.3 Kompozit ve Arayüzey Kavramları

Sağladıkları avantajlar ve uygulama alanlarındaki çeşitlilik dolayısı ile bugün tekstil dünyasında önemli bir yer tutan kompozit malzemeler; polimer maddelerin görünüm, bağlanma ve fiziksel özellikleri ile liflerin, yüksek mekanik ve fiziksel performanslarını birleştiren hibrid materyallerdir (Sain, Suhara, Law, ve Bouilloux, 2005).

Günümüzde çeşitli özellikleri nedeni ile doğal malzemelerin polimer takviyesi olarak kullanıldığı çalışmalar yeni ürün alternatifleri olarak dikkat çekmektedir. Doğal liflerin kompozitlerin üretiminde sentetik liflere göre, düşük yoğunluk, hafiflik, biyolojik olarak parçalanabilirlik ve geri dönüştürülebilirlik, bitkisel kökenli doğal kaynakların yenilenebilir olması, yüksek özgül mukavemet ve düşük maliyet gibi avantajları bulunmaktadır. Ancak doğal liflerin yapısında bulunan pektin, lignin ve vaks gibi safsızlıklar ve yüksek miktarlardaki hidroksil grupları, doğal liflerin matris polimerine bağlanmasına engel olup kompozit malzemenin ara yüzeyini zayıflatmakta ve nihai kompozitin mekanik özelliklerini olumsuz yönde etkilemektedir. Bu nedenle iyi mekanik özelliklere sahip bir kompozit malzeme elde etmek ve lif özelliklerinden maksimum derecede faydalanmak için ara yüzey boyunca optimum yapışma sağlanmalıdır. Bu amaçla hem lifler hem de matris polimeri fiziksel ve kimyasal olarak modifiye edilmektedir. Doğal lif takviyeli kompozit malzeme üretiminde arayüzey etkinliğini arttırmak için kullanılan başlıca lif ve matris yüzey modifikasyon yöntemleri aşağıdaki bölümlerde ayrıntılı olarak incelenmiştir. Kompozit malzemelerde polimer ile lif arasındaki arayüzeyin şematik gösterimi Şekil 1.34’de verilmektedir.



Şekil 1.34 Kompozit malzemelerde arayüzün şematik olarak gösterimi (Sever, 2009)

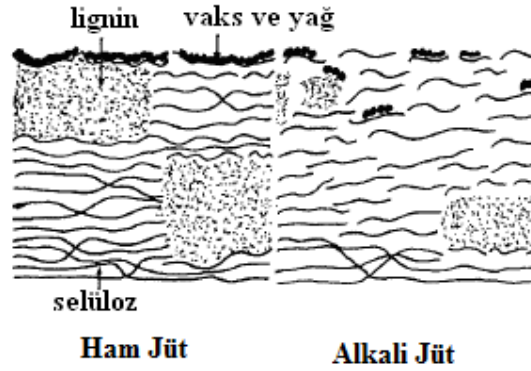
1.3.1 Selüloz Esaslı Doğal Liflere Uygulanan Kimyasal Modifikasyon Yöntemleri

Selüloz esaslı doğal lif takviyeli kompozitlerin niteliklerinin ve kullanım performanslarının geliştirilmesi için doğal liflerin termal stabilitesi, yüzey özellikleri (matris polimerine adhezyonu) ve kompozit yapı içerisindeki dağılımı gibi hususlar dikkate alınmalıdır. Selüloz esaslı doğal liflerin modifikasyonu hem fiziksel hem de kimyasal işlemler ile gerçekleştirilebilir. Farklı yöntemler uygulanarak lif yüzeyi pürüzlendirilip polimer ile mekanik bağlanma sağlanabileceği gibi, lif yüzeyinde bulunan yüzey safsızlıkları giderilerek yüzeyde bulunabilecek aktif grupların artırılması polimer ile bağlanmaya olanak sağlayabilecektir.

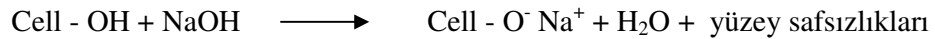
Bitkisel liflerin modifikasyon işleminde, ne formda bir kompozit malzeme üretileceğinin ve lifin katkı sağlayacağı fonksiyonunun da dikkate alınması gerekmektedir. Tabaka, levha, lif, partikül gibi farklı formlarda lif takviyeli yüzey halinde üretilen kompozit malzemelerde, kullanım alanına göre istenilen düzeyde mekanik ve fiziksel özellikler elde etmek için takviye lifi ile matris polimeri arasındaki arayüzey dayanımını geliştirmek önem teşkil ederken, kompozit filament üretiminde mikro ya da nano düzeydeki katkı maddelerinin polimer içerisinde lif boyunca mümkün olduğunca homojen dağılımının sağlanması söz konusu olmaktadır. Bu amaçla kompozit malzeme üretiminde selüloz esaslı doğal liflere uygulanan modifikasyon işlemleri ilerleyen bölümde ayrıntılı bir şekilde anlatılmaktadır.

1.3.1.1 Alkali İşlem

Selüloz esaslı doğal lif takviyeli kompozit malzemelerin arayüzey modifikasyonunda en çok uygulanan yöntemlerinden biri alkali işlemdir (Ray, Sarkar, Rana, ve Bose, 2001; Mwaikambo ve Ansell, 2002; Cao, Shibata, ve Fukumoto, 2006; Rokbi, Osmani, Imad, ve Benseddiq, 2011; El-Shekeil, Sapuan, Kahlina, Zainudin, ve Al-Shuja'a, 2012). Alkali işlemin en önemli etkisi, lif yüzeyinde bulunan lignin, vaks, yağlı ve mumlu maddelerin bir kısmını uzaklaştırması ile lifin yüzey pürüzlülüğü arttırarak polimer ile mekaniksel bağlanmanın sağlanması ve ayrıca lif yüzeyinde polimer ile etkileşime girebilecek çok sayıda açık selüloz uçları oluşturmaktır (Şekil 1.35). Alkali işlem aynı zamanda selüloz fibrillerine etki ederek, selülozun polimerizasyon derecesini düşürmekte ve lifin içyapı özelliklerini etkilemektedir. Alkalizasyon olarak da bilinen işlem selüloz I yapısını selüloz II yapısına değiştirmektedir. Ayrıca alkali işlem kompozit malzemenin arayüzeyinde liflerin apolar karakterdeki polimerler ile olan uyumluluğunu geliştirmektedir (Alexander ve ark., 2005). Selüloz esaslı doğal lifler ile alkali çözeltinin etkileşimi Şekil 1.36'da gösterilmektedir.



Şekil 1.35 Ham ve alkali ile muamele edilen jüt liflerinin şematik olarak gösterimi (Mwaikambo ve Ansell, 2002)



Şekil 1.36 Selüloz esaslı lifler ile alkali etkileşimi (Mwaikambo ve Ansell, 2002)

Yüksek konsantrasyonlarda yapılan alkali işlemlerde kompozit malzeme üretiminde kullanılan selüloz esaslı doğal liflerde gereğinden fazla miktarda ligninin uzaklaştırılması, lif yapısını bozarak mukavemetini ve termal stabilitesini düşürmektedir. Bu nedenle alkali işlemin ancak optimum koşullarda yapılması, lif takviyeli kompozit malzemelerin mekanik özelliklerini geliştirmektedir.

1.3.1.2 Bağlayıcı Maddeler ile Modifikasyon

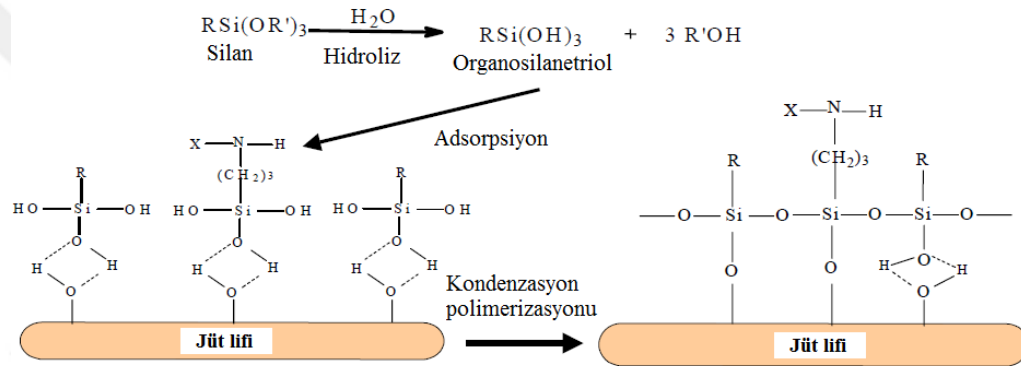
Kompozit malzemelerin ara yüzey dayanımını arttırmada en çok tercih edilen bir diğer yöntem, lif ile polimer maddeyi birbirine bağlayan bağlayıcı maddeler kullanmaktır. Genellikle birbiri ile uyumlu olmayan polar selüloz esaslı doğal lifler ile apolar polimer maddeler arasındaki etkileşimi geliştirmek için lif ya da katkı maddelerinin yüzeyi hidrofob özellik kazanacak şekilde uyumlu bir polimer madde ile kaplanır. Bağlayıcı maddelerin, selülozun -OH grupları ile ve matris polimerinin fonksiyonel grupları ile etkileşimi olmak üzere iki fonksiyonu bulunmaktadır. Silan, izosiyanat ve triazin esaslı olan ve kompozit malzeme üretiminde en çok kullanılan bağlayıcı maddeler, lif ile polimerin fonksiyonel grupları arasında bir köprü görevi görmektedir (George, Sreekala, ve Thomas, 2001).

Bağlayıcı maddelerin kompozit malzeme içerisinde farklı mekanizmaları bulunmaktadır:

- Lif ve polimer arasında belli bir dayanıma sahip çapraz bağlı arayüzeyin oluşturulması
- Polimerin lif tarafından tutulabilirliğinin geliştirilmesi
- Her iki bileşen arasında kovalent bağların kurulması (Bledzki ve Gassan, 1999)

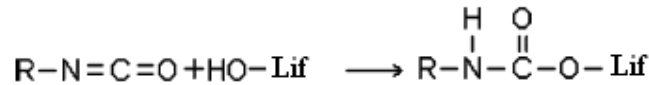
Silan, SiH_4 kimyasal formülüne sahip kimyasal bir bileşendir. Silan esaslı maddeler doğal liflerin apolar polimer ile uyumunu arttırmak ve kompoziti stabilize etmek amacıyla bağlayıcı madde olarak kullanılmaktadır. Silan bağlayıcı maddeleri selüloz esaslı liflerin hidroksil grupları ile reaksiyona girerek kompozit içerisinde lif/matris arayüzeyindeki hidroksil gruplarını azaltmaktadır. Nemli ortamda hidrolize

edilebilen alkoksi grupları silanol gruplarını oluşturmakta ve bu silanol grupları lifin hidroksil grupları ile reaksiyona girerek arayüzeyde stabil kovalent bağlar oluşturmaktadır (Şekil 1.37). Silan bağlayıcı madde uygulaması ile sağlanan hidrokarbon zincirleri lif ve matris arasında kurduğu kovalent bağlar sayesinde çapraz bağlı bir ağ yapısı meydana getirmekte ve lifin şişme derecesini sınırlandırmaktadır (Li, Tabil, ve Panigrahi, 2007). Silan bağlayıcı maddeleri selüloz esaslı lifler ile polimer matris arayüzey dayanımını arttırmada etkili bir rol oynamaktadır.



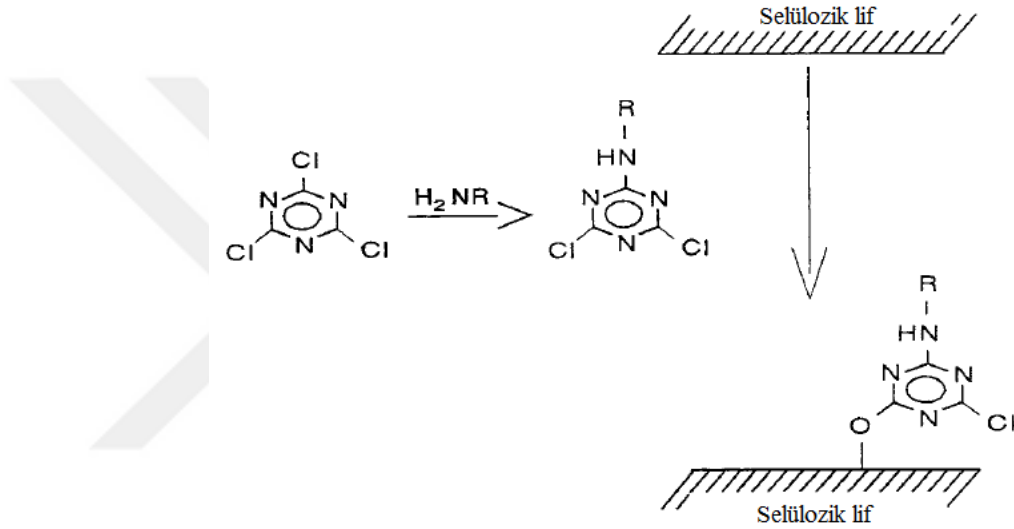
Şekil 1.37 Silan bileşiğinin hidroliz reaksiyonu ve jüt lifi ile etkileşimi (Doan, 2006; Li ve ark., 2007)

Selülozik lif takviyeli kompozitlerin üretiminde kullanılan bağlayıcı maddelerin bir diğeri de izosiyanat esaslı bileşikleridir. *İzosiyanat* fonksiyonel grubu ($-\text{N}=\text{C}=\text{O}$) içeren izosiyanat bileşikleri, selülozun hidroksil grupları ve lignoselülozik liflerin içerdiği lignin ile etkileşime girmektedir. İzosiyanat, doğal lif takviyeli kompozitlerin arayüzey modifikasyonunda bağlayıcı madde olarak kullanılmaktadır (Li ve ark., 2007). Polimetilen polifenil izosiyanat selüloza kuvvetli kovalent bağlar ile bağlanmaktadır. Şekil 1.38'de selülozik lif ve izosiyanat grubu içeren bileşik arasındaki etkileşimi görülmektedir.



Şekil 1.38 Selülozik lif ile isosiyanat etkileşimi (Li ve ark., 2007)

Triazin türevleri selülozik liflere kovalent bağlar oluşturarak bağlanmaktadır. Liflerin triazin türevleri ile muamelesi sonucu hem liflerin hem de lif katkılı kompozit malzemelerin nem absorpsiyonu azalmaktadır. Triazin türevleri ile yapılan modifikasyon işlemi sonucu selülozun hidroksil gruplarının sayısı azalmakta, hem lif yüzeyinin hidrofilik performansı gerilemekte hem de lif-polimer arası oluşan kovalent bağlar ile birlikte liflerin şişmesi sınırlanmaktadır. Şekil 1.39’da triazin türevleri ile selülozik liflerin etkileşimi görülmektedir.



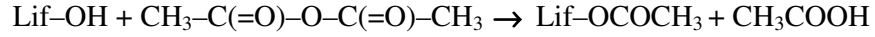
Şekil 1.39 Selülozik lif ile triazin türevlerinin etkileşimi (Bledzki ve Gassan, 1999)

Selüloz esaslı liflerin bağlayıcı maddeler ile modifikasyonu, lif yüzeyinde kaplama oluşturarak lifler arasındaki interaksyonu azaltmakta, liflerin kompozit içerisinde dağılımını geliştirmektedir (Mohanty, Misra, ve Drzal, 2005).

1.3.1.3 Asetilasyon Modifikasyonu

Selüloz esaslı lif katkılı polimerik kompozit malzemelerin üretiminde kullanılan bir diğer modifikasyon yöntemi lif asetilasyonudur. *Asetilasyon*, organik bileşiklere bir asetil fonksiyonel grubun (CH₃COO⁻) bağlandığı reaksiyonu ifade etmektedir. Asetik anhidrid ile yapılan kimyasal modifikasyon işleminde lifin hücre duvarındaki hidroksil grupları ile asetil grupları yer değiştirerek lifin özelliklerini modifiye etmekte ve life hidrofob özellik kazandırmaktadır (Şekil 1.40). Asetilasyon, selüloz esaslı liflerin nem ve su absorpsiyonu azaltmakta ve kompozit malzemenin boyutsal

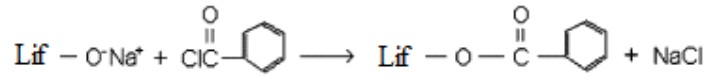
stabilitesini arttırmaktadır (Li ve ark., 2007). Asetilasyon modifikasyonu, selülozik liflerin termal stabilitesini ve lif-polimer interaksyonunu iyileştirerek kompozit malzemenin termal stabilitesini geliştirmektedir (Manikandan Nair, Thomas, ve Groeninckx, 2001).



Şekil 1.40 Selülozik lif ile asetik anhidrid etkileşimi (Li ve ark., 2007)

1.3.1.4 Benzoilasyon Modifikasyonu

Benzoil klorit selülozik liflerin modifikasyonunda en sık kullanılan kimyasal maddelerden biridir. Benzoil kloritin içerdiği benzoil grubu ($\text{C}_6\text{H}_5\text{C=O}$) selüloz esaslı liflerin hidrofillik performansını azaltmakta ve liflerin hidrofobik polistiren ile etkileşimini arttırmaktadır. Selülozun hidroksil grupları ile benzoil klorit arasında meydana gelen reaksiyon Şekil 1.41’de görülmektedir.



Şekil 1.41 Selülozik lif ile benzoil klorit etkileşimi (Li ve ark., 2007)

Doğal liflerin benzoilasyonu lif/matris adhezyonunu geliştirerek kompozitin mukavemetini arttırmakta, su absorpsiyonunu azaltmakta ve termal stabilitesini geliştirmektedir (Li ve ark., 2007).

1.3.1.5 Aşılama Polimerizasyonu

Kompozit malzeme üretiminde selüloz esaslı liflere uygulanan bir diğer yöntem de aşılama reaksiyonudur. Liflerin aşılama reaksiyonunda, lifler öncelikle belirli iyonları içeren sulu çözelti ile muamele edilmekte ve sonrasında yüksek enerjiye maruz bırakılarak makromolekül zincir kopuşları ile birlikte serbest radikallerin oluşumu sağlanmaktadır. Selülozda oluşan bu serbest radikaller aşılama

reaksiyonunu başlatıcı rol oynamaktadır. Selülozun oluşan radikal bölgeleri kompozit üretiminde kullanılacak olan polimer ile uyumlu bir çözelti ile modifiye edilmektedir. Oluşan kopolimer hem selülozun hem de aşılınmış polimerin özelliklerini taşımaktadır. Aşılama polimerizasyonunda bu amaçla vinil monomerleri, akrilonitril, metil metakrilat ve polistiren maddeleri kullanılabilir (Gassan ve Bledzki, 1999). Şekil 1.42’de selülozik liflerin akrilonitril ile etkileşimi görülmektedir.

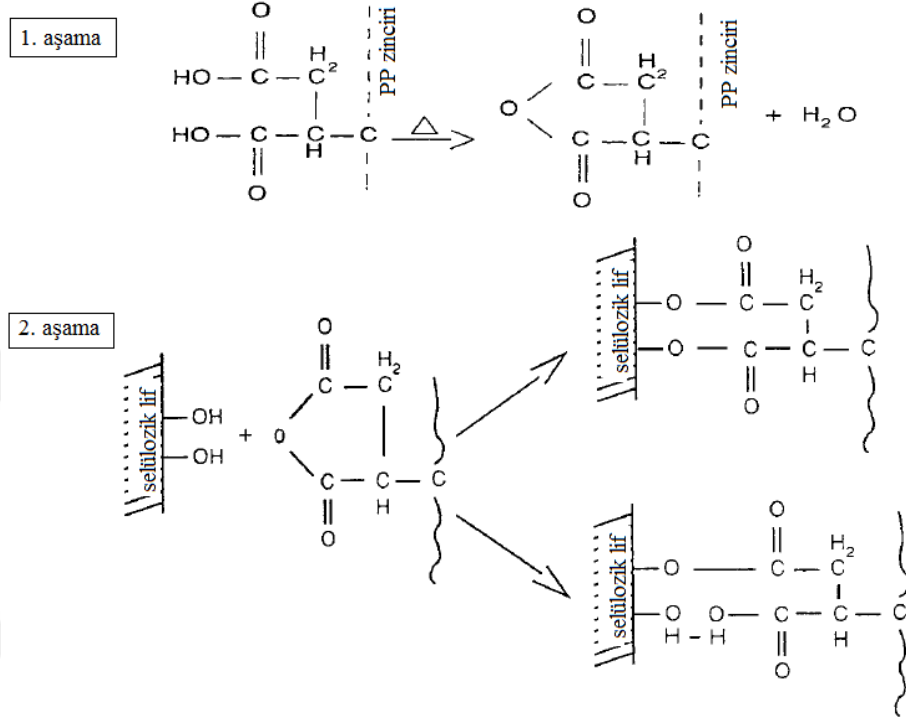


Şekil 1.42 Selülozik liflerin hidroksil grupları ile akrilonitril etkileşimi (Li ve ark., 2007)

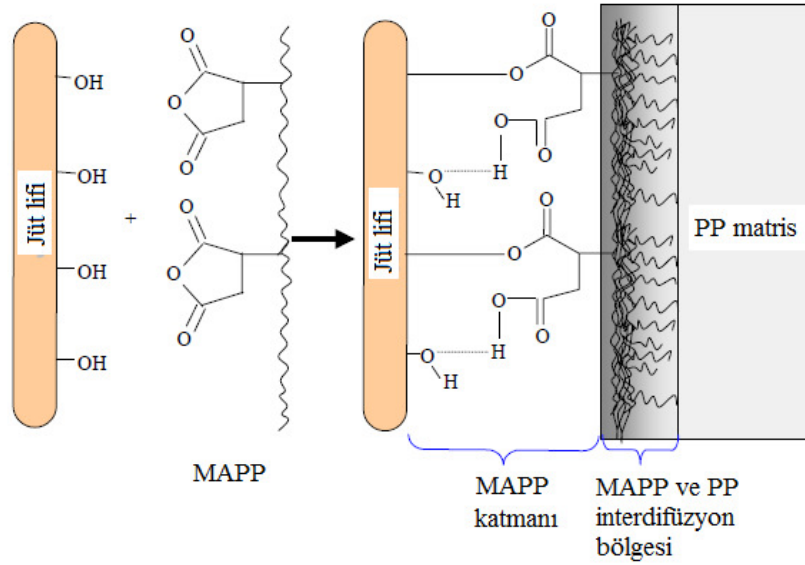
Selüloz esaslı liflerin anhidrid maddeleri ile esterifikasyonu, lifin hidroksil gruplarını bloke ederek life hidrofob bir nitelik kazandırmaktadır. Selülozik liflerin anhidridler ile modifikasyonunda anhidrid, liflerin hidroksil grupları ile ester bağı oluşturmakta ve doymamış C=C bağı açılarak termoplastik hidrokarbon zinciri ile C-C bağı kurmaktadır. Modifikasyon amacı ile genellikle asetik anhidrid, maleik anhidrid, süksinik anhidrid ve ftalik anhidrid gibi anhidrid türevleri kullanılabilir (Chowdhury ve Wolcott, 2007).

Maleik anhidrid aşılınmış polipropilen (MAPP) lif katkılı kompozit malzemelerin dayanımının artırılması amacı ile lif ile polimer arasında uyumluluğu geliştirmek için kullanılan maddelerden biridir. MAPP, hem lif hem polipropilen matrislerinin modifikasyonu için kullanılmaktadır. Liflerin sıcak MAPP kopolimeri ile muamelesi kompozitin arayüzeyinde kuvvetli kovalent bağlar oluşturmaktadır. MAPP’ın life aşılama reaksiyonu 2 adımlı olarak gerçekleşmektedir. İlk aşamada 170°C sıcaklığa erişene kadar ısıtma işlemi uygulanarak kopolimerin aktivasyonu sağlanmakta, 2. aşamada ise selülozun esterifikasyon reaksiyonu meydana gelmektedir (Şekil 1.43). MAPP’ın maleik anhidrid grupları ile selülozun hidroksil grupları arasında kimyasal (ester bağları) ve fiziksel etkileşimler (hidrojen bağları) meydana gelmektedir. Bağlayıcı madde görevi gören MAPP’ın polipropilen zincirleri polipropilen matrisin zincirleri arasından difüze etmektedir (Şekil 1.44). MAPP ile modifikasyon sonucu, selüloz esaslı liflerin yüzey enerjisi polimerin yüzey enerjisine yaklaşmakta böylece

kompozit içerisinde polimer ile olan arayüzey adhezyonu artış göstermektedir (Doan, 2006; Chowdhury ve Wolcott, 2007).



Şekil 1.43 Selülozik lif ile MAPP etkileşimi (Beldzki ve Gassan, 1999)



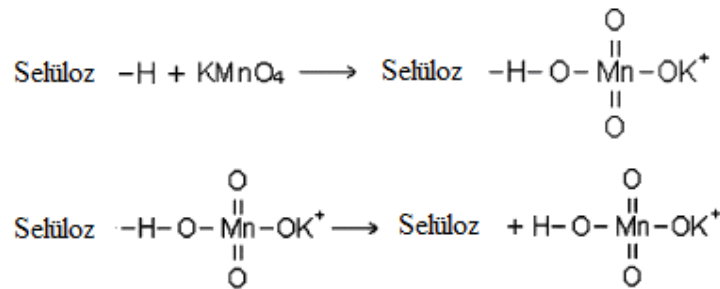
Şekil 1.44 Jüt, MAPP ve polipropilen (PP) etkileşimi (Doan, 2006)

1.3.1.6 Selüloz Esaslı Liflerin Oksidasyonu

Kompozit malzeme üretiminde selüloz esaslı liflerin hidrofilik karakterinin azaltılmasında kullanılan en etkili yöntemlerden biri de lifin alkol gruplarının oksidatif maddeler ile reaksiyonudur (Bulut ve Akşit, 2013). Oksidasyon sırasında selülozun fiziksel özellikleri değişim göstermektedir. Periodatlar ve azot dioksit oksitleyici maddeleri lifin hem kristalin hem de amorf bölgelerine etki ederken, potasyum dikromat, potasyum permanganat ve kromik asit gibi maddeler ise diğer oksidasyon maddelerinden farklı olarak amorf bölgeler ile birlikte yüzey kristalitlerine etki etmektedir. Oksidasyon sonrası liflerin yüzey pürüzlülüğü artmakta ve lifler kırılğan bir özellik kazanmaktadır.

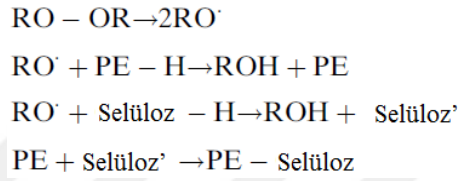
MnO_4^- permanganat grubu içeren permanganat bileşenleri ile selüloz esaslı liflerin modifikasyonunda MnO_3^- iyonlarının oluşumuna yol açan selüloz radikalleri meydana gelmektedir. Liflerin potasyum permanganatın aseton çözeltisi ile muamalesi sonucu hidrofilik özelliği gerilemekte ve kompozit malzemenin su absorpsiyonu azalmaktadır. Potasyum permanganat çözeltisinin konsantrasyon artışı ile birlikte liflerin hidrofillik eğilimi azalsa da, %1'den daha yüksek konsantrasyona sahip çözeltiler ile yapılan modifikasyon işlemi liflerin degradasyonuna yol açarak lif ile polimer arasında polar grupların oluşmasına neden olmaktadır (Paul, Joseph, ve Thomas, 1997; Li ve ark., 2007).

Şekil 1.45'de selülozik lifler ile potasyum permanganat etkileşimi görülmektedir.



Şekil 1.45 Selüloz ile potasyum permanganat etkileşimi (Li ve ark., 2007)

Oksidasyon amacı ile kullanılan bir diğer oksidasyon maddesi ROOR fonksiyonel grubu içeren organik peroksitlerdir. Organik peroksitler serbest radikaller (RO) oluşturacak şekilde kolaylıkla dekompoze olurlar. Bu serbest radikaller daha sonra matris polimeri ve selülozik liflerin hidroksil grupları ile reaksiyona girmektedir. Şekil 1.46'da selüloz esaslı lifler ile polietilen polimerinin peroksit ile başlatılan serbest radikal reaksiyonu görülmektedir (Li ve ark., 2007; Chowhury ve Wolcott, 2007).



Şekil 1.46 Selülozik lifler ile polietilen radikal etkileşimi (Li ve ark., 2007)

Selüloz esaslı liflerin organik peroksitler ile yüzey modifikasyonunda benzoil peroksit ve dikümil peroksit kimyasalları kullanılmaktadır (Chowhury ve Wolcott, 2007). Liflerin modifikasyonunda işlemin yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilmesi peroksitlerin dekompozisyonu hızlandırmaktadır. Organik peroksitler ile yapılan modifikasyon işlemleri selülozik liflerin hidrofilitesini azaltmakta ve kompozit malzemelerin mekanik özelliklerini geliştirmektedir. Ayrıca potasyum dikromat, sodyum hipoklorit ve hidrojen peroksit kimyasal maddeleri de selülozik lif katkılı kompozit malzeme üretiminde liflerin modifikasyonunda yaygın olarak kullanılan yükseltgen maddeler sınıfında yer almaktadır (Khan ve Ahmad, 1996; Khan, Khan, Islam, ve Gafur, 2010; Khan, Khan, ve Islam, 2013).

1.3.1.7 Liflerin Sıvı Polimer Çözeltileri ile Emdirilmesi

Selülozik lifler ile polimer uyumluluğunu sağlamada kullanılan en etkin yöntemlerden biri de katkı liflerinin matris polimeri uyumlu bir polimer ile emdirilmesidir. Bu amaçla genellikle lifler sıvı monomer ile emdirilir ve sonrasında katalizör, sıcaklık ve radyasyon etkisi ile polimerizasyon gerçekleştirilir. Yüksek viskozitede polimerler kompozit malzeme üretim sürecinde lifler polimer ile tamamen emdirilmesini kısıtlanmasına ve dolayısı ile liflerin esas matris polimeri ile

zayıf interaksiyonuna neden olmaktadır. Bu yöntemde genellikle düşük viskoziteye sahip monomer çözeltileri tercih edilmektedir (George ve ark., 2001).

1.3.1.8 Selüloz Esaslı Liflerin Metanol Grubu (-CH₂OH) İçeren Bileşenler ile Modifikasyonu

Yapısında metanol grubu içeren kimyasal bileşenler selüloz esaslı lifler ile stabil kovalent bağlar kurabilirler. Tekstil endüstrisinde sıkça kullanılan bu maddeler selüloz ile hidrojen bağları da oluşturmaktadır. Selülozik lif katkılı doymamış poliester kompozitlerin üretimi öncesi liflerin metanolmelamin ile muamelesi, kompozit malzemenin hem nem alımını azaltmakta hem de yaş mukavemetini arttırmaktadır (Bledzki ve Gassan, 1999).

Polimer esaslı kompozit malzeme üretiminde selülozik liflerin yüzey modifikasyonu amaçlı yaygın olarak kullanılan yukarıda belirtilen kimyasal maddelerden başka stearik asit, sodyum klorit, oleil klorit gibi farklı kimyasal maddeler de kullanılmaktadır (Zafeiropoulos, Williams, Baillie, ve Matthews, 2002; Mishra, Misra, Tripathy, Nayak, ve Mohanty, 2002; Corrales ve ark., 2007).

1.3.2 Selüloz Esaslı Doğal Liflere Uygulanan Fiziksel Modifikasyon Yöntemleri

Kompozit malzeme üretiminde arayüzeyin yapısı ve özellikleri, polimer matris ve lifler arasında yük/gerilim transferinin gerçekleşebilmesi ve nihai kompozitin fiziksel ve mekanik özelliklerinin belirlenmesi açısından önemli bir rol oynamaktadır. Kompozit malzemenin arayüzey dayanımı her iki bileşenin kimyasal ve morfolojik olarak birbirlerine olan uyumuna bağlı olmaktadır.

Selüloz esaslı lif katkılı kompozit malzeme üretiminde liflerin yüzey modifikasyonu ve mekanik olarak işlenebilirliğini geliştirmek amacı ile kullanılan yöntem matris polimerine göre değişim göstermektedir (Morales, Olayo, Cruz, Herrera-Franco, ve Olayo, 2006).

Selülozik liflerin modifikasyonunda kimyasal metotların yanı sıra fiziksel yöntemler de kullanılmaktadır. Fiziksel yöntemler liflerin yüzey fibrilasyonunu ve plazma modifikasyonunu içermektedir. Fiziksel modifikasyon yöntemleri liflerin yapısal ve yüzey özelliklerini değiştirebilmekte ve dolayısı ile polimer matris ile mekanik bağlanmasını etkilemektedir (George ve ark., 2001).

Fiziksel yöntemlerden en yaygın olarak kullanılan plazma modifikasyonudur. Plazma modifikasyonu, lifin polimer tarafından kaplanabilirliğini aynı zamanda aşılama polimerizasyonunu etkileyen lif ya da polimer yüzeyinde $-OH$, $-C=O$ ve $-COOH$ gibi fonksiyonel grupların oluşumunu sağlamaktadır (Shishoo, 2007; Sever, 2009). Plazma modifikasyonu ile hem katkı lifi hem de matris polimeri ile uyumlu olabilecek monomerlerin polimerizasyonu da yapılabilmektedir. Bu metotla oluşturulan film tabakası kompozitin her iki bileşenine de iyi bir şekilde tutunabilmekte, lifin kütleli özelliklerini değil sadece lif yüzeyini modifiye etmektedir (Biro, Plezier, ve Deslandes, 1993; Nay, Pitt, ve Armstrong-Carrolli, 1995; Sinha ve Panighrahi, 2009). Plazma ile modifiye edilen lif yüzeyi matris polimeri ile kuvvetli bağlar kurabilmektedir.

1.4 Önceki Çalışmalar

Selülozik lif katkıli kompozit malzemelerin özellikleri, kullanılan selülozik lifin cinsine, yapısal özelliklerine, matris polimerine ve katkı lifine ve/veya matris polimerine uygulanacak olan arayüzey işlemlerine bağlı olarak değişmektedir. İlgili literatür incelendiğinde, genellikle yüzey halinde partikül takviyeli, lif takviyeli, levhasal, tabakalı ve doldurulmuş kompozit malzemelerin üretildiği ve mekanik ve performans özelliklerine üretim parametrelerinin etkisinin araştırıldığı çok sayıda çalışmaların olduğu görülmüştür.

Kompozit lifler ile ilgili yapılan araştırmalar incelendiğinde ise genellikle mikron/nano boyutta TiO_2 , SiO_2 , gümüş ve ZnO partikülü, nano kil, karbon nanotüp katkıli polipropilen kompozit filamentlerin üretildiği ve bu katkı maddelerinin polipropilen filamentlerinin UV stabilite, güç tutuşurluk, antibakteriyellik,

antimikrobiyellik ve mekanik özelliklerine etkileri incelenmiştir. Bununla birlikte sentetik esaslı kompozit lif üretiminde selülozik katkı malzemesi kullanan sınırlı sayıda çalışma olduğu ve bunlarda da sadece odun atıklarının kullanıldığı görülmüştür (Awal, Ghosh, ve Sain, 2009; Awal ve ark., 2010).

Bu bağlamda çalışmaları aşağıda gösterildiği gibi 3 temel grupta sınıflamak mümkündür:

1. Farklı fiziksel ya da kimyasal modifikasyon işlemlerinin selüloz esaslı liflerinin özelliklerine etkisinin incelenmesine dair yapılan çalışmalar
2. Selüloz esaslı lif takviyeli kompozit malzemelerin lif/polimer uyumluluğunun ve dayanımının geliştirilmesine dair yapılan çalışmalar
3. Partikül katkılı polipropilen liflerinin özelliklerinin incelenmesine dair yapılan çalışmalar

Bu bölümde, konu ile ilgili derlenen literatürler yukarıdaki ana başlıklar altında verilmeye çalışılmıştır.

1.4.1 Farklı Modifikasyon İşlemlerinin Selüloz Esaslı Liflerin Özelliklerine Etkisinin İncelenmesi ile İlgili Çalışmalar

Saha ve Mitra (1996) yaptıkları çalışmada alkali varlığında jüt lifi ile akrilonitril etkileşimini incelemişlerdir. Deney sonuçları, alkali ön işlemde sodyum hidroksit çözeltisindeki konsantrasyon artışının jüt lifinin siyanoetilasyonunu arttırdığını göstermiştir. %4'lük alkali çözeltide yapılan ön işlemin lifin dayanımı ve formu açısından optimum değer olduğu belirlenmiştir. Reaksiyon süresinin etkisi incelendiğinde reaksiyonun ilk 60 dakikalık süre içerisinde lifte siyanoetilasyon oranı hızla artsa da, süre artışı ile birlikte azaldığı tespit edilmiştir. Lifi siyanoetilasyon oranının etkileşime girdiği akrilonitril miktarı ile arttığı görülmüştür. Yüksek akrilonitril konsantrasyonlarında jüt lifinin hidroksil grupları ile akrilonitril

molekülleri arasındaki etkileşim artmaktadır. Siyanoetilasyon sonucu jüt lifinin polaritesi azalmaktadır. Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR) analizine göre jüt lifinin akrilonitril ile muamelesi sonrası hidroksil gruplarını gösteren pikin yoğunluğunun azaldığı, metil gruplarındaki C-H bandını gösteren pikin ise yoğunluğunun arttığı belirlenmiştir. Fonksiyonel gruplarında meydana gelen bu değişim jüt lifinde siyanoetilasyonun meydana geldiğini göstermektedir (Şekil 1.40).

Gassan ve Bledzki (1999) yaptıkları çalışmada farklı çözelti konsantrasyonlarında ve farklı işlem sıcaklıklarında uyguladıkları alkali işlemin jüt ipliklerinin morfolojik ve mekanik özelliklerine etkisini incelemişlerdir. Alkali işlem ile birlikte jüt lifi içerisindeki hemiselüloz kısmi olarak giderilmekte ve lifin şişmesi sonucu alkaliye duyarlı olan bağlar kopmaktadır. Ayrıca selülozik olmayan bileşenlerin liften uzaklaştırılması selüloz zincirleri arasında yeni hidrojen bağlarının oluşumuna olanak tanımakta, lifteki molekül oryantasyonunda ve kristalin bölgelerde değişime neden olmaktadır. Alkali işlem jüt liflerinin kristalin oranını %81'den %85'e arttırmıştır. Alkali işlem jüt lifinin içyapısını değiştirerek mekanik özelliklerini etkilemektedir. %25'lik NaOH'ın sulu çözeltisi ile 20°C sıcaklıkta 20 dakika süre ile yapılan alkali işlem jüt ipliklerinin kopma mukavemetini %120, Young's modülünü de %150 oranında arttırmıştır.

Singh, Gupta, Verma, ve Tyagi (2000) tarafından yapılan çalışmada farklı bağlayıcı maddeler kullanılarak yapılan modifikasyon işlemlerinin sisal liflerinin yapısına ve özelliklerine olan etkisi incelenmiştir. Modifikasyon işlemleri sonrası liflerin hem mikroskop görüntüleri hem de FTIR grafiklerindeki absorpsiyon bantlarının pik yoğunluklarındaki değişimler absorbe edilen kimyasal maddelerin lif yüzeyinde heterojen şekilde dağıldığını göstermektedir. FTIR analizi sonuçlarına göre liflerin kimyasal modifikasyonu sonrası yüzeydeki hidroksil grupları ile bağlayıcı maddelerin alkoksi grupları arasında reaksiyon oluşması nedeni ile hidrofilitik azalmaktadır. Ancak silan, titanat ve zirkonat ile işlem sonrası hidroksil gruplarının sayısında artış görülmektedir. Lif yüzeyinde hemiselüloza bağlı olanlar ve absorbe edilen su olmak üzere farklı tiplerde serbest hidroksil grupları bulunmaktadır. Metakrilamid bağlayıcı maddesi ile muamele edilen lifler en yüksek

hidrofob özelliği göstermektedir. Kimyasal modifikasyon sonrası lif yüzey enerjisinin polar bileşeni azalırken, apolar bileşeni aynı kalmaktadır.

Corrales, Llop, Mutjé, Vilaseca, ve Gandini (2002) jüt liflerine esterifikasyon modifikasyonunun etkisini incelemişlerdir. Piridinin çözücü olarak kullanıldığı oleil klorit çözeltisi ile modifiye edilen jüt liflerinin FTIR spektrumunda C=O grubuna ait 1737 cm^{-1} bandında gözlenen pik oleil klorit gruplarının selülozun hidroksil gruplarına bağlandığını göstermektedir. 2.924 cm^{-1} absorpsiyon bandında gözlenen pik ise C-H alifatik bağlarının varlığını gösterip lifte oleil klorit reaksiyonunun meydana geldiğine işaret etmektedir. Metilen klorürün solvent olarak kullanıldığı reaksiyonda ise modifikasyon oranının düşük olduğu belirlenmiştir. Her iki solventin de kullanıldığı reaksiyonlarda modifikasyon derecesi reaksiyon süresi ve sıcaklık artışı ile birlikte artmaktadır. Piridinin solvent olarak kullanıldığı reaksiyonda yüksek polarite özelliği nedeni ile modifikasyon derecesi yüksektir. Piridin solventi lifi şişirerek kimyasal maddenin life girmesini sağlamaktadır. Piridin katalitik etki göstererek reaksiyonu hızlandırmakta ve alkali etkisi reaksiyonu geliştirmektedir. Liflerin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntülerinden %4 oranında modifiye edilen lif yüzeyinin pürüzlendiği, %44 oranında modifiye edilen liflerin yüzeyinde ise yüksek miktarda kimyasal maddenin biriktiği ve lif içerisine de girmiş olabileceği belirtilmiştir.

Mwaikambo ve Ansell (2002) kenevir, sisal, jüt ve kapok liflerinin içyapı özelliklerine, fonksiyonel gruplarına ve yüzey özelliklerine alkali işlemin etkisini incelemişlerdir. Ham ve modifiye liflerin FTIR analizi sonuçlarına göre alkali işlem sonrası, hemiselüloz, lignin ve yağ asitlerinde bulunan karbonil gruplarını ve C=C bağlarını gösteren piklerin yoğunluğunun azaldığı tespit edilmiştir. Alkali işlemin en çok kapok lifine etki ettiği belirlenmiştir. Kapok lifinde yüksek miktarda amorf yapıda hemiselüloz, lignin ve pektin bulunmakta, ayrıca lif yüzeyinde ve amorf bölgelerde alkali ile etkileşime girebilecek çok miktarda hidroksil grupları bulunmaktadır. Kenevir gibi yüksek kristalizasyon derecesine sahip liflerde ise kimyasal maddelerle etkileşime girebilecek hidroksil grubu çok daha azdır. Lifler alkali ile etkileşime girme derecelerine göre sıralanacak olursa kapok lifinden sonra

jüt, sisal ve kenevir lifleri gelmektedir. Liflerin SEM görüntüleri incelendiğinde düşük konsantrasyondaki alkalinin sulu çözeltisi ile yapılan muamelenin deney kapsamındaki tüm liflerin yüzey pürüzlülüğünü arttırdığı belirlenmiştir. Ayrıca alkali işlemin liflerin kristalinite indeks değerlerini arttırdığı belirlenmiş, ancak yüksek konsantrasyonlarda yapılan alkali işlem life zarar vererek kristalinite indeks değerlerini azaltmıştır.

Ouajai, Hodzic, ve Shanks (2004) alkali işlem sonrası yapılan akrilonitril aşılama modifikasyonunun keten ve kenevir liflerinin özelliklerine olan etkisini araştırmışlardır. Liflerin FTIR analizi sonuçları, alkali işlem sonrası lifte bulunan karboksil ya da karbonil gruplarını gösteren pikin kaybolduğunu, alkali işlem sonrası lifin selüloz I yapısının selüloz II yapısına dönüştüğünü göstermiştir. Ayrıca akrilonitril aşılama işlemi sırasında kullanılan başlatıcı maddesinin konsantrasyonu arttıkça life aşılama monomer miktarında (aşılama oranı) artış meydana geldiği belirlenmiştir. Liflerin mekanik özelliklerine alkali muamelenin etkisi incelendiğinde, liflerin modül değerlerinin alkali konsantrasyonu ile birlikte azaldığı, %10'luk alkali çözelti ile yapılan muamele sonrası sabit kaldığı belirlenmiştir. Alkali işlem sonrası selüloz esaslı liflerde bulunan lignin miktarının azalması, selüloz fibrillerinin bir araya gelerek mekanik dayanımının artmasına neden olmuştur. Ancak bu değerin aşılmasından sonra liflerin selüloz I yapısının selüloz II yapısına dönüşmesi nedeni ile mekanik dayanımının azaldığı belirlenmiştir. Akrilonitril aşılama liflerin mekanik performansının aşılama miktarına bağlı olarak değişim gösterdiği, aşılama modifikasyonunun liflerin mekanik özelliklerinde az da olsa bozulmaya yol açtığı tespit edilmiştir. Liflerin nem geri kazanım değerlerinin alkali konsantrasyonu artışı ile artış gösterdiği saptanmıştır.

Sinha ve Rout (2009) farklı işlem sürelerinde ve konsantrasyonlarda alkali ile modifiye ettikleri jüt liflerinin moleküler yapısını, yüzey kimyasını ve morfolojik özelliklerini incelemişlerdir. FTIR analizine göre, alkali konsantrasyonu artışı ile birlikte hemiselülozun miktarının azalarak giderildiği belirlenmiştir. Alkali işlem sonrası ligninin varlığını gösteren asimetric metil gruplarının miktarının azaldığı tespit edilmiştir. SEM görüntüleri alkali işlem sonrası jüt lifinin yüzeyinin

pürüzlendiğini ve modifikasyon işlem süresi arttıkça hemiselüloz miktarının azalmasına bağlı olarak pürüzlülük derecesinin arttığını göstermiştir. Lignin ve hemiselülozun giderilmesi fibrillerin ayrılmasına ve yeniden düzenlenerek daha sıkı ve kompakt bir yapı oluşturmalarını sağlamaktadır. Bu nedenle X-ışını difraksiyon (XRD) analizine göre alkali işlem sonrası jüt lifinin kristalizasyonun arttığı, mekanik özelliklerinin de geliştiği belirtilmiştir.

Gwon, Lee, Doh ve Kim (2010) yaptıkları çalışmada farklı yöntemler ile modifiye ettikleri odun liflerini FTIR analizi ile inceleyerek modifikasyonun etkinliğini incelemişlerdir. Alkali işlem selüloz liflerini şişirmekte ve şişmenin derecesi alkali konsantrasyonuna bağlı olarak değişmektedir. Sodyum iyonları selülozun kafes kristal yapısındaki gözenekleri genişleterek içyapıya girmekte ve lifin şişmesine neden olmaktadır. Fazla alkalinin giderilmesinden oluşan selülozun kristal yapısı (Na-Cell-I) değişime uğramış ve selüloz molekülleri arasında meydana gelen büyük boşluklar su molekülleri ile dolmuştur. Hidroksil grupları O-Na gruplarına dönüşerek molekül boyutları genişlemiştir. Liflerin yıkanması selüloza bağlı Na iyonlarını da gidererek selüloz-I kristal yapısını selüloz-II kristal yapısına dönüştürmektedir. Silan ile modifikasyon işleminde odun liflerinin hidrofil yüzeyi bağlayıcı madde reaksiyonu ile hidrofobik bir karakter kazanmaktadır. Reaksiyon süresince silan maddesinin hidrolizi, silanol grupları arasında kondenzasyon ve siloksan grupları ile odun lifleri arasında köprü bağı oluşumu gerçekleşmektedir. FTIR analizi sonuçlarına göre, ham odun lifinin FTIR spektrumunda 2.902 cm^{-1} (CH titreşimi), 1.425 cm^{-1} (CH_2), 1.163 cm^{-1} (C-O-C), 983 cm^{-1} (C-O) ve 897 cm^{-1} absorpsiyon bantlarında bulunan piklerin alkali muamele sonucu 2.894 cm^{-1} , 1.420 cm^{-1} , 1.161 cm^{-1} ve 993 cm^{-1} absorpsiyon bantlarında tespit edilmesi selüloz-I yapısının selüloz-II kristal yapısına değiştiğini göstermektedir. Alkali, kristal yapısı değişimi sırasında selülozun inter ve intramoleküler hidrojen bağlarına etki etmektedir. %10,7'den daha yüksek konsantrasyonlarda alkali çözelti ile muamele edilen liflerin spektrumunda 1.227 cm^{-1} absorpsiyon bandında C-OH bağlanmasını gösteren pik görülmüştür. Benzoil klorit ile yapılan muamele sonucu aromatik halkaların karakteristik bandı olan 1.604 cm^{-1} ve 710 cm^{-1} 'de ve aromatik halkadaki C-O grubuna ait 1.272 cm^{-1} 'de pikler gözlenmiştir. Silan bağlayıcı maddeleri ile muamele edilen liflerin FTIR

spektrumunda Si-O-C grubuna ait olan 1.200 cm^{-1} , Si-C grubuna ait 765 cm^{-1} , Si-O-Si grubuna ait 700 cm^{-1} ve Si-O-C grubuna ait 465 cm^{-1} absorpsiyon bantlarında görülen pikler silan modifikasyonunu göstermektedir.

Zaman, Khan ve Khan (2011) yaptıkları çalışmada akrilik monomerleri ile modifiye ettikleri jüt liflerinin mekanik ve fiziksel özelliklerini incelemişlerdir. Deney sonuçlarına göre, metil akrilat, etil akrilat ve ve 2-hidroksietil akrilat ile yapılan modifikasyon işlemleri sonucu en yüksek aşılama oranlarına sırası ile %30 konsantrasyonda ve 60 dakika, %15 konsantrasyonda ve 40 dakika, ve %15 konsantrasyonda ve 15 dakika süre sonunda ulaşılmıştır. Life uygulanan aşılama oranı arttıkça kopma mukavemeti değerlerinin de arttığı belirlenmiştir. 25°C sıcaklıkta belirlenen su absorpsiyonu testi sonuçlarına göre ise, liflere uygulanan aşılama miktarı arttıkça su absorpsiyon kapasitesinin azaldığı tespit edilmiştir.

Mondal (2013) metil akrilat ve metil metakrilat vinil monomerleri ile aşılama kopolimerizasyonu ile modifiye ettikleri jüt liflerinin özelliklerini incelemişlerdir. Yapılan FTIR analizine göre, vinil monomerleri ile modifiye edilen liflerin spektrumunda ester karbonil gruplarını gösteren 1.727 ve 1.719 cm^{-1} absorpsiyon bantlarında pikler tespit edilmiştir. Aşılama oranları incelendiğinde, metil akrilat monomeri için %17,3 oranında elde edilen aşılama oranına %90 monomer konsantrasyonu, %1 başlatıcı konsantrasyonu, %1,2 katalizör konsantrasyonu, 90 dakika süre ile 60°C sıcaklıkta yapılan modifikasyon sonrası ulaşıldığı belirlenmiştir. Metil metakrilat monomeri için ise %19,4 oranında elde edilen aşılama oranına %80 monomer konsantrasyonu, %1,4 başlatıcı konsantrasyonu, %1 katalizör konsantrasyonu, 120 dakika süre ile 60°C sıcaklıkta yapılan modifikasyon sonrası ulaşıldığı tespit edilmiştir. Liflere reaktif boyarmaddeler ile yapılan boyama işlemi sonrası renk haslığı testi sonuçlarına göre modifiye jüt liflerinin ışığa karşı daha az hassasiyet gösterdiği tespit edilmiştir. Aşılama sonrası jüt liflerinin hidrofob özellik gösterdiği ve su içerisinde daha az çekme gösterdiği belirlenmiştir.

Cai ve ark. (2015) yaptıkları çalışmada alkali ile muamele ettikleri abaka liflerinin mikro yapısı ile mekanik özellikleri arasındaki ilişkiyi incelemişlerdir. Liflerin SEM

görüntüleri incelendiğinde, alkali işlem ile birlikte lümenin boyutunun küçüldüğü, konsantrasyon artışı ile birlikte sekonder çeperin şiştiği belirlenmiştir. Ayrıca yüksek konsantrasyondaki alkali çözeltiler ile muamele edilen abaka liflerinde pektin, lignin ve hemiselüloz gibi selülozik olmayan bileşenlerin uzaklaşarak fibriller yapının ve lifte bükülmenin meydana geldiği tespit edilmiştir. XRD analizi sonuçları incelendiğinde, %10'luk alkali çözelti ile yapılan muamele sonrası selülozik olmayan bileşenlerin uzaklaşması ile kristalinitenin arttığı, %15'lik alkali çözelti yapılan modifikasyon sonrası selüloz I yapısının selüloz II yapısına dönüştüğü belirlenmiştir. FTIR analizi sonuçları da lignin ve hemiselülozun abaka liflerinden kısmi olarak giderildiğini göstermektedir. Mekanik test sonuçları incelendiğinde, kuvvetli alkali çözeltiler ile muamele edilen liflerde meydana gelen linear olmayan yük-uzama davranışına, ham life göre daha düşük Young modülüne ve daha yüksek kopma uzamasına neden olmaktadır.

Zhang ve ark. (2014) yaptıkları çalışmada amonyak ile muamele ettikleri kenevir liflerinin yüzey ve kimyasal özelliklerini analiz etmişlerdir. Analiz sonuçları incelendiğinde, amonyak ile yapılan modifikasyonun lifin kimyasal içeriğine önemli bir etkisi olmadığı, selülozik olmayan bileşenlerin miktarında az bir değişime yol açtığı tespit edilmiştir. Yüzey kimyası incelendiğinde, 0,47 olan O/C oranının amonyak ile muamele sonrası 0,60'a yükseldiği tespit edilmiştir. Modifikasyon sonrası O/C oranının artması lif yüzeyinde bulunan hidrofob karakterli ligninin azaldığını ve lifin hidrofilik karakterinin arttığını göstermektedir. Liflerin SEM görüntüleri incelendiğinde, lif yüzeyinde selülozik olmayan bileşenlerin bir katman halinde bulunduğu, bu katmanın altında selülozun fibriller yapıda görüldüğü tespit edilmiştir. Amonyak ile modifikasyon sonrası katmanın az da olsa giderilerek fibriller yapının yüzeyden görüldüğü belirlenmiştir. Liflerin atomik kuvvet mikroskobu (AFM) görüntüleri modifikasyon işleminin lifin yüzey pürüzlülüğünü arttırdığını göstermiştir. Ayrıca amonyak ile yapılan işlemin lifin temas açısını 87,34°'den 83,23°'ye azalttığını ve lifin yüzey hidrofilliğine arttırıcı yönde etki ettiği tespit edilmiştir.

1.4.2 Selüloz Esaslı Lif Takviyeli Kompozit Malzemeler ile ilgili Çalışmalar

Rana ve ark. (1998) katkı lifinin ve uyum artırıcı madde olarak kullanılan maleik anhidrid aşılınmış polipropilenin (MAPP) miktarlarının, polipropilen kompozit materyalin mekanik özelliklerine etkisini araştırmışlardır. Test sonuçları incelendiğinde, kompozit malzemenin içerdiği lif miktarı arttıkça su absorpsiyonunun arttığı, içerdiği MAPP katkısının artmasının ise su absorpsiyonunu olumsuz yönde etkilediği belirlenmiştir. Mekanik test sonuçlarına göre, %60 oranında jüt lifi içeren kompozit malzemede %1 oranında MAPP kullanımının kompozitin eğme direncini %100, kopma mukavemetini %120 ve darbe direncini %175 oranında arttırdığı tespit edilmiştir. Sadece %1 oranında MAPP kompozit malzemenin mekanik özelliklerinde çarpıcı değişimler meydana getirdiği belirlenmiştir. SEM analizleri sonuçları, MAPP katkısının jüt lifi ile polipropilen arasındaki adhezyonu arttırdığını göstermiştir.

Ray ve ark. (2001) alkali modifikasyonunun ve katkı lifi miktarının jüt lifi katkılı vinilester kompozitlerin mekanik özelliklerine etkisini araştırmışlardır. Yapılan test sonuçlarına göre, 2 saatlik muamele sonunda lifte belirgin bir ağırlık kaybı meydana geldiği, ancak 6 saat süre sonunda ise kristalin derecesinde artış meydana geldiği belirlenmiştir. 4, 6 ve 8 saatlik süreler ile alkali ile muamele edilen jüt liflerinin modül değerlerinde sırasıyla %12, %68 ve %79 oranında artış kaydedilmiştir. Alkali ile muamele sonrası kompozitlerin kopma mukavemetinde artış, kopma uzaması değerlerinde ise azalma görülmüştür. Alkali ile muamele edilen kompozitler incelendiğinde 4 saatlik işlem sonrası en iyi mekanik özellikler (eğme mukavemetinde %20, modülde %23 ve arayüzey kayma mukavemetinde %19 oranında artış) elde edilmiştir ve lif içeriğinin artması ile doğru orantılı bir gelişim göstermiştir. Alkali işlem sonucu lifteki hemiselülozun giderilmesi ile lifin kristalinitesinin ve fibriller yapının artması vinilester polimeri ile kuvvetli bir şekilde bağlanmasını sağlamakta ve mekanik özellikleri geliştirmektedir. Ham jüt liflerinin kompozit içerisindeki miktarı arttıkça polimer tarafından homojen bir şekilde kaplanabilirliği azalmaktadır.

Zafeiropoulos ve ark. (2002) keten lifi katkılı polipropilen kompozit malzemelere asetilasyon ve stearik asit ile yapılan arayüzey modifikasyon işlemlerinin etkinliğini incelemiştir. Deney sonuçlarına göre asetilasyon ile yapılan muamelelerin lif ağırlığını %15-17 oranlarında arttırdığı belirlenmiştir. Asetilasyon işleminde lif içerisinde bulunan nem asetik anhidridi asetik asite hidrolize ederek lifi şişirmekte ve reaksiyonu geliştirmektedir. Asetilasyon sonrası liflerin amorf bölge oranının azaldığı ve kristalin derecesinin arttığı tespit edilmiştir. SEM analizlerine göre asetilasyon ve stearik asit modifikasyonları yüzey pürüzlülüğünü azaltmıştır. XRD analizi sonuçları stearik asit muamelesinin liflerin kristalin derecesini yükselttiğini göstermiştir. Yüksek sıcaklık sonucu lif içerisindeki safsızlıkların bozunarak selüloz zincirlerinin tekrar düzenlenmesi söz konusu olmaktadır.

Mohanty, Nayak, Verma, ve Tripathy (2004) MAPP bağlayıcı maddesinin toluen çözeltisinde yapılan modifikasyon işleminin jüt lifi katkılı polipropilen kompozit malzemenin özelliklerine olan etkisini araştırmışlardır. Ham jüt lifi katkılı kompozit malzemelerinin mekanik test sonuçları dikkate alındığında en yüksek mukavemet değerleri açısından %30 oranındaki lif katkısının optimum değer olduğu tespit edilmiştir. %30 oranındaki lif katkısına kadar polimer ile kaplanan lif miktarının artarak kompozit malzemenin dayanımını arttırdığı, bu optimum değer aşıldıktan sonra liflerin polimer ile yetersiz kaplanması sonucunda kompozit içerisinde zayıf noktalar meydana geldiği görülmüştür. Modifikasyon işleminin etkisi araştırıldığında, %0,5 konsantrasyonda muamele edilen jüt lifi katkılı kompozitin en iyi mekanik performans sergilediği belirlenmiştir. MAPP polipropilen daha az molekül ağırlığına sahip olduğu için kompozit malzemede plastikleştirici etki göstermiştir. İşlem süresinin etkisi incelendiğinde, 5 dakika süre ile yapılan modifikasyonun kompozitin dayanımını arttırdığı, bu değer aşıldığında mekanik özelliklerin zayıfladığı belirlenmiştir. Tüm bu sonuçlar incelendiğinde %30 oranında, MAPP'ın %0,5'lik toluen çözeltisinde 5 dakika süre ile modifiye edilen jüt lifi katkılı kompozitlerin en iyi mekanik performansa sahip olduğu görülmüştür. Modifikasyon işleminin kompozitin su absorpsiyonunu %61 oranında azalttığı tespit edilmiştir. MAPP'ın anhidrid gruplarının jüt lifinin hidroksil grupları ile ester bağları yapması kompozitin su absorpsiyonunu azaltmıştır. MAPP kompozitin

arayüzey etkileşimini geliştirerek kompozitin erime noktasını 150,4°C'den 156,9°C'ye arttırmıştır.

Rashed, Islam, ve Rizvi (2006) jüt lifi takviyeli kompozitlerin mekanik özelliklerine lif oranı, liflerin yüzey modifikasyon işlemi ve lif uzunluğu gibi işlem parametrelerinin etkisini araştırmışlardır. Test sonuçlarına göre lif uzunluğu ve lif oranı arttıkça kompozit malzemenin mukavemetinin arttığı ancak belirli bir optimum noktadan sonra azalmaya başladığı görülmüştür. Lif boyu azaldığında lifler matristen iletilen yükü taşıyamamakta, lif boyu arttığında ise lifler bir araya gelip aglomere olarak polimere ara yüzey bağlanmasını gerçekleştirememektedir. Lif miktarı arttığında ise, lifler matris içinde dağılmak yerine aradaki hidrojen bağları nedeni ile bir araya gelip agregatlar oluşturmakta, polimer tarafından iyi kaplanamadığı için lif-matris arasındaki adhezyon zayıf olmaktadır. Buna bağlı olarak kompozit malzemenin çekme dayanımı da azalmaktadır. Alkali işlem lif yüzeyindeki lignin, pektin ve yağlı mumlu maddeleri uzaklaştırarak bağlanmayı sağlamaktadır. Mekanik test sonrası alınan kompozitlerin SEM görüntülerine göre liflerin polimer ile kaplanamadığı belirlenmiştir.

Rahman, Hasan, Huque ve Islam (2009) tarafından yapılan bir çalışmada polipropilenin ağırlıkça %20, 25, 30 ve 35 oranında jüt lifi ile katkılandırılarak enjeksiyon kalıplama yöntemi ile kompozit malzemeler üretilmiş ve jüt lif ile polipropilen arasındaki bağlanmayı arttırmak için üretilen kompozit malzeme maleik asit ile son bir muameleye tabi tutulmuştur. Mekanik test sonuçları incelendiğinde, kompozitin içerdiği jüt lifi miktarı artışının polimer ile lif arasındaki zayıf arayüzey alanını arttırması nedeni ile kopma ve eğme mukavemetlerini olumsuz yönde etkilediği tespit edilmiştir. Ancak kompozit malzemenin içerdiği lif miktarı arttıkça lifi polimer içerisinden çıkarmak için gereken kuvvet artacağından darbe mukavemeti olumlu yönde etkilenmiştir. Ayrıca kompozit malzemenin sertlik değeri ve su absorpsiyonu jüt lifi artışı ile birlikte artış göstermiştir. Maleik asit ile yapılan muamele kompozit malzemenin mekanik özelliklerini geliştirmiş ancak su absorpsiyonunun azalmasına neden olmuştur. Kompozit malzemelerin SEM

görüntüleri maleik asit işleminin jüt lif ile polipropilen arasındaki bağlanmayı arttırdığını ve lifin polimer ile kaplandığını göstermiştir.

Das ve ark. (2010) yaptıkları çalışmada jüt lifleri asit ile hidrolize edilerek nano boyutta lifler elde edilmiş, yüzey özellikleri ve içyapısı incelenmiştir. Nano boyuttaki jüt lifleri biyokopolyester poli(tetrametilen adipat-ko-terafталat) polimerine takviye edilerek biokompozit malzemeler üretilmiştir. Yapılan deneysel işlemlere göre jüt liflerinde asit hidrolizi sonrası %60 oranında ağırlık kaybı meydana gelmiş ve geçirimli elektron mikroskobu (TEM) ile yapılan incelemeler sonucu nano boyuttaki jüt liflerinin ortalama 950 nm uzunlukta ve 146 nm çapında ve oval şeklinde olduğu belirlenmiştir. XRD analizi, yapılan kimyasal işlemler sonucu jüt lifinde selüloz-I yapısının azaldığını ve selüloz-II yapısının yaygın olduğunu göstermiştir. Nano jüt liflerinde kimyasal işlemler sonrası yeni kristalin bölgelerin oluştuğu, ancak kristalin oranının düşmesine rağmen kristalit boyutlarında büyüme meydana geldiği tespit edilmiştir. Nano boyutta jüt lifi içeren kompozitlerin XRD grafikleri incelendiğinde, partikül katkısının polimerin zincirlerinin yerleşim düzenini değiştirmesi nedeni ile kristalin oranını önce düşürdüğü ancak miktar artışı ile birlikte meydana gelen çekirdekleştirme etkisinin kristalin oranını arttırdığı belirlenmiştir. Mekanik test sonuçlarına göre %10 ve %15'lik nanolif katkısı polimerin kopma kuvvetini arttırırken, %5'lik katkı ise azalmaya neden olmuştur. %5'lik katkı polimer içerisinde safsızlık etkisi yaratarak gerilimin yoğun olduğu noktalar oluşturmakta ve çatlak oluşumunun başlamasına neden olmaktadır. Lifler ve polimer arasındaki kuvvetli etkileşim ve uniform lif dağılımı nedeni ile %10'luk katkı içeren kompozitlerin tüm mekanik özelliklerinde diğer kompozitlere göre en yüksek gelişme kaydedilmiştir. Kompozitlerin su absorpsiyon değerleri incelendiğinde ise bekleme süresindeki artış ile birlikte kompozitlerde ağırlığın artış gösterdiği belirlenmiştir. 100 saatlik bekleme süresi sonunda tüm numunelerdeki ağırlık artışı stabil hale gelmiştir. %10 oranında katkı içeren kompozitte liflerin tamamen polimer ile kaplanması nedeni ile az sayıda serbest hidroksil gruplarının bulunması en düşük su absorpsiyonunun elde edilmesine neden olmuştur.

Khan ve ark. (2010) jüt lifi katkılı polipropilen kompozitlerin termal ve mekanik özelliklerine potasyum dikromat modifikasyonunun etkisini araştırmışlardır. Mekanik test sonuçları incelendiğinde ham kompozitlerin çekme ve eğme mukavemetinin kompozitin içerdiği lif miktarı artışı (%28-52) ile birlikte arttığı ancak %45 oranındaki lif içeriğinden sonra azalma gösterdiği tespit edilmiştir. Kompozit malzemelerin çekme ve eğme modülleri de benzer davranışlar göstermiştir. Kopma uzaması değerlerinin ise lif miktarı ile azaldığı görülmüştür. Ayrıca modifikasyon işleminin etkisi incelendiğinde, potasyum dikromatın %0,02 konsantrasyondaki sulu çözeltisi ile modifiye edilen kompozit malzemelerin en yüksek çekme ve eğme mukavemeti değerlerine sahip olduğu belirlenmiştir. Düşük konsantrasyonlardaki çözeltiler ile yapılan modifikasyon işlemi jüt kumaşlarda yüzey pürüzlülüğünü arttırmış ve polimer ile temasın artmasını sağlayan lif demetlerinin toplu halinin bozulmasına neden olmuştur. Yüksek konsantrasyonlardaki çözeltiler ile yapılan modifikasyon işleminde ise potasyum dikromat selüloza penetre olmakta, lifin amorf bölgelerine ve kristalin yüzeylerine etki ederek lifin fibriler yapısının bozulmasına neden olmaktadır. Lifin morfolojik yapısında meydana gelen bu değişim polimer içerisinde liflerin aglomere olmasına neden olmaktadır. Modifiye ve ham jüt kumaşların termogravimetrik analizi (TGA) verileri incelendiğinde, jüt lifinin termal dayanımının polipropilene göre daha zayıf olduğu ve yapılan modifikasyon işleminin ise lifin termal dayanımına etkisi olmadığı belirlenmiştir. SEM görüntüleri potasyum dikromat modifikasyonunun jüt ve polipropilen arasındaki bağlanmayı arttırdığını, su absorpsiyonu ölçümleri de modifikasyon işleminin kompozitin su alımını azalttığını göstermiştir.

Karaduman, Gökcan, ve Önal (2012) yaptıkları çalışmada çeşitli enzimatik ve alkali işlemlerin jüt katkılı poliester kompozit malzemelerin özelliklerine etkisini araştırmışlardır. Modifikasyon işlemlerinin etkisini incelemek amacı ile yapılan kumaş mukavemeti testi sonuçlarına göre alkali muamelenin ve ksilanaz dışındaki tüm enzimler ile yapılan işlemlerin jüt kumaşların kopma mukavemetini ve elastisite modülünü azalttığı belirlenmiştir. Ksilanaz enzimi hemiselüloza etki ederek daha küçük polisakkaritlere parçalamakta ve böylece selüloz zincirlerinin çekme kuvvetinin uygulandığı yöne doğru yönlemesini sağlayarak lifin mukavemetini

arttırmaktadır. Kumaşların gözenekliliği mikroskop altında incelendiğinde, jüt kumaşların gözeneklilik değerlerinin alkali ve enzimatik işlemler sonrası azaldığı tespit edilmiştir. Yapılan modifikasyon işlemleri hemiselüloz ve pektine etki ederek liflere zarar vermekte, iplik yapısı bozularak jüt kumaşların tüylülüğünü arttırmaktadır. Modifikasyon işlemlerinin kumaş tüylülüğünü arttırması polimer ile etkileşime girecek yüzey alanını arttırarak lif /polimer bağlanmasını geliştirmektedir. Ham ve modifiye kompozitlerin kopma mukavemeti değerleri arasındaki farkın istatistiksel olarak önemli olmadığı belirlenmiştir.

Kabir, Islam, ve Wang (2013) ağırlıkça farklı konsantrasyonlardaki sodyum hidroksitin etanol/su karışımı çözeltileri ile muamele ettikleri jüt dokuma kumaş katkılı poliester kompozit malzemeleri üretmişler ve özelliklerini incelemişlerdir. Modifikasyon sonrası yapılan analiz sonuçlarına göre alkali işlem sonrası jüt liflerinin termal stabilitesinin arttığı, nem içeriğinin azalarak daha hidrofobik bir karakter kazandığı, hemiselüloz ve lignin içeriğinin azalarak daha iyi termal özellikler gösterdiği belirlenmiştir. Alkali ile modifiye edilen jüt katkılı kompozit malzemelerin daha yüksek eğme mukavemeti değerleri gösterdiği, alkali konsantrasyonu arttıkça mukavemet değerlerinin daha da arttığı tespit edilmiştir.

Pinto, Chalivendra, Kim, ve Lewis (2014) yaptıkları çalışmada jüt liflerinin takviye malzemesi olarak yapı ve otomotiv alanlarında uygulanabilirliğini araştırmak amacı ile lamine jüt/epoksi kompozit malzemeleri üretmişler ve özelliklerini incelemişlerdir. Jüt liflerinin FTIR analizi sonuçları incelendiğinde, alkali işlemin hemiselüloza ait olan pikleri giderdiği, silan modifikasyonu sonrası Si-O-C bandını gösteren piklerin meydana geldiği tespit edilmiştir. Liflerin su absorpsiyon ölçümleri değerlendirildiğinde, alkali işlem sonucu jüt liflerinde meydana gelen fibrilasyon kapılar etki yaratarak liflerin kapılar yükselmesini arttırmıştır. Silan ile modifiye edilen jüt katkılı kompozit malzemelerin ham kompozite göre ağırlıkça %60 oranında daha az su absorbe ettiği tespit edilmiştir. Jüt ipliklerinin tek yönlü olarak serildiği kompozitlerin kopma mukavemeti ve modül değerlerinin bezayağı jüt kumaşların takviye edildiği kompozitlere göre sırası ile %40 ve %34 oranında daha yüksek olduğu belirlenmiştir.

Janicek, Polaskova, Holubar, ve Cermak (2014) yaptıkları çalışmada esterifikasyon reaksiyonu ile modifiye ettikleri selülozu polipropilene ekleyerek kompozit malzeme üretmişler ve modifikasyonun kompozitin kristalizasyonuna ve katkı maddesinin polipropilen içerisindeki dağılımına etkisini etkisini incelemişlerdir. %99,8 saflıkta selüloz oleik asit, dekanolik asit ve propiyonik asit ile modifiye edilmiş ve vakumlu etüvde kurutulmuştur. Sonrasında selüloz/polipropilen oranı 10/90 olacak şekilde oluşturulan karışım 180°C sıcaklıkta karıştırılarak homojen hale getirilmiş ve soğumaya bırakılarak kompozit malzemeler elde edilmiştir. Deneysel aşamada polipropilen kompozitlerin diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) analizi yapılmış ve selüloz partiküllerinin dağılımı mikroskop altında incelenmiştir. Kompozitlerin DSC analiz sonuçları incelendiğinde, propiyonik asit ve dekanolik asit ile modifikasyonunun kompozitin kristalizasyon oranını azalttığı tespit edilmiştir. Oleik asit ile modifiye edilen selülozun ise ham selüloz gibi çekirdekletirme etkisinin olduğu belirlenmiştir. Dekanolik asit ve oleik asit ile modifiye edilen selüloz partikülleri polipropilen ile karıştırıldığında parçalanmakta ve polimer içerisinde iyi bir dağılım göstermektedir.

Dong, Yu, Yuan, Wang, ve Fan (2014) yaptıkları çalışmada lakkaz enzimi ile modifiye ettikleri jüt liflerinin yüzey kimyasını ve morfolojik özelliklerini incelemişlerdir. Modifikasyon sonrası jüt kumaşlar ve polipropilen dokusuz yüzey kumaşlar sıcak presleme metodu ile birleştirilerek kompozit hale getirilmiştir. Jüt kumaşların FTIR spektrumları incelendiğinde, modifikasyon sonrası lifin hidroksil gruplarını, C-H gerilim titreşimlerini ve karbonil gruplarını gösteren piklerin yoğunluğunun artış gösterdiği belirlenmiştir. Fonksiyonel gruplardaki bu artışların ligninin lakkaz modifikasyonu sonucu değişim göstermesi nedeni ile meydana geldiği belirtilmiştir. XPS analizi sonuçlarına göre ham jütün C/O oranının yapılan modifikasyon işlemleri sonucu arttığı belirlenmiştir. Liflerin SEM görüntüleri incelendiğinde, ham jütün yüzeyinde safsızlıkların bulunduğu, lakkaz ile muamele sonrası ligninin bir kısmının giderilmesi sonucu yüzey pürüzlülüğünün arttığı, lakkaz ve dodesil gallat muamelesi sonrası ise yüzey pürüzlülüğünün arttığı tespit edilmiştir. Jüt kumaşların temas açısı ölçümü sonuçlarına göre, ham kumaş yüzeyinde saf su

damlasının temas açısının yaklaşık 30° ve damlanın 3-5 saniye arasında absorbe olduğu saptanmıştır. Lakkaz ile modifikasyonun temas açısını yaklaşık 97° 'ye arttırdığı ve damlanın tamamen absorbe olmasının yaklaşık 46 saniye sürdüğü tespit edilmiştir. Lakkaz ve dodesil gallat ile muamele edilen kumaşların temas açısının yaklaşık $111,5^\circ$ olduğu ve damlanın 300 saniye içerisinde kumaş yüzeyinde stabil bir şekilde kaldığı belirlenmiştir. Bu sonuçlara göre uzun hidrokarbon zinciri ve ester gruplarının dodesil gallat ile birlikte yüzeye aktarılması jüt kumaşların hidrofobluğunu arttırmıştır. Dodesil galat/lakkaz ile muamele edilen jüt katkılı polipropilen kompozitlerin katkı/polimer arasında kuvvetli etkileşim olması nedeni ile en yüksek kopma mukavemeti değerleri elde edilmiştir.

Rayung ve ark. (2014) yaptıkları çalışmada palmiye liflerine uyguladıkları hidrojen peroksit muamelesinin palmiye lifi katkılı polilaktik asit (PLA) kompozitlerin özelliklerine etkisini incelemişlerdir. Ham ve modifiye jüt liflerinin SEM ile yüzey özellikleri incelendiğinde, hidrojen peroksit muamelesi sonucu yüzeyde bulunan safsızlıkların giderilerek yüzey pürüzlülüğünün artış gösterdiği belirlenmiştir. Hemiselülozda bulunan karbonil gruplarını ve karboksil gruplarında bulunan ester bağlarını gösteren pikin modifikasyon sonucu kaybolduğu tespit edilmiştir. Liflerin içyapısı incelendiğinde, ham liflerin %37 olan kristalin oranının modifikasyon sonucu hemiselüloz ve lignin gibi amorf kısımların giderilerek %61'e yükseldiği saptanmıştır. Ham ve modifiye lif katkılı kompozit malzemelerin kopma mukavemeti ve kopma uzamasının lif oranı arttıkça azaldığı, elastisite modülünün ise önce artış gösterdiği, belirli bir optimum değerden sonra azalmaya başladığı belirlenmiştir. Termogravimetrik analiz sonuçları incelendiğinde, hidrojen peroksit muamelesinin lifin termal stabilitesini arttırdığı, lif katkısının %100 PLA'nın termal stabilitesini azalttığı tespit edilmiştir. Kompozitlerin SEM görüntüleri incelendiğinde modifikasyonun lifin polimer ile olan kaplanmasını arttırdığı, böylelikle aradaki etkileşimi geliştirdiği belirlenmiştir.

Suzuki ve ark. (2014) yaptıkları çalışmada selüloz mikrofibrilleri (MFC) katkılı polipropilen (PP) kompozitlerin özelliklerine lif ve polimer arasında uyum geliştirici olarak kullanılan MAPP maddesinin ve bir amino grup içeren katyonik polimerin

etkilerini araştırmışlardır. Mekanik test sonuçları incelendiğinde, katyonik polimer katkısının MFC/MAPP/PP kompozitin kopma mukavemetini arttırdığı belirlenmiştir. Katyonik polimerin MFC ve PP arayüzeyini kuvvetlendirdiği, katyonik polimerin ve MAPP katkısının beraber kullanıldığı kompozitte de, katyonik polimerin MAPP ile kovalent bağ, MFC ile de kovalent bağ ve hidrojen köprüleri oluşturduğu belirlenmiştir. Ayrıca %40 oranında selüloz katkısının %100 PP'nin elastisite modülünü 2,7 GPa'dan 6 GPa'ya, kopma mukavemetini de 44,2 MPa'dan 79,7 MPa'a arttırdığı belirlenmiştir.

Çavdar, Mengeloğlu, Karakuş, ve Tomak (2014) yaptıkları çalışmada farklı anhidridler ile modifiye ettikleri odun tozu katkılı yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE) kompozitlerin özelliklerini incelemişlerdir. Test sonuçları incelendiğinde, kompozitlerin eğme özelliklerinin ve elastisite modüllerinin modifikasyon ile birlikte arttığı, kopma ve darbe mukavemetlerinin ise istatistiksel olarak önemli derecede değişmediği belirlenmiştir. Darbe, eğme ve kopma mukavemetleri açısından en yüksek değerlerin %10'luk konsantrasyonda yapılan propiyonik asit modifikasyonu ile elde edildiği tespit edilmiştir. Ancak modifikasyon işlemlerinin kompozit malzemelerin termal stabilite ve limit oksijen indeksi (LOI) özelliklerinde belirgin bir değişim meydana getirmediği saptanmıştır.

1.4.3 Partikül Katkılı Polipropilen Liflerinin Özelliklerinin İncelenmesi ile İlgili Çalışmalar

Zheng ve Wu (2007) yaptıkları çalışmada, silika nano-partikülleri katkılı polietilenteraftalat (PET) nanokompozit lifler üretmişler, kristalizasyon ve termal özelliklerini incelemişlerdir. Kompozit liflerinin DSC analizi sonuçları, silika nanopartiküllerinin PET'in başlangıç kristalizasyon sıcaklığına azaltıcı yönde etki ettiğini göstermiştir. Deneysel aşamada lifler hot stage kullanılarak önce 290°C sıcaklığa ısıtılmış ve sonrasında 100°C/dak hızla soğutulmuştur. Polarize mikroskop ile yapılan incelemelere göre, polimere nanopartikül eklenmesi PET polimerinde mikrokristalitlerin oluştuğu sıcaklığı 20-30°C kadar azaltmıştır. Mikrokristaller oluştuğunda, saf PET'e göre kompozit lifteki mikrokristaller çok daha hızlı bir

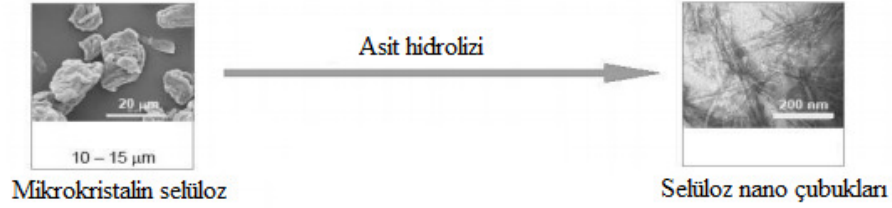
şekilde bir araya gelmektedir. Silika nanopartikülleri PET polimerinden filamentlerin çekilebildiği sıcaklığı 15-20°C, kompozit granüllerin erime sıcaklığını ise 10°C kadar azaltmıştır.

Wei, Yu, Mather, ve Wang'ın (2007) yaptıkları çalışmada TiO₂ katkılı nanokompozit polipropilen lifleri üretilmiş ve karakterize edilmiştir. Yapılan analizlere göre eriyikten lif çekim yöntemi ile üretilen liflerde TiO₂ partiküllerinin lif yüzeyini kaplamasının yetersiz olduğu ve partiküllerinin ortalama boyutunun yaklaşık 30 nm olduğu tespit edilmiş, partiküllerin polimer içerisinde topaklanarak yaklaşık 150 nm boyutunda agregatlar meydana getirdiği belirlenmiştir. Püskürtme tekniği ile üretilen liflerde ise TiO₂ partiküllerinde agregasyonlar meydana gelse bile yüzey kaplaması çok daha iyi bir şekilde gerçekleşmiştir. Temas açısı ölçüm sonuçlarına göre, her iki yöntemle üretilen nanokompozit liflerde hidrofilite, saf polipropilen liflerine göre artış göstermiştir.

Soroudi ve Skrifvars (2008) yaptıkları çalışmada polianilin ve polipropilen polimer karışımından eriyikten lif çekim yöntemi ile farklı çekim oranlarında lif üreterek, liflerin elektriksel dayanımını ölçmüşler ve morfolojik özelliklerini SEM ve TEM ile analiz etmişlerdir. TEM ve SEM analizleri polianilinin polipropilen içerisinde dağıldığını göstermiştir. Liflerde çekim oranı azaldığında polianilinin polipropilen içerisinde zerrelere halinde dağıldığı ve buna bağlı olarak ışığın lif içerisinden kolayca geçebildiği (saydam) görülmüştür. Ancak çekim oranı arttığında polianilinin fibril formuna geçtiği ve lif eksenine boyunca daha düzenli bir şekilde dağıldığı gözlenmiş ve daha koyu renk bir görüntü elde edilmiştir. Daha uzun süre karıştırılan polimer karışımında ve daha az çekim oranlarında üretilen liflerde, polianilin dağılımı daha fazla gelişim göstermiştir. Elektriksel iletkenlik özellikleri incelendiğinde, polipropilen içerisinde dağılan polianilin partiküllerinin boyutlarının ve lif çekim oranının liflerin iletkenliğine önemli ölçüde etki ettiği belirlenmiştir.

Wang ve ark. (2010) yaptıkları araştırmada eriyikten lif çekim yöntemi ile selüloz esaslı polipropilen kompozit lifler üretmişlerdir. Bu amaçla öncelikle ortalama

partikül boyutu 20 µm olan toz haldeki mikrokristalin selüloz (MCC) kuvvetli bir asit çözeltisi ile muamele edilerek hidrolize edilmiş ve nano boyutta çubuk formunda selüloz elde edilmiştir (Şekil 1.47).



Şekil 1.47 Mikrokristalin selüloz ve selüloz nano çubukları (Wang ve ark., 2010)

Nano boyuttaki selüloz çubukları ve polipropilen eriyik halinde karıştırılmış ve hazır kalıplama metodu ile %20 oranında MCC içeren polipropilen kompozit film haline getirilmiştir. Ayrıca matris polimeri olarak maleik anhidrid ile modifiye edilmiş polipropilen (MAPP) kullanılarak da aynı işlemler uygulanmış ve %5 ve %20 oranında MCC içeren MAPP kompozit filmler üretilmiştir. Üretilen kompozit filmlere deneysel aşamada kopma mukavemeti ve su absorpsiyonu testleri uygulanmıştır. Su absorpsiyonu testinde kompozit numuneler 3 gün süre ile saf su içerisinde bekletilmiştir. Daha sonra numuneler üzerlerindeki fazla su alındıktan sonra kuru bir yüzeyde 30 saniye bekletilmiş ve tartılmıştır. Deney sonuçları incelendiğinde, nano boyuttaki selüloz partiküllerinin MAPP içerisinde daha uniform ve homojen bir şekilde dağıldığı gözlenmiştir. Polipropilen içerisinde ise nanopartiküllerin aglomere olduğu belirlenmiştir. Polimer filmlerinin mekanik test sonuçları incelendiğinde, polipropilenin modül değerinin modifiye polimerden daha yüksek olduğu saptanmıştır. Nanoselüloz katkısı ile polipropilenin ve MAPP filmlerinin modül değerlerinin sırası ile %31 ve %55 oranında arttığı tespit edilmiştir. Aynı zamanda nanopartikül miktarının artması ile polimer filmlerinin uzama değerlerinin azaldığı saptanmıştır. Partiküllerin her iki polimer içerisindeki dağılım farklılığı nedeni ile MAPP filmlerin mukavemetinde herhangi bir değişim gözlenmezken, PP filmlerin mukavemetinin azaldığı belirtilmiştir. Su absorpsiyonu testi sonuçlarına göre saf polipropilen filmin %0, MAPP filmin ise %0,56 su absorbe ettiği belirlenmiştir. %20 oranında nanoselüloz partikülü ilavesi ile polipropilen ve

MAPP filmlerinin absorpsiyon değerlerinin sırası ile %1,46 ve %1,85 oranında artış gösterdiği tespit edilmiştir.

Chiu, Lin, ve Hong (2011) eriyikten lif çekim yöntemi ile ürettikleri ağırlıkça %1, 2 ve 3 oranında TiO₂ nanopartikülleri katkılı polipropilen liflerinin uzama akış özelliklerini, termal stabilitesini, yapısal özelliklerini ve nanopartiküllerin lif içerisindeki dağılımını incelemişlerdir. DSC analizi sonuçlarına göre polipropilen lifin içerdiği nanopartikül miktarı arttıkça erime noktasının azaldığı belirlenmiştir. %100 polipropilen lifin kristalinitesinin %40,67 olduğu, %1, 2 ve 3 oranında nanopartikül ilavesi ile bu değerin sırası ile %40,63, %38,26 ve %37,08'e azaldığı tespit edilmiştir. Yapılan TGA analizi sonuçları nanopartiküllerin polipropilen bozunma sıcaklıklarını arttırdığını göstermiştir. AFM ile yapılan incelemelere göre, nanopartiküllerinin katkı oranı arttıkça polimer içerisinde agregasyona uğradığı, oluşan agregatların genellikle lifin yüzeyinde bulunduğu gözlemlenmiştir.

John, Anandjiwala, Oksman, ve Mathew (2013) yaptıkları çalışmada eriyikten lif çekimi yöntemi ile nano boyutta selüloz esaslı katkı ilaveli polilaktik asit (PLA) kompozit lif üretmişlerdir. Üretilen liflerin SEM görüntüleri incelendiğinde, saf polilaktik asit liflerinin ortalama çapının 91 µm olduğu, nanoselüloz katkısı ile çapın 92,5-94,6 µm'ye arttığı tespit edilmiştir. Katkı ile birlikte lif yüzey pürüzlülüğünün arttığı, katkı miktarı arttıkça liflerinin agregasyona uğradığı belirlenmiştir. Saf polilaktik asit ve kompozit liflerinin kopma mukavemeti değerleri arasındaki farkın önemli olmadığı ancak kopma uzamasının katkı ile birlikte önemli derecede azaldığı, elastisite modülünün ise arttığı belirtilmiştir. Termal analiz sonuçları incelendiğinde, %3 oranında katkının polilaktik asit polimer zincirlerinin hareketliliğini kısıtlayarak liflerin termal stabilitesini geliştirdiği tespit edilmiştir.

1.5 Çalışmanın Amacı

Geçmişten günümüze kadar incelendiğinde özellikle hazır giyim, ev tekstili ve halı üretiminde kullanılan tekstil lifleri, polimer teknolojisi ve lif üretim tekniklerinde meydana gelen gelişmeler ile birlikte farklı alanlarda da kullanım

olanağı bulmuş, çeşitleri ve üretim miktarları artış göstermiştir. Farklı modifikasyon teknikleri ile üretilerek çeşitli yeni kimyasal ve fiziksel özellikler kazanan ve teknik tekstiller kapsamında yer alan fonksiyonel liflerin kullanımı hızla artmaktadır. Sentetik liflerin fiziksel ve kimyasal özelliklerinin modifikasyonunda uygulanan en etkili yöntemlerden biri polimerik malzeme içerisine farklı oranlarda organik veya inorganik dolgu malzemeleri eklemektir. Üretim sırasında polimere katılan bu katkı maddeleri UV dayanımı, güç tutuşurluk, renk, dayanım, antibakteriyellik gibi fonksiyonel özellikler kazandırarak son ürünün kullanım alanını ve performansını belirleyebilmektedir. Bu nedenle polimer maddeye eklenen katkı malzemelerinin, liflerin ve ürünün özelliklerine ne yönde etki edeceği önem teşkil etmektedir. Günümüzde çeşitli özellikleri nedeni ile doğal malzemelerin polimer katkısı olarak kullanıldığı çalışmalar yeni ürün alternatifleri olarak dikkat çekmektedir. Öte yandan kimyasal lifler içerisine çeşitli yöntemler ile eklenen bu katkı maddelerin kimyasal lif içerisindeki dağılımları hem araştırmacılar için ilgi çekici bir konu olmakta hem de lifin fonksiyonunda belirleyici etkisi bulunmaktadır.

Kimyasal lifler doğal liflere göre genellikle hidrofob karakterlidirler. Kimyasal liflerin poliolefinler grubunda yer alan polipropilen liflerinin moleküler yapısı nedeni ile hem su moleküllerine hem de birçok kimyasal maddeye karşı ilgisi yoktur. Polipropilen liflerinin düşük su ve nem absorpsiyonları tekstil terbiyesi işlemleri sırasında işlem koşullarını güçleştirmektedir. Öte yandan polipropilenin ucuz olması, kolay işlenebilir olması ve bazı üstün fiziksel özelliklerinden dolayı tekstil sektörünün birçok alanında uygulamaya sahiptir. Polipropilen liflerinin uygulama alanlarındaki polimerden kaynaklı dezavantajlarını azaltmak aynı zamanda liflere yeni fonksiyonlar kazandırmak için uygulanan modifikasyon yöntemlerinin başında da lif çekimi sırasında polimer madde içerisine etken maddelerin ilavesi gelmektedir.

Araştırmanın amacı, öncelikle ülkemizde ve dünyada önemli bir tekstil hammaddesi olan polipropilen liflerinin üretimi sırasında polimer içerisine jüt lifleri katkılıyarak polipropilen kompozit lifleri üretmek ve polipropilen liflerinin fiziksel ve kimyasal özelliklerine olan etkisini değerlendirmektir. Pamuk liflerinden sonra en fazla üretim ve kullanıma sahip olan jüt lifleri, hem selüloz esaslı doğal lifler içerisinde en küçük hücre boyutlarına sahip olması hem de yüksek nem absorpsiyonu

ile birlikte kompozit malzemelerin üretiminde en çok tercih edilen liflerden biri olması nedeni ile tez kapsamında katkı lifi olarak kullanılmıştır. Yüksek kimyasal ve çevre şartlarına dayanımı ve kolay işlenebilirliği ile birlikte jüt lifleri katkısı ile nem absorpsiyonunun artırılmasının özellikle halı üretiminde ve ambalaj tekstillerinde yaygın olarak kullanılan polipropilen liflerinde statik elektriklenme probleminin azaltılmasında ve aynı zamanda boyanma ve konfor özelliklerinin geliştirilmesi ile başta giysilik kumaşlar olmak üzere pek çok farklı alanda kullanım potansiyelinin artırılmasında etkili olabileceği düşünülmektedir.



BÖLÜM İKİ

MATERYAL VE METOT

2.1 Materyal

Doğal lif katkılı polipropilen kompozit lifleri üretmek ve kullanım özelliklerini incelemek amacı ile katkı maddesi olarak kullanılan jüt iplikleri ve halı atığı jüt lifleri Atlantik Halı A.Ş.'den temin edilmiştir. Araştırmada kompozit lif üretimi için matris polimeri olarak kullanılan ve Hellenic Petroleum firmasından tedarik edilen ECOLEN HZ 408 kodlu polipropilenin eriyik akış oranı (MFI) 35 g/dakika'dır.

Jüt liflerinin modifikasyon işlemleri için potasyum dikromat ($K_2Cr_2O_7$, 158,04 g/mol; Emir Kimya), potasyum permanganat ($KMnO_4$, 294,19 g/mol; Merck Corp.) ve sodyum perborat trihidrat ($NaBO_2 \cdot H_2O_2 \cdot 3H_2O$, 153,86 g/mol; Merck Corp.) kimyasal maddeleri kullanılmıştır. Tez kapsamında kullanılan jüt liflerinin toz haldeki yeni modifikasyon işlemleri için lakkaz enzimi, tween 20 (polisorbat 20, $C_{58}H_{114}O_{26}$), stearik asit ($CH_3(CH_2)_{16}COOH$), silikon yağı ve tetra etoksi silan ($C_8H_{20}O_4Si$) kimyasal maddeleri kullanılmıştır.

Halı atığı jüt liflerinin kimyasal modifikasyon işlemleri için sodyum hidroksit ($NaOH$, 40 g/mol; Merck Corp.), florokarbon (Rucostar EEE; Rudolf Group), 3-aminopropil trietoksisilan (ChemCruz Chemicals) maddeleri kullanılmıştır. Ayrıca kompozit polipropilen liflerin üretim aşamasında uyumluluk arttırıcı madde olarak maleik anhidrid aşılınmış polipropilen (MAPP; Sigma-Aldrich) kullanılmıştır.

Jüt ipliklerinin ve halı atığı jüt liflerinin kimyasal içeriğinin analizi için de sodyum klorit ($NaClO_2$; 90,44 g/mol; Sigma-Aldrich), amonyak (NH_3 ; Merck Corp.), sodyum hidroksit ($NaOH$, 40 g/mol; Merck Corp.), hidroklorik asit (HCl ; Merck Corp.) ve sülfürik asit çözeltileri (H_2SO_4 ; Merck Corp.) kullanılmıştır.

Jüt ipliklerinin modifikasyon işlemlerinden önce kimyasal içeriğinin tespit edilebilmesi amacı ile toz hale getirilen jüt lifleri kuru ağırlıklarının belirlenebilmesi

için öncelikle 105°C sıcaklıktaki etüvde 4 saat süre ile bekletilmiş ve daha sonra ağırlıklarının dengeye gelmesi için 30 dakika süre ile desikatörde bekletilmiştir. Jüt liflerinin içerdiği selüloz, hemiselüloz ve lignin miktarlarının belirlenmesi için uygulanan kimyasal işlemlerin ayrıntıları aşağıda yer almaktadır (Mylsamy ve Rajendran, 2010; Bulut ve Akşit, 2013):

Jüt liflerinin *selüloz* miktarının tespit edilebilmesi için 1 gr toz haldeki jüt lifleri üzerine 100 ml %1,72'lik NaClO₂'in sulu çözeltisi eklenmiş, üzerine 4-5 damla derişik H₂SO₄ çözeltisi ilave edildikten sonra içerisinde lif numunesi bulunan çözelti manyetik karıştırıcı da hem sürekli bir karışıma hem de ısıtılmaya tabi tutulmuştur. Kaynamaya başladıktan sonra 1 saat süre ile geri soğutma işlemi yapılmıştır. İşlem sonrası lif üzerindeki fazla çözelti emdirilmiş ve amonyak çözeltisi ile muamele edilmiştir. Kimyasal işlemler sonrası saf su ile yıkanan lifler etüvde kurumaya bırakılmış ve sonrasında tartılmıştır. İşlem sonucu kalan numune selülozdur. Jüt lifinin içerdiği selüloz miktarı (%) aşağıdaki formüle göre hesaplanmaktadır:

$$\text{Selüloz miktarı (\%)} = (\text{Kimyasal işlem sonrası tartım} / \text{İlk tartım}) \times 100 \quad (2.1)$$

Jüt liflerinin *hemiselüloz* miktarının tespit edilebilmesi için öncelikle 1 gr toz haldeki jüt lifleri oda sıcaklığında %10'luk sulu NaOH çözeltisinde 1 saat süre ile bekletilmiş ve sonrasında %5'lik sulu HCl çözeltisi ile muamele edilmiştir. İşlem sonrası üzerindeki fazla çözelti uzaklaştırılan jüt lifleri etüvde kurumaya bırakılmıştır. Jüt liflerinin ilk ve son ağırlık ölçümleri arasındaki fark hemiselüloz miktarını vermektedir. Jüt lifinin içerdiği hemiselüloz miktarı (%) aşağıdaki formüle göre hesaplanmaktadır:

$$\text{Hemiselüloz miktarı (\%)} = [(\text{İlk tartım} - \text{Kimyasal işlem sonrası tartım}) / \text{İlk tartım}] \times 100 \quad (2.2)$$

Jüt liflerinin *lignin* miktarının tespit edilebilmesi için 1 gr toz haldeki jüt lifleri 12,5 ml %72'lik sulu H₂SO₄ çözeltisi ile oda sıcaklığında 1 saat süre ile muamele edilmiştir. İşlem sonrası lif içeren çözeltinin üzerine 300 ml saf su ilave edilmiş ve

kariřtırılmadan 2 saat süre ile bekletilmiřtir. İřlem sonunda lif üzerindeki fazla çözelti uzaklařtırıldıktan sonra kalan numune etüvde kurumaya bırakılmıřtır. İřlem sonucu kalan numune lignindir. Jüt lifinin içerdđđi lignin miktarı (%) ařađıdaki formüle göre hesaplanmaktadır:

$$\text{Lignin miktarı (\%)} = [\text{Kimyasal iřlem sonrası tartım} / \text{İlk tartım}] \times 100 \quad (2.3)$$

Yukarıda prosedürleri belirtilen kimyasal iřlemlerin uygulanması sonucu jüt liflerinin temel bileřenleri olan selüloz, hemiselüloz ve lignin miktarları sırası ile %79,0, 12,6 ve 8,0 olarak tespit edilmiřtir. Jüt lifinde bulunabilecek yađ, vaks ve diđer maddelerin toplam miktarı da %0,4 olarak belirlenmiřtir.

2.2 Jüt İpliklerinin Modifikasyon İřlemleri ve Karakterizasyonu

2.2.1 Modifikasyon İřlemleri

Kompozit lif üretiminde hidrofil özellikteki jüt lifleri ile hidrofor karakterdeki polipropilen arasındaki uyumluluđu arttırmak ve jüt partiküllerinin polipropilen lif boyunca homojen dađılımını sađlamak amacı ile öncelikle jüt ipliklerinin potasyum dikromat (PD), potasyum permanganat (PM) ve sodyum perborat trihidrat (SP) yükseltgen maddelerinin ađırlıkça %0,02 konsantrasyondaki sulu çözeltileri ile oda sıcaklığında 2 dakika süre ile modifikasyonu gerçekteřtirilmiřtir (Khan, Khan, İslam ve Gafur, 2010). İřlem sonrası life bađlanmayan kimyasal maddeleri gidermek için saf su ile yıkanan jüt iplikleri, 105°C sıcaklığa ısıtılmıř etüvde 6 saat süre ile kurumaya bırakılmıř ve daha sonra desikatörde ısıl dengeye gelmesi için bekletilmiřtir.

2.2.2 Ham ve Modifiye Jüt İpliklerinin Karakterizasyonu

Modifikasyon iřleminin etkisini incelemek amacı ile jüt ipliklerine ařađda ayrıntılarına yer verilen karakterizasyon analizleri ve performans testleri uygulanmıř olup, amaca en uygun özellikleri kazandıran modifikasyon maddesi belirlenmiřtir.

2.2.2.1 X-ışını Fotoelektron Spektroskopisi (XPS) Analizi

Jüt ipliklerinin XPS analizi PHI ESCA cihazında monokromatik Al X-ışını kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

2.2.2.2 Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) Analizi

Liflerin kızılötesi spektral ölçümleri $600\text{--}4.000\text{ cm}^{-1}$ dalga aralığında 2 cm^{-1} çözünürlükte (% absorbans) yapılmıştır (Perkin Elmer 100).

2.2.2.3 Nem Absorpsiyon Özelliklerinin Belirlenmesi

Jüt ipliklerinin nem içeriği ve nem geri kazanım özellikleri ASTM D 629-08 (*Standard test methods for quantitative analysis of textiles- moisture content or moisture regain*) standardına göre test edilmiştir.

2.2.2.4 Mekanik Özelliklerin Belirlenmesi

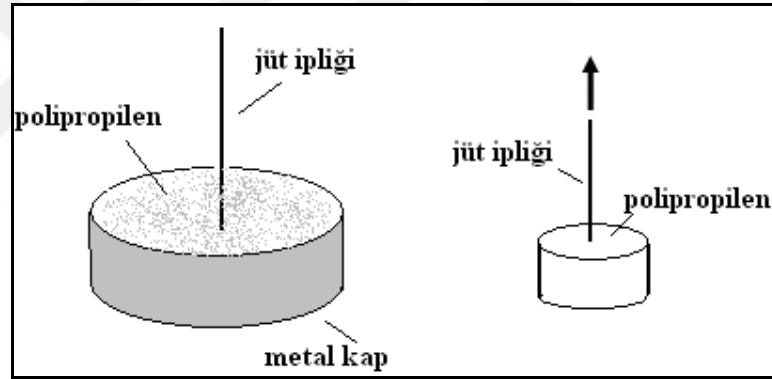
Jüt ipliklerinin mukavemet ve uzama özellikleri Instron 4411 model çok amaçlı mukavemet ölçerinde, 40 mm ölçüm uzunluğu (Wang, Panigrahi, Tabil, Crerar ve Sokansanj, 2003; Bozacı ve ark., 2009) ve 20 mm/dakika çekme hızında test edilmiştir.

2.2.2.5 Jüt İpliklerinin Yüzey Özelliklerinin Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) ile İncelenmesi

Jüt ipliklerinin yüzey özellikleri, atomik kuvvet mikroskobunda (Digital Instruments MMSPM Nanoscope IV-AFM) kontakt yöntemine göre silikon nitrid uç kullanılarak incelenmiştir.

2.2.2.6 Jüt İplikleri ile Polipropilenin Arayüzey Kayma Dayanımının (IFSS) Belirlenmesi (Pull-out Test)

Jüt ipliği ile polipropilenin arayüzey dayanımının belirlenebilmesi için jüt ipliklerinin içerisinde dik bir şekilde konumlandırıldığı, içi toz haldeki polipropilen ile dolu olan metal kaplar 200°C sıcaklığa ayarlanan etüvde polimer tam olarak eriyene kadar ısıtılmıştır. İşlem sonunda metal kaplar oda sıcaklığında bekletilerek polimerin soğuyarak katılaşması sağlanmıştır. Daha sonra metal kaplardan çıkarılan, jüt ipliklerinin içerisinde sabit şekilde bulunduğu katı haldeki polimerlerin boyutları çekme cihazının çenelerine takılabilmesi için küçültülmüş ve test numuneleri (Şekil 2.1) hazır hale getirilmiştir.



Şekil 2.1 IFSS testi için hazırlanan test numunesinin şematik olarak gösterimi

Hazırlanan numunelerin “pull-out” testi Shimadzu Autograph AG-G Series çok amaçlı mukavemet ölçerinde yapılmıştır. Çeneye yerleştiren iplikler alt çeneye sıkıştırılan katı haldeki polipropilenden 0,1 mm/dakika test hızında çekilmiş ve ayrılma kuvveti kaydedilmiştir (Liu ve Dai, 2007; Bozacı ve ark., 2009). Arayüzey kayma dayanımı (IFSS) aşağıdaki formüle göre hesaplanmıştır:

$$\tau_d = \frac{F_{\max}}{d \pi l_e} \quad (2.4)$$

τ_d : arayüzey dayanımı
d: iplik çapı

$F_{\max}$: ayrılma kuvveti
 l_e : polimer içine gömülen ipliğin uzunluğu

Yapılan karakterizasyon analizleri ve performans testleri sonucu jüt liflerinin yüzey hidrofilliğini azaltması, lif yüzeyinin pürüzlendirilmesi ve IFSS değerlerinin artırılması açısından en iyi değerleri sağlayan kimyasal maddenin sodyum perborat trihidrat olduğu belirlenmiştir. Kompozit lif üretiminde jüt lifleri toz halde polipropilene katkılандırılacağı için jüt liflerinin sodyum perborat trihidrat ile farklı işlem parametrelerinde modifikasyon denemeleri toz formunda yapılacaktır.

2.3 Toz Haldeki Jüt Liflerinin Sodyum Perborat Trihidratın Farklı Konsantrasyonlarındaki Sulu Çözeltileri ile Düşük Sıcaklıkta Modifikasyon İşlemleri ve Karakterizasyonu

2.3.1 Öğütme İşlemleri ve Partikül Boyut Analizi

Jüt liflerinin toz halde modifikasyonunu gerçekleştirebilmek için, öncelikle jütler “Retsch Cutting Mill SM 100” öğütücüde 125 μ 'luk elek kullanılarak 2 kere öğütme işleminden geçirilerek toz hale getirilmiştir (Şekil 2.2). Tez kapsamında toz haldeki jüt liflerinin polimer içerisinde homojen dağılımını sağlamak ve her yerinde aynı istenen özelliği gösteren kompozit lif üretmek amacıyla jüt liflerinin modifikasyon işlemleri öncesi boyutlarının küçültülebilmesi için jüt lifleri “Fritsch Pulverisette 7” bilyeli nano öğütücüde 850 rpm hızda 20 dakika süre ile ek bir öğütme işlemine tabi tutulmuştur (Şekil 2.3).

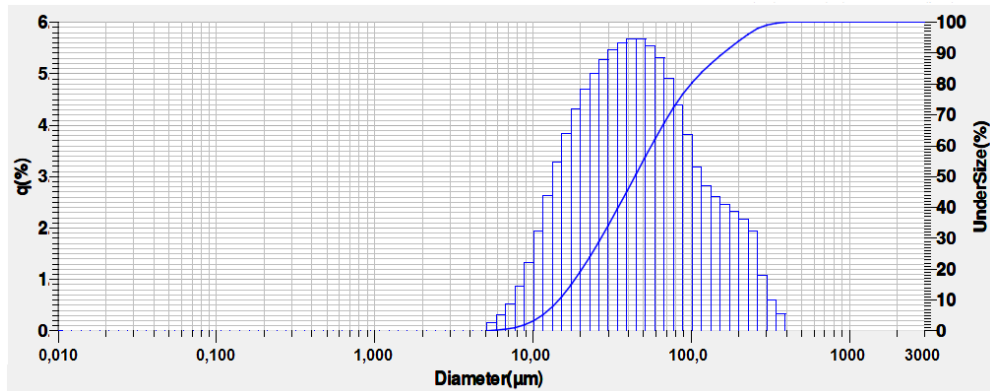


Şekil 2.2 Retsch Cutting Mills SM 100 marka öğütücü (Retsch, 2015)



Şekil 2.3 Fritsch Pulverisette 7 marka öğütücü (Laval Lab, 2015)

Öğütme işlemleri sonrası toz haldeki jüt liflerinin boyut ölçümü ve boyut dağılımı “HORIBA Laser Scattering Particle Size Distribution Analyzer LA-950” boyut dağılımı ölçüm cihazında gerçekleştirilmiştir. Jüt liflerinin toz halde modifikasyonunu gerçekleştirmek amacı ile öğütülerek toz hale getirilen jüt partiküllerinin boyut dağılımı ve yüzdesel oranları Şekil 2.4’de verilmektedir. Ölçüm sonuçlarına göre jüt partiküllerinin %50’sinin çapının $45 \mu\text{m}$ ’nin altında olduğu tespit edilmiştir.



Çap kümülatif dağılım (%) :

(1)	5 (%)	- 11,4686 (μm)
(2)	10 (%)	- 14,5498 (μm)
(3)	20 (%)	- 20,3889 (μm)
(4)	30 (%)	- 26,8898 (μm)
(5)	40 (%)	- 34,6018 (μm)
(6)	60 (%)	- 56,0621 (μm)
(7)	70 (%)	- 72,6357 (μm)
(8)	80 (%)	- 99,7388 (μm)
(9)	90 (%)	- 160,1274 (μm)
(1)	95 (%)	- 214,3174 (μm)

Şekil 2.4 Jüt partiküllerinin boyut dağılımı ve yüzdesel oranları

2.3.2 Modifikasyon İşlemleri

Öğütme işlemlerinden sonra toz hale getirilen jüt liflerinin yüzeyinde bulunabilecek toz ve kir gibi safsızlıkları uzaklaştırmak için, jüt lifleri saf suda yaklaşık 1,5 saat süre ile muamele edilmiş ve sonrasında 90 °C sıcaklıktaki etüvde kurumaya bırakılmıştır. Ön temizleme işlemi sonrasında jüt lifleri sodyum perborat trihidratın (SP) farklı konsantrasyonlarındaki sulu çözeltilerinde modifiye edilmiştir. Jüt lifleri toz halde iken kimyasal madde ile etkileşime giren yüzey alanı artarken, birim yüzey başına etki eden madde miktarı azalacağı için jüt liflerinin modifikasyonunda kimyasal madde konsantrasyonu ve işlem süresi arttırılmıştır. Bu amaçla toz haldeki jüt lifleri sodyum perborat trihidratın %0,5, %1 ve %2’lik sulu çözeltilerinde 25 dakika süre ile muamele edilmiştir. İşlem sonrası life bağlanamayan kimyasal maddeleri gidermek amacıyla saf su ile yıkanan toz haldeki jüt lifleri, 105°C sıcaklıkta kurumaya bırakılmış ve daha sonra desikatörde bekletilmiştir.

2.3.3 Karakterizasyon Analizleri ve Uygulanan Testler

2.3.3.1 XPS Analizi

Toz haldeki jüt liflerinin XPS analizleri Thermo Scientific K α X-ışını Fotoelektron spektroskopisi kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

2.3.3.2 FTIR Analizi

Liflerin kızılötesi spektral ölçümleri 400–4000 cm⁻¹ dalga aralığında 2 cm⁻¹ çözünürlükte (% absorbans) yapılmıştır (Perkin Elmer Spectrum BX).

2.3.3.3 X-ışını Difraktometresi (XRD) Analizi

Toz haldeki jüt liflerinin ve polipropilen liflerinin XRD analizleri 40 kV ve 36 mA’ da çalışabilen, CuK α ışın kaynağına sahip Rigaku D/Max 2200 X-ışınları kırınım cihazında gerçekleştirilmiştir. Her bir lif numunesi için 3°-90° (2 θ) açıları

arasında 4°/dakika hızında tarama yapılmıştır. Toz haldeki jüt liflerinin kristalinite indeks değerleri aşağıda gösterilen Segal ampirik metoduna göre hesaplanmıştır (Segal, Creely, Martin ve Conrad, 1959; Seki, Sarıkanat, Sever ve Durmuşkahya, 2013):

$$CI\% = \frac{(I_{002} - I_{am})}{I_{002}} \times 100 \quad (2.5)$$

I_{002} , $2\theta=22-23^\circ$ açıları arasında yer alan, lifteki amorf ve kristalin materyalleri gösteren difraksiyon pikinin maksimum yoğunluğunu ifade etmektedir. I_{am} ise $2\theta=18-19^\circ$ açıları arasında yer alan, lif içerisindeki sadece amorf materyalleri gösteren difraksiyonunun minimum yoğunluğunu ifade etmektedir (Morshed, Alam ve Daniels, 2010; Seki ve ark., 2013).

2.3.3.4 Liflerin Renk Analizi

Jüt ve polipropilen liflerinin renk ölçümü Minolta 3600D CM marka spektrofotometrede CIELab sistemine göre, D65 ışık kaynağı altında, 10° gözlem açısı ile yapılmıştır.

Toz haldeki ham ve modifiye jüt liflerin karakterizasyon sonuçlarına göre, jütün oksitlenme potansiyelini arttırmak amacı ile bir sonraki bölümde sodyum perborat trihidratın daha yüksek konsantrasyonlardaki çözeltilerinde (%5-30) 30 dakika süre ile sıcaklık etkisi de kullanılarak jüt liflerinin modifikasyon ve karakterizasyon çalışmalarına yer verilecektir.

2.4 Toz Haldeki Jüt Liflerinin Sodyum Perborat Trihidratın Farklı Konsantrasyonlarındaki Sulu Çözeltileri ile Yüksek Sıcaklıktaki Modifikasyon İşlemleri ve Karakterizasyonu

2.4.1 Modifikasyon İşlemleri

Öğütme işlemlerinden sonra toz hale getirilen jüt liflerinin yüzeyinde bulunabilecek toz ve kir gibi safsızlıkları uzaklaştırmak için, jüt lifleri saf su ile yaklaşık 1,5 saat kadar muamele edilmiş ve sonrasında 90°C sıcaklıktaki etüvde kurumaya bırakılmıştır.

Ön temizleme işlemi sonrası toz haldeki jüt lifleri sodyum perborat trihidratın (SP) %5-30 arasında değişen farklı konsantrasyonlarındaki sulu çözeltilerinde 75°C sıcaklıkta 30 dakika süre ile muamele edilmiştir. İşlem sonrası life bağlanamayan kimyasal maddeleri gidermek için saf su ile tekrarlı bir şekilde yıkanan toz haldeki jüt lifleri, 105°C sıcaklıkta kurumaya bırakılmış ve daha sonra desikatörde bekletilmiştir.

2.4.2 Karakterizasyon Analizleri ve Uygulanan Testler

2.4.2.1 XPS Analizi

Toz haldeki jüt liflerinin XPS analizleri Thermo Scientific K α X-ışını Fotoelektron spektroskopisi kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

2.4.2.2 FTIR Analizi

Liflerin kızılötesi spektral ölçümleri 400–4.000 cm⁻¹ dalga aralığında 2 cm⁻¹ çözünürlükte (% absorbans) yapılmıştır (Perkin Elmer Spectrum BX).

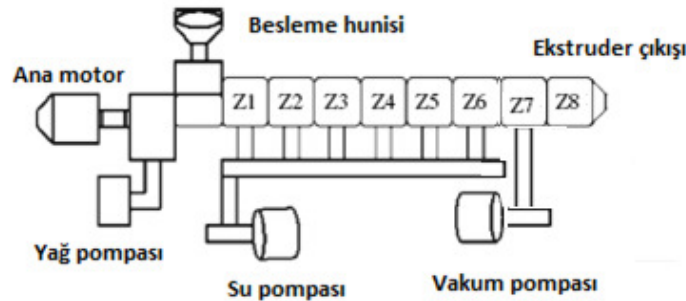
Farklı işlem parametrelerinde sodyum perborat trihidrat ile yapılan modifikasyon denemeleri sonucu, daha az hidrofil bir lif yüzeyi sağlayarak polipropilen kompozit

liflerin üretiminde jüt partiküllerinin modifikasyonuna en uygun olan yöntemin %10'luk konsantrasyonda 75°C sıcaklıkta 30 dakika süre ile yapılan modifikasyon işlemi olduğu belirlenmiştir. Jüt partikülleri bu koşullarda modifiye edilerek polipropilene katkılanırılmış ve farklı oranlarda jüt katkılı kompozit lifler üretilmiş ve karakterize edilmiştir.

2.5 Sodyum Perborat Trihidrat (SPJ) ile Modifiye Edilen Jüt Katkılı Kompozit Lif Üretimi ve Karakterizasyonu

2.5.1 Modifiye Jüt Lif Katkılı Polipropilen Granüllerinin Üretimi

Kompozit lif üretiminde katkı maddesi olarak sodyum perborat trihidratın %10'luk sulu çözeltisinde 75°C sıcaklıkta 30 dakika süre ile modifiye edilen toz haldeki jüt lifleri (SPJ) kullanılmıştır. Kompozit lif üretiminde öncelikle ağırlıkça %0, 0,3, 0,8 ve 1,4 oranında SPJ katkılı polipropilen kompozit granüllerinin eldesi laboratuvar tipi çift vidalı ekstrüderde 170 rpm ekstrüzyon hızında gerçekleştirilmiştir. Toz haldeki jüt lifleri ve polipropilen ön bir mekanik karıştırma işlemine tabi tutulmuş ve kurutma işleminden geçirildikten sonra çift vidalı ekstrüdere (Şekil 2.5) beslenmiştir. Ekstrüderde sıcaklıkları 190°C olan 6 farklı ısıtma bölgesinden geçerek ısıtılan ve karıştırılarak homojen hale gelen eriyik haldeki kompozit malzeme, ekstrüder çıkışı su ile soğutulurak katılaştırılmıştır. Katılaştırma sonrası şeritler halindeki kompozit malzeme bıçakla kesilerek granüller haline getirilmiştir. İşlemler sonrası %100 PP, %0,3 SPJ/PP, %0,8 SPJ/PP ve %1,4 SPJ/PP kodlu polipropilen granüller elde edilmiştir.



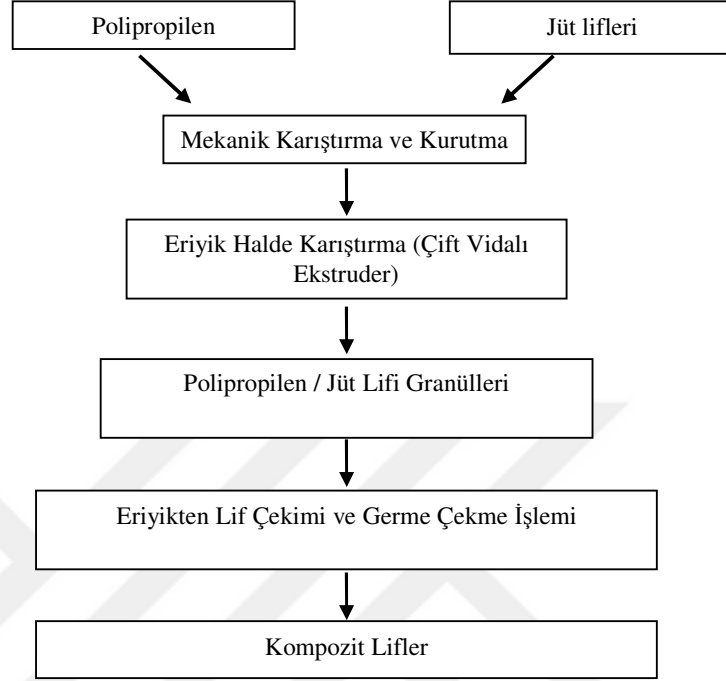
Şekil 2.5 Çift vidalı ekstrüderin şematik olarak gösterimi (Awal ve ark., 2009)

2.5.2 Modifiye Jüt Lifi Katkılı Polipropilen Liflerinin Üretimi

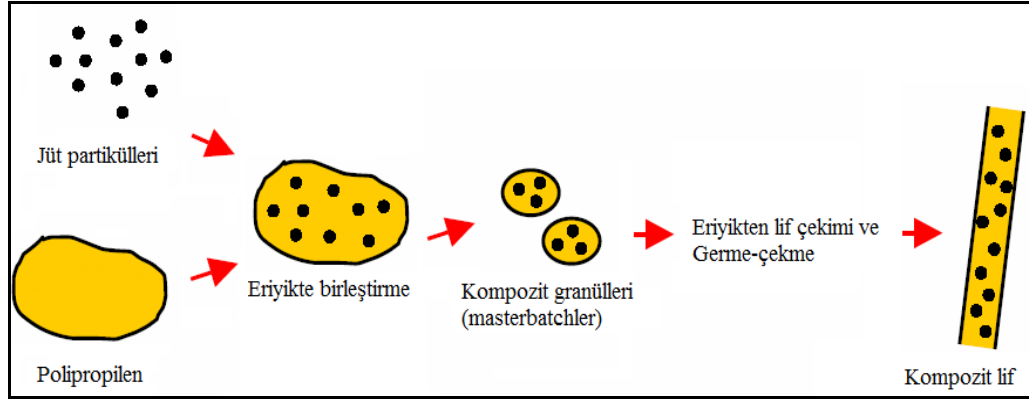
%100 PP, %0,3 SPJ/PP, %0,8 SPJ/PP ve %1,4 SPJ/PP kompozit granüllerinden lif çekim işlemleri laboratuvar tipi lif çekim makinesinde gerçekleştirilmiştir. Polipropilen liflerinin üretim aşamasında öncelikle, granüller halindeki kompozit malzeme, ekstrüderde eritilip, basınçlandırılarak lif çekimine hazır hale getirilmiştir. Eriyik haldeki polimer madde düzelerle gelmeden önce filtre edilmiştir. Basınçla düzelerden fışkırtılan eriyik haldeki polimer/lif karışımı filtre edilmiş soğuk havayla karşılaştıktan sonra katılışp filament halini almıştır. Filamentlerin karışmasını, statik elektriklenmesini ve yapışmasını önlemek için lifler yağ veren elemanlarla temas ettirilerek yağlanması sağlanmıştır. Hızlı soğutma ve hızlı katılma nedeniyle içyapısı yeteri kadar kristalleşemeyen filamentler farklı hızlardaki godet çıkırıklarında germe-çekme işlemine tabi tutulmuştur. Böylece godet çıkırıklarından geçirilen liflerin oryantasyonu, kristallenmesi ve mekanik özellikleri gelişmektedir. Tablo 2.1’de polipropilen liflerinin üretim parametreleri, Şekil 2.6 ve Şekil 2.7’de de sırası ile kompozit lif üretim aşamaları ve şematik olarak gösterimi yer almaktadır.

Tablo 2.1 Polipropilen liflerinin üretim parametreleri

	%100 PP, %0,3, %0,8 ve %1,4 SPJ/PP			
Ekstrüder	1-6 Bölge			
Sıcaklıkları (°C)	205-235			
Düze Delik Sayısı ve Tipi	96, Trilobal			
Sarım Silindirleri (Godet) Sıcaklık ve Hızları				
Sarım Silindirleri	Sıcaklık (°C)	Hız (rpm)	Sıcaklık (°C)	Hız (rpm)
1.Godet	105	200	70	200
2.Godet	115	600	85	600
Tekstüre işlemi parametreleri				
Sıcaklık	130°C			
Basınç	2,2 bar			



Şekil 2.6 Kompozit lifler için üretim aşamaları



Şekil 2.7 Polipropilen kompozit liflerin üretim şeklinin şematik olarak gösterimi

2.5.3 Karakterizasyon Analizleri ve Uygulanan Testler

2.5.3.1 Polipropilen Liflerinin Numara Tayini ve Lif Numaraları

Polipropilen liflerinin numara tayini TS 244 EN ISO 2060 Doğrusal Yoğunluk (Birim Uzunluk Başına Kütle) Tayini-Çile Metodu standardına göre belirlenmiştir. Tablo 2.2’de polipropilen liflerinin numaraları yer almaktadır.

Tablo 2.2 Polipropilen liflerinin numaraları

Lif numaraları (denye)	
%100 PP	17,52
%0,3 SPJ/PP	12,19
%0,8 SPJ/PP	11,94
%1,4 SPJ/PP	14,69

2.5.3.2 FTIR Analizi

Polipropilen liflerinin kızılötesi spektral ölçümleri $400\text{--}4.000\text{ cm}^{-1}$ dalga aralığında 2 cm^{-1} çözünürlükte (% absorbans) yapılmıştır (Perkin Elmer Spectrum BX).

2.5.3.3 Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analizi

Polipropilen liflerinin DSC analizi Perkin Elmer/Pyris 1 marka diferansiyel taramalı kalorimetre cihazında azot ortamında yapılmıştır. Tarama $0\text{--}200^\circ\text{C}$ sıcaklıkları arasında $20^\circ\text{C}/\text{dakika}$ ısıtma ve soğutma hızında gerçekleştirilmiştir.

2.5.3.4 XRD Analizi

Polipropilen liflerinin XRD analizleri 40 kV ve 36 mA ’ da çalışabilen, $\text{CuK}\alpha$ ışın kaynağına sahip Rigaku D/Max 2200 X-ışınları kırınım cihazında

gerçekleştirilmiştir. Her bir lif numunesi için 3°-90° (2θ) açıları arasında 4°/dakika hızında tarama yapılmıştır.

2.5.3.5 Polipropilen Liflerinin Tek Lif Mukavemetinin Belirlenmesi

Polipropilen liflerinin tek lif mukavemet testi Instron 4411 çok amaçlı mukavemet cihazında 25 mm çene mesafesi ve 60 mm/dakika test hızında gerçekleştirilmiştir.

2.5.3.6 Polipropilen Liflerinin Nem Absorpsiyon Özelliklerinin Belirlenmesi

Polipropilen liflerinin nem içeriği ve nem geri kazanım özellikleri ASTM D 629-08 (*Standard test methods for quantitative analysis of textiles- moisture content or moisture regain*) standardına göre test edilmiştir.

2.5.3.7 Polipropilen Liflerinden Örme Kumaş Üretimi

Polipropilen liflerinin kılcal yükselme, termal iletkenlik ve yüzey direnci özelliklerinin belirlenmesi için liflerden kumaş örülmüştür. Örme kumaş üretimi Textimat Diamant V yataklı el örme makinesinde gerçekleştirilmiştir. Kumaşlar ribana örgü yapısında, 4 çubuk/cm ve 4 sıra/cm sıklığındadır.

2.5.3.8 Polipropilen Örme Kumaşların Kılcal Yükselmelerinin Belirlenmesi (Dikey Islanma Testi)

Jüt partikülleri katkısının polipropilen lifinin örgü numuneleri içerisindeki sıvı transferini nasıl etkilediğini belirlemek amacı ile dikey ıslanma testi DIN 53924 standardına uygun olarak yapılmıştır. Deney numuneleri boyutları 25 mm x 150 mm olacak şekilde hazırlanmıştır. Sıvının kumaş içerisindeki yükselişinin daha iyi gözlemlenebilmesi için sentetik liflere afinitesi bulunmayan %1'lik K₂CrO₄ çözeltisi (Wang, Zha ve Wang, 2008) kullanılmıştır. Sıvının polipropilen içerisinde yükselmesi 1, 2, 5, 10, 12 ve 15 dakikalık süreler sonunda test düzeneğinde bulunan cetvelden okunmuş ve kaydedilmiştir.

2.5.3.9 Polipropilen Örme Kumaşların Isıl İletkenlik Özelliklerinin Belirlenmesi

Polipropilen liflerin ısı iletkenlik performansı C-Therm TCI ısı iletkenlik analiz cihazında test edilmiştir (Şekil 2.8). Cihazın çalışma prensibi, test numunesine verilen ısı ile birlikte sıcaklığın artması ve sensör voltajında meydana gelen değişimden malzemenin termofiziksel özelliklerinin belirlenmesidir. Her bir lif numunesi için 20 adet ölçüm yapılmış ve bunların ortalaması alınarak polipropilen liflerin ısı iletkenlik değerleri belirlenmiştir.



Şekil 2.8 C-Therm TCI termal iletkenlik test cihazı (C-Therm, 2015)

2.5.3.10 Termogravimetrik Analiz (TGA)

Polipropilen liflerinin TGA analizi ise Perkin Elmer Diomand TG/DTA marka termogravimetrik analiz cihazında azot ortamında yapılmıştır. Tarama 25-600°C sıcaklıkları arasında 10 °C/dakika ısıtma hızında gerçekleştirilmiştir.

2.5.3.11 Renk Analizi

Polipropilen liflerinin renk ölçümü Minolta 3600D CM marka spektrofotometrede CIELab sistemine göre, D65 ışık kaynağı altında, 10° gözlem açısı ile yapılmıştır.

2.5.3.12 Polipropilen Liflerinin Floresans Mikroskop ile İncelenmesi

Kompozit liflerde, polimer içerisine eklenen jüt partiküllerinin tespiti ve dağılımı Olympus BX43 floresans mikroskop ile mavi filtre kullanılarak incelenmiştir.

Yapılan karakterizasyon analizleri ve performans testleri sonucu jüt katkıli kompozit lifin çekilebilmesi, polipropilen lifin içyapısının önemli derecede değişime uğramadan nem ve sıvı absorpsiyonu kazanması ve termal bozunma sıcaklıklarının artması açısından SPJ için katkılandırılabilen en yüksek değerin %1,4 olduğu belirlenmiştir.

2.6 Toz Haldeki Jüt Liflerinin Farklı Yöntemler İle Modifikasyon İşlemleri ve Karakterizasyonu

2.6.1 Modifikasyon İşlemleri

Modifikasyon işlemleri öncesinde öğütme işlemlerinden sonra toz hale getirilen jüt liflerinin yüzeyinde bulunabilecek toz ve kir gibi safsızlıkları uzaklaştırmak için, jüt lifleri saf su ile yaklaşık 1,5 saat kadar muamele edilmiş ve sonrasında 90°C sıcaklıktaki etüvde kurumaya bırakılmıştır.

2.6.1.1 Enzimatik Modifikasyon

1 gr ağırlıktaki jüt lifleri 1,0 U/mL lakkaz ve 5 mM tween 20 (polisorbata 20) içeren 50 ml'lik 0,2 M asetat tampon/etanol (80/20) çözeltisinde 50°C sıcaklıkta 4 saat süre ile modifiye edilmiştir (LaJ). İşlem sonrası lifler 80°C sıcaklıkta saf su ile 2 kez muamele edilmiş ve sonrasında asetonda ekstrakte edilmiştir. Tüm kimyasal işlemler sonrası lifler kurumaya bırakılmıştır (Dong ve ark., 2014).

2.6.1.2 Stearik Asit ve Silikon Yağı ile Modifikasyon

Jüt liflerinin modifikasyonundan önce stearik asit (StJ) ve silikon yağının (ScJ) %1'lik (v/v) etil alkol çözeltileri hazırlanmıştır. Lifler daha sonra bu çözeltilerde 21°C sıcaklıkta 10 dakika süre ile muamele edilmiştir. İşlem sonrası lifler 80°C sıcaklıktaki etüvde 45 dakika süre ile kurumaya bırakılmıştır (Spoljaric, Genovese ve Shanks, 2009).

2.6.1.3 Tetra Etoksi Silan Bağlayıcı Maddesi ile Modifikasyon

Jüt liflerinin modifikasyonundan önce, lif miktarının %5 oranındaki tetra etoksi silan bağlayıcı maddesi (SiJ) hacim olarak 80/20 oranında etanol/su çözeltisinde 2 saat süre ile hidrolize edilmiştir. İşlem sonrasında jüt lifleri çözeltiye eklenerek 80°C sıcaklıkta 2 saat süre ile muamele edilmiştir. İşlem sonrası lifler hacim olarak 80/20 oranında etanol/su çözeltisinde 3 kere yıkama işlemine tabi tutulmuş ve oda sıcaklığında 2 gün süre ile kurumaya bırakılmıştır (Rachini, Le Troedec, Peyratout ve Smith, 2012).

2.6.2 Karakterizasyon Analizleri ve Uygulanan Testler

2.6.2.1 XPS Analizi

Toz haldeki jüt liflerinin XPS analizleri Thermo Scientific K α X-ışını Fotoelektron spektroskopisi kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

2.6.2.2 FTIR Analizi

Jüt liflerinin kızılötesi spektral ölçümleri 400–4.000 cm⁻¹ dalga aralığında 2 cm⁻¹ çözünürlükte (% absorbands) yapılmıştır (Perkin Elmer Spectrum BX).

2.6.2.3 TGA Analizi

Jüt liflerinin TGA analizi Perkin Elmer Diomand TG/DTA marka termogravimetrik analiz cihazında azot ortamında, 25-600°C sıcaklıkları arasında 10 °C/dakika ısıtma hızında gerçekleştirilmiştir.

2.6.2.4 Jüt Liflerinin Nem İçeriğinin Belirlenmesi

Jüt liflerinin nem içeriği ASTM D 629-08 (*Standard test methods for quantitative analysis of textiles- moisture content or moisture regain*) standardına göre test edilmiştir.

2.6.2.5 Jüt Liflerinin Yüzey Özelliklerinin Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile İncelenmesi

Ham ve modifiye jüt liflerinin yüzey özellikleri JEOL JSM-6060 taramalı elektron mikroskobunda 1000 büyütme altında incelenmiştir.

Farklı kimyasal maddeler ile modifiye edilen tez materyali olarak kullanılan jüt partiküllerin analiz sonuçlarına göre, lif yüzey kimyasını değiştiren ve polipropilen içerisinde daha kolay ve homojen bir şekilde dağılmasını sağlama açısından hidrofobluk kazandıran modifikasyon işleminin silikon yağı muamelesi olduğu belirlenmiştir. Lifler silikon yağı ile modifiye edilmiş, farklı oranlarda polipropilene katkılanarak kompozit lif üretimi gerçekleştirilmiş ve karakterize edilmiştir.

2.7 Silikon Yağı (ScJ) ile Modifiye Edilen Jüt Katkılı Kompozit Lif Üretimi ve Karakterizasyonu

2.7.1 Modifiye Jüt Lifi Katkılı Polipropilen Granüllerinin Üretimi

Kompozit lif üretiminde katkı maddesi olarak silikon yağının %1'lik (v/v) etil alkol çözeltisinde 21°C sıcaklıkta 10 dakika süre ile modifiye edilen toz haldeki jüt lifleri (ScJ) kullanılmıştır. Kompozit lif üretiminde öncelikle ağırlıkça %0, 1,4, 1,7 ve 2,0 oranında ScJ katkı polipropilen kompozit granüllerinin eldesi laboratuvar tipi çift vidalı ekstrüderde 170 rpm ekstrüzyon hızında gerçekleştirilmiştir. Toz haldeki jüt lifleri ve polipropilen ön bir mekanik karıştırma işlemine tabi tutulmuş ve kurutma işleminden geçirildikten sonra çift vidalı ekstrüdere (Şekil 2.6) beslenmiştir. Ekstrüderde sıcaklıkları 190°C olan 6 farklı ısıtma bölgesinden geçerek ısıtılan ve

kariřtırılarak homojen hale gelen eriyik haldeki kompozit malzeme, ekstrüder çıkışı su ile soğutularak katılařtırılmıřtır. Katılařtırma sonrası řeritler halindeki kompozit malzeme bıçakla kesilerek granüller haline getirilmiřtir.

İřlemler sonrası %100 PP, %1,4 ScJ/PP, %1,7 ScJ/PP ve %2,0 ScJ/PP kodlu polipropilen granüller elde edilmiřtir.

2.7.2 Modifiye Jüt Lifi Katkılı Polipropilen Liflerinin Üretimi

%100 PP, %1,4 ScJ/PP, %1,7 ScJ/PP ve %2,0 ScJ/PP kompozit granüllerinden lif çekim iřlemleri laboratuvar tipi lif çekim makinesinde gerçekleřtirilmiřtir. Polipropilen liflerinin üretim ařamasında öncelikle, granüller halindeki kompozit malzeme, ekstrüderde eritilip, basınçlandırılarak lif çekimine hazır hale getirilmiřtir. Eriyik haldeki polimer madde düzelere gelmeden önce filtre edilmiřtir. Basınçla düzelerden fiřkırtılan eriyik haldeki polimer/lif karıřımı filtre edilmiř soğuk havayla karıřlařtıktan sonra katılařıp filament halini almıřtır. Filamentlerin karıřmasını, statik elektriklenmesini ve yapıřmasını önlemek için lifler yağ veren elemanlarla temas ettirilerek yağlanması saėlanmıřtır. Hızlı soğutma ve hızlı katılařma nedeniyle iıyapısı yeteri kadar kristalleřemeyen filamentler farklı hızlardaki godet çıkırıklarında germe-çekme iřlemine tabi tutulmuřtur. Böylece godet çıkırıklarından geıirilen liflerin oryantasyonu, kristallenmesi ve mekanik özellikleri geliřmektedir. Ancak %1,7 (%1,7 ScJ/PP) ve %2 (%2 ScJ/PP) oranında ScJ partikülleri iıeren polipropilen liflerinin çekimi sırasında filtrelerde meydana gelen tıkanma nedeni ile basıncın yükselmesi ve düzelerden devamlı filament çekiminin gerçekleřtirilememesi nedeni ile üretilen filamentler godet çıkırıklarına sarılamamıř ve germe-çekme iřlemi gerçekleřtirilememiřtir. Bu nedenle %1,4 oranında ScJ iıeren polipropilen lifleri germe-çekme iřlemine tabi tutulmuřtur.

Polipropilen liflerinin üretim parametreleri Tablo 2.3’de verilmekte olup, kompozit lif üretim ařamaları ve řematik olarak gösterimi sırası ile řekil 2.6 ve řekil 2.7’de gösterildiėi gibidir.

Tablo 2.3 Polipropilen liflerinin üretim parametreleri

	%100 PP, %1,4, %1,7 ve %2 ScJ/PP			
Ekstrüder	1-6 Bölge			
Sıcaklıkları (°C)	205-235			
Düze Delik Sayısı ve Tipi	96, Trilobal			
Sarım Silindirleri (Godet) Sıcaklık ve Hızları				
Sarım Silindirleri	Sıcaklık (°C)	Hız (rpm)	Sıcaklık (°C)	Hız (rpm)
1.Godet	105	200	70	200
2.Godet	115	600	85	600
Tekstüre işlemi parametreleri				
Sıcaklık	130°C			
Basınç	2,2 bar			

2.7.3 Karakterizasyon Analizleri ve Uygulanan Testler

2.7.3.1 Polipropilen Liflerinin Numara Tayini ve Lif Numaraları

Polipropilen liflerinin TS 244 EN ISO 2060 Doğrusal Yoğunluk (Birim Uzunluk Başına Kütle) Tayini-Çile Metodu standardına göre belirlenmiştir. Tablo 2.4’de polipropilen liflerinin lif numaraları verilmektedir.

Tablo 2.4 Polipropilen liflerinin numaraları

Lif numaraları (denye)	
%100 PP	17,52
%1,4 ScJ/PP	13,31

2.7.3.2 FTIR Analizi

Ham ve dispers boyarmadde ile boyanan polipropilen liflerinin kızılötesi spektral ölçümleri $400\text{--}4.000\text{ cm}^{-1}$ dalga aralığında 2 cm^{-1} çözünürlükte (% absorbans) yapılmıştır (Perkin Elmer Spectrum BX).

2.7.3.3 DSC Analizi

Polipropilen liflerinin DSC analizi Perkin Elmer/Pyris 1 marka diferansiyel taramalı kalorimetre cihazında azot ortamında yapılmıştır. Tarama $0\text{--}200^\circ\text{C}$ sıcaklıkları arasında $20^\circ\text{C}/\text{dakika}$ ısıtma ve soğutma hızında gerçekleştirilmiştir.

2.7.3.4 TGA Analizi

Polipropilen liflerinin TGA analizi ise Perkin Elmer Diomand TG/DTA marka termogravimetrik analiz cihazında azot ortamında yapılmıştır. Tarama $25\text{--}600^\circ\text{C}$ sıcaklıkları arasında $10^\circ\text{C}/\text{dakika}$ ısıtma hızında gerçekleştirilmiştir.

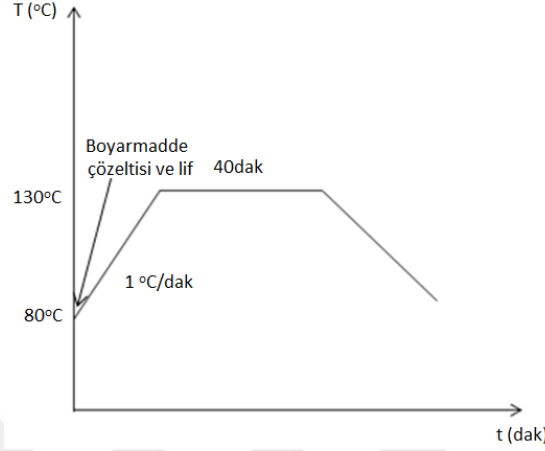
2.7.3.5 Polipropilen Liflerinin Nem Absorpsiyon Özelliklerinin Belirlenmesi

Polipropilen liflerinin nem içeriği ve nem geri kazanım özellikleri ASTM D 629-08 (*Standard test methods for quantitative analysis of textiles- moisture content or moisture regain*) standardına göre test edilmiştir.

2.7.3.6 Polipropilen Liflerinin Boyarmadde Alımının İncelenmesi ve Renk Analizi

Polipropilen liflerinin boyar madde alımının incelenmesi için lifler çektirme yöntemine göre Setapers Navy Blue CE-RN dispers boyarmaddesi ile boyanmıştır. Polipropilen lifleri boyarmaddenin %1 konsantrasyonundaki sulu çözeltisi ile 1:200 flotte oranında boyanmıştır. Boyarmadde çözeltisi asetik asit çözeltisi ile pH 4-5 olacak şekilde hazırlanmıştır (Kotek, Afshari, Gupta, Kish ve Jung, 2004; Shahidi, Ghorannevis, Moazzenchi, Rashidi, ve Dorranean, 2007). Liflerin boyama grafiği

Şekil 2.9' da verilmektedir. Boyarmadde çözeltilerinin absorbansı boyama süresi sonunda Shimadzu UV-1800 UV-Vis spektrofotometre cihazında ölçülmüştür.



Şekil 2.9 Polipropilen liflerinin dispers boyarmadde ile boyama grafiği

Polipropilen liflerinin renk ölçümü Minolta 3600D CM marka spektrofotometrede CIELab sistemine göre, D65 ışık kaynağı altında, 10° gözlem açısı ile yapılmıştır.

2.7.3.7 Dispers Boyarmadde ile Boyanan Polipropilen Liflerinin Yıkama Haslığının Belirlenmesi

Dispers boyarmadde ile boyanan polipropilen liflerinin yıkama haslığı TS EN ISO 105-C06 (2010) standardında belirtilen A1S metoduna göre test edilmiştir.

2.7.3.8 Polipropilen Liflerinin Floresans Mikroskop İle İncelenmesi

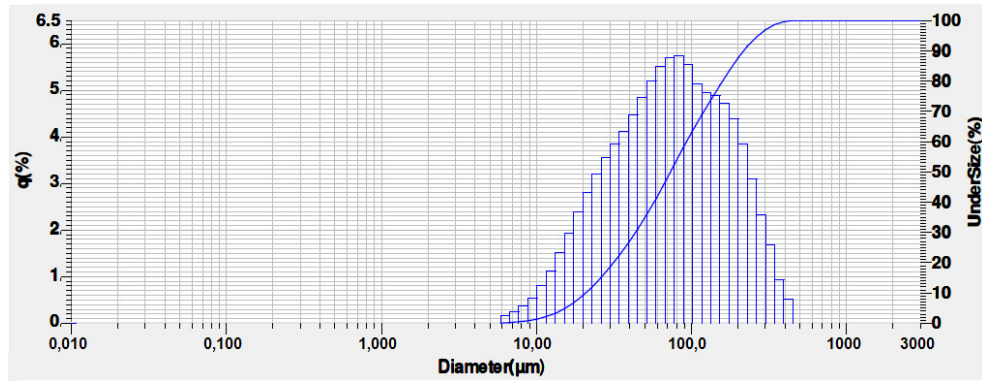
Kompozit liflerde, polimer içerisine eklenen jüt partiküllerinin tespiti ve dağılımı Olympus BX43 floresans mikroskop ile blue filter kullanılarak incelenmiştir.

Yapılan lif üretim denemeleri sonucu lifin %1,4 oranındaki ScJ katkı miktarının lifin çekilebilirliği, kristalizasyonunun ve oryantasyonunun gelişmesi açısından bu çalışma kapsamında limit değer olduğu belirlenmiştir. Uygulanan analiz ve test

bulgularının değerlendirilmesi sonucu ScJ katkısının lifin termal bozunma sıcaklıklarını ve nem absorpsiyonunu arttırdığı saptanmıştır.

2.8 Toz Haldeki Halı Atığı Jüt Liflerinin Farklı Kimyasal Maddeler ile Modifikasyonu ve Karakterizasyonu

Hem bu doktora tezi kapsamında hem de 111M498 no'lu “Kullanım Özelliği Geliştirilmiş Selülozik Lif Atığı Katkılı Kompozit Lif Üretimi” konulu TUBİTAK projesi kapsamında halı atığı jüt liflerini değerlendirmek amacı ile farklı modifikasyon yöntemleri ile modifiye edilen jüt katkılı polipropilen kompozit lifleri üretilmiştir. Halı atığı jüt lifleri daha önceki bölümlerde (2.3.1) belirtilen işlem parametrelerinde çalışan öğütücülerde öğütülmüş ve partikül boyut ölçümü HORIBA Laser Scattering Particle Size Distribution Analyzer LA-950” boyut dağılımı ölçüm cihazında gerçekleştirilmiştir. Toz hale getirilen halı atığı jüt liflerinin partikül boyut dağılımı ve yüzdesel oranları Şekil 2.10’da verilmektedir. Ölçüm sonuçlarına göre jüt partiküllerinin ortalama boyunun 71 μm olduğu tespit edilmiştir.



Çap kümülatif dağılım (%) : (1) 5 (%) - 15,4737 (μm)
: (2) 10 (%) - 20,8636 (μm)
: (3) 20 (%) - 31,4542 (μm)
: (4) 30 (%) - 43,5833 (μm)
: (5) 40 (%) - 57,3782 (μm)
: (6) 60 (%) - 93,0701 (μm)
: (7) 70 (%) - 120,5241 (μm)
: (8) 80 (%) - 159,1950 (μm)
: (9) 90 (%) - 217,7693 (μm)
(1) 95 (%) - 269,7318 (μm)

Şekil 2.10 Halı atığı jüt partiküllerinin boyut dağılımı ve yüzdesel oranları

Toz haldeki halı atığı jüt lifleri 3 farklı yöntem kullanılarak modifiye edilmiştir. Toz haldeki jüt liflerinin diğer kimyasal maddeler ile modifikasyonu öncesi lifler ön bir temizleme amacı ile %5'lik NaOH'ın sulu çözeltisi (AJ) ile oda sıcaklığında 2 saat süre ile muamele edilmiştir. İşlem sonunda jüt lifleri saf su ile tekrarlı şekilde yıkanmış ve nötr hale getirmek için birkaç damla asetik asit damlatılmış saf su ile muamele edildikten sonra tekrar durulama işlemine tabi tutulmuştur. Jüt lifleri kimyasal işlem sonrası 60°C sıcaklığa ayarlanmış etüvde kurutulmuş ve sonrasında desikatörde beklemeye alınmıştır (Sgriccia, Hwaley ve Misra, 2008; Sinha ve Rout, 2009).

Alkali ile ön işlem gören toz haldeki alkali jüt lifleri silan bağlayıcı maddesi (ASJ) ile modifiye edilmiştir. Modifikasyon işlemi öncesi silan bağlayıcı maddesi 40/60 (v/v) oranında olacak şekilde su/etanol çözeltisi içerisinde 1 saat süre ile manyetik karıştırıcıda karıştırılarak hidroliz edilmiştir. Çözeltinin pH seviyesini 4'e ayarlamak için çözelti içerisine derişik asetik asit çözeltisi ilave edilmiştir. Hidroliz işlemi sonrası toz haldeki jüt lifleri %5'lik (w/w) silan (3 aminopropyl trietoxy silan) çözeltisinde 3 saat süre ile muamele edilmiştir. Modifikasyon sonrası jüt lifleri oda sıcaklığında 3 gün süre ile bekletilmiş, daha sonra 80°C sıcaklıktaki etüvde kurutulmuştur (Huda, Drzal, Mohanty ve Misra, 2008).

Alkali ile ön işlem gören toz haldeki alkali jüt lifleri 50 gr/lt'lik florokarbon çözeltisinde (AFJ) 3 dakika süre ile bekletilmiştir. İşlem sonrası life bağlanamayan kimyasal maddeleri gidermek amacıyla saf su ile tekrarlı bir şekilde yıkanan jüt lifleri 170°C sıcaklıktaki etüvde kurutulmuştur (Sever ve ark., 2012).

Modifikasyon işlemlerinin jüt lifinin yüzey kimyasına, termal özelliklerine, iç yapısına, nem içeriğine ve yüzey özelliklerine olan etkisini görmek amacı ile XPS analizi, FTIR analizi, XRD analizi, TGA analizi, nem içeriği testi ve SEM incelemesi yapılmıştır. Uygulanan analiz ve testlerin ayrıntılı detayları önceki bölümlerde anlatılmaktadır.

2.9 Farklı Kimyasal Maddeler ile Modifiye Edilen Halı Atığı Jüt Partikülleri Katkılı Polipropilen Liflerinin Üretimi ve Karakterizasyonu

Kompozit lif üretiminde katkı maddesi olarak alkali ön işlem (AJ) ve sonrasında silan (ASJ) ve florokarbon (AFJ) ile modifiye edilen toz haldeki halı atığı jüt lifleri kullanılmıştır. Ayrıca kompozit polipropilen liflerin üretim aşamasında uyumluluk arttırıcı madde olarak maleik anhidrid aşıl原因mış polipropilen (MAPP; Sigma-Aldrich) kullanılmıştır.

Halı atığı jüt lifi katkı polipropilen liflerinin üretiminde öncelikle toz haldeki modifiye jüt lifleri (AJ, ASJ ve AFJ), MAPP ve polipropilen ön bir mekanik işleme tabi tutulduktan sonra kurutulmuş ve çift vidalı ekstrüdere (Şekil 2.12) beslenmiştir. SPJ ve ScJ katkı polipropilen kompozit granüllerinin üretiminde kullanılan işlem parametrelerinde ağırlıkça %0,5 oranında AJ, ASJ ve AFJ katkı kompozit polipropilen granülleri üretilmiştir. Tablo 2.5’de modifiye halı atığı jüt partikülleri katkı polipropilen liflerinin bileşenleri, bileşim oranları ve kodları verilmektedir.

Tablo 2.5 Farklı kimyasal maddeler ile modifiye edilen halı atığı jüt lifleri katkı polipropilen liflerinin bileşenleri, ağırlıkça bileşim oranları (%) ve kodlamaları

	Jüt (%)	Jüt cinsi	MAPP (%)	PP (%)
100PP	0	-	0	100
MAPP/PP	0	-	5	95
AJ/MAPP/PP	0,5	AJ	5	94,5
ASJ/MAPP/PP	0,5	ASJ	5	94,5
AFJ/MAPP/PP	0,5	AFJ	5	94,5

* AJ:Alkali ile modifiye edilen jüt

ASJ: Alkali ön işlem ve silan ile modifiye edilen jüt

AFJ: Alkali ön işlem ve florokarbon ile modifiye edilen jüt

100PP, MAPP/PP, AJ/MAPP/PP ve ASJ/MAPP/PP polipropilen granüllerinden, lif çekim işlemleri laboratuvar tipi lif çekim makinesinde gerçekleştirilmiştir. Polipropilen liflerinin üretim aşamasında öncelikle, granüller halindeki kompozit malzeme, ekstrüderde eritilip, basınçlandırılarak lif çekimine hazır hale getirilmiştir. Eriyik haldeki polimer madde düzelere gelmeden önce filtre edilmiştir. Basınçla

düzelerden fışkırtılan eriyik haldeki polimer/lif karışımı filtre edilmiş soğuk havayla karşılaştıktan sonra katılıp filament halini almıştır. Filamentlerin karışmasını, statik elektriklenmesini ve yapışmasını önlemek için lifler yağ veren elemanlarla temas ettirilerek yağlanması sağlanmıştır. Hızlı soğutma ve hızlı katılma nedeniyle içyapısı yeteri kadar kristalleşemeyen filamentler farklı hızlardaki godet çıkırıklarında germe-çekme işlemine tabi tutulmuştur. Böylece godet çıkırıklarından geçirilen liflerin oryantasyonu, kristallenmesi ve mekanik özellikleri gelişmektedir. Polipropilen liflerinin üretim parametreleri Tablo 2.6’da verilmekte olup, kompozit lif üretim aşamaları ve şematik olarak gösterimi sırası ile Şekil 2.7 ve Şekil 2.8’de gösterildiği gibidir.

Tablo 2.6 Polipropilen liflerinin üretim parametreleri

	100PP, MAPP/PP, AJ/MAPP/PP, ASJ/MAPP/PP, AFJ/MAPP/PP			
Ekstrüder	1-5 Bölge			
Sıcaklıkları (°C)	205-235			
Düze Delik Sayısı ve Tipi	96, Trilobal			
Sarım Silindirleri (Godet) Sıcaklık ve Hızları				
Sarım Silindirleri	Sıcaklık (°C)	Hız (rpm)	Sıcaklık (°C)	Hız (rpm)
1.Godet	105	200	105	200
2.Godet	115	600	115	600

Üretilen polipropilen liflerinin TS 244 EN ISO 2060 Doğrusal Yoğunluk (Birim Uzunluk Başına Kütle) Tayini-Çile Metodu standardına göre belirlenen lif numaraları Tablo 2.7’de verilmektedir.

Tablo 2.7 Polipropilen liflerinin lif numaraları

Lif numaraları (denye)	
100PP	12,53
MAPP/PP	11,93
AJ/MAPP/PP	11,29
ASJ/MAPP/PP	11,35
AFJ/MAPP/PP	12,03

Modifiye halı atığı jüt katkısının ve MAPP ilavesinin polipropilenin karakterizasyonuna ve fiziksel özelliklerine etkisini görmek amacı ile polipropilen liflerine daha önceki bölümlerde (2.5.3) detayları belirtilen FTIR, DSC, XRD, TGA analizleri uygulanmış, tek lif mukavemeti, nem absorpsiyon testleri ve renk ölçümleri yapılmış, liflerin floresans mikroskop ile görüntülenmesi gerçekleştirilmiştir.

Halı atığı jüt liflerinin geri dönüşüm amaçlı çalışma kapsamında değerlendirilmesi amacı ile polipropilene katkılandırılması ile üretilen kompozit liflere uygulanan analiz ve testler sonucu polipropilen lifin termal davranışları, kristalizasyonları ve mukavemetleri gibi yapısal özelliklerinde önemli bir değişim olmadığı, nem içeriği ve nem geri kazanımı gibi fonksiyonel özelliklerinin beklenen şekilde geliştiği görülmüştür.

BÖLÜM ÜÇ

SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

3.1 Modifikasyonun Jüt İpliklerine Etkisi

3.1.1 XPS Analizi

Jüt ipliklerinin modifikasyon sonrası yüzey kimyasında meydana gelen değişimi incelemek amacı ile XPS analizi yapılmıştır. Ham (J), potasyum dikromat (PDJ), potasyum permanganat (PMJ) ve sodyum perborat trihidrat (SPJ) ile modifiye edilen jüt ipliklerinin XPS analizi verilerine göre lif yüzeyinde tespit edilen atomik konsantrasyonlar Tablo 3.1’de verilmektedir. Tablo 3.1’de görüldüğü üzere modifikasyon işlemleri sonucunda lif yüzeyinde bulunan karbon oranı artarken, oksijen miktarında azalma meydana gelmiştir. Ham jüt lifinin C/O oranı PD, PM ve SP işlemleri sonrası sırası ile %29, 52 ve 21 oranında artış göstermiştir. Lif yüzeyinin C/O oranının artması (ya da O/C oranının azalması) yüzey hidrofobluğunu olumlu yönde etkilediği için (Sernek, 2002; Bulut ve Akşit, 2013), yapılan modifikasyon işlemlerinin jüt lifinin yüzey hidrofobluğunu arttırdığı söylenilebilmektedir.

Jüt lifi yüzeyinin yapılan modifikasyon işlemleri sonucu hidrofob karakter kazanması polipropilen ile olan etkileşiminin de artması anlamına gelmektedir (Taj ve ark., 2007). Kompozitin ara yüzeyinde daha güçlü bir etkileşimin meydana gelmesi jüt lifinin polipropilene daha güçlü bağlanmasını sağlamaktadır. Bu nedenle jüt lifi ile polipropilen arasındaki IFSS değerlerinde modifikasyon sonucu bir artış beklenmektedir. Ancak lif ve polimer arasındaki etkileşimde mekanik bağlanma da önem teşkil etmektedir. Jüt lifinin yüzey pürüzlülüğü de jüt ile polipropilen arasındaki tutunmayı etkileyebilmektedir. Aynı zamanda jüt liflerinin yüzey hidrofilliğinin azalarak lif yüzeyinin hidrofob bir karakter kazanması, polipropilen lif üretiminde eriyikten lif çekim aşamasında eriyik haldeki polimer içerisinde bulunan jüt partikülleri arasındaki polar etkileşimi azaltarak, partiküllerin lif boyunca homojen dağılımına pozitif katkıda bulunabilmektedir.

Tablo 3.1 Ham ve modifiye jüt liflerinin yüzeyinde tespit edilen atomik konsantrasyonlar ve C/O oranı

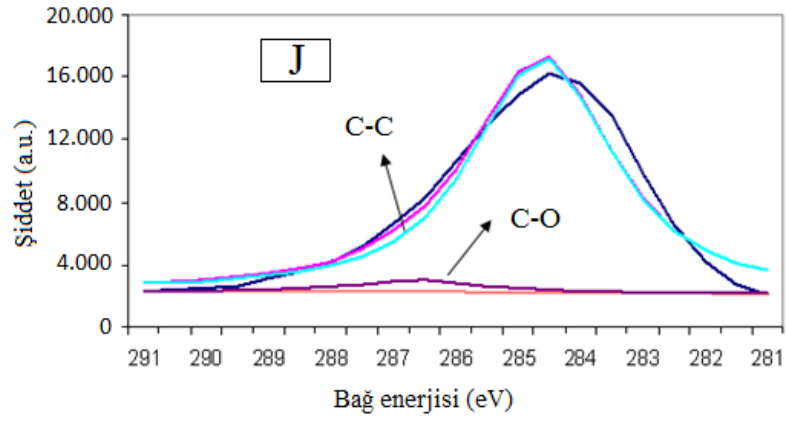
	(%)					
	C	O	C/O	Si	N	Ca
J	64,3	29,7	2,2	2,8	1,8	0,4
PDJ	69,1	24,8	2,8	1,0	3,1	1,4
PMJ	73,5	22,4	3,3	1,2	1,6	0,8
SPJ	69,5	26,5	2,6	1,2	2,1	0,6

*J: Ham jüt; PDJ: Potasyum dikromat ile modifiye edilen jüt; PMJ: Potasyum permanganat ile modifiye edilen jüt; SPJ: Sodyum perborat trihidrat ile modifiye edilen jüt

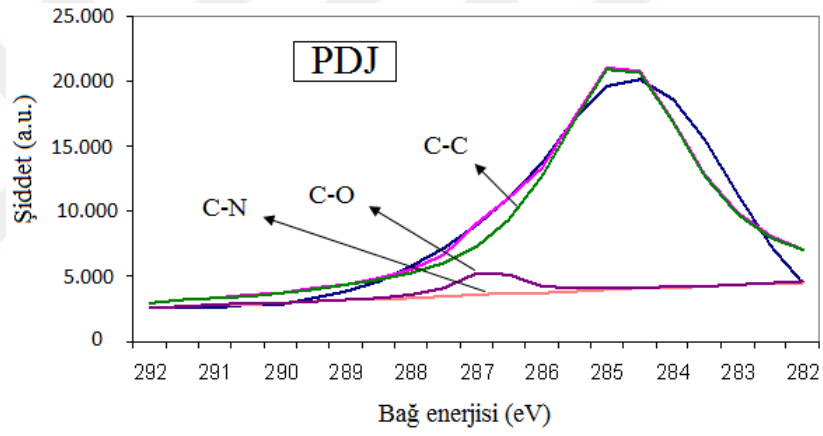
Şekil 3.1-3.4 ve Şekil 3.5-3.8’de sırası ile jüt liflerinin C1(s) ve O1(s) piklerinin dekonvülyasyon eğrileri görülmektedir. Tablo 3.2’de jüt liflerinin C1(s) ve O1(s) piklerinin dekonvülyasyon eğrileri altında kalan alanlardan yararlanılarak hesaplanan fonksiyonel grupların oranları verilmektedir. Tablo 3.2’de görüldüğü üzere modifikasyon işlemleri sonucu jüt lifinin C-C ve C-O gruplarının oranlarında önemli bir değişiklik olmamıştır. Lif yüzeyinde oranları az da olsa PM ve SP modifikasyonları sonrası C=O, PD işlemi sonrası ise C-N grupları tespit edilmiştir. O1s pikleri incelendiğinde, modifikasyon işlemleri sonrası ham jüt lifinin O-H gruplarının miktarı azalmış, O=C gruplarının miktarında da artış meydana gelmiştir. Karbonil gruplarının artması oksidatif modifikasyonun bir göstergesi olarak kabul edilmektedir (Levine, Wehr, Williams, Stadtman ve Shacter, 2000). Lif yüzeyinde hidroksil gruplarının azalarak karbonil gruplarının meydana gelmesi, yüzey hidrofobluğunu artırarak polimer ile etkileşimi geliştirmektedir. Yapılan kimyasal işlemlerin jüt lifinin yüzeyinde tespit edilen hidroksil gruplarını azaltarak yüzey hidrofilliğini azalttığı ve apolar bir polimer ile olan uyumluluğunu geliştirici yönde etki edeceği düşünülmektedir.

Tablo 3.2 Ham ve modifiye jüt liflerinin yüzeyinde tespit edilen fonksiyonel gruplar ve oranları (Sever ve ark., 2012; Seki ve ark., 2012)

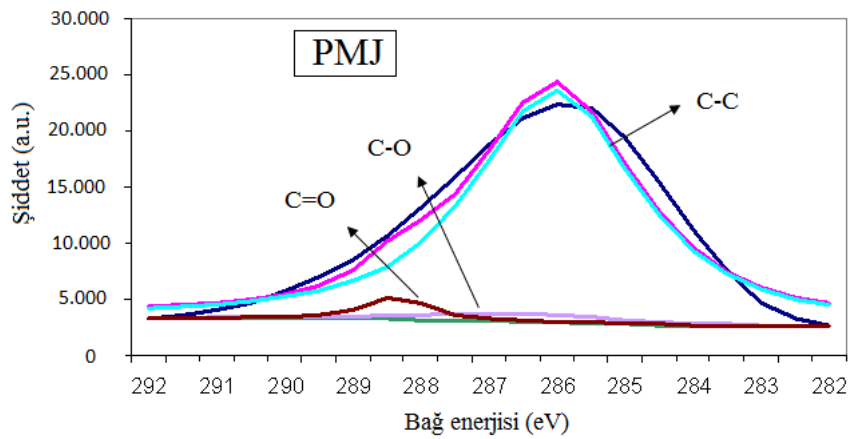
		C-C, C-H	C-O	C=O, O-C-O	C-N	O=C	O-H	H₂O
J	C1s							
	eV	284,6	286,6					
	%	95,3	4,17					
	O1s							
	eV					531,5	532,5	533
	%					12,11	85,83	2,06
PDJ	C1s							
	eV	284,3	286,3		285,6			
	%	95,37	4,31		0,32			
	O1s							
	eV					531,25	532,5	532,97
	%					95,76	3,63	0,62
PMJ	C1s							
	eV	285,52	286,2	287,84				
	%	90,89	3,88	3,29				
	O1s							
	eV					532,67		
	%					99,8		
SPJ	C1s							
	eV	284,6	286,7	287,5				
	%	94,91	4,75	0,34				
	O1s							
	eV					531,64	532,5	533,27
	%					92,96	5,055	1,99



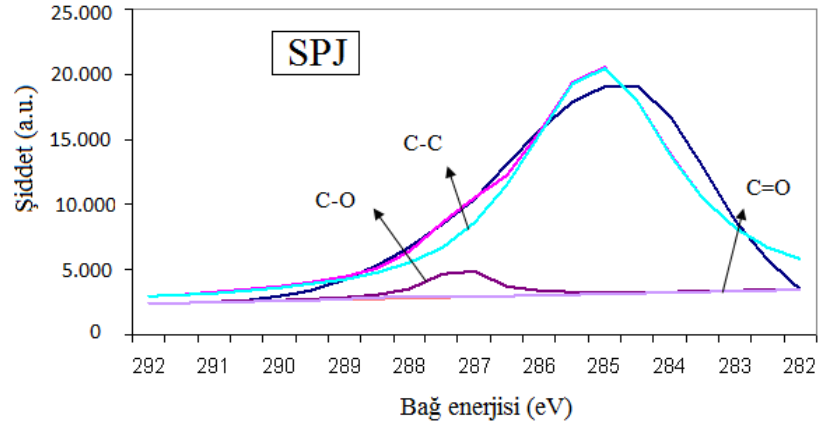
Şekil 3.1 J kodlu jüt lifinin C1s dekonvülasyonu



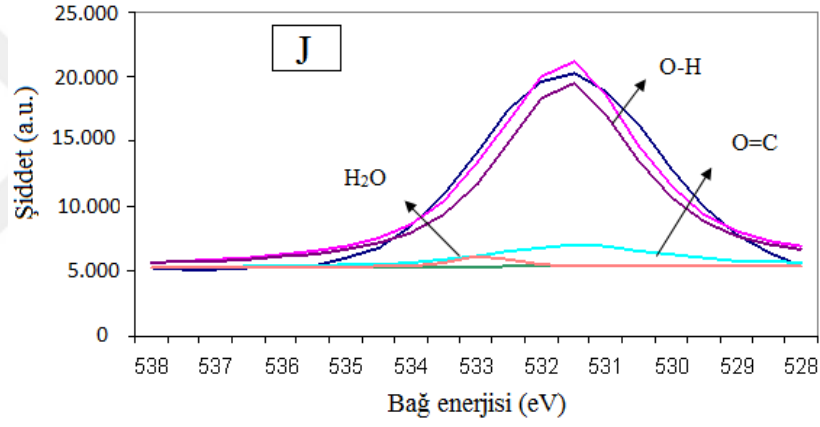
Şekil 3.2 PDJ kodlu jüt lifinin C1s dekonvülasyonu



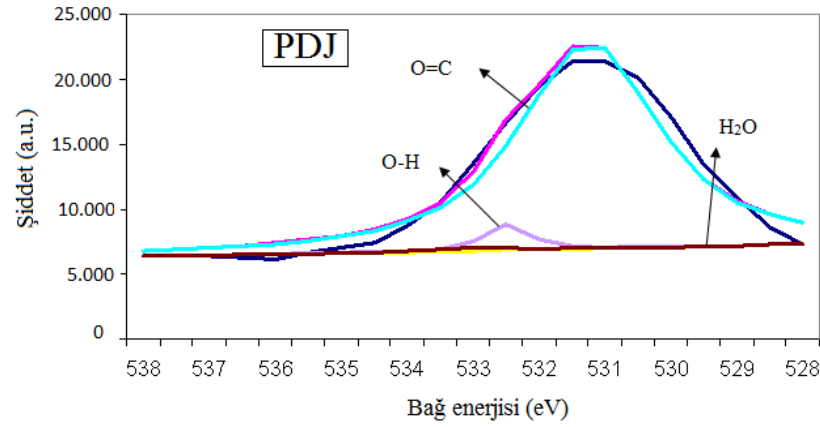
Şekil 3.3 PMJ kodlu jüt lifinin C1s dekonvülasyonu



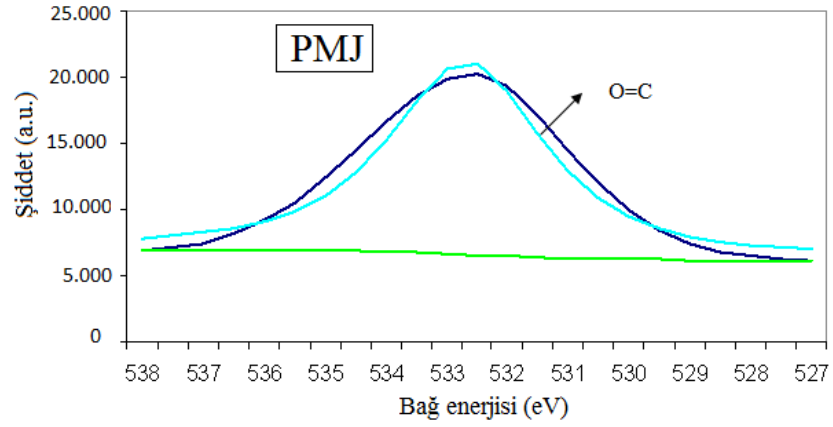
Şekil 3.4 SPJ kodlu jüt lifinin (SPJ) C1s dekonvülasyonu



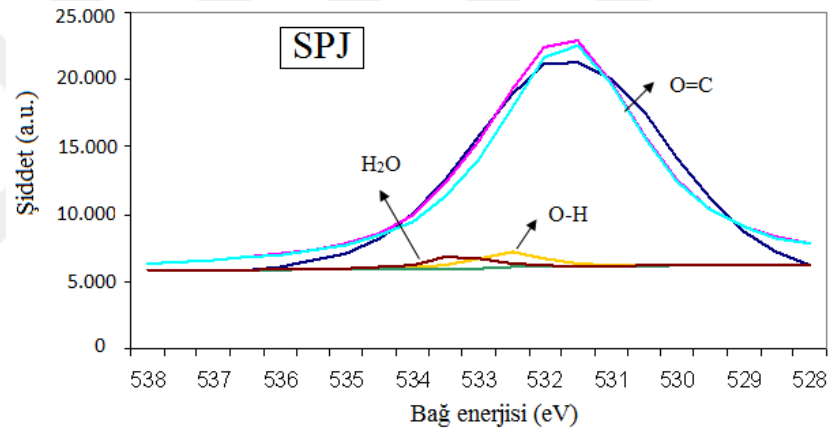
Şekil 3.5 J kodlu jüt lifinin O1s dekonvülasyonu



Şekil 3.6 PDJ kodlu jüt lifinin O1s dekonvülasyonu



Şekil 3.7 PMJ kodlu jüt lifinin O1s dekonvülasyonu



Şekil 3.8 SPJ kodlu jüt lifinin O1s dekonvülasyonu

3.1.2 FTIR Analizi

Şekil 3.9’da ham ve modifiye jüt liflerinin FTIR spektrumları görülmektedir. Ham jüt lifinin FTIR spektrumunda bulunan 3.336 cm^{-1} absorpsiyon bandı $-\text{OH}$ gerilme titreşimlerini göstermektedir. PD ve SP kimyasal işlemleri bu absorpsiyon bandını sırası ile 3.303 cm^{-1} ve 3.446 cm^{-1} e kaydırmıştır. Ham jüt lifinin CH_2 ve CH_3 gerilim titreşimlerini gösteren 2.900 cm^{-1} absorpsiyon bandında bulunan pikin yoğunluğu PD modifikasyon işlemi sonrası azalmıştır (Seki ve ark., 2013; Bulut ve Akşit, 2013).

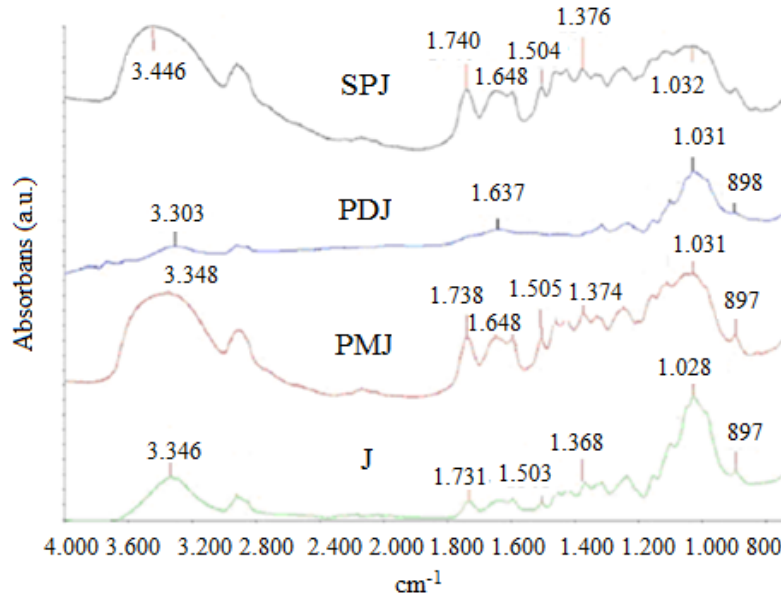
Ham jüt lifinin FTIR spektrumunda bulunan 1.731 cm^{-1} absorpsiyon bandı lifin karbonil gruplarına ait titreşimleri göstermektedir (Jabasingh ve Nachiyar, 2012). SP

ve PM modifikasyon işlemleri C=O gruplarının yoğunluğunu arttırmıştır. PD kimyasal işlemi sonrası ise jüt lifinde bulunan C=O içeren maddelerin giderilmesi nedeni ile pikin kaybolduğu görülmektedir.

Ham jüt lifinin 1.028 cm^{-1} absorpsiyon bandında bulunan pik alkol gruplarını göstermektedir (Seki, 2009). Jüt lifine uygulanan tüm modifikasyon işlemleri sonrası pikin şiddetinde azalma meydana gelmiştir.

Ham jüt lifinin FTIR spektrumunda lignindeki aromatik halkaların varlığını gösteren $1.503\text{-}1.505\text{ cm}^{-1}$ absorpsiyon bandında bulunan pikin PD muamelesi sonrası kaybolması yüzeydeki lignin miktarının azaldığını göstermektedir (Arshad ve Mujahid, 2011; Jabasingh ve Nachiyar, 2012; Seki ve ark., 2013).

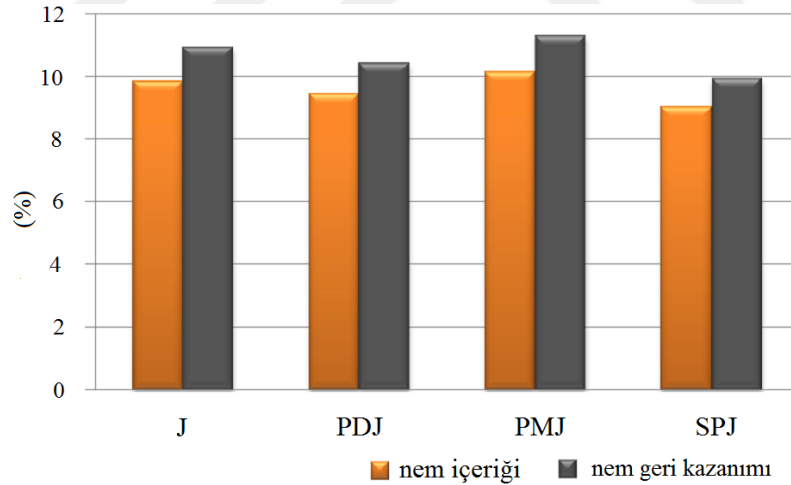
Ham jüt lifinin FTIR spektrumunda bulunan hemiselüloz ve lignindeki C-H eğilmelerine ait olan $1.368\text{-}1.374\text{ cm}^{-1}$ absorpsiyon bantlarında tespit edilen piklerin PD muamelesi sonucu kaybolduğu belirlenmiştir (Mwaikambo ve Ansell, 2002; Olaru, Olaru, Vasile, ve Ander, 2011).



Şekil 3.9 Ham ve modifiye jüt liflerinin FTIR spektrumları

3.1.3 Jüt İpliklerinin Nem Absorpsiyon Özellikleri

Selülozun oksidasyonu polar hidroksil gruplarının azalmasına neden olduğu için jüt lifinin nem absorpsiyonuna negatif yönde etki etmektedir (Wertz, Bedue, ve Mercier, 2010; Khan ve ark., 2010). Ayrıca hidroksil grupları içeren lif yüzeyinde bulunan safsızlıkların kısmen de olsa giderilmesi jüt lifinin nem içeriğini etkilemektedir. Şekil 3.10'da jüt ipliklerinin nem içeriği ve nem geri kazanım değerleri görülmektedir. Veriler incelendiğinde, PM modifikasyon işleminin diğer modifikasyon işlemlerinden farklı olarak ham jüt ipliğinin nem içeriğini arttırdığı görülmektedir. Ancak J, PMJ ve PDJ ipliklerinin nem değerleri arasındaki fark istatistiksel olarak önemli değilken, ham jüt ve SPJ ipliklerinin nem değerleri arasındaki farkın istatistiksel olarak önemli olduğu tespit edilmiştir. Şekil 3.10 incelendiğinde, jüt ipliklerinin nem geri kazanım değerlerinin nem içeriği değerleri ile benzer davranış gösterdiği görülmektedir.



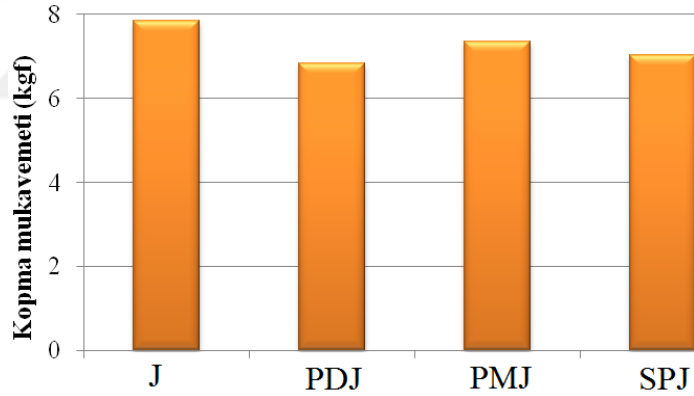
Şekil 3.10 Ham ve modifiye jüt ipliklerinin nem içeriği ve nem geri kazanımı

3.1.4 Jüt İpliklerinin Mekanik Özellikleri

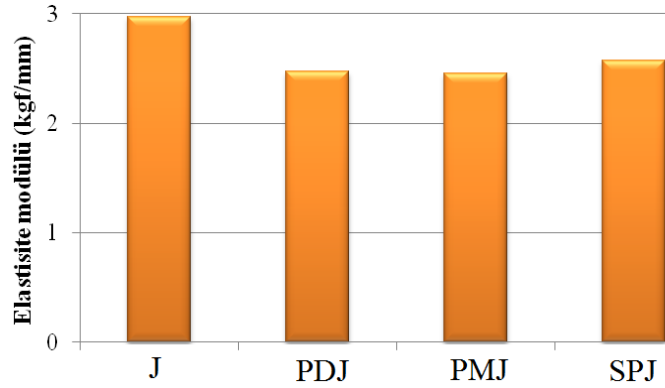
Şekil 3.11 ve Şekil 3.12'de ham ve modifiye jüt ipliklerinin sırası ile kopma mukavemeti ve elastisite modülü değerleri verilmektedir. Grafikler incelendiğinde, jüt ipliklerinin kopma mukavemeti ve elastisite modülü değerlerinin PD, PM ve SP modifikasyon işlemleri sonucu azaldığı görülmektedir. Oksidasyon maddeleri selüloz

liflerinin amorf bölgelerine ve kristal yüzeylerine etki etmektedir (Khan ve ark., 2010). Selülozun primer ve sekonder alkol gruplarının oksidasyonu sonucu piranoz halkasının açılması ve makromolekül zincirlerinin kısalması jüt liflerinin dayanımını azaltmaktadır (Khan ve ark., 2010). Ayrıca yapılan kimyasal işlemler ile yüzey safsızlıklarının, hemiselülozun ve ligninin kısmen giderilmesi sonucu selülozun direk olarak oksidatif maddelerin etkisine maruz kalması da jüt ipliğinin mukavemetini negatif yönde etkilemektedir.

Ham ve modifiye jüt ipliklerinin verileri istatistiksel olarak değerlendirildiğinde, ham ve SPJ, PDJ ve PMJ ipliklerinin kopma mukavemeti ve elastisite modülü değerleri arasındaki farklar istatistiksel olarak önemlidir ($p < 0,05$). Ancak modifiye jüt ipliklerinin kopma mukavemeti ve elastisite modülü arasındaki farklar istatistiksel olarak önemli değildir ($p > 0,05$).



Şekil 3.11 Ham ve modifiye jüt ipliklerinin kopma mukavemeti



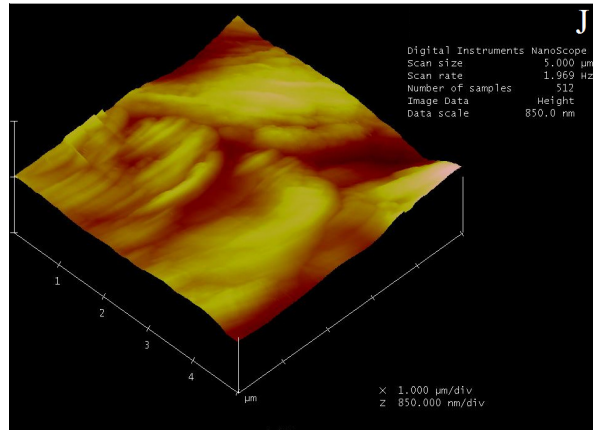
Şekil 3.12 Ham ve modifiye jüt ipliklerinin elastisite modülü

3.1.5 Jüt Liflerinin AFM Görüntüleri

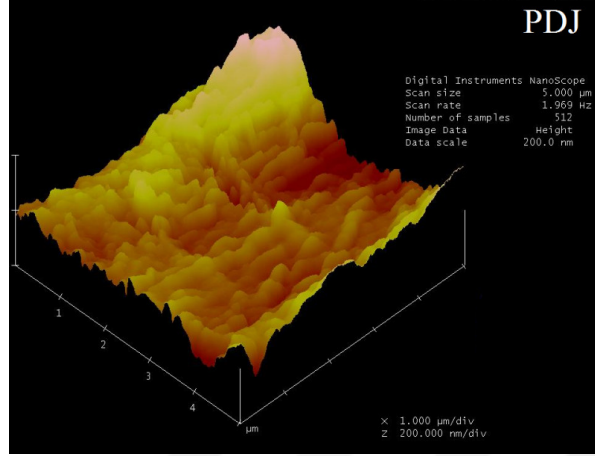
Jüt liflerinin ortalama yüzey pürüzlülük değerleri (R_a) Tablo 3.3’de ve AFM görüntüleri de Şekil 3.13-3.16’da görülmektedir. Tablo 3.3’de verilen R_a değerleri incelendiğinde, ham jüt lifinin yüzey pürüzlülük değerinin modifikasyon işlemleri sonrası arttığı görülmektedir. PD, PM ve SP işlemleri ham jüt lifinin yüzey pürüzlülük değerini sırası ile %17, 33 ve 39 oranında arttırmıştır. Ayrıca liflerin AFM görüntülerinde modifikasyon işlemleri sonrası jüt lifinin yüzeyinde fibrillenmenin meydana geldiği görülmektedir. Jüt lifine uygulanan kimyasal işlemler ile yüzeyde bulunan safsızlıkların ve fibriller arasında bulunan bağlayıcı maddelerin giderilmesi fibrillenmeye neden olarak yüzey pürüzlülüğünü arttırmıştır.

Tablo 3.3 Ham ve modifiye jüt liflerinin ortalama yüzey pürüzlülük değerleri

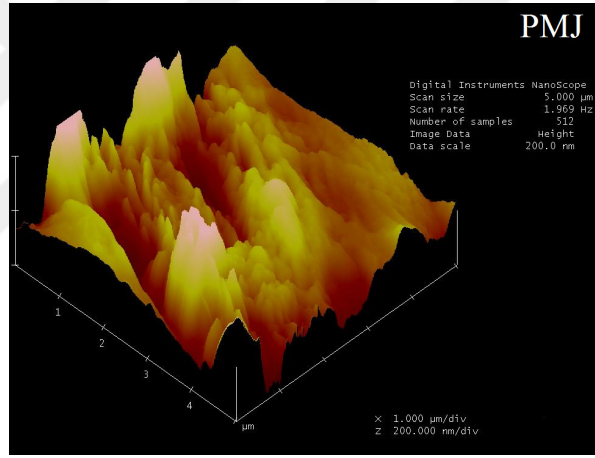
	R_a (nm)
J	33,43
PDJ	39,05
PMJ	44,33
SPJ	46,47



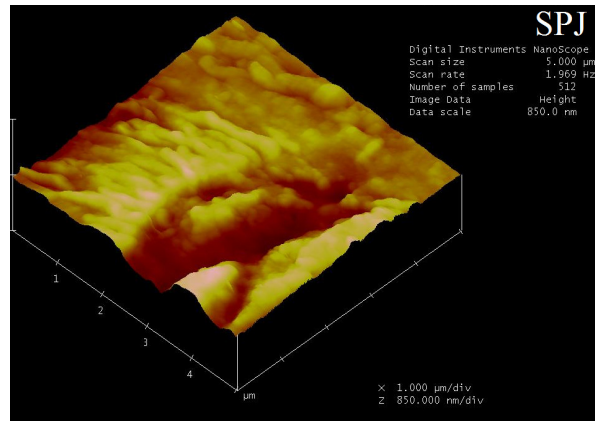
Şekil 3.13 Ham jüt lifinin AFM görüntüsü



Şekil 3.14 PDJ kodlu jüt lifinin AFM görüntüsü



Şekil 3.15 PMJ kodlu jüt lifinin AFM görüntüsü



Şekil 3.16 SPJ kodlu lifin AFM görüntüsü

3.1.6 Jüt İplikleri ile Polipropilenin Arayüzey Kayma Dayanımı (IFSS)

Modifikasyon işlemleri jüt liflerinin yüzey pürüzlülüğünü arttırarak lif ile polimer arasında mekaniksel bağlanmayı sağlarken, bir yandan da lif yüzeyinde fonksiyonel gruplar meydana getirerek polimer ile etkileşimi sağlamaktadır. Arayüzey kayma dayanımı (IFSS), yüzey modifikasyon işlemlerinin lif/polimer arayüzey adhezyonuna etkisinin, lifin katkı malzemesi olarak kullanılabilirliğinin ve nihai kompozit malzemenin mekanik özelliklerinin belirlenmesinde önemli bir parametre olarak kullanılmaktadır (Park, Kim, ve Lee, 1998; Wang ve ark., 2003; Sever ve ark., 2012). Tablo 3.4’de jüt iplikleri ile polipropilen arasındaki arayüzey kayma dayanımı (IFSS) değerleri görülmektedir. Ham jüt ipliğinin IFSS değerini PM, PD ve SP modifikasyon işlemleri sırası ile %25, 61 ve 71 oranında arttırmıştır. Ham ve modifiye jüt ipliklerinin XPS sonuçları incelendiğinde (Tablo 3.2), jüt ipliğinin lif yüzeyinde tespit edilen C/O oranının modifikasyon işlemleri sonrası arttığı görülmüştür. Lif yüzeyinde C/O oranının artması polimer ile lif arasında London etkileşimlerini (van der waals kuvvetleri) arttırarak fiziksel bağlanmayı sağlamakta ve IFSS değerlerini arttırmaktadır. Ayrıca veriler incelendiğinde, SPJ ipliğinin IFSS değeri Tablo 3.4’de verilen yüzey pürüzlülük değeri ile uyumluluk göstermektedir. Daha önce de belirtildiği gibi iplik yüzey pürüzlülüğünün artması arayüzey kayma dayanımını arttırarak polimer ile olan mekaniksel bağlanmayı geliştirmektedir.

Tablo 3.4 Ham ve modifiye jüt ipliklerinin IFSS değerleri

	IFSS (MPa)
J	5,39 (0,50)
PDJ	8,65 (0,26)
PMJ	6,71 (0,85)
SPJ	9,22 (0,37)

* Standart sapma değerleri parantez içinde gösterilmektedir.

Yapılan karakterizasyon analizleri ve performans testleri sonucu jüt liflerinin yüzey hidrofilliğini azaltması, lif yüzeyinin pürüzlendirilmesi ve IFSS değerlerinin arttırılması açısından en iyi değerleri sağlayan kimyasal maddenin sodyum perborat trihidrat olduğu belirlenmiştir. Kompozit lif üretiminde jüt lifleri toz halde

polipropilene katkılanırlacağı için jüt liflerinin sodyum perbotat trihidrat ile farklı işlem parametrelerinde modifikasyon denemeleri toz formunda yapılmış ve karakterizasyon sonuçları bir sonraki bölümde açıklanmıştır.

3.2 Sodyum Perborat Trihidratın Farklı Konsantrasyonlarındaki Sulu Çözeltileri ile Modifikasyonun Toz Haldeki Jüt Liflerine Etkisi

3.2.1 XPS Analizi

Modifikasyon işlemleri sonucu liflerin yüzey kimyasında meydana gelen değişimi incelemek amacı ile ham ve modifiye jüt liflerinin XPS analizi yapılmıştır. Ham ve modifiye jüt liflerinin XPS analizi verilerine göre lif yüzeyinde tespit edilen atomik konsantrasyonlar Tablo 3.5’de verilmektedir. Tablo 3.5’de verilen değerler incelendiğinde, modifikasyon işlemlerinin ham jüt lifinin karbon ve oksijen oranlarına önemli derecede etki etmediği görülmektedir. Ham jüt lifinin C/O oranı %0,5 ve %1 konsantrasyonlarda yapılan sodyum perborat trihidrat modifikasyon işlemleri sonucu hemen hemen aynı kalırken, %2 konsantrasyonda yapılan kimyasal işlem sonucu az da (yaklaşık %3 oranında artış) olsa bir artış göstermiştir. %2 konsantrasyonda yapılan kimyasal muamele ile birlikte C/O oranında pozitif bir değişim meydana geldiği için, çözelti konsantrasyonundaki artışın C/O oranını daha da arttıracığı düşünülmektedir. Lif yüzeyinin C/O oranının artması jüt lifinin yüzey hidrofobluğunu geliştirmektedir (Sernek, 2002).

Tablo 3.5 Ham ve 25 dakika süre ile modifiye edilen toz haldeki jüt liflerinin yüzey bileşimi

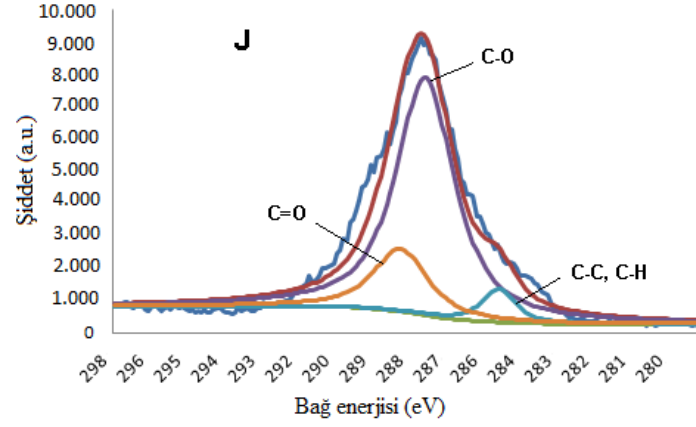
	C	O	C/O	Si	N	Al
J	68,16	24,80	2,75	2,43	2,24	2,38
%0,5 SPJ	70,16	25,75	2,72	2,15	1,95	-
%1 SPJ	68,58	24,95	2,75	1,95	2,10	1,63
%2 SPJ	69,09	24,22	2,85	2,14	2,40	1,45

Şekil 3.17-3.24 ve Tablo 3.6’da sırası ile ham ve modifiye jüt liflerin C1(s) ve O1(s) piklerinin dekonvülyasyon eğrileri ve eğri altında kalan alanlardan

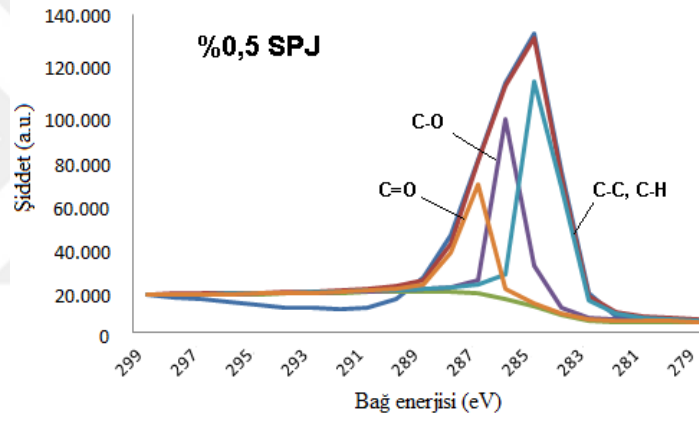
yararlanılarak hesaplanan fonksiyonel grupların oranları verilmektedir. Şekil 3.17-3.20’de verilen C1s grafikleri incelendiğinde, modifikasyon işlemleri sonrası ham jüt lifinin C-C(C-H) gruplarının yoğunluğunun arttığı görülmektedir. Ham jüt lifinin O1s grafiğinde (Şekil 3.21) C-O-H gruplarına ait pik görülmekte ancak diğer fonksiyonel grupların yoğunluğu az olduğu için grafikte yer almamaktadır. Modifikasyon işlemleri sonrası O=C gruplarının yoğunluğu artarak eğride pikler meydana getirmektedir.

Tablo 3.6 Ham ve 25 dakika süre ile modifiye edilen toz haldeki jüt liflerinin yüzeyinde tespit edilen fonksiyonel gruplar ve oranları (Seki ve ark., 2012; Sever ve ark., 2012)

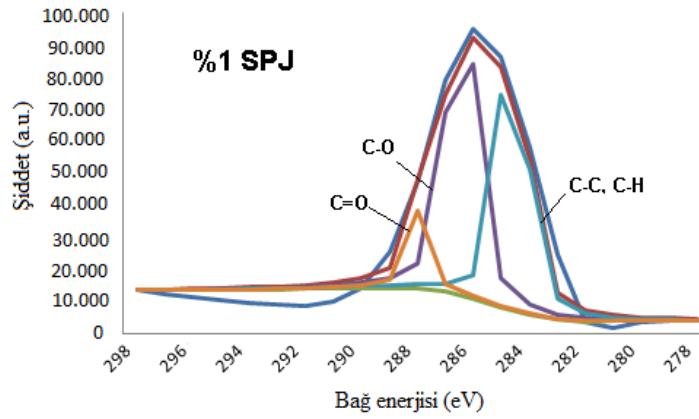
		C-C, C-H	C-O	C=O, O-C-O	O=C	O-H	C-O-H	O-C
J	C1s							
	eV	285,60	288,02	288,82				
	%	6,05	75,62	18,33				
	O1s							
	eV						535,19	
	%						100	
%0,5 SPJ	C1s							
	eV	284,65	285,79	287,43				
	%	52,7	25,35	21,9				
	O1s							
	eV				531,5	533,46		532,04
	%				21,02	53,86		25,12
%1 SPJ	C1s							
	eV	284,60	286,53	288,08				
	%	44,15	49,50	6,33				
	O1s				531,32	532,73	534,38	531,87
	eV				14,45	17,55	39,6	28,39
%2 SPJ	C1s							
	eV	284,6	286,5	287,87				
	%	49,3	46,0	4,64				
	O1s							
	eV				530,77	533,55		532,2
	%				21,47	49,2		29,32



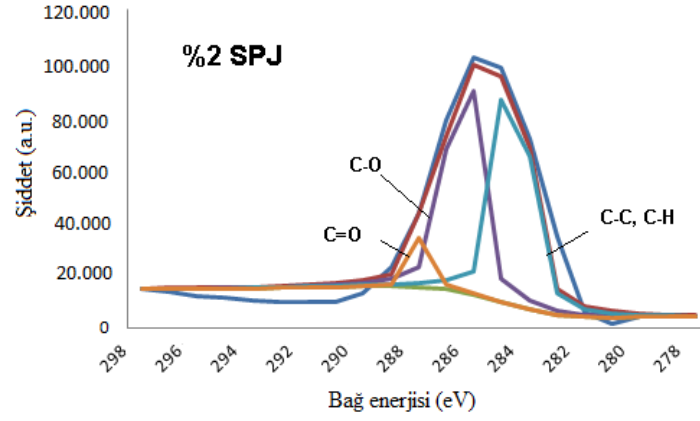
Şekil 3.17 J kodlu jüt lifinin C1s dekonvülasyonu



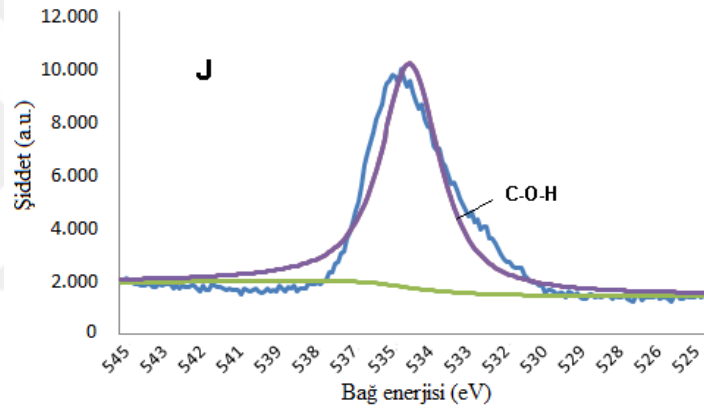
Şekil 3.18 %0,5 SPJ kodlu jüt lifinin C1s dekonvülasyonu



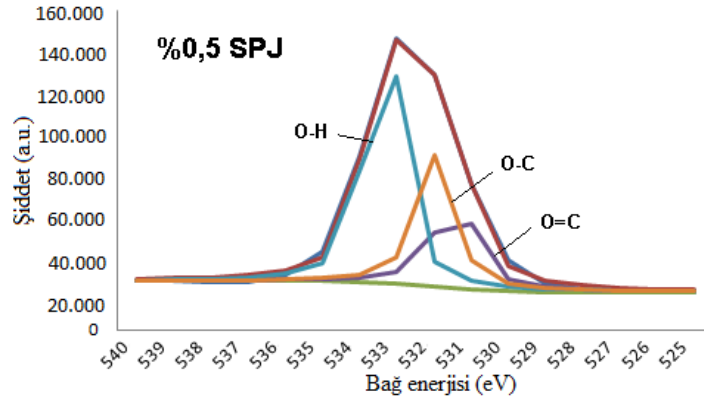
Şekil 3.19 %1 SPJ kodlu jüt lifinin C1s dekonvülasyonu



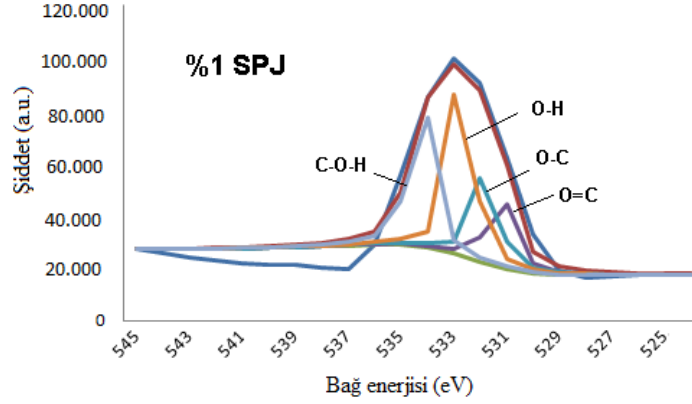
Şekil 3.20 %2 SPJ kodlu jüt lifinin C1s dekonvülasyonu



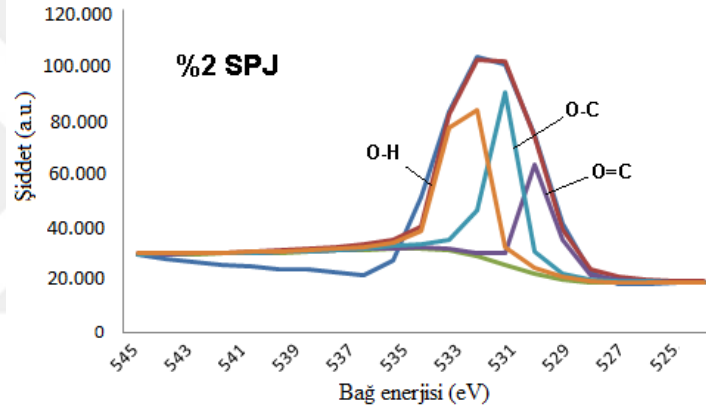
Şekil 3.21 Ham jüt lifinin O1s dekonvülasyonu



Şekil 3.22 %0,5 SPJ kodlu jüt lifinin O1s dekonvülasyonu



Şekil 3.23 %1 SPJ kodlu jüt lifinin O1s dekonvülasyonu



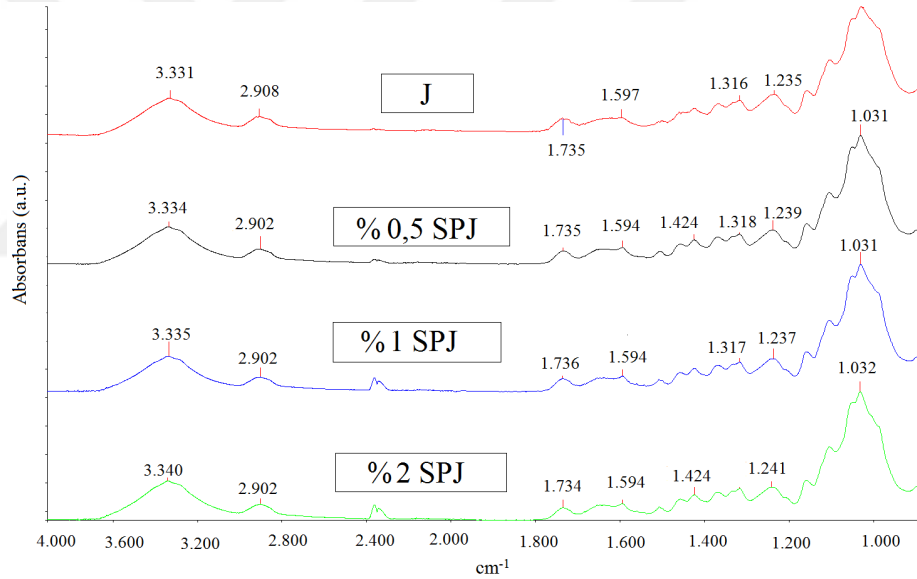
Şekil 3.24 %2 SPJ kodlu jüt lifinin O1s dekonvülasyonu

3.2.2 FTIR Analizi

Şekil 3.25’de ham ve sodyum perborat trihidratın %0,5, %1 ve %2 konsantrasyonlarında 25 dakika süre ile modifiye edilen toz haldeki jüt liflerinin FTIR spektrumları görülmektedir. Ham jüt lifinin -OH gerilim titreşimine (3.331 cm^{-1}) ve selülozun piranoz halkasındaki -C-O- titreşimlerine (1.030 cm^{-1}) ait absorpsiyon bantlarında bulunan piklerin yoğunlukları %0,5 ve %2 konsantrasyonda yapılan modifikasyon işlemleri sonucu artmıştır.

Ham jüt lifinin FTIR spektrumunda tespit edilen ve 2.908 cm^{-1} absorpsiyon bandında bulunan C-H gerilim titreşimlerine ait olan pikin dalga sayısı kimyasal modifikasyon işlemleri sonrası değişmiş, pikin yoğunluğu ise diğer kimyasal işlemlerden farklı olarak %1’lik konsantrasyonda yapılan muamele sonrası

azalmıştır. Ham jüt lifinin selüloz-II yapısı için CH_2 eğilmesini gösteren 1.425 cm^{-1} absorpsiyon bandında bulunan pikin yoğunluğu yapılan modifikasyon işlemleri sonrası artış göstermiştir (Gwon ve ark., 2010). Ayrıca lifte aromatik halkaların varlığını gösteren $1.503\text{-}1.505 \text{ cm}^{-1}$ absorpsiyon bandında bulunan pikin yoğunluğu da yapılan muameleler sonrası artmıştır (Gwon ve ark., 2010; Arshad ve Mujahid, 2011). Kristalin selülozdaki absorbe edilen su moleküllerini ve aromatik $\text{C}=\text{C}$ gerilimlerini gösteren $1.580\text{-}1.680 \text{ cm}^{-1}$ absorpsiyon bantları arasında görülen pikler modifikasyon işlemleri sonrası belirgin hale gelmiştir. Ham ve modifiye jüt liflerinin FTIR spektrumları incelendiğinde, lifin fonksiyonel gruplarına modifikasyon işleminin önemli bir etkisi olmadığı görülmektedir.



Şekil 3.25 Ham ve SPJ kodlu jüt liflerinin FTIR spektrumları

3.2.3 XRD Analizi

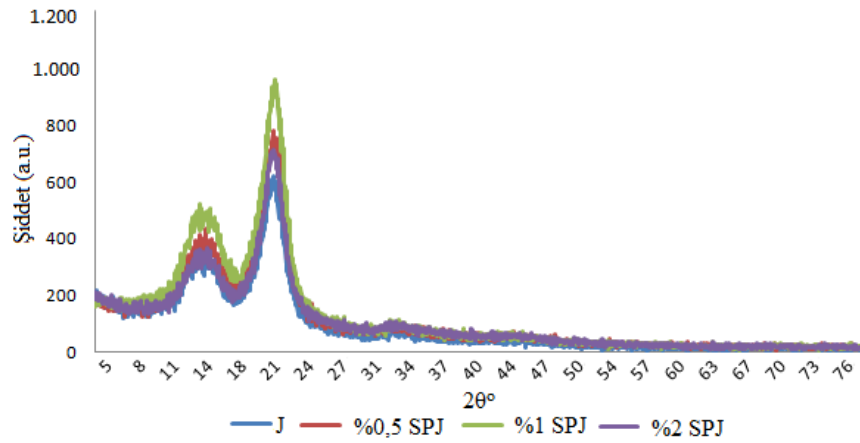
Şekil 3.26'da ham ve 25 dakika süre ile modifiye edilen jüt liflerinin XRD eğrileri görülmektedir. Ham ve modifiye jüt liflerinin XRD eğrilerinde görülen $2\theta=22^\circ\text{-}23^\circ$ (002) ve $2\theta=16^\circ\text{-}17^\circ$ (110) pikleri, selüloz-I yapısının tipik difraksiyonunu göstermektedir (Liu, Yang, Zhang, Liu, ve Xiong, 2007; Seki ve ark., 2013). Modifikasyon işlemleri sonrası jüt lifinin difraksiyon eğrisinde önemli bir farklılık görülmemekle birlikte, (110) ve (002) kristal yüzeylerini gösteren piklerin

şiddetlerinde %1'lik konsantrasyonda yapılan muamele sonrasında artış gözlemlenmiştir.

Tablo 3.7'de verilen ham ve 25 dakika süre ile modifiye edilen jüt liflerinin kristalinite indeks değerlerinin %72,8-75,1 arasında değiştiği görülmektedir. İlgili literatür incelendiğinde, bu değerlerin önceki çalışmalarda belirlenen jüt lifinin kristalinite indeks değerleri ile birbirine yakın olduğu belirlenmiştir (Mwaikambo ve Ansell, 2002). Sodyum perborat trihidrat muamelesi sırasında meydana gelen alkali ortam (pH 10-11) lif içerisindeki paketlenme düzenini arttırmış olabilir (Mwaikambo ve Ansell, 2002). Ancak ham jüt liflerinin kristalinite indeksinin yapılan modifikasyon işlemlerinden önemli derecede etkilenmediği görülmektedir. Buna göre lifin kristalin yapısının modifikasyondan çok etkilenmediği, oksidatif işlemin sadece lif yüzeyinde etkili olduğu söylenebilir (Coseri ve ark., 2009).

Tablo 3.7 Ham ve 25 dakika süre ile modifiye edilen toz haldeki jüt liflerinin kristalinite indeks değerleri

	CrI (%)	Değişim (%)
J	72,8	-
%0,5 SPJ	72,9	0,1
%1 SPJ	74,3	2,1
%2 SPJ	75,1	3,2



Şekil 3.26 Ham ve modifiye jüt liflerinin XRD desenleri

3.2.4 Renk Analizi

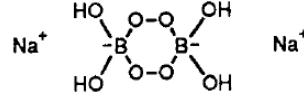
Tablo 3.8'de ham ve modifiye jüt liflerinin kolorimetrik değerleri görülmektedir. Jüt liflerinin renk ölçümü, ham jüt lifi “standart numune”, modifiye lifler “referans numune” olarak alınarak gerçekleştirilmiştir. Modifiye jüt liflerinin renk farkı değerleri incelendiğinde, sodyum perborat trihidrat konsantrasyonu arttıkça modifiye jüt lifi ile ham jüt lifi arasındaki renk farkı değerlerinin arttığı görülmektedir. Ayrıca sodyum perborat trihidratın ağırlıkça %0,5 konsantrasyondaki sulu çözeltisi ile yapılan modifikasyon işlemleri sonucu lifin renk koyuluğu artarken, konsantrasyon artışı ile birlikte lifin rengi açılmaktadır. Kimyasal işlemler sonrası liflerde renk açıklığının artmasının, sodyum perborat trihidrat muamelesinin jüt liflerine ağartıcı şekilde etki ettiğini göstermektedir.

Tablo 3.8 Ham ve 25 dakika süre ile modifiye edilen toz haldeki jüt liflerinin kolorimetrik değerleri

	ΔE (Toplam renk farkı)	ΔL (Açıklık-Koyuluk renk farkı)
J	<i>Standart numune</i>	<i>Standart numune</i>
%0,5 SPJ	4,807	% 3,1 daha koyu
%1 SPJ	5,357	% 5,3 daha açık
%2 SPJ	8,725	% 9,6 daha açık

Sodyum perborat (Şekil 3.27), sodyum metaboratın (NaBO_2) hidrojen peroksit (H_2O_2) içeren çözeltisinde kristallenmesi sonucu oluşabildiği gibi, sodyum peroksidin (Na_2O_2) borik asit ya da borat bileşikler ($2\text{H}_3\text{BO}_3$) ile direk reaksiyonu sonucu da sentezlenmektedir (3.1). Ağartma maddesi ve aktif oksijen kaynağı olarak kullanılan sodyum perborat trihidrat (sodyum metaborat hidrojen peroksit dihidrat) ($2\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) sulu çözeltide hidrolize uğrayarak hidrojen peroksit ve borat bileşiğine parçalanmaktadır. Açığa çıkan hidrojen peroksit ağartma (3.2) ve dezenfektan etkisi sağlamaktadır. Hidrojen peroksit ağartma reaksiyonunda açığa çıkan perhidroksil radikali (3.2) renk veren kromofor gruplarda yer alan konjuge çift bağlardaki elektronları deaktive etmekte (3.5) ve selüloz lifinin rengini ağartmaktadır (Kabalka, Shoup, ve Goudgaon, 1989; Eagleson, 1993; Zeronian ve Inglesby, 1995; Huang ve Sun, 2003). Ancak ağartma esnasında oluşan moleküler oksijen orta

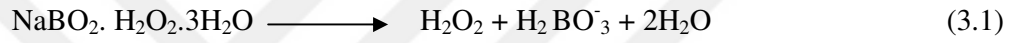
kuvvetteki alkali ortamda selüloza zarar verebilmektedir (Zeronian ve Inglesby, 1995).



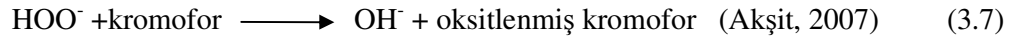
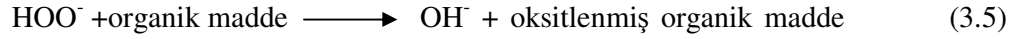
Şekil 3.27 Sodyum perboratın kimyasal formülü (Zeronian ve Inglesby, 1995)

Aşağıda sodyum perborat trihidratın ağartma reaksiyonları aşağıda gösterilmektedir:

Sodyum perborat trihidrat ağartma denklemleri:



Hidrojen peroksit ağartması:



Çözeltideki sodyum perborat trihidrat konsantrasyonunun artması lif üzerindeki aktif oksijen ve çözeltide oluşacak perhidroksil anyonu miktarlarını artırarak lifin oksitlenme potansiyelini de arttırmaktadır (Huang ve Sun, 2003). Bu nedenle çözelti konsantrasyonu biraz daha artırılarak daha yüksek sıcaklıkta modifikasyon işlemi yapmak liflerin oksitlenme potansiyelini arttırabilecektir. Bu bağlamda bir sonraki bölümde daha yüksek konsantrasyonlarda (%5-30) 30 dakika süre ile sıcaklık etkisi de kullanılarak jüt liflerinin modifikasyon ve karakterizasyon çalışmalarına yer verilecektir.

3.3 Sodyum Perborat Trihidratın Farklı Konsantrasyonlarındaki Sulu Çözeltileri ile Yüksek Sıcaklıkta Yapılan Modifikasyonun Toz Haldeki Jüt Liflerine Etkisi

3.3.1 XPS Analizi

Kimyasal işlemler sonrası liflerin yüzey kimyasında meydana gelen değişimi incelemek amacı ile ham ve modifiye jüt liflerinin XPS analizi yapılmıştır. Ham ve 30 dakika süre ile 75°C sıcaklıkta modifiye edilen jüt liflerinin XPS analizi verilerine göre lif yüzeyinde tespit edilen atomik konsantrasyonlar Tablo 3.9’da verilmektedir. Jüt liflerinin XPS verileri incelendiğinde, ham jüt lifinin lif yüzeyinde tespit edilen oksijen oranı modifikasyon işlemleri sonrası azalırken, karbon oranı da değişen çözelti konsantrasyonuna bağlı olarak pozitif ya da negatif yönde değişim göstermektedir. Ham jüt lifinin yüzeyinin C/O oranında %5, 10, 15 ve 20 konsantrasyonda yapılan muameleler sonrası sırası ile %12, 21,5, 4,5 ve 6 oranında artış meydana gelmiştir. %30 konsantrasyona sahip çözelti ile yapılan kimyasal işlem sonrası jüt lifi yüzeyinin C/O oranında %14 oranında azalma meydana gelmiştir. Yüksek konsantrasyonda yapılan muamele lifin kimyasal yapısına zarar vermiş olduğu düşünülmektedir. XPS sonuçlarına göre en yüksek C/O oranına %10 konsantrasyondaki sahip çözelti ile yapılan kimyasal işlem sonucu ulaşılmış, böylece daha fazla hidrofob karakter gösteren lif yüzeyi elde edilmiştir. Çünkü C/O oranının artması lifin yüzey hidrofobluğunu geliştirmektedir (Sernek, 2002).

Tablo 3.9 Ham ve 30 dakika süre ile 75°C sıcaklıkta modifiye edilen jüt liflerinin yüzeyinde tespit edilen atomik konsantrasyonlar

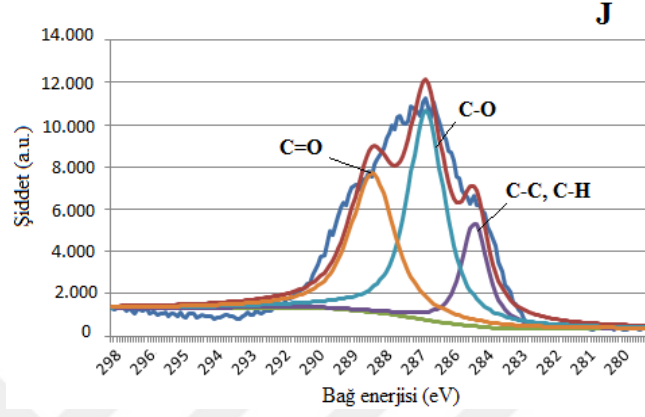
	C	O	C/O	Na	N	Mg
J	66,88	33,12	2,00	-	-	-
% 5 SPJ	67,38	30,01	2,24	1,57	1,04	-
%10 SPJ	68,90	28,29	2,43	1,71	1,10	-
%15 SPJ	64,99	30,96	2,09	2,53	1,53	-
%20 SPJ	63,62	29,94	2,12	-	-	-
%30 SPJ	50,41	29,16	1,72	5,02	0,47	14,66

Tablo 3.10 Ham ve 30 dakika süre ile 75°C sıcaklıkta modifiye edilen jüt liflerinin yüzeyinde tespit edilen fonksiyonel gruplar ve oranları (Seki ve ark., 2012; Sever ve ark., 2012)

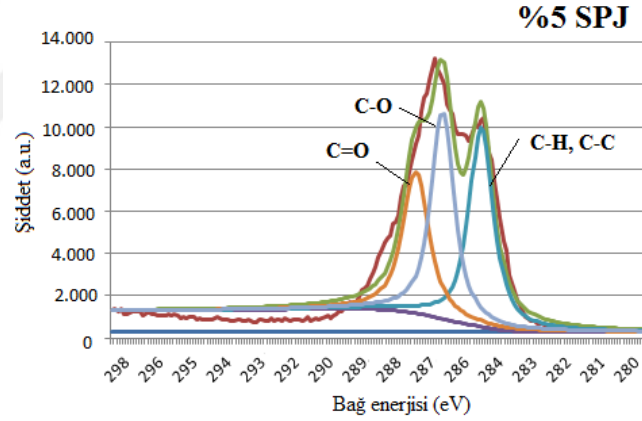
	O=C	O-H	C-O-H	O-C	C-C, C-H	C=O	C-O
J							
C1s eV					285,0	288,0	286,5
%					19,86	34,18	45,97
O1s eV	532,98	534,1	535,7				
%	36,17	39,08	24,76				
%5 SPJ							
C1s eV					285,07	287,49	286,49
%					37,98	22,42	39,59
O1s eV	531,82	533,59		532,83			
%	19,45	43,91		36,63			
%10 SPJ							
C1s eV					285,5	288,45	287,00
%					23,19	33,83	42,96
O1s eV		533	534,9	532,5			
%		41,7	37,53	20,78			
%15 SPJ							
C1s eV					286,04	288,33	290,1
%					4,75	33,6	61,6
O1s eV		534,6	536,65				
%		39,64	60,36				
%20 SPJ							
C1s eV					285,5	287,7	286,5
%					35,72	29,98	34,30
O1s eV		533,24	534,1	532,27			
%		26,32	35,34	38,34			
%30 SPJ							
C1s eV					285,7	287,8	286,6
%					38,28	25,02	36,7
O1s eV	532,3	533,3	534,2				
%	40,82	38,5	20,7				

Şekil 3.28-3.39 ve Tablo 3.10'da ham ve modifiye jüt liflerinin C1(s) ve O1(s) piklerinin dekonvülyasyon eğrileri ve eğri altında kalan alanlardan yararlanılarak hesaplanan fonksiyonel grupların oranları verilmiştir. Veriler incelendiğinde, farklı

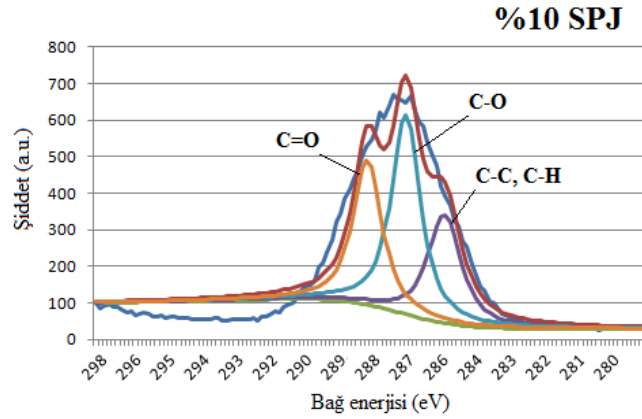
konsantrasyonlarda yapılan modifikasyon işleminin jüt liflerinin fonksiyonel gruplarının oranına artırıcı ya da azaltıcı şekilde etki ettiği görülmektedir.



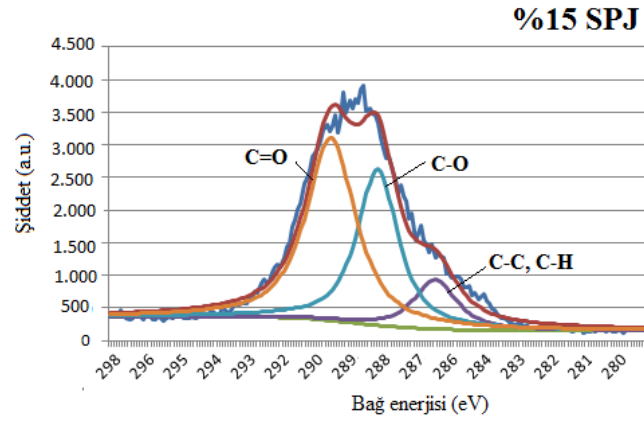
Şekil 3.28 J kodlu jüt lifinin C1s dekonvülasyonu



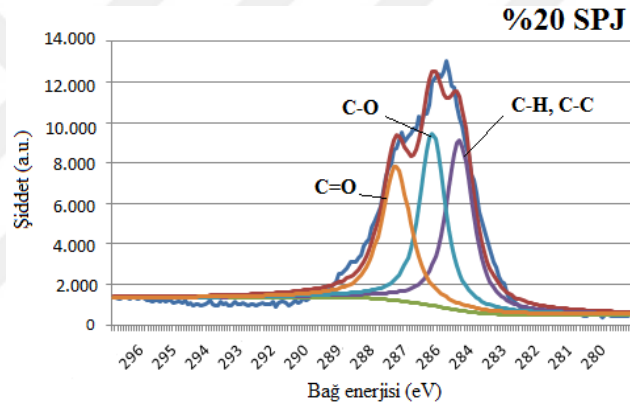
Şekil 3.29 %5 SPJ kodlu jüt lifinin C1s dekonvülasyonu



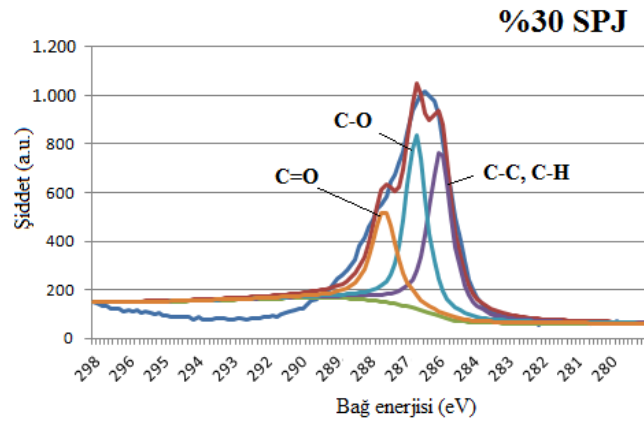
Şekil 3.30 %10 SPJ kodlu jüt lifinin C1s dekonvülasyonu



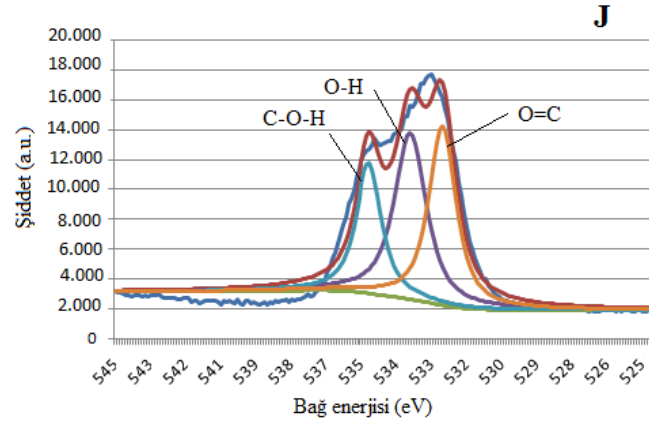
Şekil 3.31 %15 SPJ kodlu jüt lifinin C1s dekonvülasyonu



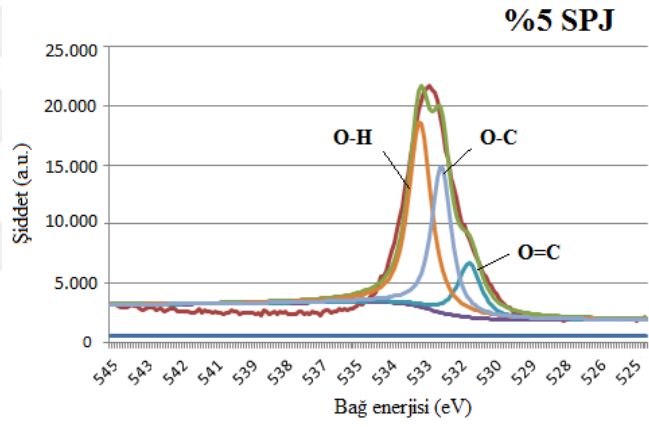
Şekil 3.32 %20 SPJ kodlu jüt lifinin C1s dekonvülasyonu



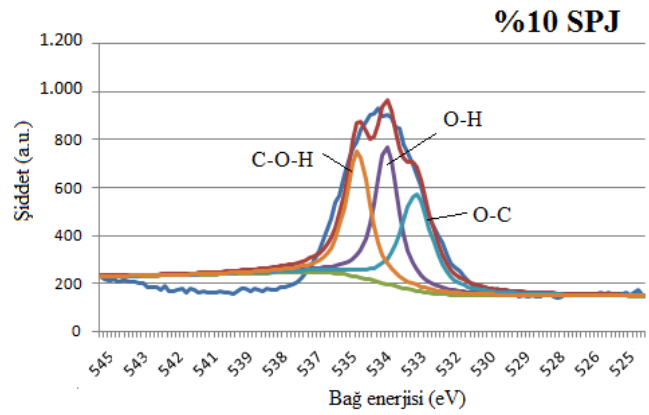
Şekil 3.33 %30 SPJ kodlu jüt lifinin C1s dekonvülasyonu



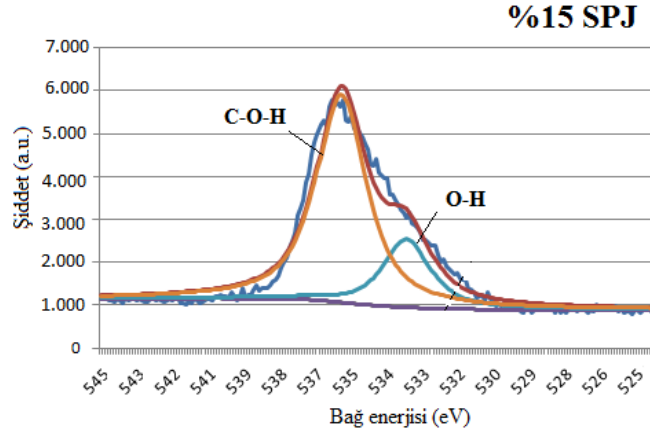
Şekil 3.34 J kodlu jüt lifinin O1s dekonvülasyonu



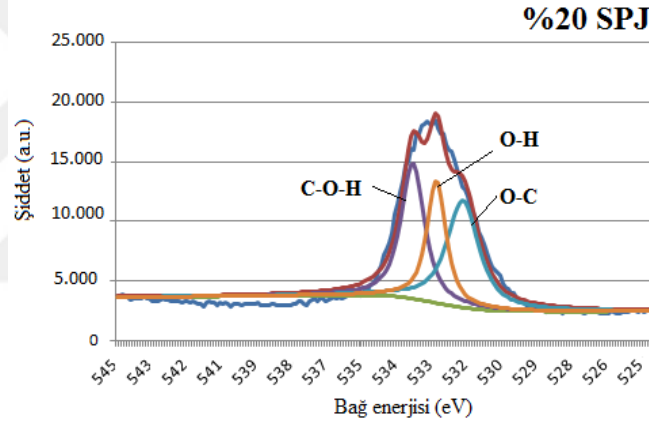
Şekil 3.35 %5 SPJ kodlu jüt lifinin O1s dekonvülasyonu



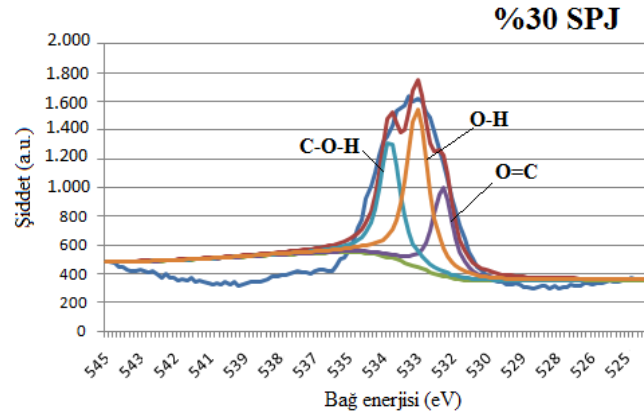
Şekil 3.36 %10 SPJ kodlu jüt lifinin O1s dekonvülasyonu



Şekil 3.37 %15 SPJ kodlu jüt lifinin O1s dekonvülasyonu



Şekil 3.38 %20 SPJ kodlu jüt lifinin O1s dekonvülasyonu



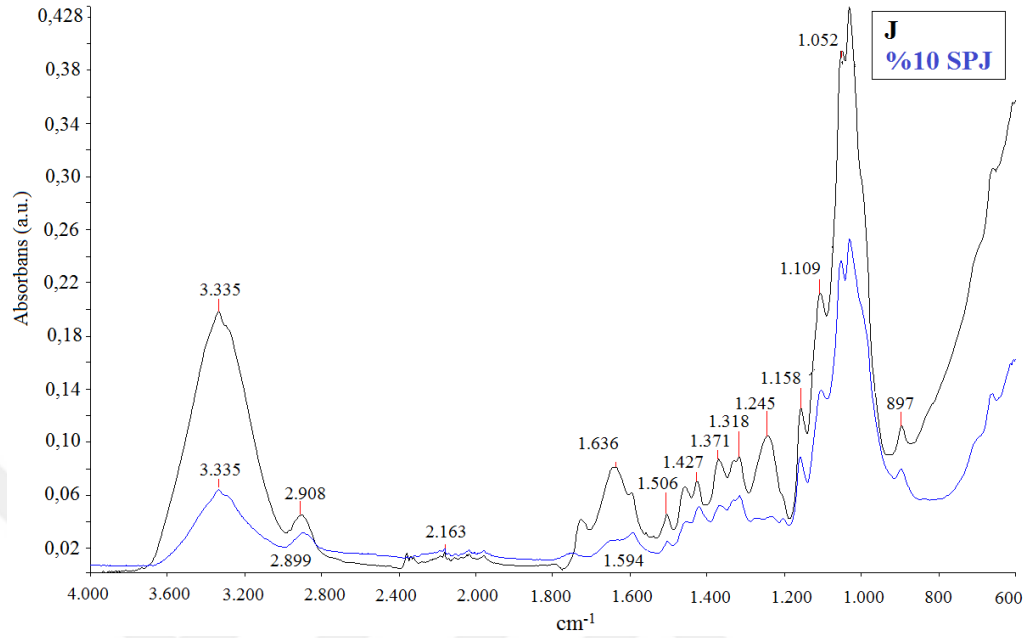
Şekil 3.39 %30 SPJ kodlu jüt lifinin O1s dekonvülasyonu

3.3.2 FTIR Analizi

XPS analizi verilerine göre, jüt lifi yüzeyinde en yüksek C/O oranı sağlayarak lif yüzeyinin hidrofobluğunu en fazla geliştiren sodyum perborat trihidrat konsantrasyonu %10 olarak belirlenmiş, bu konsantrasyondaki çözelti ile modifiye edilen jüt lifinin ve ham jüt lifinin FTIR analizi yapılmıştır. Şekil 3.40'da ham ve %10 SP ile modifiye edilmiş jüt liflerinin FTIR spektrumları görülmektedir. Ham jüt liflerinin selüloz ve hemiselülozdaki -OH gerilim titreşimine ait olan 3.335 cm^{-1} absorpsiyon bandında bulunan pikin yoğunluğu kimyasal muamele sonucu azalmıştır (Sarwar Jahan, Saeed, He, ve Ni, 2011). Ham jüt lifinin spektrumunda 2.908 cm^{-1} absorpsiyon bandında CH_2 ve CH_3 gerilim titreşimlerini gösteren pikin yoğunluğu azalmış ve pikin bulunduğu absorpsiyon bandında kayma meydana gelmiştir (Jabasingh ve Nachiyar, 2012; Seki ve ark., 2013). Bu nedenle yapılan kimyasal işlemin jüt lifinin hidroksil gruplarını azalttığı ve -CH bantlarında da kimyasal değişime neden olduğu düşünülmektedir.

Ham jüt lifinin spektrumunda 1.700 cm^{-1} absorpsiyon bandında bulunan karbonil gruplarının ve genellikle eter, ester ve fenol gruplarında bulunan $=\text{C}-\text{O}-$ bandının varlığını gösteren ve ayrıca 1.245 cm^{-1} absorpsiyon bandında bulunan hemiselüloz ve ligninin varlığını gösteren pikler yapılan kimyasal muamele sonucu kaybolmuştur (Siqueira, Bras, ve Dufresne, 2010).

Kimyasal modifikasyon işlemi, ham jüt lifinin sırası ile hemiselüloz ve lignindeki C-H deformasyonlarını gösteren 1.371 cm^{-1} ve 1.450 cm^{-1} absorpsiyon bantlarında bulunan piklerin yoğunluğunu azaltmıştır. Ayrıca lignindeki aromatik halkaların varlığını gösteren 1.590 cm^{-1} ve 1.505 cm^{-1} absorpsiyon bantlarında bulunan piklerin yoğunluğunda kimyasal muamele sonucu belirgin bir azalma meydana gelmiştir (Pandey ve Pitman, 2003). % 10 konsantrasyonda yapılan sodyum perborat trihidrat muamelesinin jüt lifinde bulunan aromatik grup içeren lignin, yağ ve vaks gibi maddelerin miktarını azaltmış olduğu söylenilebilir.



Şekil 3.40 Ham ve %10 SPJ jüt liflerinin FTIR spektrumları

Farklı işlem parametrelerinde sodyum perborat trihidrat ile yapılan modifikasyon denemeleri sonucu, daha az hidrofil bir lif yüzeyi sağlayarak polipropilen kompozit liflerin üretiminde jüt partiküllerinin modifikasyonuna en uygun olan yöntemin %10'luk konsantrasyonda 75°C sıcaklıkta 30 dakika süre ile yapılan modifikasyon işlemi olduğu belirlenmiştir. Jüt partikülleri bu koşullarda modifiye edilerek polipropilene katkılандırılmış ve farklı oranlarda jüt katkılı kompozit lifler üretilmiştir.

3.4 Sodyum Perborat Trihidrat (SPJ) ile Modifiye Edilen Jüt Katkısının Polipropilen Liflerine Etkisi

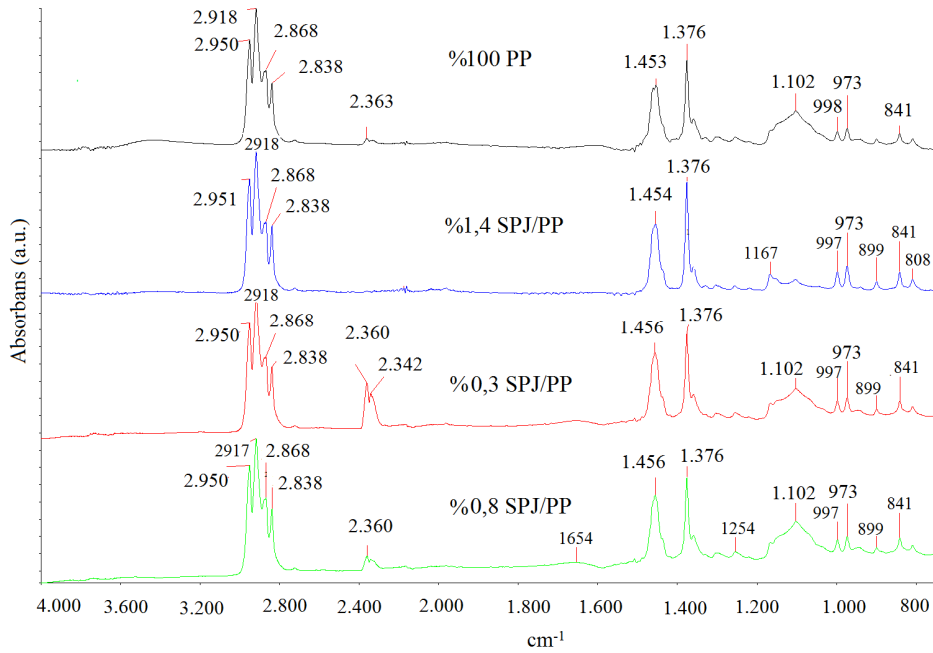
3.4.1 SPJ katkılı Polipropilen Liflerinin FTIR Analizi

Şekil 3.41'de %100 polipropilen ve jüt lifi katkılı polipropilen kompozit liflerin FTIR spektrumları görülmektedir. Polipropilen liflerinin 2.950 cm⁻¹, 2.918 cm⁻¹ ve 2.838 cm⁻¹ absorpsiyon bandında bulunan pikler sırası ile asimetrik CH₃, asimetrik CH₂ ve simetrik CH₂ gerilim titreşimlerini göstermektedir (Gomathi ve Neogi, 2009). 1.456 cm⁻¹ ve 1.376 cm⁻¹ absorpsiyon bandında bulunan pikler sırası ile asimetrik ve

simetrik CH₃ eğilme titreşimlerini göstermektedir (Mallakpour, Hajipour, Zadhoush, ve Mahdavian, 2001).

FTIR spektrumunda 1.167 cm⁻¹ absorpsiyon bandında bulunan pik polipropilenin isotaktik bantlarını göstermektedir (Sinha, 2012). Polipropilene jüt lifi katkısı bu pikin yoğunluğunda artış meydana getirmiştir.

FTIR spektrumunda C-C ve C-H deformasyonlarını gösteren 1.102 cm⁻¹ absorpsiyon bandında bulunan pikin yoğunluğu %0,3 ve %0,8 oranında eklenen lif katkısı sonrası artmıştır. Ancak %1,4 oranında jüt ilavesi sonrası hem pikin yoğunluğu azalmış hem de eğrinin eğimi değişmiştir. Polipropilen liflerinin FTIR spektrumunda görülen 997 cm⁻¹ absorpsiyon bandında bulunan pik polipropilenin kristalin bandını göstermektedir (Semba, Kitagawa, Endo, Maeda, ve Hamada, 2004). Jüt lifi katkısı sonrası yine bu pikin yoğunluğunda da her bir kompozit lif tipi için artış meydana gelmiştir. Bu değişimler jüt ilavesi sonrası polipropilen lifinin kimyasal yapısında meydana gelen değişimleri göstermektedir.



Şekil 3.41 Farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin FTIR spektrumları

3.4.2 SPJ katkılı Polipropilen Liflerinin DSC Analizi

Polipropilen liflerinin termal ve yapısal özelliklerine jüt katkısının etkisini incelemek amacı ile DSC analizi yapılmıştır. Tablo 3.11’de ve Şekil 3.42’de katkılı polipropilen liflerinin sırası ile DSC analizi sonuçları ve grafikleri verilmektedir. Liflerin kristalizasyon yüzdeleri aşağıda verilen formüle göre hesaplanmıştır:

$$\text{Kristalinite (\%)}: [(\Delta H_f) / (\Delta H)] \times 100 \quad (3.8)$$

Polipropilen liflerinin kristalizasyon yüzdeleri, ΔH_f endotermik piklerin alanından hesaplanmaktadır (Yan ve Chen, 2010). ΔH değeri, kristalizasyon yüzdesi %100 olan izotaktik polipropilen için 207 J/gr olarak alınmıştır (Longo, Savaris, Zeni, Brandalise, ve Coulon Grisa, 2011).

Tablo 3.11 Farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin DSC verileri

	Erime sıcaklığı (°C)	Kristalizasyon sıcaklığı (°C)	Kristalinite (%)	$\Delta H_{(erime)}$ (J/gr)	$\Delta H_{(kristalizasyon)}$ (J/gr)
%100 PP	157,15	117,68	40,16	83,12	-94,22
%0,3 SPJ/PP	154,14	127,65	39,71	87,25	-95,68
%0,8 SPJ/PP	154,30	124,95	40,15	82,24	-95,24
%1,4 SPJ/PP	157,01	122,24	41,35	85,59	-97,45

Tablo 3.11’de verilen polipropilen liflerinin DSC analizi sonuçları incelendiğinde, %100 PP lifinin kristalizasyon sıcaklığının jüt katkısı ile birlikte artış gösterdiği görülmektedir. %100 PP, % 0,3 SPJ/PP, %0,8 SPJ/PP ve %1,4 SPJ/PP liflerinin kristalizasyon yüzdeleri sırası ile %40,16, 39,71, 40,15 ve 41,35 olarak hesaplanmıştır. %1,4’lük jüt katkısı sonucu %100 PP lifinin kristalizasyon yüzdesi yaklaşık %3 oranında artarken, %0,3 oranındaki jüt katkısı sonucu ise yaklaşık %1 oranında azalmıştır.

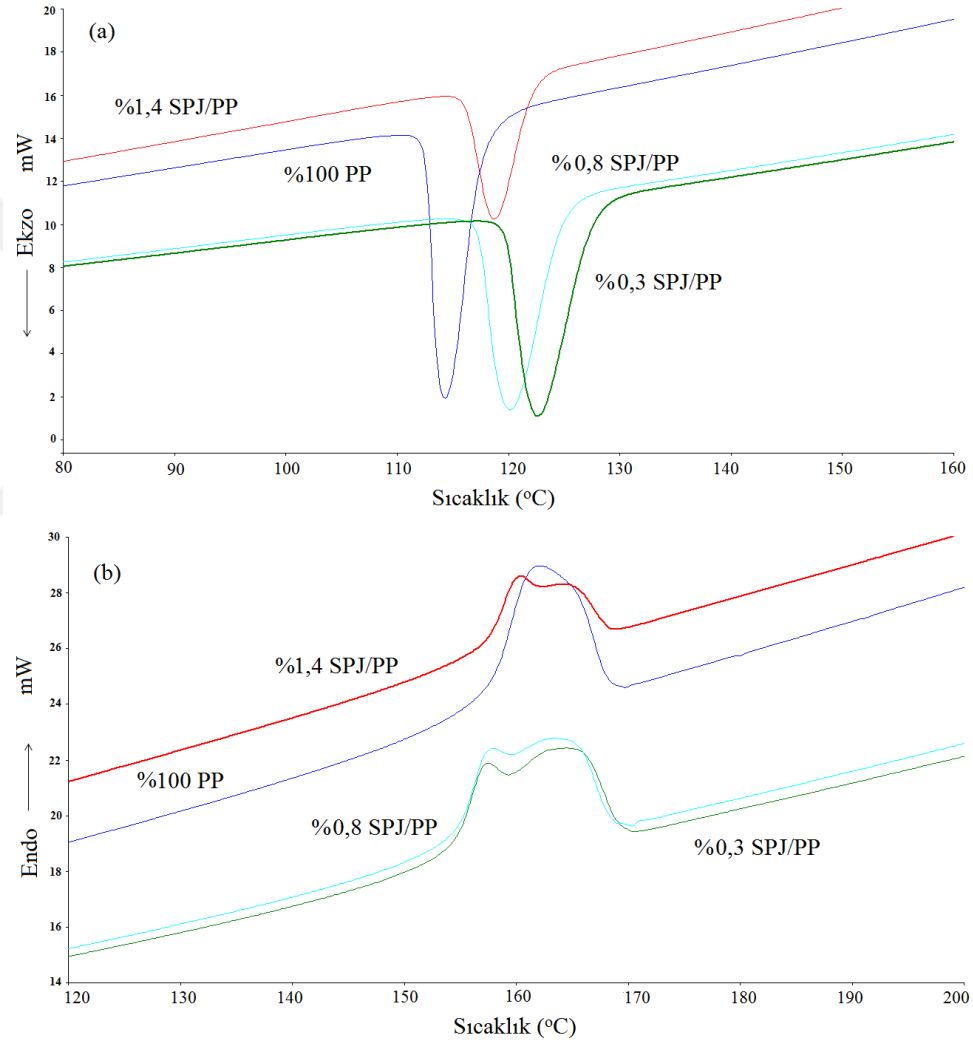
Şekil 3.42’de verilen liflerin DSC grafikleri incelendiğinde, kompozit liflerin erime bölgesinde birden fazla pik verdiği gözlenmektedir. İlgili literatür

incelendiğinde, bu oluşumun meydana gelmesine katlanmış zincir kristallerin ve genişletilmiş zincir konformasyonundaki kristallerin farklı erime davranışlarının neden olduğu düşünülmektedir (Samuels, 1975; Karacan ve Benli, 2011). Başka bir çalışmada ise, birden fazla erime noktasının oluşumuna farklı boyutlardaki kristallerin ya da düzensiz kristallerin erime davranışlarının neden olduğu gösterilmektedir (Samuels, 1975; Karacan ve Benli, 2011).

Genellikle polimer maddelerin erime sıcaklıkları ile kristalizasyon sıcaklıklarının aynı olması istenmektedir. Ancak bazı polimerler aşırı soğuma göstererek daha düşük sıcaklıkta kristalize olmaktadır. Polimerlerin erime ve kristalizasyon sıcaklıkları arasındaki fark aşırı soğuma derecesini vermektedir (Slama ve Mala, 1991; Feng ve ark., 2011). Polimerlerin aşırı soğuma derecesini azaltmak için polimerlere çekirdekleştirme etkisi yaratan maddeler ilave edilmektedir. Çalışmada kullanılan polipropilen liflerinin DSC analizi verileri incelendiğinde (Tablo 3.11), %100 PP lifinin erime ve kristalizasyon sıcaklıkları arasındaki fark 39,5°C olarak hesaplanmıştır. Erime ve kristalizasyon sıcaklıkları arasındaki farklar %0,3 SPJ/PP, %0,8 SPJ/PP ve %1,4 SPJ/PP lifleri için sırası ile 26,5°C, 29,4°C ve 34,8°C olarak hesaplanmıştır. Jüt partikülleri ilavesi aradaki bu sıcaklık farkını azaltmakta ancak katkı miktarı arttıkça fark değeri artış göstermektedir. Polipropilen lifine katkı olarak eklenen jüt partiküllerinin polimer içerisinde çekirdekleştirme (nucleating) etkisi gösterdiği düşünülmektedir.

Çekirdekleştirme etkisi gösteren maddeler polipropilen zincirlerinin kristalizasyonunu değiştirmekte ve eriyik haldeki polimer içerisinde aglomere olmaktadır. Bu maddeler polipropilenin kristalizasyon başlangıç sıcaklığını yükselterek polimerin hızlı soğuma derecesini azaltmaktadır. Polimer içerisinde polipropilen zincirlerinin kristalize olacağı çok sayıda çekirdekleşme bölgeleri oluşturmaktadır. Oluşan bu çekirdekleşme bölgeleri polimerin kristalinitesini arttırmaktadır (Marco, Ellis, Gomez ve Arribas, 2002; Hockenberger, 2004; Lyondell basell, 2013).

Polipropilenin kristallenmesi ve kristallerin büyümesi, polipropilen içerisinde bulunan jüt partiküllerin çevresinde yoğunlaşarak polipropilenin kristalizasyon yüzdesini olumlu yönde etkilemiş olabilir (Bikiaris ve ark., 2006; Erdem, Cireli Akşit ve Erdoğan, 2009). Bu nedenle %1,4 oranında ilave edilen jüt partiküllerinin bu yönde bir etki gösterdiği düşünülmektedir.



Şekil 3.42 Farklı oranlarda SPJ katkı polipropilen liflerinin (a) ekzotermik (kristalizasyon) ve (b) endotermik (erime) pikleri

3.4.3 SPJ katkılı Polipropilen Liflerinin XRD Analizi

Şekil 3.43'de XRD grafikleri verilen katkılı polipropilen liflerinin, 10-30° arasında difraksiyon pikleri verdiği görülmektedir. Liflerin yaklaşık olarak 14° (110), 17° (040) ve 25° (060) açılarına karşılık gelen pik değerleri, polipropilen lifinin α -kristal formunu göstermektedir (Kalaitzidou, Fukushima, Askeland ve Drzal, 2008; Erdem, Erdoğan, Cireli Akşit ve Onar, 2010). Ekstrüzyon ve lif sarım hattındaki yüksek hızda gerçekleştirilen çekim işlemleri polipropilenin β -kristal formunu değiştirmektedir (Everaert, 2004; Zhu ve Yang, 2006; Erdem ve ark., 2010). Jüt katkısı sonrası polipropilen lifinin XRD deseninde büyük bir değişim gözlenmemekle birlikte, difraksiyon piklerinin şiddetleri değişim göstermektedir. Katkı maddelerinin polipropilenin (040) ve (110) kristal yüzeylerine ait difraksiyon piklerinin şiddetleri arasındaki oranı değiştirmesi, bu maddelerin polimer içerisinde çekirdekleştirici etkisini göstermektedir (Kalaitzidou ve ark., 2008). Jüt partikülleri ilavesi sonrası %100 PP lifin (040) ve (110) kristal yüzeylerine ait difraksiyon piklerinin şiddetleri arasındaki oranın değişmesi jüt katkısının çekirdekleştirme etkilerini göstermektedir (Şekil 3.43).

Polimerin kristal şekilleri ve kristal boyutları farklı olmasına rağmen, liflerin XRD desenindeki difraksiyon piklerinin bulunduğu açı değerleri birbiri ile uyumlu olabilmektedir. Çünkü liflerin kimyasal bileşimi, gösterdiği fiziksel ve kimyasal özellikleri birbirine benzer olabilmektedir. Ancak difraksiyon piklerinin şiddetlerinde gözlenen farklılıklar, lifin kristal şekline bağlı olarak her bir kristal yüzeyinin alanındaki değişimden ileri gelmektedir (Inoue ve Hirasawa, 2013).

Tablo 3.12' de polipropilen liflerinin difraksiyon piklerindeki kristal yüzeyleri ve kristal boyutları verilmektedir. Polipropilen liflerinin kristal boyutları aşağıda verilen formüle göre hesaplanmıştır (Kalaitzidou ve ark., 2008; Pawlak, Rozanski ve Galeski, 2013):

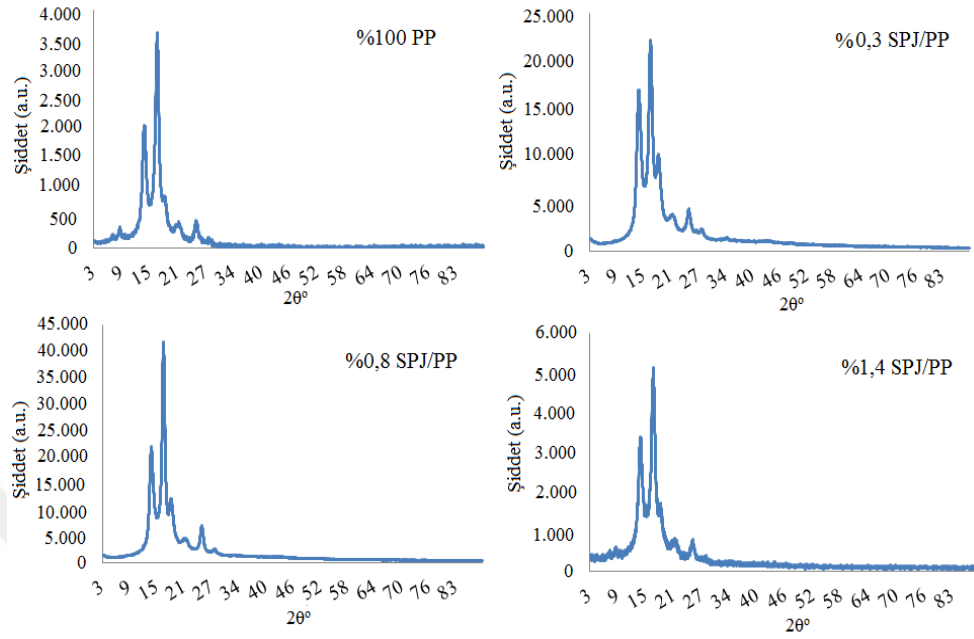
$$L_{hkl} = 0,9 \times \lambda / (\beta \times \cos\theta) \quad (3.9)$$

λ , X-ray'in dalga boyunu, β difraksiyon pikinin yarı yüksekliğinin genişliğini, θ ise pikin bulunduğu 2θ açısının yarısını göstermektedir.

Tablo 3.12'de verilen veriler incelendiğinde, polipropilen lifin kristal yüzeyleri farklı oranlarda jüt katkısı ile birlikte değişim gösterse de, kristal boyutlarının lifteki katkı oranına ve piklerin şiddetlerine paralel bir değişim göstermediği gözlenmektedir.

Tablo 3.12 Farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin kristal yüzeyleri ve boyutları

	2θ(°)	Kristal yüzeyi	L (nm)
%100PP	16,86	040	8,17
	14,12	110	8,23
	25,43	060	7,21
%0,3SPJ/PP	16,78	040	7,08
	14,12	110	5,58
	25,35	060	4,09
%0,8SPJ/PP	16,74	040	9,67
	13,96	110	6,51
	25,34	060	7,34
%1,4SPJ/PP	16,91	040	7,97
	14,11	110	5,88
	25,46	060	6,47



Şekil 3.43 Farklı oranlarda SPJ katkı polipropilen liflerinin XRD desenleri

3.4.4 SPJ katkı Polipropilen Liflerinin Mekanik Özellikleri

Tablo 3.13' de katkı polipropilen liflerinin tek lif mukavemeti testine göre farklı ölçüm uzunluklarında belirlenen özgül mukavemet değerleri verilmektedir. Veriler incelendiğinde, %0,3 ve %0,8 oranındaki SPJ katkısının polipropilen lifinin özgül mukavemetini arttırdığı görülmektedir. %100 PP ve %1,4 SPJ/PP liflerinin özgül mukavemet değerleri ise birbirine yakındır. Ancak polipropilen liflerinin özgül mukavemetlerinde tespit edilen standart sapma değerlerinin çok yüksek olduğu görülmektedir. Jüt partiküllerinin lif boyunca düzgün ve homojen dağılamamasının neden olduğu düşünülmektedir. Yüksek orandaki jüt katkısı polipropilen lifin kristalinitesini arttırmasına rağmen, filament boyunca meydana gelen jüt aglomerasyon nedeni ile özgül mukavemet değerleri artış göstermemiştir.

Tablo 3.13 Farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin farklı ölçüm uzunluklarında test edilen özgül mukavemet değerleri

	Özgül mukavemet (g/denye)		
	25 mm	50 mm	75 mm
%100 PP	1,84 (0,58)	1,89 (0,45)	2,26 (0,62)
%0,3 SPJ/PP	2,94 (0,44)	2,98 (0,35)	2,84 (0,42)
%0,8 SPJ/PP	2,52 (0,96)	3,03 (1,04)	3,28 (0,88)
%1,4 SPJ/PP	2,11 (0,77)	2,35 (0,74)	2,36 (0,87)

*Standart sapma değerleri parantez içinde gösterilmektedir.

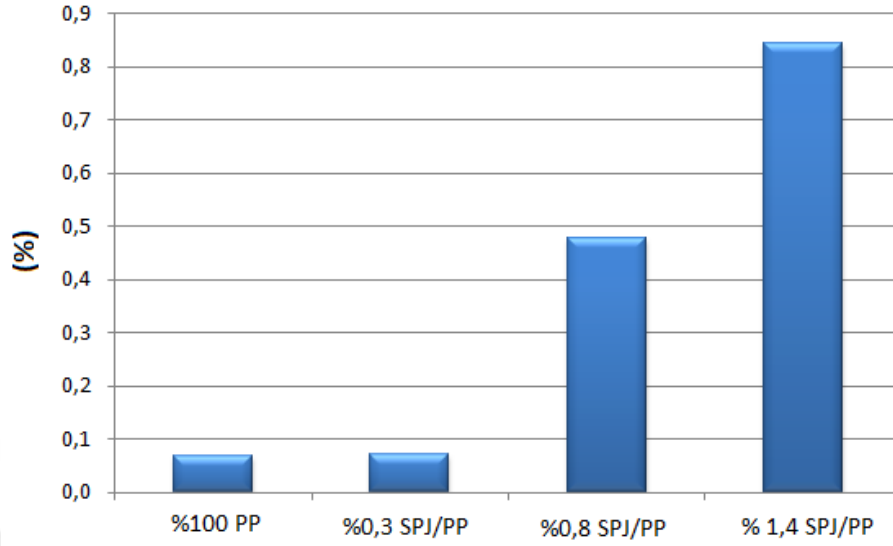
3.4.5 SPJ katkılı Polipropilen Liflerinin Nem İçeriği

Sodyum perborat trihidrat ile muamele edilen jüt katkılı polipropilen liflerinin nem içeriği Tablo 3.14’de, değerlerin jüt miktarına göre değişim grafiği de Şekil 3.44’de verilmektedir. Veriler incelendiğinde, jüt katkısının polipropilenin nem içeriği değerlerine olumlu yönde etki ettiği görülmektedir. %100 PP ve %0,3 SPJ/PP liflerinde nem değerlerinin birbirine yakın olduğu görülmektedir. Partikül katkısının az olması nedeni ile nem değerlerini artırıcı yönde etki etmemiştir. Veriler istatistiksel olarak değerlendirildiğinde, %100 PP ve %0,3 SPJ/PP liflerinin nem değerleri arasındaki farkın önemli olmadığı, %100 PP ve diğer kompozit liflerin %0,8 SPJ/PP ve %1,4 SPJ/PP liflerinin nem değerleri arasındaki farkın önemli olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca kompozit liflerin nem değerleri kendi aralarında değerlendirildiğinde, jüt katkısı miktarı etkisinin istatistiksel açıdan önemli olduğu tespit edilmiştir ($p<0,05$).

Tablo 3.14 Farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin nem içeriği değerleri

	Nem içeriği (%)
%100 PP	0,07 (0,02)
%0,3 SPJ/PP	0,07 (0,01)
%0,8 SPJ/PP	0,48 (0,12)
%1,4 SPJ/PP	0,84 (0,15)

*Standart sapma değerleri parantez içinde gösterilmektedir.



Şekil 3.44 Farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin nem içeriği

3.4.6 SPJ katkılı Polipropilen Örme Kumaşların Kılcal Yükselmesi

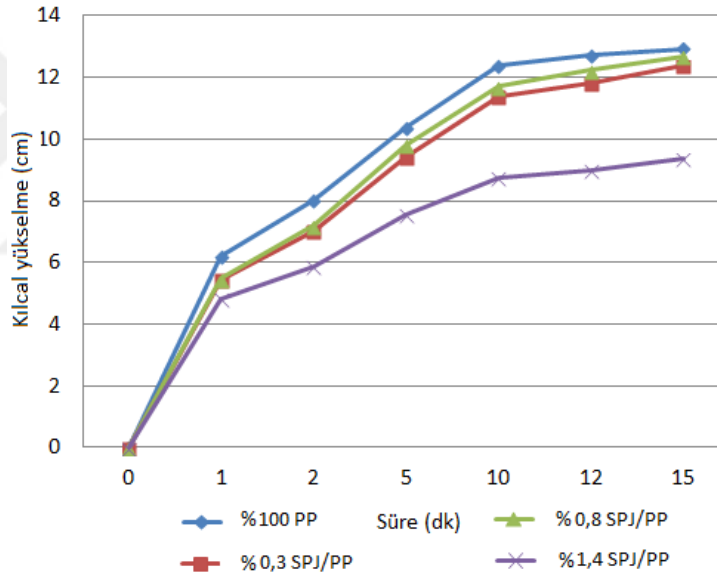
Sodyum perborat trihidrat ile muamele edilen jüt katkılı polipropilen örme kumaşların kılcal yükselme değerleri Tablo 3.15’de, değerlerin jüt miktarına göre değişim grafiği de Şekil 3.45’de verilmektedir. Veriler incelendiğinde, jüt katkısının polipropilenin kılcal yükselmesini azalttığı ve polipropilenin içerdiği katkı oranı artışının kılcal yükselmeyi olumlu yönde etkilediği düşünülmektedir. Jüt lifi katkısı ile meydana gelen bu azaltıcı etki, jüt lifinin hidrofil özelliğinden kaynaklanan absorpsiyon davranışı ile açıklanabilir. Jüt lifinin absorpsiyonunun yüksek olması nedeni ile su moleküllerinin jüt lifinin absorpsiyonunda etkili olan fonksiyonel grupları ile bağ yapması suyun lif boyunca kılcal yükselmesini engellemektedir. Bu nedenle kumaş boyunca daha az ve daha yavaş su hareketi meydana gelmektedir. Hidrofobik olan polipropilen lifi ise su molekülleri ile bağ yapmamakta ve yüksek temas açısı nedeni ile sıvı yüzeyi absorbe olmadan ilerleyerek kılcal yükselmeyi arttırmaktadır (Das ve ark., 2009). Polipropilen lifleri kılcal etki göstererek sıvıyı hızlıca iletirken, jüt partikülleri sıvıyı absorbe ederek sıvı transferini yavaşlatmakta ve azaltmaktadır (Durur ve Öner, 2013). Test verileri istatistiksel olarak analiz edildiğinde, %100 PP, %0,3 SPJ/PP ve %0,8 SPJ/PP liflerinin kılcal yükselme

değerleri arasındaki fark önem değilken, % 1,4 SPJ/PP ile diğer polipropilen lifleri arasındaki fark önemlidir ($p<0,5$).

Tablo 3.15 Farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin ortalama kılcal yükselme değerleri

	Kılcal yükselme (cm)					
	1 dakika	2 dakika	5 dakika	10 dakika	12 dakika	15 dakika
%100 PP	6,20(0,20)	8,03 (0,25)	10,37(0,15)	12,40(0,20)	12,70(0,17)	12,93(0,12)
%0,3SP J/PP	5,43(0,21)	7,00 (0,20)	9,43(0,25)	11,40(0,40)	11,80 (0,30)	12,37 (0,25)
%0,8 SPJ/PP	5,47(0,15)	7,20(0,10)	9,80(0,26)	11,70(0,10)	12,23(0,21)	12,67(0,15)
%1,4 SPJ/PP	4,83(0,12)	5,87(0,15)	7,57(0,35)	8,77(0,15)	9,00(0,10)	9,37(0,25)

*Standart sapma değerleri parantez içinde gösterilmektedir.

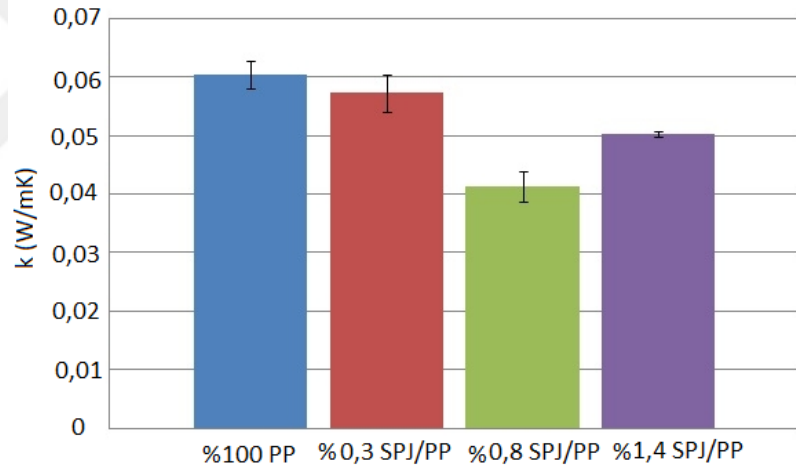


Şekil 3.45 Farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin kılcal yükselmesi

3.4.7 SPJ katkılı Polipropilen Örme Kumaşların Termal İletkenlikleri

Sodyum perborat trihidrat ile muamele edilen jüt katkılı polipropilen örme kumaşların termal iletkenliğini gösteren “k” değerlerinin jüt miktarına göre değişim grafiği Şekil 3.46’da verilmektedir. Veriler incelendiğinde, %100 PP lifin termal iletkenliğinin %0,3, %0,8 ve %1,4 oranında jüt katkısı ile birlikte sırası ile %5, 32 ve 17 oranında azaldığı tespit edilmiştir. Mounika ve ark. (2012) yaptıkları bir çalışmada bambu lifi katkısının poliesterin termal iletkenliğini azalttığı belirtilmiştir.

Paul ve ark. (2008) yaptıkları bir çalışmada muz lifi katkısının polipropilen kompozitin termal iletkenliğini azalttığını ve katkı miktarı arttıkça termal iletkenliğin daha da azaldığını rapor etmişlerdir. Polipropilen liflerinin termal iletkenlik sonuçlarına göre, jüt lifi katkısının polipropilenin termal iletkenliğini azaltarak termal izolasyonuna olumlu yönde etki ettiği söylenilebilir. Düşük katkı oranlarında jüt ve polipropilen arasındaki arayüzey dayanımı, kompozitin termal iletkenliğini azaltma eğiliminde bulunmaktadır. Ancak daha yüksek katkı oranında ise kompozit içerisinde meydana gelen ısı iletim yolları, azaltıcı etkiyi bertaraf ederek kompozitin termal iletkenliği geliştirici yönde etki etmektedir (Bai, Jiang, ve Chen, 2006). Yapılan istatistiksel analiz sonuçlarına göre polipropilen liflerinin termal iletkenlikleri arasındaki fark önemlidir ($p < 0,05$).



Şekil 3.46 Farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin termal iletkenliği

3.4.8 SPJ katkılı Polipropilen Liflerinin TGA Analizi

Jüt lifi katkısının polipropilenin termal dayanımına olan etkisini incelemek amacı ile jüt ve polipropilen liflerinin TGA analizi yapılmıştır. Şekil 3.47’de jüt ve polipropilen liflerinin TGA grafikleri gösterilmektedir. Jüt lifinin TGA grafiğinde 100°C sıcaklıkta meydana gelen yaklaşık %4,4 oranındaki ağırlık kaybı lifin içerdiği nem kaybını göstermektedir. Polipropilen granül ve lif üretiminde ekstrüzyon sıcaklıkları genellikle 200°C civarında olmaktadır. Buna göre jüt lifinin TGA grafiği

incelendiğinde, jüt lifinin polipropilen kompozitlerin üretiminde ekstrüzyon sıcaklıklarına dayanıklı olduğu düşünülmektedir.

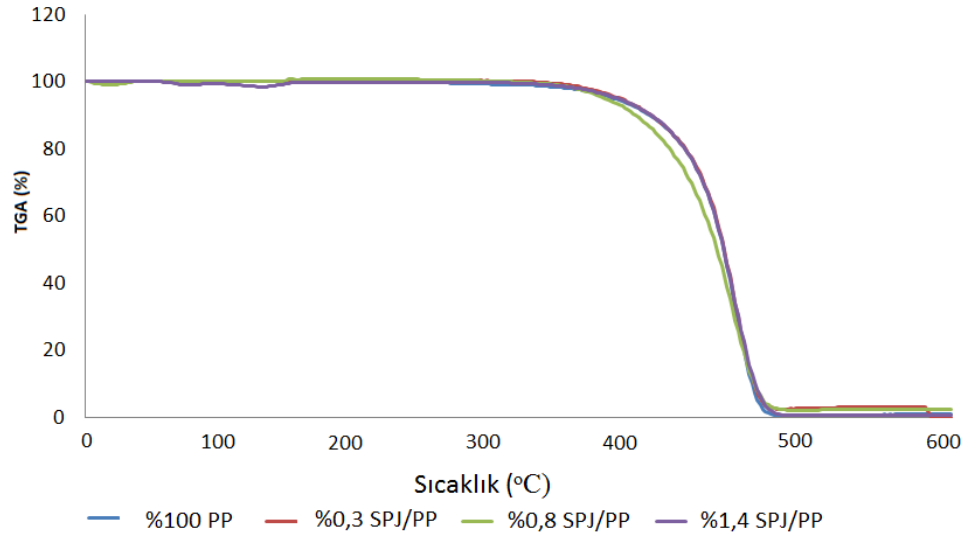
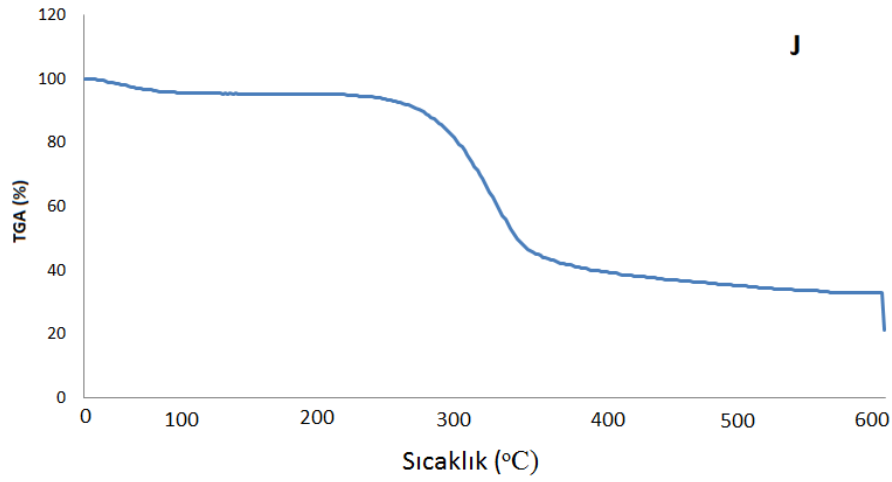
Polipropilen liflerinin TGA grafikleri incelendiğinde, 100°C sıcaklıkta %100 PP, %0,3 ve %0,8 SPJ katkılı polipropilen liflerinde herhangi bir ağırlık kaybı meydana gelmezken, %1,4 oranında SPJ katkılı polipropilen lifinde yaklaşık %0,7 oranında ağırlık kaybı meydana gelmiştir. Meydana gelen bu ağırlık kaybı polimer içerisinde bulunan jüt lifinin nem kaybını göstermektedir. T₀₅ ve T₅₀ polipropilen liflerinin sırası ile %5 ve %50 oranındaki ağırlık kayıplarının meydana geldiği sıcaklık değerlerini göstermektedir.

Tablo 3.16'da verilen polipropilen liflerinin TGA analizi sonuçları incelendiğinde, polipropilen liflerinin ağırlıklarının %5'ini ve %50'sini sırası ile 365-381°C ve 437-449°C sıcaklık aralıklarında kaybettiği belirlenmiştir. %100 PP, %0,3 SPJ/PP, %0,8 SPJ/PP ve %1,4 SPJ/PP liflerinin termal degradasyonunun sırası ile 482°C, 480°C, 486°C ve 490°C sıcaklıkta tamamlandığı tespit edilmiştir. Jüt katkısı ile birlikte polipropilenin kristalizasyonunun ve moleküler düzeninin değişmesi polipropilenin termal bozunmasını geciktirmiş olabilir.

Tablo 3.16 Farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin TGA sonuçları

	120°C'deki ağırlık kaybı (%)	T_{başlangıç} * (°C)	T_{son} * (°C)	T₀₅ (°C)	T₅₀ (°C)
%100 PP	0	308	482	378	449
%0,3 SPJ/PP	0	339	480	381	449
%0,8 SPJ/PP	0	336	486	365	437
%1,4 SPJ/PP	0,7	316	490	378	447

*T_{başlangıç}: Başlangıç bozunma sıcaklığı, T_{son}: Termal bozunmasının tamamlandığı sıcaklık



Şekil 3.47 Ham jüt ve farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin TGA grafikleri

3.4.9 SPJ katkılı Polipropilen Liflerinin Renk Analizi

Tablo 3.17' de katkılı polipropilen liflerinin toplam renk farkı değerleri verilmektedir. Liflerin renk farkı değerleri incelendiğinde, polipropilen içerisindeki jüt partikülleri miktarı arttıkça %100 polipropilen lifi ile kompozit lifler arasındaki renk farkı değerlerinin arttığı görülmektedir. Ayrıca Tablo 3.17'de verilen %R ve K/S değerleri, polipropilen liflerin sırası ile reflektans ve absorpsiyon değerlerini göstermektedir. Polipropilen liflerinin katkı içeriği arttıkça 400 nm'deki minimum reflektans değerleri azalmakta, maksimum absorpsiyon değerleri ise artmaktadır.

Tablo 3.17 Farklı oranlarda SPJ katkılı polipropilen liflerinin renk değerleri

	ΔE (Toplam renk farkı)	ΔL (Açıklık-Koyuluk renk farkı)	%R (min) (400 nm)	K/S (max) (400 nm)
%100 PP	Standart numune	Standart numune	76,376	0,0353
%0,3 SPJ/PP	1,706	%0,5 daha açık	73,876	0,0462
%0,8 SPJ/PP	3,731	%0,6 daha koyu	68,553	0,0721
%1,4 SPJ/PP	6,606	%5,3 daha koyu	62,360	0,1136

3.4.10 SPJ katkılı Polipropilen Liflerinin Floresans Mikroskop İncelemesi

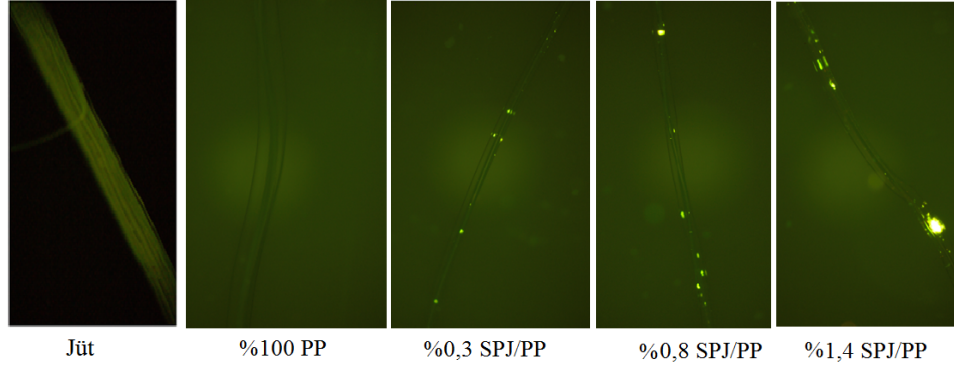
Jüt ve polipropilen liflerinin floresans mikroskop görüntüleri Şekil 3.48’de gösterilmektedir. Tablo 3.18’de polipropilen lifleri içerisindeki jüt partiküllerinin floresans mikroskop görüntülerinden elde edilen boyut ölçüm değerleri 2 boyutlu olacak şekilde verilmektedir. Tablo 3.18’deki değerler incelendiğinde, polipropilen liflerinin içerdiği jüt partiküllerinin boyut değerlerinin yakın olduğu ve standart sapma değerlerinin yüksek olduğu görülmektedir

Şekil 3.48 incelendiğinde, jüt lifinin ve polipropilen filamentleri içerisindeki jüt partiküllerinin oto-floresans karakterleri nedeni ile farklı renk verdikleri görülmektedir. Polipropilen lif içerisindeki yüksek katkı oranlarında jüt partikülleri arasındaki etkileşim nedeni ile aglomere olduğu belirlenmiştir.

Tablo 3.18 SPJ partiküllerinin polipropilen lifleri içerisindeki boyut değerleri

	Boyut (μm) (enxboy)
%0,3 SPJ/PP	6,08x12,32 (4,97x9,59)
%0,8 SPJ/PP	6,19x13,49 (4,80x8,75)
%1,4 SPJ/PP	5,62x13,41 (4,32x9,61)

*Standart sapma değerleri parantez içinde gösterilmektedir.



Şekil 3.48 Jüt (x100) ve farklı oranlarda SPJ katkı polipropilen liflerinin (x50) floresans mikroskop görüntüleri

Yapılan karakterizasyon analizleri ve performans testleri sonucu jüt katkıli kompozit lifin çekilebilmesi, polipropilen lifin iç yapısının önemli derecede değişime uğramadan nem ve sıvı absorpsiyonu kazanması ve termal bozunma sıcaklıklarının artması açısından SPJ için katkılandırılabilen en yüksek değerin %1,4 olduğu belirlenmiştir.

3.5 Farklı Kimyasal Modifikasyon İşlemlerinin Toz Haldeki Jüt Liflerine Etkisi

Tez çalışması kapsamında tez materyali olarak kullanılan toz hale getirilen jüt partiküllerinin daha önceki bölümde (2.6.1) belirtilen işlem parametrelerinde lakkaz enzimi, silan bağlayıcı maddesi, stearik asit ve silikon yağı ile modifikasyon işlemleri gerçekleştirilmiştir. Farklı kimyasal maddeler ile kullanılarak modifikasyon işlemlerinin jüt lifinin karakterizasyonuna etkisini belirlemek amacı ile uygulanan analiz sonuçları aşağıdaki bölümde verilmektedir.

3.5.1 XPS Analizi

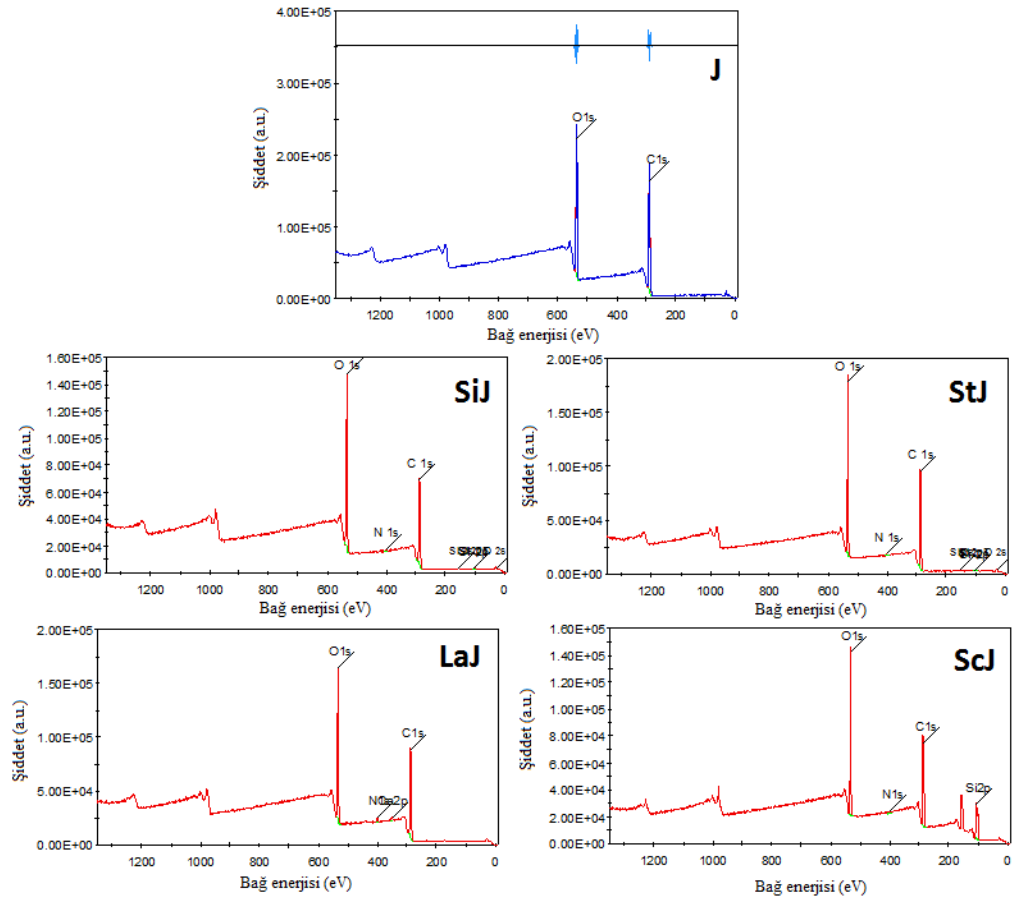
Modifikasyon işlemleri sonrası jüt liflerinin yüzey kimyasında meydana gelen değişimi incelemek amacı ile ham ve modifiye jüt liflerinin XPS analizi yapılmıştır. Ham ve modifiye jüt liflerinin XPS analizi verilerine göre lif yüzeyinde tespit edilen atomik konsantrasyonları Tablo 3.19'da verilmektedir. Şekil 3.49'da liflerin XPS

grafikleri, Şekil 3.50-3.54'de ham ve modifiye jüt liflerinin C1s piklerinin dekonvülyasyon eğrileri verilmektedir.

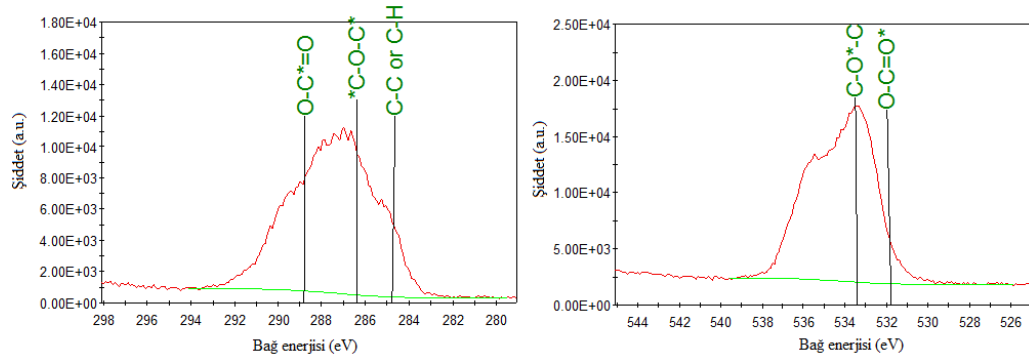
Ham, lakkaz/tween 20, stearik asit, silan ve silikon yağı ile modifiye edilen jüt liflerinin karbon oranları sırası ile 66,88, 66,52, 66,59, 62,37 ve 49,28'dir. Ham, lakkaz/tween 20, stearik asit, silan ve silikon yağı ile modifiye edilen jüt liflerinin oksijen oranları ise sırası ile 33,12, 30,98, 32,22, 35,96 ve 22,41'dir. Tablo 3.19'daki veriler incelendiğinde, silikon yağı modifikasyonu sonrası Si atomlarının lif yüzeyine transferi nedeni ile lifin karbon oranının azaldığı görülmektedir. Lifin oksijen oranı da, oluşan Si-O (Şekil 3.55) bağları nedeni ile azalma göstermektedir. Tüm modifikasyon işlemleri dikkate alındığında, ham jüt lifinin karbon ve oksijen atomlarında en belirgin değişimin silikon yağı ile yapılan işlem sonrası meydana geldiği görülmektedir. Silikon ile modifiye edilen jüt lifinin yüzeyinde tespit edilen %26,87 oranındaki Si atomu varlığı silikonun lif yüzeyine başarılı bir şekilde bağlandığını göstermektedir. Şekil 3.49'da verilen ham ve modifiye jüt liflerinin XPS grafikleri incelendiğinde, modifikasyon sonrası ham jüt lifinin C1s ve O1s piklerinin azaldığını, kullanılan kimyasal maddeye bağlı olarak lif yüzeyinde farklı fonksiyonel grupların oluştuğu belirlenmiştir.

Tablo 3.19 Ham ve modifiye jüt liflerinin atomik konsantrasyonları

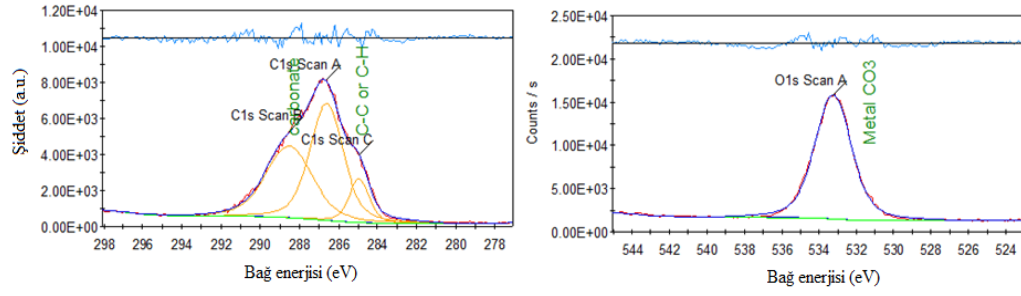
	C	O	C/O	N	Ca	Si
J	66,88	33,12	2,02			
LaJ	66,52	30,98	2,15	1,97	0,53	
StJ	66,59	32,22	2,06	0,62		0,57
SiJ	62,37	35,96	1,73	0,96		0,71
ScJ	49,28	22,41	2,20	1,44		26,87



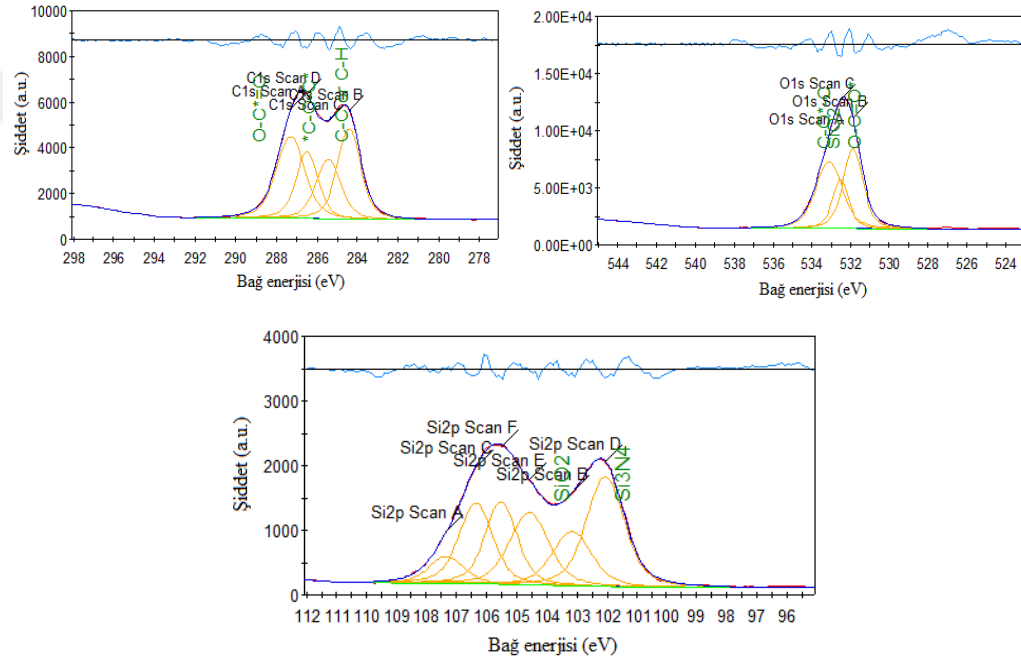
Şekil 3.49 Ham ve modifiye jüt liflerinin XPS grafikleri



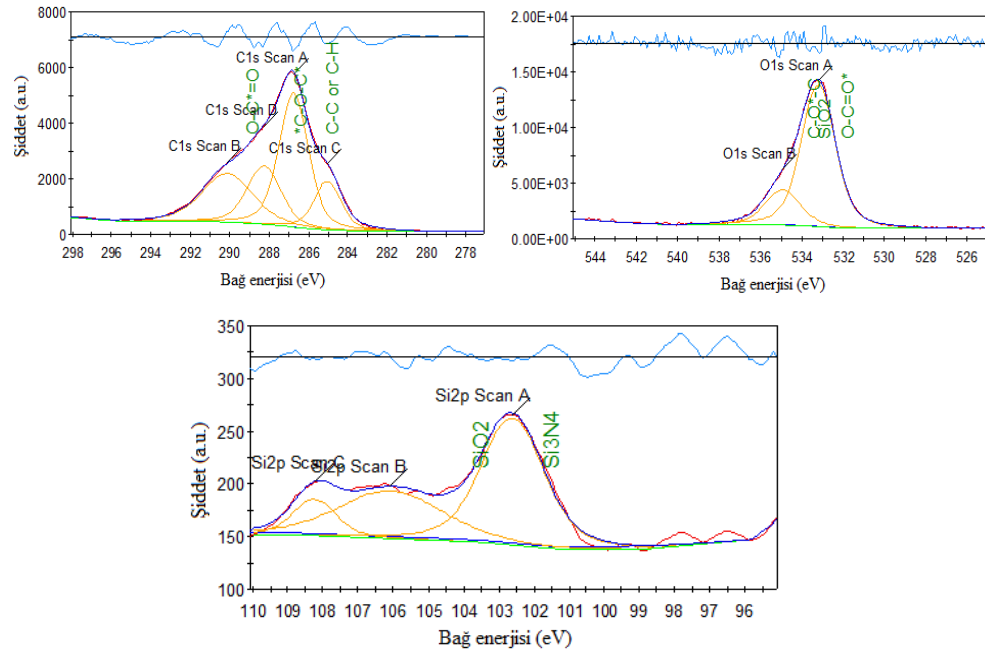
Şekil 3.50 Ham jüt lifinin C1s ve O1s pikleri



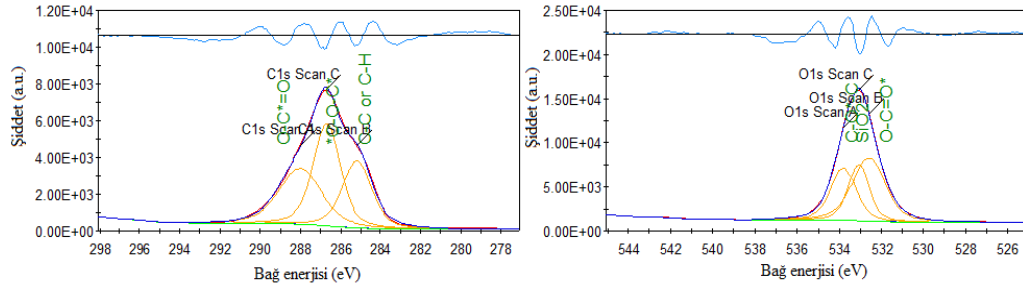
Şekil 3.51 Lakkaz/tween 20 ile modifiye edilen jüt lifinin C1s ve O1s pikleri



Şekil 3.52 Silikon yağı ile modifiye edilen jüt lifinin C1s, O1s ve Si2p pikleri



Şekil 3.53 Silan bağlayıcı maddesi ile modifiye edilen jüt lifinin C1s, O1s ve Si2p pikleri



Şekil 3.54 Stearik asit ile modifiye edilen jüt lifinin C1s ve O1s pikleri

Farklı kimyasal maddeler ile modifiye edilen tez materyali olarak kullanılan toz haldeki jüt liflerinin yüzey analiz sonuçları incelendiğinde, lifin fonksiyonel gruplarında en fazla değişimin silikon yağı muamelesi sonra meydana geldiği belirlenmiştir. Ayrıca yapılan silikon yağı modifikasyonu sonrası lif yüzeyinde yeni kimyasal gruplar tespit edilmiştir. Yüzey hidrofobluğu açısından yine en iyi sonucu veren silikon yağı işlemi olduğu saptanmıştır. Tüm parametreler incelendiğinde, jüt lifinin iç yapısına etki etmeden sadece lif yüzey kimyasında etki gösteren ve polipropilen lif içerisinde daha homojen bir şekilde dağılım sağlaması açısından en fazla hidrofob özellik kazandıran modifikasyon işleminin silikon yağı muamelesi olduğu belirlenmiştir.

3.5.2 FTIR Analizi

Şekil 3.55’de ham ve modifiye jüt liflerinin FTIR spektrumları yer almaktadır. Jüt liflerinin 3.335 cm^{-1} absorpsiyon bandında bulunan pik lifin –OH titreşimlerini ve hidrojen bağlarının varlığını göstermektedir (Dong ve ark., 2014). Modifikasyon işlemlerinin bu pikin yoğunluğunu azalttığı görülmektedir. Jüt liflerinin FTIR grafiği genel olarak incelendiğinde, lakkaz enzimi ile yapılan modifikasyon işlemi sonrası lifin hidroksil grupları dahil diğer fonksiyonel gruplarını gösteren piklerin yerlerinde ve yoğunluklarında belirgin bir değişimin meydana gelmediği belirlenmiştir.

Ham jüt lifinin FTIR spektrumunda 2.907 cm^{-1} absorpsiyon bandında bulunan pik selüloz ve hemiselülozdaki CH_2 ve CH_3 gruplarının CH gerilim titreşimini göstermektedir (Bulut ve Akşit, 2013). Yapılan tüm modifikasyon işlemleri pikin yoğunluğunu azaltmıştır. Ayrıca ham ve diğer modifiye jüt liflerinden farklı olarak silikon ile modifiye edilen jüt lifinin FTIR spektrumunda 2.963 cm^{-1} absorpsiyon bandında bulunan pikin Si-O titreşimlerini gösterdiği belirlenmiştir (Matrajit ve ark., 2005).

Jüt liflerinin FTIR spektrumlarında ligninin karboksil grubunda ve hemiselülozdaki ester grubunda bulunan C=O gerilim titreşimlerini gösteren 1.728 cm^{-1} bandında bulunan pikin yoğunluğunda yapılan modifikasyon işlemleri sonrası önemli bir değişim olmadığı tespit edilmiştir (Jabasingh ve Nachiyar, 2012).

Ham ve lakkaz enzimi ile modifiye edilen jüt liflerinin spektrumunda 1.636 cm^{-1} ve 1.643 cm^{-1} bantlarında bulunan pikler lifin asimetrik COO^- titreşimlerini ve lifte bulunan su moleküllerinin varlığını göstermektedir (Dong ve ark., 2014). Bu pik silikon yağı, silan ve stearik asit modifikasyonları sonucu kaybolmuştur.

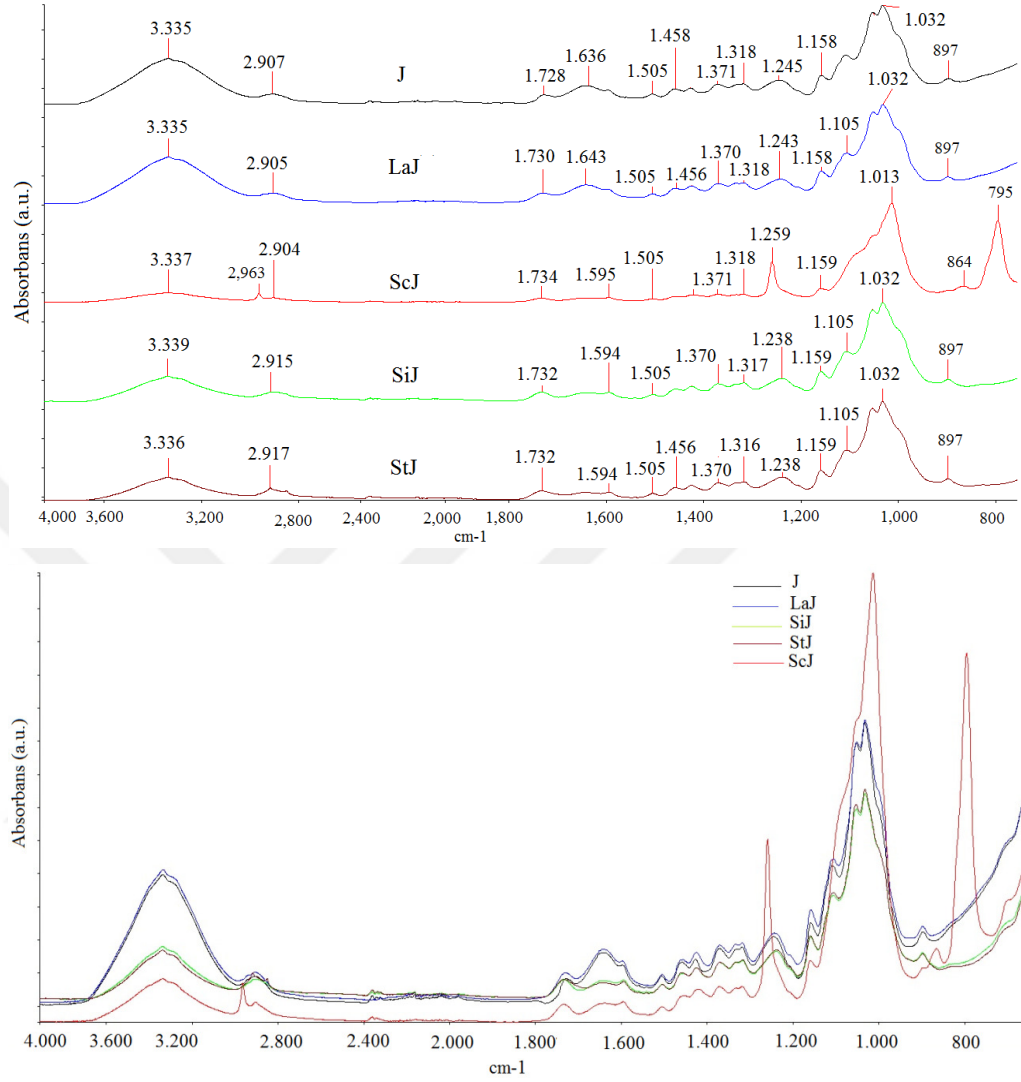
Jüt liflerinin $1.238\text{--}1.245\text{ cm}^{-1}$ absorpsiyon bantlarında bulunan pikler hemiselülozda bulunan C-O titreşimlerini göstermektedir. Silikon ile muamele edilen jüt lifinin spektrumunda tespit edilen 1.259 cm^{-1} bandında bulunan pik Si-O titreşimlerini göstermektedir (Matrajit ve ark., 2005). Selüloz esaslı liflerin 1.105

cm^{-1} ve 1.051 cm^{-1} absorpsiyon bantlarında bulunan sırası ile C-O-C glikozidik eter bandını ve selülozdaki C-OH gerilim titreşimlerini gösteren pikler silikon yağı ile modifikasyon işlemi sonrası kaybolmuştur.

Jüt liflerinin FTIR spektrumunda bulunan 897 cm^{-1} absorpsiyon bandında bulunan pik monosakkaritler arası b-glikozidik bağların varlığını göstermektedir. Silikon yağı ile modifiye edilen jüt lifinin spektrumunda 864 cm^{-1} ve 795 cm^{-1} absorpsiyon bantlarında bulunan pikler sırası ile Si-O-Si eğilmesini ve Si-C gerilim titreşimini göstermektedir (Jahagirdar ve Tiwari, 2004).

Selülozik liflerde, lifin FTIR spektrumunda 1.428 cm^{-1} ve 897 cm^{-1} bantlarında verdiği piklerin absorpsiyon şiddetleri selülozun kristal yapısına bağlıdır. Bu iki banttaki absorpsiyon şiddetlerin birbirine oranı kristalin bölge yerleşim düzeni indeksi (LOI) ile ilgili sayısal bir değer vermekte ve selülozik materyallerde bulunan selüloz-I yapısının oranı olarak kabul edilmektedir (Spiridon ve ark., 2011). 1.428 cm^{-1} ve 893 cm^{-1} absorpsiyon bantlarında bulunan pikler lifin sırası ile selülozdaki CH_2 simetrik eğilmesini ve monosakkaritler arası β -glikozidik bağları göstermekte olup lifin kristalin ve amorf selüloz yapılarına aittir (Oh, Yoo, Shin, ve Seo, 2005; Ouajai ve Shanks, 2005).

Liflerin FTIR spektrumunda 1.428 cm^{-1} ve 893 cm^{-1} bantlarındaki absorpsiyon şiddetlerinin birbirine oranı, lifin kristalin bölgelerin amorf bölgelere göre oranından ziyade, kristalin bölgelerin yerleşim düzeni ile ilgili “LOI” (*lateral order index*) olarak tanımlanan sayısal bir değer vermektir (Korte, 2006).



Şekil 3.55 Ham ve modifiye jüt liflerinin FTIR spektrumları

Ham ve modifiye jüt liflerinin FTIR spektrumundaki ilgili bantlardaki absorpsiyon şiddetleri esas alınarak hesaplanan LOI değerleri Tablo 3.20’de verilmektedir. LOI değerleri incelendiğinde, lakkaz enzimi/tween 20 modifikasyonunun ham jüt lifinin kristalin bölgelerin yerleşim düzenine önemli bir etkisi olmadığı belirlenmiştir. Silan ve stearik asit muameleleri ham jüt lifinin LOI değerini arttırdığı, ancak birbirine yakın değerlere sahip olduğu tespit edilmiştir. Tez çalışması kapsamında yapılan diğer işlemlerden farklı olarak silikon yağı modifikasyonu lifin LOI değerini yaklaşık %36 oranında azaltmıştır. Buna göre silikon yağı ile yapılan işlemin lifin kristal bölge düzenini negatif etkilediği ve

selülozun yüzey erişilebilirliğini arttırdığı söylenilebilir (Spiridon ve ark., 2011; Duan ve ark., 2013).

Tablo 3.20 Ham ve modifiye jüt liflerinin LOI değerleri

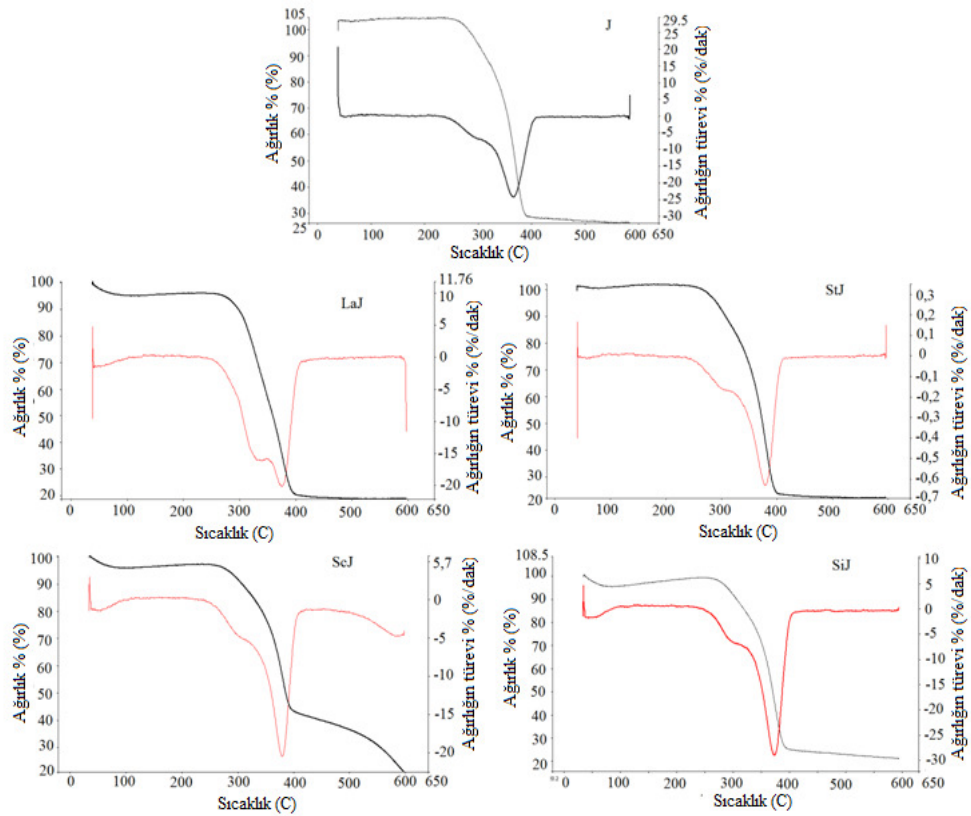
	LOI
J	0,64
LaJ	0,68
SiJ	0,73
StJ	0,75
ScJ	0,41

3.5.3 TGA Analizi

Toz haldeki ham ve modifiye jüt liflerinin TGA analizi sonuçları Tablo 3.21’de, DTG-TGA grafikleri de Şekil 3.56’da verilmektedir. Tablo 3.21’de verilen T_i , T_m ve $T_{50\%}$ verileri jüt liflerinin sırası ile başlangıç bozunma sıcaklığını, maksimum bozunma sıcaklığını ve %50 oranında ağırlık kaybının meydana geldiği sıcaklığı göstermektedir. Tablo 3.21’deki jüt liflerinin kalorimetrik verileri incelendiğinde, uygulanan tüm modifikasyon işlemlerinin jüt lifinin başlangıç bozunma sıcaklığını arttırdığı görülmektedir. DTG grafikleri incelendiğinde, hemiselülozun termal bozunması ve selülozun glikozidik bağlarının kopması nedeni ile jüt liflerinin DTG grafiğinde yaklaşık 300°C sıcaklığında omuz verdiği görülmektedir (Seki ve ark., 2016). Jüt liflerinin maksimum bozunma sıcaklıkları birbirine yakın olmasına rağmen, ScJ’nin maksimum bozunma sıcaklığında meydana gelen ağırlık kaybı en düşüktür. ScJ’de %50 oranında ağırlık kaybının meydana geldiği sıcaklığın en yüksek olduğu tespit edilmiştir. Jüt liflerinin α -selülozunun bozunmasını gösteren 600°C sıcaklıkta meydana gelen ağırlık kayıplarının %77,5-81 arasında değiştiği görülmektedir (Seki ve ark., 2016). Jüt liflerinin tüm termal bozunma parametreleri dikkate alındığında, silikon yağı modifikasyonunun ham jüt lifinin termal stabilitesini en çok geliştirdiği belirlenmiştir.

Tablo 3.21 Toz haldeki jüt liflerinin kalorimetrik verileri

	T_i (°C)	T_m (°C)	$T_{\%50}$ (°C)	T_m ’deki ağırlık kaybı (%)	600°C’deki ağırlık kaybı (%)
J	230,0	368,2	340,8	57,4	78,9
LaJ	232,0	375,8	360,0	64,5	80,9
SiJ	235,0	373,5	370,4	54,4	78,7
StJ	236,0	378,2	374,4	55,2	77,8
ScJ	241,0	378,9	385,6	43,1	79,0

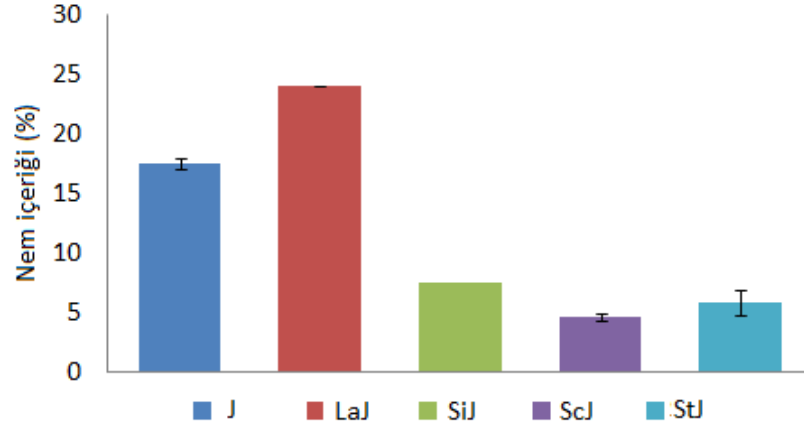


Şekil 3.56 Toz haldeki jüt liflerinin DTG-TGA grafikleri

3.5.4 Toz Haldeki Jüt Liflerinin Nem İçeriği

Şekil 3.57’de toz haldeki jüt liflerinin nem içeriği görülmektedir. Veriler incelendiğinde, tüm modifikasyon işlemlerinin jüt lifinin nem içeriğinin önemli

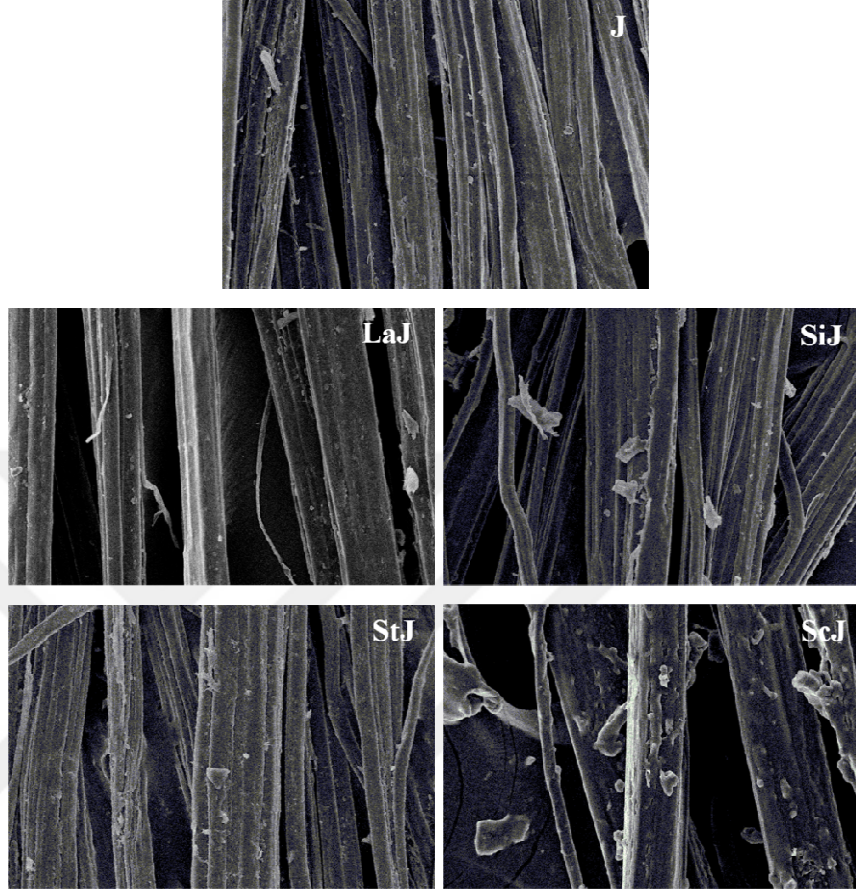
derecede etkilediği görülmektedir. Lakkaz/tween 20 modifikasyonu jüt lifinin nem içeriğini %38 oranında arttırırken, silan, stearik asit ve silikon yağı modifikasyonu ise jüt lifinin nem içeriğini sırası ile %57, 67 ve 74 oranında azaltmıştır. Nem içeriğindeki değişim jüt liflerinin FTIR spektrumları (Şekil 3.55) ile uyumludur. Silan, stearik asit ve silikon yağı işlemleri jüt lifinin hidroksil gruplarını azaltmaya yönelik etki göstermiştir. Stearik asit ve silikon yağının su iticilik etkisi ve silan bağlayıcı maddesinin silanol gruplarının jütün hidroksil grupları ile silan köprü bağları oluşturması jütün nem içeriğine negatif yönde etki etmiştir. Ham ve LaJ lifleri benzer kimyasal yapı göstermesine rağmen, enzimatik işlemin lif yüzeyindeki temizleme etkisi lifin nem içeriğini arttırıcı şekilde etki göstermiştir.



Şekil 3.57 Toz haldeki jüt liflerinin nem içeriği

3.5.5 Toz Haldeki Jüt Liflerinin SEM Görüntüleri

Şekil 3.58’de ham ve modifiye jüt liflerinin taramalı elektron mikroskobu ile 500 büyütmede çekilen boyuna görüşleri yer almaktadır. Şekil 3.58’de yer alan görüntüler incelendiğinde jüt liflerinin birçok lif hücresinden oluşan hüzmelerden meydana geldiği ve lif yüzeyinde safsızlıklar bulunduğu görülmektedir. Silikon yağı ile modifiye edilen jüt lifinin SEM görüntüsü incelendiğinde, lif hücrelerinin daha sıkı bir şekilde birbirine entegre olduğu bir yüzey elde edilmesine rağmen, lif yüzeyinde bir tabakanın meydana geldiği ve farklı boyutlarda silikon partiküllerinin lif yüzeyine dağılmış olduğu görülmektedir.



Şekil 3.58 Jüt liflerinin SEM görüntüleri (x500)

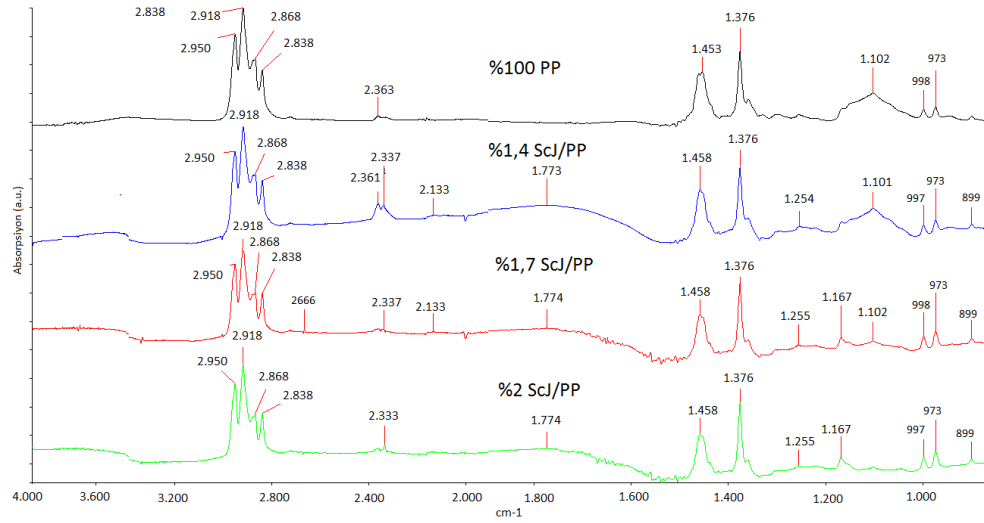
Farklı kimyasal maddeler ile modifiye edilen tez materyali olarak kullanılan jüt partiküllerin analiz sonuçları incelendiğinde, jüt lifinin iç yapısına etki etmeden sadece lif yüzey kimyasını değiştiren ve polipropilen içerisinde daha kolay ve homojen bir şekilde dağılmasını sağlama açısından hidrofobluk kazandıran modifikasyon işleminin silikon yağı muamelesi olduğu belirlenmiştir. Lifler silikon yağı ile modifiye edilmiş, farklı oranlarda polipropilene katkılandırılarak kompozit lif üretimi gerçekleştirilmiştir.

3.6 Silikon Yağı (ScJ) ile Modifiye Edilen Jüt Katkısının Polipropilen Liflerine Etkisi

Tez kapsamında uygulanan karakterizasyon analizleri ve testler sonucu jüt lifinin yüzeyine hidrofobluk kazandırarak kompozit lif üretiminde katkı maddesi olarak kullanılabilirliğinin geliştirilmesi açısından en uygun modifikasyon işleminin silikon yağı modifikasyonu olduğu belirlenmiş ve ağırlıkça %1,4, 1,7 ve 2 oranında polipropilene katkılanarak kompozit lifler üretilmiştir. Jüt katkısının polipropilen lifin özelliklerine etkisini belirlemek amacı ile uygulanan karakterizasyon analizleri ve test sonuçları ileriki bölümde verilmektedir.

3.6.1 ScJ Katkılı Polipropilen Liflerinin FTIR Analizi

Şekil 3.59'da %100 polipropilen ve ScJ katkılı polipropilen liflerinin FTIR diyagramları görülmektedir. Polipropilen liflerinin 2.950 cm^{-1} , 2.918 cm^{-1} ve 2.838 cm^{-1} absorpsiyon bandında bulunan pikler sırası ile asimetrik CH_3 , asimetrik CH_2 ve simetrik CH_2 gerilim titreşimlerini göstermektedir (Gomathi ve Neogi, 2009). 1.456 cm^{-1} ve 1.376 cm^{-1} absorpsiyon bandında bulunan pikler sırası ile asimetrik ve simetrik CH_3 eğilme titreşimlerini göstermektedir (Mallakpour ve ark., 2001). 1.045 cm^{-1} absorpsiyon bandında bulunan pik C-O-C titreşimlerini göstermektedir (Hajfarajollah ve ark., 2015). 977 , 997 ve 1.167 cm^{-1} bantlarında olan pikler polipropilenin izotaktik bantlarını göstermektedir (Sinha, 2012). 1.102 cm^{-1} absorpsiyon bandında olan pik polipropilenin C-C ve C-H bantlarını göstermektedir. Polipropilen liflerinin FTIR spektrumları incelendiğinde, %1,4'den daha yüksek katkıya sahip liflerde 1.167 cm^{-1} bandında bulunan pikin yoğunluğunun arttığı, 1.102 cm^{-1} bandında bulunan pikin yoğunluğunun ise azaldığı görülmektedir. Buna göre jüt katkı oranının artmasının polipropilen lifinin izotaktik bantlarını arttırdığı, C-C ve C-H bantlarını azalttığı düşünülmektedir.



Şekil 3.59 %100 PP ve ScJ katkılı polipropilen liflerinin FTIR spektrumları

3.6.2 ScJ Katkılı Polipropilen Liflerinin DSC Analizi

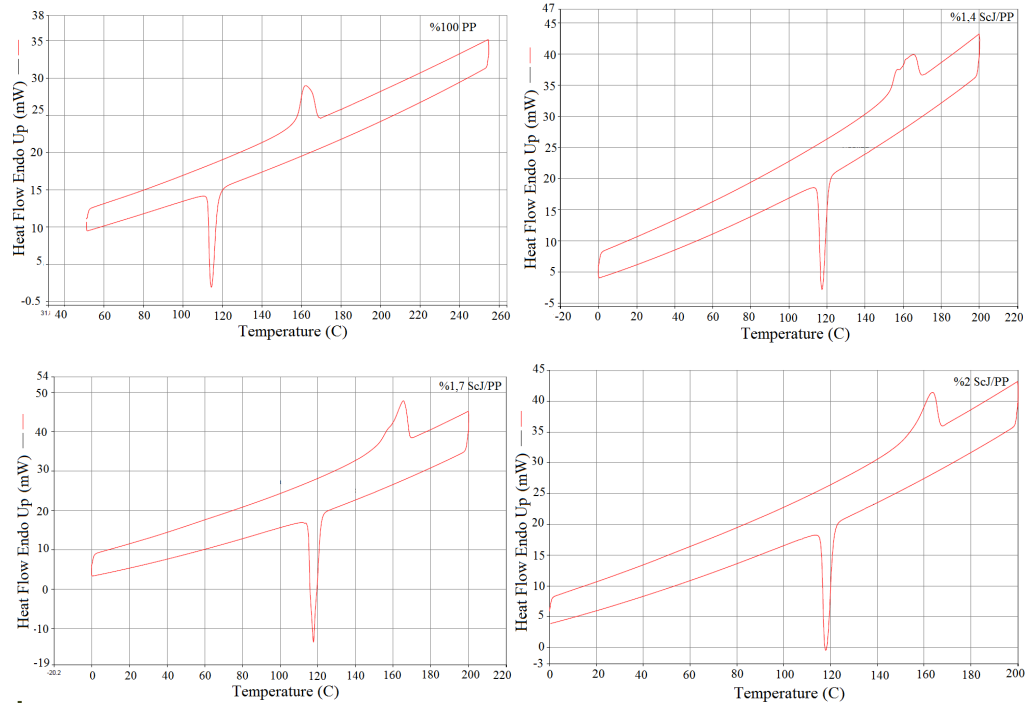
Tablo 3.22’de katkılı polipropilen liflerin DSC analizi sonuçları, Şekil 3.60’da da DSC grafikleri görülmektedir. Veriler incelendiğinde, jüt partiküllerinin %100 PP lifinin erime sıcaklığını ve kristalinitesini azalttığı, kristalizasyon sıcaklığını ise arttırdığı görülmektedir. Ayrıca %100 PP lifin erime ve kristalizasyon entalpilerini ve süper soğuma derecesini azaltmıştır. Genellikle polimerlerin erime sıcaklıkları ile kristalizasyon sıcaklıklarının aynı olması istenmektedir. Ancak bazı polimerler aşırı soğuma göstererek daha düşük sıcaklıkta kristalize olmaktadır. Polimerlerin erime ve kristalizasyon sıcaklıkları arasındaki fark süper soğuma derecesini vermektedir (Slama ve Mala, 1991; Feng ve ark., 2011). Polimerlerin aşırı soğuma derecesini azaltmak için polimerlere çekirdekleştirme etkisi yaratan maddeler ilave edilmektedir. Çalışmada kullanılan polipropilen liflerin DSC verileri incelendiğinde, %100 PP lifin erime ve kristalizasyon sıcaklıkları arasında 39,5°C sıcaklık farkı olduğu görülmektedir. Bu sıcaklık farkları %1,4 ScJ J/PP, %1,7 ScJ/PP ve %2 ScJ/PP lifleri için sırası ile 32,1°C, 34,2°C ve 32,2°C’dir. Jüt partikülleri ilavesi aradaki bu sıcaklık farkını azaltmaktadır. Polipropilen lifine katılan jüt partiküllerinin polimer içerisinde çekirdekleştirme etkisi gösterdiği söylenilebilir. Çekirdekleştirme etkisi gösteren maddeler polipropilen zincirlerinin kristalizasyonunu değiştirmekte ve eriyik haldeki polimer içerisinde aglomere olmaktadır. Bu maddeler polipropilenin

kristalizasyon başlangıç sıcaklığını yükselterek polimerin hızlı soğuma derecesini azaltmaktadır. (Marco ve ark., 2002; Hockenberger, 2004; Lyondellbasell, 2013). Ancak %1,4, 1,7 ve 2 oranında jüt partikülleri %100 PP lifin kristalinitesinde sırası ile %6, 12 ve 13 oranında düşüş meydana getirmiştir. Polimerin erime ve kristalizasyon entalpilerinde meydana gelen değişim kristalizasyon sırasında kompozit lifin bileşenlerinin termal davranışlarını, bileşenler arasındaki etkileşimin polipropilen lifin supramoleküler yapısı üzerindeki etkisini göstermektedir (Ryba, Ujhelyiova ve Kristofic, 2008).

Tablo 3.22 %100 PP ve ScJ katkılı polipropilen liflerinin DSC verileri

	T _m (°C)	T _c (°C)	X _c (%)	ΔH _(erime) (J/gr)	ΔH _(kristalizasyon) (J/gr)	Süper soğuma derecesi
%100 PP	157,15	117,68	40,16	83,12	-94,2200	39,47
%1,4 ScJ/PP	152,76	120,70	37,81	78,2750	-89,3261	32,06
%1,7 ScJ/PP	154,88	120,72	35,28	73,0363	-91,5870	34,16
%2 ScJ/PP	153,47	121,32	34,82	72,0731	-88,1218	32,15

T_c: Onset kristalizasyon sıcaklığı; T_m: Onset erime sıcaklığı; X_c: Kristalinite; ΔH_(erime): Erime entalpisi; ΔH_(kristalizasyon): Kristalizasyon entalpisi



Şekil 3.60 %100 PP ve ScJ katkılı polipropilen liflerinin DSC grafikleri

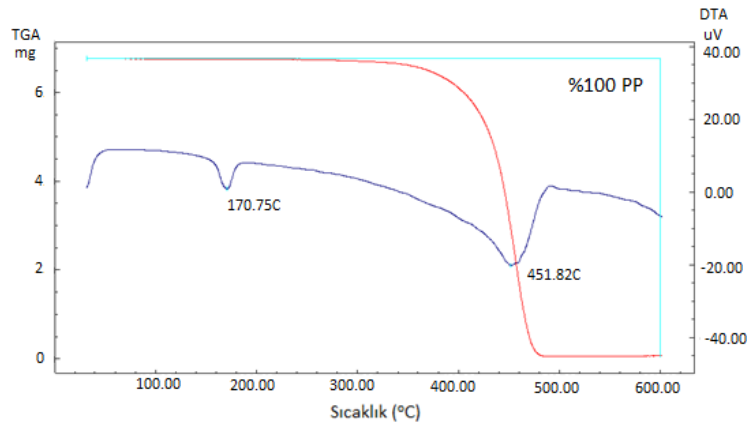
3.6.3 ScJ Katkılı Polipropilen Liflerinin TGA Analizi

Şekil 3.61 ve Şekil 3.62’de sırası ile %100 PP lifinin DTG-TGA grafiği ve ScJ katkılı polipropilen liflerinin DTG grafiği yer almaktadır. Tablo 3.23’de verilen kalorimetrik veriler incelendiğinde, lifin içerdiği jüt katkısı arttıkça polipropilen lifinin başlangıç ve maksimum termal bozunma sıcaklıklarının arttığı görülmektedir. Ancak %1,7 ScJ/PP ve %2 ScJ/PP liflerinin sıcaklık değerlerinin birbirine yakın olduğu görülmektedir. Liflerin T_m ’deki ağırlık kaybı değerleri incelendiğinde, %1,4 SCJ/PP liflerinin daha düşük olan maksimum bozunma sıcaklığında daha yüksek ağırlık kaybının meydana geldiği tespit edilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde, jüt katkısının polipropilen lifinin termal stabilitesini geliştirdiği, %1,4’lük katkı artışından sonra polipropilen liflerinin benzer termal özellikler gösterdiği tespit edilmiştir.

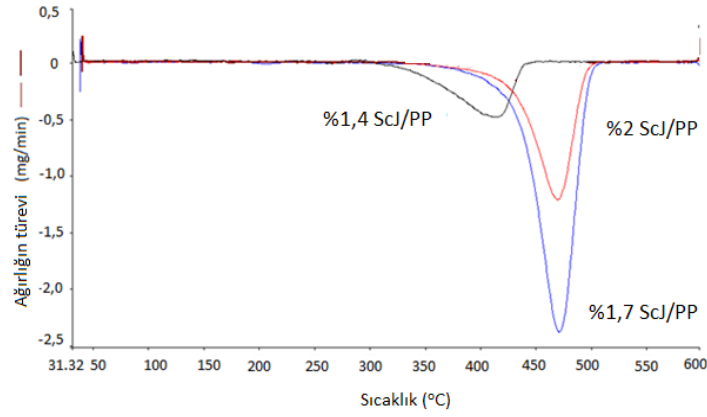
Tablo 3.23 Farklı oranlarda ScJ katkılı polipropilen liflerinin kalorimetrik verileri

	T_i (°C)	T_m (°C)	T_m ’deki ağırlık kaybı (%)	T_f (°C)
%100 PP	345	451,8	59,0	482
%1,4 ScJ/PP	346	465,7	66,9	512
%1,7 ScJ/PP	358	471,8	63,0	512
%2 ScJ/PP	359	470,8	61,3	506

* T_i : Termal bozunmanın başladığı sıcaklık; T_m : Maksimum bozunma sıcaklığı;
 T_f : Maksimum bozunmanın sonlandığı sıcaklık



Şekil 3.61 %100 PP lifinin TGA-DTG grafikleri



Şekil 3.62 Farklı oranlarda ScJ katkı polipropilen liflerinin DTG grafikleri

3.6.4 ScJ Katkılı Polipropilen Liflerinin Nem İçeriği

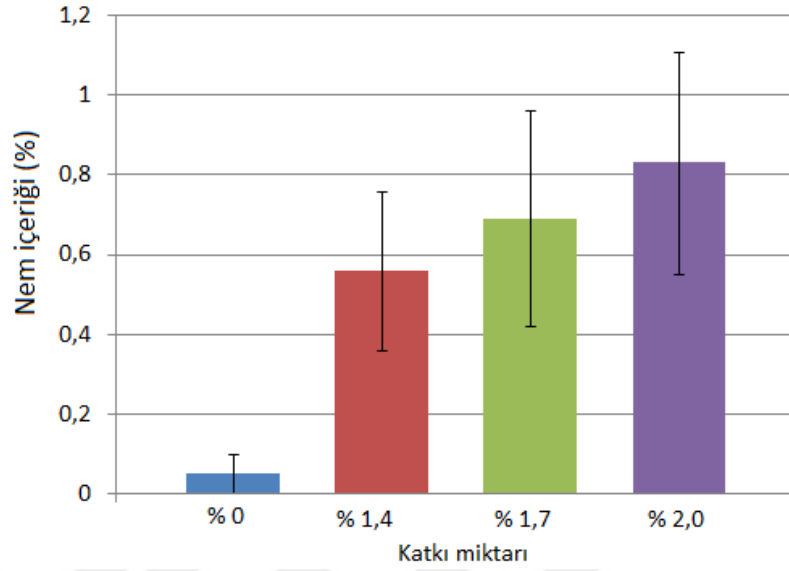
Jüt katkı polipropilen liflerinin gravimetrik yöntem kullanılarak belirlenen ortalama nem içeriği ve standart sapma değerleri Tablo 3.24’de verilmekte, polipropilen liflerinin nem içeriğinin jüt katkı miktarına göre değişimi Şekil 3.63’de görülmektedir.

Değerler incelendiğinde, jüt katkısının polipropilenin nem içeriğini belirgin bir şekilde arttırdığı, kompozit polipropilen liflerinin nem içeriği değerlerinin birbirine yakın olduğu görülmektedir.

Tablo 3.24 Farklı oranlarda ScJ katkı polipropilen liflerinin nem içeriği

	Nem içeriği (%)
%100 PP	0,05 (0,05)
%1,4 ScJ/PP	0,56 (0,20)
%1,7 ScJ/PP	0,69 (0,27)
%2 ScJ/PP	0,83 (0,28)

*Standart sapma değerleri parantez içinde gösterilmektedir.



Şekil 3.63 ScJ katkısının polipropilen lifinin nem içeriğine etkisi

3.6.5 %100 Polipropilen, %1,4 SPJ/PP ve Silikon Yağı ile Modifiye Edilen Jüt Partikülleri Katkılı Polipropilen Liflerinin Boyarmadde Alımının İncelenmesi, Renk Analizi ve Yıkama Haslığı

Tablo 3.25’de dispers boyarmadde ile boyanan %1,4 SPJ/PP ve ScJ katkılı polipropilen liflerinin UV-Vis spektrofotometre sonuçları incelendiğinde, boya çözeltisinin konsantrasyonun boyama işlemi sonrası arttığı görülmektedir. ScJ katkılı lifler için, jüt katkısı artışı ile birlikte absorbens değeri artış göstermiştir. Ancak %1,4 oranında ScJ ve SPJ katkılı polipropilen liflerinin absorbens değerlerinin benzer olduğu görülmektedir.

Sonuçlar değerlendirildiğinde, lifin su tutması nedeni ile boyama işlemi sonunda çözelti konsantrasyonunun artması ile birlikte absorbens değerinin arttığı görülmektedir. Tüm liflerde lekelenmeden kaynaklı renklenme meydana gelmiştir.

Tablo 3.25 Dispers boyarmadde ile boyanan polipropilen liflerinin UV-Vis spektrofotometre analizi sonuçları

	Sıcaklık (°C)	Süre (dak)	Dalga boyu (nm)	Absorpsiyon (a.u.)
Boş çözelti	20	0	607,3	1,215
%100 PP	130	90	609,2	1,420
%1,4 SPJ/PP	130	90	609,4	1,418
%1,4 ScJ/PP	130	90	606,6	1,420
%1,7 ScJ/PP	130	90	606,8	1,461
%2 ScJ/PP	130	90	606,6	1,480

Tablo 3.26’da dispers boyarmadde ile boyanan polipropilen liflerinin renk değerleri görülmektedir. ScJ katkılı polipropilen liflerinin renk değerleri incelendiğinde, lifin içerdiği katkı miktarı arttıkça toplam renk farkının da artış gösterdiği görülmektedir. Renk analizi değerleri incelendiğinde, %1,7 ScJ/PP ve %2 ScJ/PP liflerinin renk koyuluğu değerlerinin %100 PP lifinin renk koyuluğunun sırası ile yaklaşık 1,5 ve 2,5 katı olduğu belirlenmiştir. %1,4 oranında ScJ katkısı ise %100 PP lifinin K/S değerini %44 oranında azaltmıştır. Bu sonuçlara göre %1,4 ScJ/PP lifinin boyarmaddeyi içine aldığı, %100 PP lifinde ise boyarmaddenin yüzeyde kalarak lekelenme nedeni ile renklendiği düşünülmektedir. %1,4 SPJ/PP ile %100 PP lifinin renk değerlerinin birbirine yakın olduğu görülmektedir.

Tablo 3.26 Dispers boyarmadde ile boyanan polipropilen liflerinin renk analizi değerleri

	%R	K/S	Dalga boyu (nm)	ΔE (Toplam renk farkı)
%100 PP	21,833	1,3992	580	-
%1,4 SPJ/PP	19,526	1,6582	580	2,486
%1,4 ScJ/PP	30,773	0,7787	580	8,774
%1,7 ScJ/PP	10,960	3,6168	580	17,644
%2 ScJ/PP	8,6767	4,8060	580	20,937

* %R: Remisyon; K/S: Renk koyuluğu

Dispers boyarmadde ile boyanan polipropilen liflerinin renk analizi, TS EN ISO 105-C06 standardında belirtilen A1S metoduna göre 40°C sıcaklıkta 30 dakika süre ile yıkama ve 2 kere 40°C sıcaklıkta su ile durulama işlemleri sonrası tekrar gerçekleştirilmiştir. Liflerin yıkama öncesi ve sonrası renk analizi değerlerinin karşılaştırmalı hali Tablo 3.27’de verilmektedir.

Renk analizi verileri incelendiğinde, her bir lif tipi için yıkama işlemi sonrası liflerin remisyon değerlerinin arttığı, renk koyuluğu değerlerinin azaldığı görülmektedir. Ayrıca liflerde yıkama işlemi öncesinde ve sonrasında renk farkı meydana geldiği tespit edilmiştir.

Veriler daha detaylı incelendiğinde, jüt katkılı liflerde %100 PP lifine göre yıkama sonrası renk farkının arttığı, kompozit liflerin ise renk farkı değerlerinin birbirine yakın olduğu belirlenmektedir. Tablo 3.28’de polipropilen liflerinin verilen yıkama haslığı test sonuçları incelendiğinde de, haslık sonuçlarının birbirine yakın olduğu görülmektedir.

Tablo 3.27 Dispers boyarmadde ile boyanan %100 PP, %1,4 SPJ/PP ve %1,4 ScJ/PP liflerinin yıkama sonrası renk analizi değerlerinin karşılaştırmalı gösterimi

		%R	K/S	Dalga boyu (nm)	ΔE (Toplam renk farkı)
Yıkanmamış	%100 PP	21,833	1,3992	580	-
Yıkanmış	%100 PP	22,783	1,3085	580	2,584
Yıkanmamış	%1,4 SPJ/PP	19,526	1,6582	580	-
Yıkanmış	%1,4 SPJ/PP	20,260	1,5962	580	5,017
Yıkanmamış	%1,4 ScJ/PP	30,773	0,7787	580	-
Yıkanmış	%1,4 ScJ/PP	32,030	0,7125	580	5,333

* %R: Remisyon; K/S: Renk koyuluğu

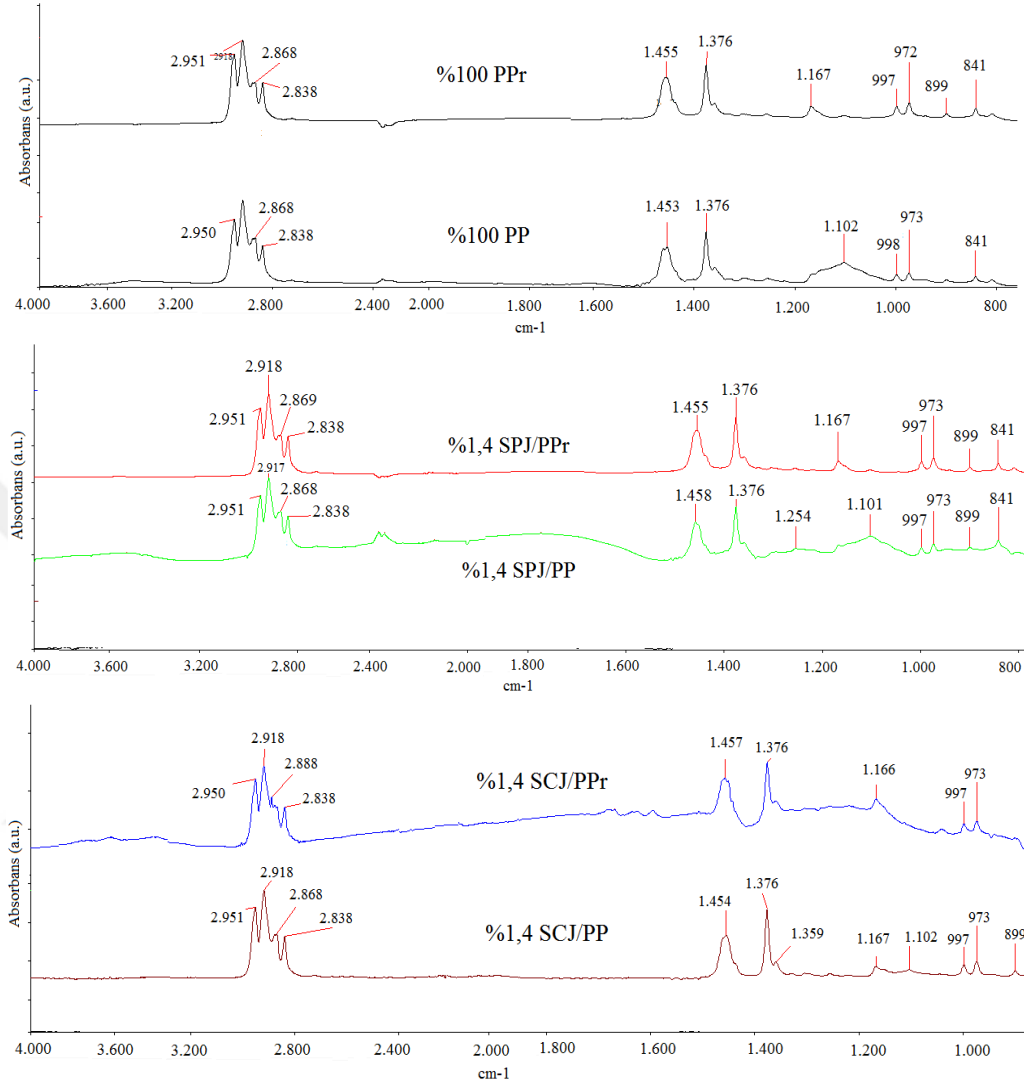
Tablo 3.28 Dispers boyarmadde ile boyanan %100 PP, %1,4 SPJ/PP ve %1,4 ScJ/PP liflerinin yıkama haslığı test sonuçları

		%100 PP	%1,4 SPJ/PP	%1,4 ScJ/PP
Renk değişimi derecesi (A02)		4/5	5	5
	Wo	5	5	5
	PAN	5	5	5
Kirlenme derecesi (A03)	PA 6.6	4/5	4/5	4
	PET	4/5	4/5	4
	CO	4/5	4/5	4/5
	CA	5	5	4/5

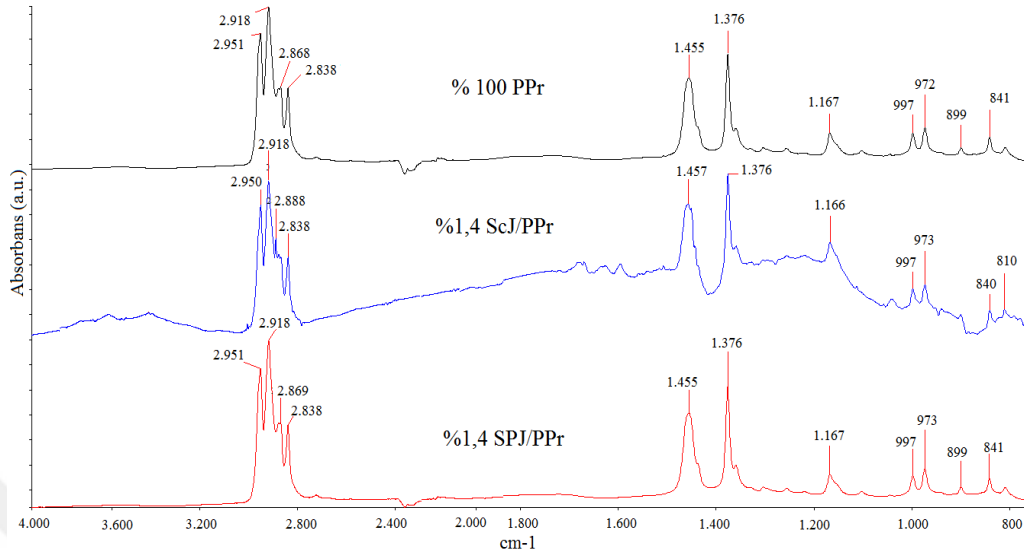
3.6.6 Dispers Boyarmadde ile Boyanan Renkli %100 Polipropilen, %1,4 SPJ/PP ve %1,4 ScJ/PP Liflerinin FTIR Analizi

Şekil 3.64’de dispers boyarmadde ile boyanmış ve ham polipropilen liflerinin FTIR spektrumlarının karşılaştırmalı gösterimi, Şekil 3.65’de dispers boyarmadde ile boyanmış polipropilen liflerinin FTIR spektrumları verilmektedir.

Şekil 3.64’deki FTIR spektrumları genel olarak değerlendirildiğinde, tüm polipropilen lif tipleri için renkli ve renksiz polipropilen liflerinin birbirine yakın absorpsiyon bantlarında pikler verdiği ve kimyasal yapısında önemli bir değişim meydana görülmüştür. FTIR spektrumları detaylı olarak incelendiğinde, ham polipropilen liflerin 1.102 cm^{-1} absorpsiyon bandında bulunan, lifin C-C ve C-H bantlarını gösteren pikin şiddetinin boyama işlemi sonrası önemli derecede azaldığı görülmektedir.



Şekil 3.64 Dispers boyarmadde ile boyanmış ve ham polipropilen liflerinin FTIR spektrumlarının karşılaştırmalı gösterimi



Şekil 3.65 Dispers boyarmadde ile boyanmış polipropilen liflerinin FTIR spektrumları

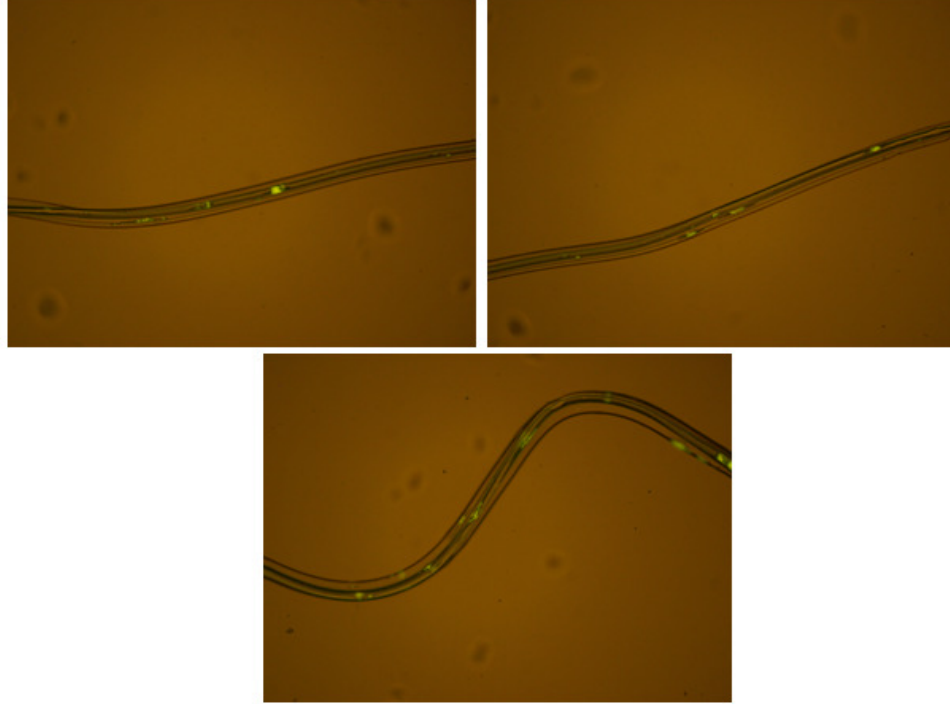
3.6.7 ScJ Katkılı Polipropilen Liflerinin Floresans Mikroskop İncelemesi

Silikon yağı ile modifiye edilen jüt katkılı polipropilen liflerinin floresans mikroskop görüntüleri Şekil 3.66-3.68'de gösterilmektedir. Tablo 3.29'da polipropilen lifleri içerisindeki jüt partiküllerinin floresans mikroskop görüntülerinden elde edilen boyut ölçüm değerleri iki boyutlu olacak şekilde verilmektedir. Şekil 3.66-3.68'deki lif görüntüleri incelendiğinde, jüt lifinin ve polipropilen filamentleri içerisindeki jüt partiküllerinin oto-floresans karakterleri nedeni ile farklı renk verdikleri görülmektedir. Godet çıkırıklarına sarılamayan %1,7 ScJ/PP ve %2 ScJ/PP liflerinin %1,4 ScJ/PP liflerine göre çok daha kalın olduğu görülmektedir. Ayrıca polipropilen liflerinin içerdiği katkı miktarı arttıkça jüt partiküllerinin boyutları artış göstermektedir. Bu nedenle polipropilen lif içerisindeki yüksek katkı oranlarında jüt partikülleri arasındaki etkileşim nedeni ile aglomere olduğu belirlenmiştir.

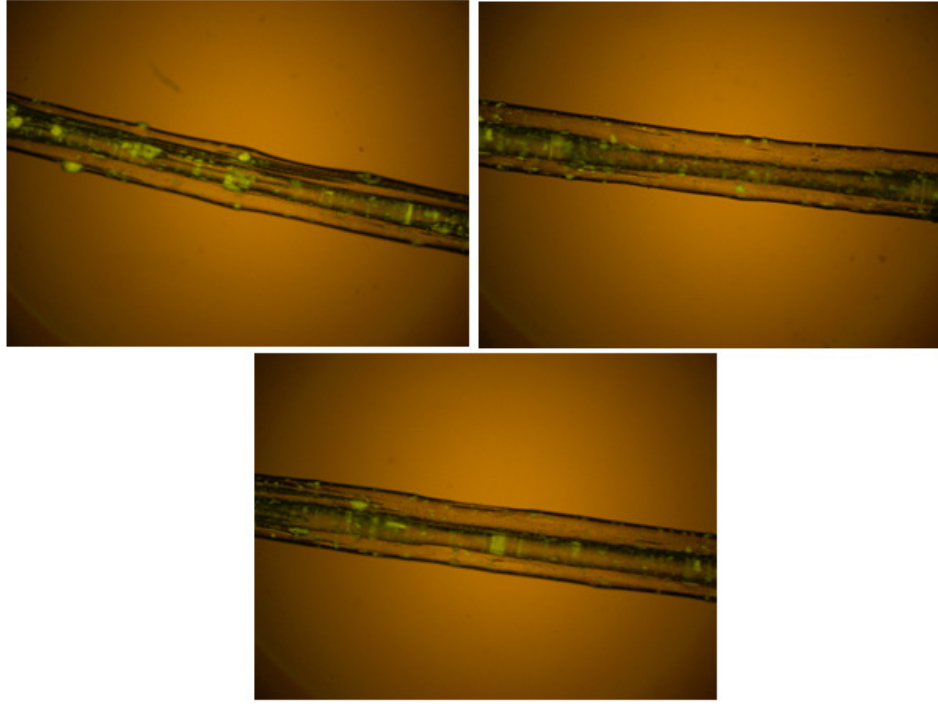
Tablo 3.29 ScJ partiküllerinin polipropilen lifleri içerisindeki boyut değerleri

	Boyut (µm)
%1,4 ScJ/PP	8,27x22,53 (4,65x19,24)
%1,7 ScJ/PP	8,59x22,93 (5,74x12,82)
%2 ScJ/PP	11,56x31,08 (7,17x14,00)

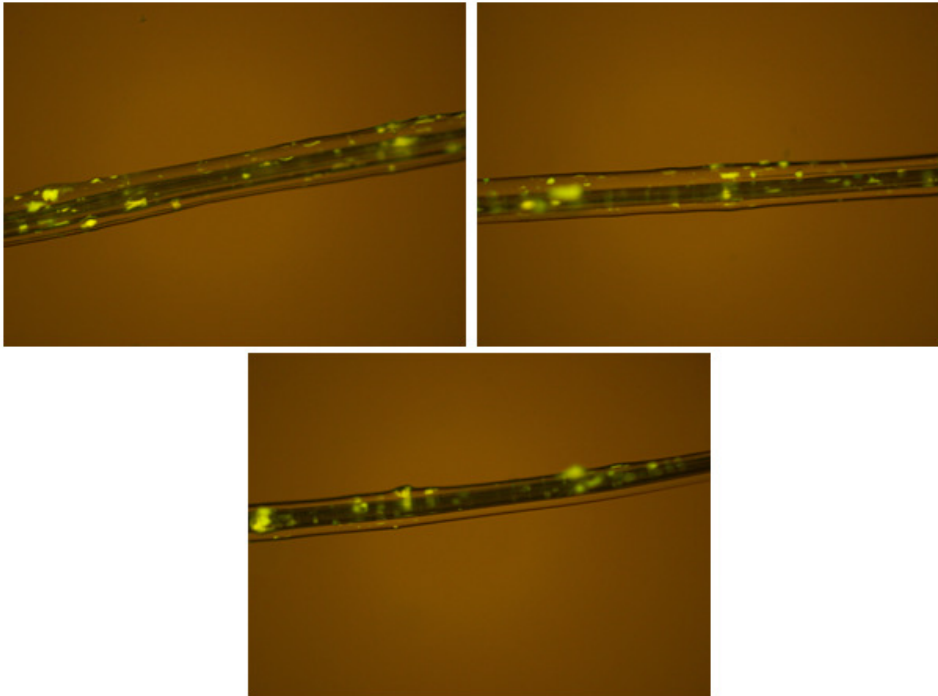
*Standart sapma değerleri parantez içinde gösterilmektedir.



Şekil 3.66 %1,4 ScJ/PP liflerinin floresans mikroskop görüntüleri (x50)



Şekil 3.67 %1,7 ScJ/PP liflerinin floresans mikroskop görüntüleri (x50)



Şekil 3.68 %2 ScJ/PP liflerinin floresans mikroskop görüntüleri (x50)

Yapılan lif üretim denemeleri sonucu lifin %1,4 oranındaki ScJ katkı miktarının lifin çekilebilirliği, kristalizasyonunun ve oryantasyonunun gelişmesi açısından bu çalışma kapsamında limit değeri olduğu belirlenmiştir. Uygulanan analiz ve test bulgularının değerlendirilmesi sonucu ScJ katkısının lifin termal bozunma sıcaklıklarını ve nem absorpsiyonunu arttırdığı saptanmıştır.



BÖLÜM DÖRT

SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu doktora tezi çalışması kapsamında, farklı kimyasal yöntemler ile modifiye edilen jüt lifleri katkılı kompozit polipropilen liflerinin üretimi ve katkı maddesinin polipropilen liflerinin kimyasal, yapısal, fiziksel ve morfolojik özelliklerine olan etkisinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla, katkı maddesi olarak kullanılması planlanan jüt liflerinin modifikasyon aşamasında kimyasal madde, konsantrasyon, sıcaklık ve süre gibi işlem parametreleri çeşitlendirilerek eriyikten lif çekim yöntemine göre polipropilen lif üretiminde aglomerasyonun azaltılmasında en etkili olacağı düşünülen parametreler belirlenmiş, lifler modifiye edilip katkılılandırılarak kompozit lif üretimi gerçekleştirilmiştir. Hem modifikasyon yöntemlerinin jüt liflerine etkisini hem de jüt katkısının üretilen polipropilen liflerine etkisini değerlendirmek amacı ile uygulanan farklı karakterizasyon analizleri ve test yöntemlerinin sonuçları aşağıda özetlenmektedir:

Çalışmanın ilk aşamasında, jüt liflerinin iplik formunda yükseltgen karakterdeki potasyum permanganat, potasyum dikromat ve sodyum perborat trihidrat maddelerin sulu çözeltileri (% 0,02 konsantrasyonunda, 2 dakika süre ve oda sıcaklığında) ile modifikasyon çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Yapılan literatür çalışmasında sodyum perborat trihidratın kompozit malzeme üretiminde selüloz esaslı liflerin modifikasyonu amaçlı olarak kullanıldığı çalışmaya rastlanmamıştır. Bu nedenle, çalışmada sodyum perborat trihidratın modifikasyon etkinliğinin bu amaç doğrultusunda yaygın olarak kullanılan potasyum dikromat ve potasyum permanganat ile karşılaştırılması da amaçlanmıştır. Karakterizasyon aşamasında gerçekleştirilen FTIR ve XPS analizi sonuçları modifikasyon işlemlerinin jüt lifinin alkol gruplarını azalttığını, karbonil gruplarını arttırdığını göstermiştir. Tüm modifikasyon işlemleri, hidrofilliğin önemli bir göstergesi olan jüt lifi yüzeyinin O/C oranını azaltarak (C/O oranını arttırarak) yüzey polaritesinin azaltılmasında etkili olmuşlardır. Yapılan kimyasal işlemlerden sodyum perborat trihidrat modifikasyonunun jüt lifinin yüzey pürüzlülüğünün ve jüt/polipropilen arası arayüzey kayma dayanımının arttırılmasında en etkili yöntem olduğu belirlenmiş ve

bundan sonraki çalışmalar sodyum perborat trihidrat modifikasyonunun işlem parametreleri çeşitlendirilerek jüt lifinin toz formda modifikasyon çalışmaları gerçekleştirilmiştir.

Çalışmanın ikinci aşamasında, jüt lifleri öğütülerek toz hale getirilmiş ve sodyum perborat trihidratın daha yüksek konsantrasyonunda ve daha uzun işlem süresinde modifikasyon denemeleri gerçekleştirilmiştir. Jüt lifleri sodyum perborat trihidratın %0,5, %1 ve %2 konsantrasyonundaki sulu çözeltilerinde 25 dakika süre ile modifiye edilmiştir. Lifin yüzey kimyası analiz edildiğinde, jütün C/O oranına düşük konsantrasyonlarda yapılan modifikasyon işleminin belirgin bir etkisi olmadığı, %2'lik konsantrasyonda yapılan işlem sonrası ise %3,6 oranında bir artış meydana geldiği tespit edilmiştir. Çalışmanın her iki aşamasında elde edilen sonuçlar beraber değerlendirildiğinde, %2 konsantrasyonda 25 dakika süre ile yapılan kimyasal muamele toz formunda jüt liflerinin C/O oranını %3,6 oranında arttırırken, %0,02 konsantrasyondaki çözeltide 2 dakika süre ile yapılan kimyasal muamele iplik formundaki jüt lifinin C/O oranını %21,3 oranında arttırmıştır. Liflerin toz halde etkileşime giren yüzey alanı artarken, birim yüzey başına etki eden madde miktarı azalmaktadır. Bu nedenle toz haldeki jüt liflerinin polimer içerisindeki dağılımı sağlamak amacı ile yüzey hidrofobluğunu daha fazla arttırmak için daha yüksek konsantrasyonlarda ve modifikasyon etkinliğinin arttırmak için daha yüksek sıcaklıkta modifikasyon çalışmaları gerçekleştirilmiştir.

Çalışmanın üçüncü aşamasında, toz haldeki jüt liflerinin daha yüksek sıcaklıkta ve daha yüksek konsantrasyonlarda modifikasyon çalışmalarına devam edilmiştir. Jüt lifleri sodyum perborat trihidratın %5, %10, %15, %20 ve %30 konsantrasyondaki sulu çözeltilerinde 30 dakika süre ile 75°C sıcaklıkta modifiye edilmiştir. Jüt liflerinin yüzey kimyasında meydana gelen değişim incelendiğinde, %21,5 oranında artışla birlikte yüzey C/O oranında en fazla değişimin %10 konsantrasyonda yapılan sodyum perborat trihidrat muamelesi sonrası meydana geldiği olduğu tespit edilmiştir.

Yapılan modifikasyon çalışmalarının sonuçlarına göre jüt lifleri %10 konsantrasyondaki sodyum perborat trihidratın sulu çözeltileri ile 75°C sıcaklıkta 30 dakika süre ile modifiye edilmiştir. Modifiye jüt lifleri ağırlıkça %0, %0,3, %0,8 ve %1,4 oranlarında polipropilene eklenerek çift vidalı ekstrüderde polipropilen granülleri üretilmiştir. Polipropilen granüllerinden eriyikten lif çekim yöntemine göre trilobal enine kesitinde tekstüre polipropilen multifilamentleri üretilmiştir. Yapısal analiz sonuçlarına göre, jüt partikülleri polipropilen lifin kristalizasyon sıcaklığını arttırmakta, polipropilenin süper soğuma derecesi olarak da bilinen erime ve kristalizasyon sıcaklıkları arasındaki farkı da azaltmaktadır. Yapısal özelliklerde meydana gelen bu değişim jüt partiküllerinin polipropilen lif içerisindeki çekirdekleştirme etkisini göstermektedir. Hidrofilik esaslı özellikleri incelendiğinde, jüt katkısı artışı ile birlikte polipropilenin nem içeriğinin arttığı, kapılar yükselmesinin azaldığı tespit edilmiştir. Jüt lifinin absorpsiyonunun yüksek olması nedeni ile su moleküllerinin jüt lifinin absorpsiyonunda etkili olan grupları ile bağ yapması, suyun lif boyunca kılcal yükselmesini engellemektedir. Polipropilen lifleri kılcal etki göstererek sıvıyı hızlıca iletirken, jüt partikülleri sıvıyı absorbe ederek transferini yavaşlatmakta ve azaltmaktadır. Polipropilenin termal iletkenliğinin %0,8' lik jüt içeriğine kadar azaldığı, katkı artışı ile birlikte tekrar artış gösterdiği tespit edilmiştir. Jüt partiküllerinin polipropilen lif içerisindeki boyut dağılımı floresans mikroskop ile incelendiğinde, katkı miktarı arttıkça jüt partiküllerinin aglomerasyon eğiliminin arttığı, lif boyunca homojen bir dağılım göstermediği belirlenmiştir.

Çalışmanın dördüncü aşamasında, daha yüksek katkı oranına sahip kompozit polipropilen liflerini üretebilmek amacı ile toz haldeki jüt liflerinin farklı kimyasal maddeler ile modifikasyon çalışmalarına devam edilmiştir. Toz haldeki jüt lifleri lakkaz enzimi/tween 20, silan, stearik asit ve silikon yağı ile modifiye edilmiştir. Modifikasyon çalışmalarının jütün özelliklerine olan etkisi araştırıldığında, %9 oranında meydana gelen artış ile birlikte silikon yağı modifikasyonunun jütün C/O oranını en fazla arttırdığı, nem içeriğini ise %74 oranında azalttığı belirlenmiştir. Tüm modifikasyon çalışmalarının jütün termal stabilitesini geliştirdiği, kristalinitesini ise azalttığı tespit edilmiştir.

Yapılan kimyasal işlemlerin jütün özelliklerine olan etkilerini değerlendirmek için yapılan analiz sonuçlarına göre, jüt lifleri silikon yağı ile modifiye edilmiş ve modifiye jüt lifleri ağırlıkça %1,4, %1,7 ve %2 oranlarında polipropilene eklenerek çift vidalı ekstrüderde polipropilen granülleri üretilmiştir. Eriyikten lif çekim işlemi sırasında tüm granüllerden filament çekimi gerçekleştirilmiş, ancak %1,7 ve %2 oranında jüt içeren polipropilen granüllerinden filament üretiminde meydana gelen teknik problemler nedeni ile germe-çekme işlemi yapılamamıştır. Karakterizasyon aşamasında liflere uygulanan yapısal analiz sonuçlarına göre, polipropilenin içerdiği jüt katkı içeriği arttıkça polipropilenin C-C ve C-H bantlarının yoğunluğunun azaldığı ve jüt katkısının polipropilenin termal stabilitesini geliştirdiği tespit edilmiştir. Ayrıca jüt katkısı ve katkı miktarının artışının polipropilen lifin kristalinitesini azalttığı, polipropilenin nem içeriğinin ise katkı miktarı ile birlikte artış gösterdiği belirlenmiştir. Dispers boyarmadde ile yapılan boyama çalışmaları sonucu liflerin renk değerlerinde değişim meydana gelmiştir. Ancak boyarmadde çözetilerinin UV-vis spektrofotometre ile yapılan absorbans ölçüm değerleri, polipropilen lifin boyarmaddeyi bağlamaktan ziyade çözelti içerisindeki suyu tuttuğunu, bu nedenle çözeltinin konsantrasyonunu arttırdığını göstermektedir. Jüt partiküllerinin polipropilen lif içerisindeki boyut dağılımı floresans mikroskop ile incelendiğinde, katkı miktarı arttıkça jüt partiküllerinin aglomerasyon eğiliminin arttığı, lif boyunca homojen bir dağılım göstermediği belirlenmiştir.

Yine tez çalışması kapsamında halı atkı ipliği olarak kullanılan atık jüt lifleri de öğütülerek toz formuna getirilmiş ve alkali ön işlemle birlikte silan ve florokarbon kimyasal maddeleri ile modifiye edilmiştir. Jüt liflerinin modifikasyon sonrası özellikleri analiz edilmiş ve ağırlıkça %0,5 oranındaki modifiye jüt lifleri ve uyumluluk geliştirici olarak kullanılan MAPP polipropilene eklenerek kompozit lif üretimleri gerçekleştirilmiştir. Kompozit polipropilen liflerinde yapılan analizlerde liflerin termal davranışları, kristalizasyonları ve mukavemetleri gibi yapısal özelliklerinde önemli bir değişim olmadığı öte yandan nem absorpsiyonunun beklenen şekilde geliştiği görülmüştür. Floresans mikroskop ile yapılan incelemelerde en homojen katkı malzemesi dağılımının florokarbon ile muamele edilen katkı malzemesi ve maleik anhidrid aşılınmış polipropilen yardımcı maddesi

içeren polipropilen kompozit liflerde olduğu görülmüştür. Yapılan floresans mikroskop analizleri de katkı malzemeleri dağılımının aglomerasyon nedeni ile homojen olmadığını göstermiştir.

Bu çalışma kapsamında, dünyada en çok üretilen kimyasal lif olan polipropilen liflerinin kullanım özelliklerini geliştirmek amacı ile selüloz esaslı doğal bir lif olan jüt lifleri polipropilene eklenerek kompozit polipropilen liflerinin üretimi gerçekleştirilmiştir. Polipropilen filamentlerinin üretimini gerçekleştirmek için hidrofilik karakterdeki jüt partiküllerinin ekstrüderde eriyik haldeki polipropilen içerisindeki dağılımını sağlamak amacı ile jüt partiküllerinin yüzey polaritesinin azaltılması gereklidir. Jüt lifleri ile ilgili elde edilen tüm bulgular dikkate alındığında, modifikasyon amaçlı kullanılan kimyasal maddenin, çözelti konsantrasyonunun, işlem süresinin ve işlem sıcaklığının jütün yüzey hidrofilliğinin azaltılmasındaki etkisinin önemli olduğu anlaşılmıştır. Jütün modifikasyonu için kullanılan sodyum perborat trihidratın selüloz esaslı doğal liflerin modifikasyonu amaçlı olarak kullanıldığı ilk çalışma olması nedeni ile literatüre katkı sağlayacağı düşünülmektedir. Ayrıca tez çalışması süresince konu ile ilgili literatür incelendiğinde, doğal lif katkılı kompozit lif üretimine ait daha önceden yapılan bir çalışmanın olmadığı tespit edilmiştir. Bu nedenle jüt katkılı polipropilen kompozit lif üretiminin de literatüre katkı sağlayacağı beklenmektedir.

Bundan sonraki yapılacak çalışmalarda, nem absorpsiyonu, boyarmadde alımı ve konfor özellikleri geliştirilen ve statik elektriklenme probleminin azaltıldığı, ağırlıkça %1,4'den daha yüksek oranlarda jüt ve benzeri selüloz esaslı doğal lif katkılı kompozit lif üretiminin gerçekleştirilebilmesi için farklı kimyasal modifikasyon işlemlerinin yanı sıra fiziksel modifikasyon yöntemlerinin de uygulanarak etkilerinin incelenmesinin katkılı kompozit lif alanında yapılacak çalışmalara önemli katkılar sağlayacağı beklenmektedir.

KAYNAKLAR

Akşit, A. (2007). *Tekstil kimyası ders notları*, Dokuz Eylül Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölümü, İzmir.

Alexander, B., Supriya, M. ve Thomas, L. (2005). Plant fibers as reinforcement for green composites. In: Mohanty AK, Misra M, Drzal LT, editors. *Natural fibers, biopolymers, and their biocomposites*. Boca Raton: CRC Press.

Arshad, K. ve Mujahid, M. (2011). *Biodegradation of textile materials*. Yüksek Lisans Tezi, Boras Üniversitesi, İsveç.

ASTM D 629-08 (2008). *Standart test methods for quantitative analysis of textiles*. Conshohocken, PA: American Society for Testing and Materials.

Awal, A., Ghosh, S. B. ve Sain, M. (2009). Development and morphological characterization of wood pulp reinforced biocomposite fibers. *Journal of Materials Science*, 44 (11), 2876-2881.

Awal, A., Ghosh, S. B. ve Sain, M. (2010). Thermal properties and spectral characterization of wood pulp reinforced bio-composite fibers. *Journal of Thermal Analyses and Calorimetry*, 99 (2), 695-701.

Bai, G., Jiang, W. ve Chen, L. (2006). Effect of interfacial thermal resistance on effective thermal conductivity of MoSi₂/SiC composites. *Materials Transactions*, 47 (4), 1247-1249.

Beşergil, B. (2008). *Polimer kimyası* (2.Baskı). Ankara: Gazi Kitabevi.

Bikiaris, D. N., Papageorgiou, G. Z., Pavlidou, E., Vouroutzis, N., Palatzoglou, P. ve Karayannidis, G. P. (2006). Preparation by melt mixing and characterization of

isotactic polypropylene/SiO₂ nanocomposites containing untreated and surface-treated nanoparticles. *Journal of Applied Polymer Science*, 100 (4), 2684–2696.

Biro, D. A., Pleizer, G. ve Deslandes, Y. (1993). Application of the microbond technique. IV. Improved fiber-matrix adhesion by RF plasma treatment of organic fibers. *Journal of Applied Polymer Science*, 47(5), 883-894.

Bismarck, A., Mishra, S. ve Lampke, T. (2005). Plant fibers as reinforcement for green composites. Mohanty, A.K., Misra, M. ve Drzal, L.T. (Ed.), *Natural fibers, biopolymers and biocomposites* (37-108). New York: CRC Press.

Bledzki, A. K. ve Gassan, J. (1999). Composites reinforced with cellulose based fibres. *Progress in Polymer Science*, 24 (2), 221-274.

Bozacı, E., Sever, K., Demir, A., Seki, Y., Sarıkanat, M. ve Özdoğan, E. (2009). Effect of the atmospheric plasma treatment parameters on surface and mechanical properties of jute fabric. *Fibers and Polymers*, 10 (6), 781-786.

Bulut, Y. ve Erdoğan, Ü. H. (2011). Selüloz esaslı doğal liflerin kompozit üretiminde takviye materyali olarak kullanımı. *Tekstil ve Mühendis*, 18 (82), 26-35.

Bulut, Y. ve Akşit, A. (2013). A comparative study on chemical treatment of jute fiber: potassium dichromate, potassium permanganate and sodium perborate trihydrate. *Cellulose*, 20 (6), 3155-3164.

Cai, M., Takagi, M., Nakagaito, A.N., Katoh, M., Ueki, T., Waterhouse, G.I.N. ve diğer. (2015). Influence of alkali treatment on internal microstructure and tensile properties of abaca fibers. *Industrial Crops and Products*, 65, 27-35.

Cao, Y., Shibata, S. ve Fukumoto, I. (2006). Mechanical properties of biodegradable composites reinforced with bagasse fibre before and after alkali treatments. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37 (3), 423-429.

- Chiu, C. W., Lin, C. A. ve Hong, P. D. (2011). Melt-spinning and thermal stability behavior of TiO₂ nanoparticle/polypropylene nanocomposite fibers. *Journal of Polymer Research*, 18 (3), 367-372.
- Chowdhury, M. J. A. ve Wolcott, M. P. (2007). Compatibilizer selection to improve mechanical and moisture properties of extruded wood-HDPE composites. *Forest Products Journal*, 57 (9), 46-53.
- Corrales, F., Llop, M., Mutjé, P., Vilaseca, F. ve Gandini, A. (2002). Jute fibers esterification to improve the adhesion with the matrix in reinforced polymers. *Iberoamerican Congress on Pulp and Paper Research*. 10-12 Ekim 2002, Sao Paulo, Brazil.
- Corrales, F., Vilaseca, F., Llop, M., Girones, J., Mendez, J.A. ve Mutje, P. (2007). Chemical modification of jute fibers for the production of green-composites. *Journal of Hazardous Materials*, 144 (3), 730-735.
- Coseri, S., Nistor, G., Fras, L., Strnad, S., Harabagiu, V. ve Simionescu, B. C. (2009). Mild and selective oxidation of cellulose fibers in the presence of n-hydroxyphthalimide. *Biomacromolecules*, 10 (8), 2294–2299.
- C-Therm (2015). *C-Therm TCI termal iletkenlik test cihazının genel görünümü*. 3 Eylül 2015, http://www.ctherm.com/products/tci_thermal_conductivity.
- Çavdar, A. D., Mengeloğlu, F., Karakuş, K. ve Tomak, E. D. (2014). Effect of chemical modification with maleic, propionic, succinic anhydrides on some properties of wood flour filled HDPE composites. *Bioresources*, 9 (4), 6490-6503.
- Çeçen Plastik (2015). *Sentetik çim halı*. 3 Eylül 2015, <http://plastikkasa.biz/-paspas-cimhali-main.html>.

Çinçik, E. (2010). *İğneleme yöntemiyle üretilen polyester/viskon karışımı dokusuz yüzey özelliklerinin deneysel ve istatistiksel analizi*. Doktora Tezi, Çukurova Üniversitesi, Adana.

Das, B., Das, A., Kothari, V., Fanguiero, R. ve Araujo, M. D. (2009). Moisture flow through blended fabrics–Effect of hydrophilicity. *Journal of Engineered Fibers and Fabrics*, 4 (4), 20-28.

Das, K., Ray, D., Banerjee, C., Bandyopadhyay, N. R., Sahoo, S., Mohanty, A. K. ve diğer. (2010). Physicomechanical and thermal properties of jute-nanofiber-reinforced biocopolyester composites. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 49 (6), 2775-2782.

Delta Floraxx (2015). *Jeotekstilller*. 3 Eylül 2015, <http://v3.arkitera.com/commercial.php?action=displayCommercial&ID=724>.

Demotix (2015). *Jüt bitkisi ve jüt bitkilerinin hasadı*. 3 Eylül 2015, <http://www.demotix.com/news/2176429/jute-cultivation-acreage-bangladesh-rises-7#media-2176027>.

Doan, T. T. L. (2006). *Investigation on jute fibres and their composites based on polypropylene and epoxy matrices*. Doktora Tezi, Der Fakultät Maschinenwesen Der Technischen Universität, Dresden.

Dong, A., Yu, Y., Yuan, J., Wang, Q. ve Fan, X. (2014). Hydrophobic modification of jute fiber used for composite reinforcement via laccase-mediated grafting. *Applied Surface Science*, 301, 418-427.

Duan, X., Zhang, C., Ju, X., Li, Q., Chen, S., Wang, J. ve diğer. (2013). Effect of lignocellulosic composition and structure on the bioethanol production from different poplar lines. *Bioresource Technology*, 140, 363-367.

- Durur, G. ve Öner, E. (2013). The comfort properties of the terry towels made of cotton and polypropylene yarns. *Journal of Engineered Fibers and Fabrics*, 8 (2), 1-10.
- Eagleson, M. (1993). *Concise encyclopedia chemistry* (1. Baskı). Berlin: Walter de Gruyter.
- El-Shekeil, Y. A., Sapuan, S. M., Khalina, A., Zainudin, E.S. ve Al-Shuja'a, O. M. (2012). Effect of alkali on alkali treatment on mechanical and thermal properties of kenaf reinforced thermoplastic polyurethane composite. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 109 (3), 1435-1443.
- Erdem, N., Cireli Akşit, A. ve Erdogan, U. H. (2009). Flame retardancy behaviors and structural properties of polypropylene/nano-SiO₂ composite textile filaments. *Journal of Applied Polymer Science*, 111 (4), 2085-2091.
- Erdem, N., Erdogan, U. H., Cireli Akşit, A. ve Onar, N. (2010). Structural and ultraviolet-protective properties of nano-TiO₂ doped polypropylene filaments. *Journal of Applied Polymer Science*, 115 (1), 152-157.
- Erdoğan, Ü. H. (2008). *Jeotekstillerde kullanılan polipropilen liflerin kullanımındaki özelliklerinin çeşitli metodlarda incelenmesi*. Doktora Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi, İzmir.
- Erdoğan, Ü.H. (2012). *Kullanım Özelliği Geliştirilmiş Selülozik Lif Atığı Katkılı Kompozit Lif Üretimi*. 111M498, TÜBİTAK, Ankara.
- Erdoğan, Ü.H., Seki, Y., Aydoğdu, G., Akşit, A. ve Kutlu, B. (2015). An investigation on structural properties of jute particle doped polypropylene filaments, *Industria Textila*, 66 (5), 243-249.

- Erdoğan, Ü.H., Seki, Y., Aydoğdu, G., Kutlu, B. ve Akşit, A. (2016). Effect of different surface treatments on the properties of jute, *Journal of Natural Fibers*, 13, 158–171.
- Everaert, V. (2004). Understanding the impact of functional additives in PP fiber extrusion. *Chemical Fibers International*, 54, 192-228.
- FAO (2015). *Jüt liflerinin yıllara dünya üretim miktarları*. 10 Eylül 2014, <http://faostat3.fao.org/download/Q/QC/E>.
- Feng, L., Zheng, J., Yang, H., Guo, Y., Li, W. ve Li, X. (2011). Preparation and characterization of polyethylene glycol/active carbon composites as shape-stabilized phase change materials. *Solar Energy Materials & Solar Cells*, 95 (2), 644-650.
- Gassan, J. ve Bledzki, A. K. (1999). Alkali treatment of jute fibers: Relationship between structure and mechanical properties. *Journal of Applied Polymer Science*, 71 (4), 623-629.
- George, J., Sreekala, M. S. ve Thomas, S. (2001). A review on interface modification and characterization of natural fiber reinforced plastic composites. *Polymer Engineering and Science*, 41 (9), 1471-1485.
- Gomathi, N. ve Neogi, S. (2009). Surface modification of polypropylene using argon plasma: Statistical optimization of the process variables. *Applied Surface Science*, 255 (17), 7590-7600.
- Gwon, J. G., Lee, S. Y., Doh, G. H. ve Kim, J. H. (2010). Characterization of chemically modified wood fibers using FTIR spectroscopy for biocomposites. *Journal of Applied Polymer Science*, 116 (6), 3212–3219.

- Hajfarajollah, H., Mehvari, S., Habibian, M., Mokhtarani, B. ve Noghabi, K. A. (2015). Rhamnolipid biosurfactant adsorption on a plasma-treated polypropylene surface to induce antimicrobial and antiadhesive properties. *Royal Society of Chemistry*, 5, 33089-33097.
- Harmancıoğlu, M. (1981). *Tekstil maddeleri II: Rejenere ve sentetik lifler* (1.Baskı). İzmir: Ege Üniversitesi Matbaası.
- Harmancıoğlu, M. ve Yazıcıoğlu, G. (1979). *Bitkisel lifler*. İzmir: Ege Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Yayınları.
- Hockenberger, A. (2004). *Tekstil fiziği* (1.Baskı), İstanbul: Alfa Yayınları.
- Huang, L. K. ve Sun, G. (2003). Durable and oxygen bleach rechargeable antimicrobial cellulose: Sodium perborate as an activating and recharging agent. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 42 (22), 5417-5422.
- Huda, S. M., Drzal, L. T., Mohanty, A. K. ve Misra, M. (2008). Effect of fiber surface-treatments on the properties of laminated biocomposites from poly(lactic acid) (PLA) and kenaf fibers. *Composites Science and Technology*, 68 (2), 424-432.
- Inoue, M. ve Hirasawa, I. (2013). The relationship between crystal morphology and XRD peak intensity on $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. *Journal of Crystal Growth*, 380, 169-175.
- International Natural Fiber Organization (2015). *Havuzlama sonrası elde edilen jüt liflerinin genel görünümü*. 3 Eylül 2015, <http://www.naturalfibersinfo.org/wp-content/uploads/2012/09/4.jpg>.
- Jabasingh, S. A. ve Nachiyar, C. V. (2012). Process optimization for the biopolishing of jute fibers with celluloses from *aspergillus nidulans* aj su04. *International Journal of Bioscience, Biochemistry and Bioinformatics*, 2 (1), 12–15.

- Jahagirdar, C. J. ve Tiwari, L. B. (2004). Effect of dichlorodimethylsilane on plasma treated cotton fabric. *Journal of Physics*, 62 (5), 1099-1109.
- Janicek, M., Polaskova, M., Holubar, R. ve Cermak, R. (2014). Surface-esterified cellulose fiber in a polypropylene matrix: Impact of esterification on crystallization kinetics and dispersion. *Cellulose*, 21 (6), 4039–4048.
- John, M. J. ve Thomas, S. (2008). Biofibres and biocomposites. *Carbohydrate Polymers*, 71 (3), 343-364.
- John, M. J., Anandjiwala, R., Oksman, K. ve Mathew, A. P. (2013). Melt-spun polylactic acid fibers: Effect of cellulose nanowhiskers on processing and properties. *Journal of Applied Polymer Science*, 127 (1), 274-281.
- JRS Products (2015). *Fibrillar structure of a cellulose fiber*. 18 Eylül 2015, http://www.jrs.eu/jrs_en/innovative-funktionen/uebersicht-funktionen-jrs-produkte/index.php.
- Kabalka, G. W., Shoup, T. M. ve Goudgaon, N. M. (1989). Sodium perborate: A mild and convenient reagent for efficiently oxidizing organoboranes. *Journal of Organic Chemistry*, 54 (25), 5930-5933.
- Kabir, M. M., Islam, M. M. ve Wang, H. (2013). Mechanical and thermal properties of jute fiber reinforced composites. *Journal of Multifunctional Composites*, 1 (1), 71-77.
- Kalaitzidou, K., Fukushima, H., Askeland, P. ve Drzal, L. T. (2008). The nucleating effect of exfoliated graphite nanoplatelets and their influence on the crystal structure and electrical conductivity of polypropylene nanocomposites. *Journal of Materials Science*, 43 (8), 2895-2907.

Kara, Ş. (2011). *Farklı enine kesit şekillerinde üretilen kimyasal liflerin yapısal davranışları ve kullanım özelliklerinin incelenmesi*. Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi, İzmir.

Karacan, İ. ve Benli, H. (2011). An X-ray diffraction study for isotactic polypropylene fibres produced with take-up speeds of 2500-4250 m/min. *Tekstil ve Konfeksiyon*, 21 (3), 201-209.

Karaduman, Y., Gökcan, D. ve Önal, L. (2012). Effect of enzymatic pretreatment on the mechnaical properties of jute-fiber-reinforced polyester composites. *Journal of Composite Materials*, 0 (0), 1-10.

Karian, H. G. (2003). *Handbook of polypropylene and polypropylene composites, revised and expanded* (2.Baskı). New York: CRC Press.

Kasen Nozzle (2015). *Dokuz yüzey üretimi için eriyikten püskürtme yöntemi*. 3 Eylül 2015, <http://www.kasen.co.jp/english/product/line/work.html>.

Kasen Nozzle (2015). *Dokuz yüzey üretimi için filament serme yöntemi*. 3 Eylül 2015, <http://www.kasen.co.jp/english/product/line/work.html>.

Khan, F. ve Ahmad, S. R. (1996). Chemical modification and spectroscopic analysis of jute fiber. *Polymer Degradation and Stability*, 52 (3), 335–340.

Khan, J. A., Khan, M. A., Islam, R. ve Gafur, A. (2010). Mechanical, thermal and interfacial properties of jute fabric-reinforced polypropylene composites: Effect of potassium dichromate. *Materials Sciences and Applications*, 1 (6), 350–357.

Khan, J. A., Khan, M. A. ve Islam, R. (2013). Effect of potassium permanganate on mechanical, thermal and degradation characteristics of jute fabric-reinforced polypropylene composite. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 34 (5), 671-680.

- Kim, H. S., Lee, B. H., Choi, S. W., Kim, S. ve Kim, H. J. (2007). The effect of types of maleic anhydride grafted polypropylen (MAPP) on the interfacial adhesion properties of bio-flour filled polypropylene composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 38 (6), 1473-1482.
- Kiplinger, J. L., Richmond, T. G. ve Osterberg, C. E. (1994). Activation of carbon-fluorine bonds by metal complexes. *Chemical Reviews*, 94 (2), 373-431.
- Kissel, W. J., Han, J. H. ve Meyer, J. A. (2003). Polypropylene: Structure, properties, manufacturing processes, and applications. Karian, H.G. (Ed.), *Handbook of Polypropylene and Polypropylene Composites* (2.Baskı). New York: Marcel Dekker Inc.
- Koch, P. A. (2000). Polypropylene fiber table second issue. *Chemical Fibers International*, 50, 233-253.
- Korte, S. (2006). *Processing-Property relationships of hemp fibre*. Yüksek Lisans Tezi. Canterbury Üniversitesi, Yeni Zelanda.
- Kotek, R., Afshari, M., Gupta, B. S., Kish, M. H. ve Jung, D. (2004). Polypropylene alloy filaments dyeable with disperse dyes. *Coloration Technology*, 120 (1), 26-29.
- Krishnan, K. B., Doraiswamy, I. ve Chellamani, K. P. (2005). Jute. Franck, R. R. (Ed.) *Bast and other plant fibers* (24-93). UK: Woodhead Publishing.
- Laval Lab (2015). *Fritsch pulverisette 7 genel görünümü*. 3 Eylül 2015, <http://lavallab.com/products/crushers/nonometric-planetary-ball-mill/>.
- Levine, R. L., Wehr, N., Williams, J. A., Stadtman, E. R. ve Shacter, E. (2000). Determination of carbonyl groups in oxidized proteins. *Methods in Molecular Biology*, 99, 15-24.

- Lewin, M. (2006). *Handbook of fiber chemistry* (3.Baskı). New York: CRC Press.
- Li, J., Zhou, C. ve Gang, W. (2003). Study on nonisothermal crystallization of maleic anhydride grafted polypropylene/montmorillonite nanocomposite. *Polymer Testing*, 22 (2), 217-223.
- Li, X., Tabil, L. G. ve Panigrahi, S. (2007). Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: A review. *Journal of Polymers and The Environment*, 15 (1), 25-33.
- Ligno Fuel (2015). *Bitkisel liflerin kimyasal bileşenlerinin lif içerisinde yerleşiminin şematik gösterimi*. 3 Eylül 2015, <https://lignofuel.wordpress.com/2010/09/15/lignocellulose/>.
- Liu, X. Y. ve Dai, G. C. (2007). Surface modification and micromechanical properties of jute fiber mat reinforced polypropylene composites. *Express Polymer Letters*, 1 (5), 299-307.
- Liu, Z. T., Yang, Y. N., Zhang, L. L., Liu, Z. W. ve Xiong, H. P. (2007). Study on the cationic modification and dyeing of ramie fiber. *Cellulose*, 14 (4), 337-45.
- Loan, T. T. (2006). *Investigation on jute fibres and their composites based on polypropylene and epoxy matrices*. Doktora Tezi, Der Fakultät Maschinenwesen der Technischen Universität, Dresden.
- Longo, C., Savaris, M., Zeni, M., Brandalise, N. ve Coulon Grisa, A. M. (2011). Degradation study of polypropylene (PP) and bioriented polypropylene (BOPP) in the environment. *Materials Research*, 14 (4), 442-448.
- Lyondellbasell (2013). *Additives: Nucleating and clarifying agents*. 16 Haziran 2013, <http://www.lyondellbasell.com/techlit/techlit/Tech%20Topics/General/Nucleating%20and%20Clarifying%20Agents.pdf>.

- Mallakpour, S. E., Hajipour, A. R., Zadhoush, A. ve Mahdavian, A. R. (2001). Efficient and novel method for surface oxidation of polypropylene in the solid phase using microwave irradiation. *Journal of Applied Polymer Science*, 79 (7), 1317–1323.
- Manikandan Nair, K. C., Thomas, S. ve Groeninckx, G. (2001). Thermal and dynamic mechanical analysis of polystyrene composites reinforced with short sisal fibres. *Composites Science and Technology*, 61 (16), 2519–2529.
- Marco, C., Ellis, G., Gomez, M. A. ve Arribas, J. M. (2002). Analysis of the dynamic crystallisation of isotactic polypropylene/ α -nucleating agent systems by DSC. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 68 (1), 61-74.
- Matrajit, G., Munoz Caro, G. M., Dratois, E., d’Hendecourt, L., Deboffle, D. ve Borg, J. (2005). FTIR analysis of the organics in IDPs: Comparison with the IR spectra of the diffuse interstellar medium. *Astronomy & Astrophysics*, 433 (3), 979-95.
- McIntyre, J. E. (2005). *Synthetic fibers: Nylon, polyester, acrylic, polyolefin* (1. Baskı). Cambridge: Woodhead Publishing Limited.
- Mennan Makine (2015a). *Düzelerden fışkırtılan eriyik haldeki polimer maddenin şematik gösterimi.* 3 Eylül 2015, <http://www.mennanmakina.com/web/sayfa.php?mod=urundetay&ct=36&id=48&dt=1>.
- Mennan Makine (2015b). *Düzenin şematik gösterimi.* 3 Eylül 2015, <http://www.mennanmakina.com/web/sayfa.php?mod=urundetay&ct=36&id=48&dt=1>.

- Mishra, S., Misra, M., Tripathy, S. S., Nayak, S. K. ve Mohanty, A. K. (2002). The influence of chemical surface modification on the performance of sisal-polyester biocomposites. *Polymer Composites*, 23 (2), 164-170.
- Mohanty, A. K., Misra, M. ve Hinrichsen, G. (2000). Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites: An overview. *Macromolecular Materials and Engineering*, 276-277 (1), 1-24.
- Mohanty, S., Nayak, S. K., Verma, S. K. ve Tripathy, S. S. (2004). Effect of MAPP as a coupling agent on the performance of jute-PP composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 23 (6), 625-637.
- Mohanty, A. K., Misra, M. ve Drzal, L. T. (2005). *Natural Fibers, biopolymers and biocomposites* (1. Baskı). New York: CRC Press.
- Mondal, I. H. (2013). Grafting of methyl acrylate and methyl methacrylate onto jute fiber: Physico-chemical characteristics of the grafted jute. *Journal of Engineered Fibers and Fabrics*, 8 (3), 42-50.
- Morales, J., Olayo, M. G., Cruz, G. J., Herrera-Franco, P. ve Olayo, R. (2006). Plasma modification of cellulose fibers for composite materials. *Journal of Applied Polymer Science*, 101, 3821-3828.
- Morshed, M. M., Alam, M. M. ve Daniels, S. M. (2010). Plasma treatment of natural jute fibre by RIE 80 plus plasma tool. *Plasma Science and Technology*, 12 (3), 325-329.
- Morton, W. E. ve Hearle, J. W. S. (1990). *Physical properties of textile fibers* (4.Baskı). New York: CRC Press.
- Mounika, M., Ramaniah, K., Ratna Prasad, A. V., Mohana Rao, K. ve Hema Chandra Reddy, K. (2012). Thermal conductivity characterization of bamboo

fiber reinforced polyester composite. *Journal of Materials and Environmental Science*, 3 (6), 1109-1116.

Mutlu, S. (2014). Jüt lifi ve tekstil - Hazır giyim sektöründe kullanım alanları. *Akdeniz Sanat*, 8 (4), 103-105.

Mwaikambo, L. Y. ve Ansell, M. P. (2002). Chemical modification of hemp, sisal, jute, and kapok fibers by alkalization. *Journal of Applied Polymer Science*, 84 (12), 2222–2234.

Mylsamy, K. ve Rajendran, I. (2010). Investigation on physio-chemical and mechanical properties of raw and alkali-treated agave americana fiber. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 29 (19), 2925-2935.

Nay, J. C., Pitt, W. G. ve Armstrong-Carroll, E. (1995). Improving adhesion in interleaf composites using plasma processing. *Journal of Applied Polymer Science*, 56 (4), 461-469.

NDA Teknik Tekstil (2015). *Medikal Tekstiller*. 3 Eylül 2015, <http://ndateknikteksstil.com/Urun-nda-teknik-teksstil.aspx?ID=18034&BSLK=Hijyen%20ve%20T%C4%B1bbi%20Tekstiller&KTGRID=10711#prettyPhoto>

Nevell, T. P. ve Zeronian, S. H. (1985). *Cellulose chemistry and its applications* (1.Baskı). New York: Halsted Press, John Wiley.

Oh, S. Y., Yoo, D. I., Shin, Y. ve Seo, G. (2005). FTIR analysis of cellulose treated with sodium hydroxide and carbon dioxide. *Carbohydrate Research*, 340 (3), 417–428.

- Olaru, N., Olaru, L., Vasile, C. ve Ander, P. (2011). Surface modified cellulose obtained by acetylation without solvents of bleached and unbleached kraft pulps. *Polimery*, 56 (11–12), 834–840.
- Olesen, P. O. ve Plackett, D. V. (1999). Perspectives on the performance of natural plant fibres. *Proceedings of the Natural Fibers Performance Forum*, Copenhagen, May 27–28, Denmark.
- Ouajai, S., Hodzic, A. ve Shanks, R. A. (2004). Morphological and grafting modification of natural cellulose fibers. *Journal of Applied Polymer Science*, 94 (6), 2456–2465.
- Ouajai, S. ve Shanks, R. A. (2005). Morphology and structure of hemp fibre after bioscouring. *Macromolecular Bioscience*, 5 (2), 124–134.
- Otohaus (2015). *Otomotiv Tekstiller*. 3 Eylül 2015, <http://www.otohaus.com/9&ic-doseme-otohaus.html>.
- Pandey, K. K. ve Pitman, A. J. (2003). FTIR studies of the changes in wood chemistry following decay by brown-rot and white-rot fungi. *International Biodeterioration & Biodegradation*, 52 (3), 151-160.
- Park, J. M., Kim, D. S. ve Lee, S. I. (1998). A study of degree of crystallinity on the interfacial properties of carbon and SiC two-fiber reinforced poly(etheretherketone). *Korea Polymer Journal*, 6 (2), 200-209.
- Paul, A., Joseph, K. ve Thomas, S. (1997). Effect of surface treatments on the electrical properties of low-density polyethylene composites reinforced with short sisal fibers. *Composites Science and Technology*, 57 (1), 67–79.
- Paul, S. A., Boudenne, A., Ibo, L., Candaub, Y., Joseph, K. ve Thomas, S. (2008). Effect of fiber loading and chemical treatments on thermophysical properties of

banana fiber/polypropylene commingled composite materials. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39 (9), 1582-1588.

Pawlak, A., Rozanski, A. ve Galeski, A. (2013). Thermovision studies of plastic deformation and cavitation in polypropylene. *Mechanics of Materials*, 67, 104-118.

Pinto, M. A., Chalivendra, V. B., Kim, Y. K. ve Lewis, A. F. (2014). Evaluation of surface treatment and fabrication methods for jute fiber/epoxy laminar composites. *Polymer Composites*, 35 (2), 310-317.

Plant Biochemistry (2015). *Jüt lifinin hücre yapısı*. 3 Eylül 2015, <http://www.uky.edu/~dhild/biochem/11B/lect11B.html>.

Plastics (2015). *Tek vidalı ekstrüderin şematik gösterimi*. 3 Eylül 2015, <http://www.plastics.com/extrusion-equipment/extrusion-what-is-pg2.html>.

Polymer Processing (2015). *Çift vidalı ekstrüderin şematik gösterimi*. 3 Eylül 2015, <http://www.polymerprocessing.com/operations/tscrew/index.html>.

Qin, M.Y. (2014). Global fibres overview. *Synthetic Fibres Raw Materials Committee Meeting*, 16 May 2014, Pattaya.

Rachini, A., Le Troedec, M., Peyratout, C. ve Smith, A. (2012). Chemical modification of hemp fibers by silane coupling agents. *Journal of Applied Polymer Science*, 123 (1), 601-610.

Rahman, R., Hasan, M., Huque, M. ve Islam, N. (2009). Physico-mechanical properties of maleic acid post treated jute fiber reinforced polypropylene composites. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 22, 365-381.

- Rana, A. K., Mandal, A., Mitra, B. C., Jacobson, R., Rowell, R. ve Banerjee, A. N. (1998). Short jute fiber-reinforced polypropylene composites: Effect of compatibilizer. *Journal of Applied Polymer Science*, 69 (2), 329-338.
- Rashed, H. M. M. A., Islam, M. A. ve Rizvi, F. B. (2006). Effects of process parameters on tensile strength of jute fiber reinforced thermoplastic composites. *Journal of Naval Architecture and Marine Engineering*, 3 (1), 1-6.
- Ray, D., Sarkar, B. K., Rana, A. K. ve Bose, N. R. (2001). Effect of alkali treated jute fibers on composite properties. *Bulletin of Material Science*, 24 (2), 129-135.
- Ray, D. ve Sarkar, B. K. (2001). Characterization of alkali-treated jute fiber for physical and mechanical properties. *Journal of Applied Polymer Science*, 80 (7), 1013-1020.
- Rayung, M., Ibrahim, N. A., Zainuddin, N., Saad, W. Z., Razak, N. I. A. ve Chieng, B. W. (2014). The effect of fiber bleaching treatment on the properties of poly (lactic acid)/oil palm empty fruit bunch fiber composites. *International Journal of Molecular Sciences*, 15 (8), 14728-14742.
- Retsch (2015). *Retch cutting mills sm 100 genel görünümü*. 3 Eylül 2015, <http://www.retsch.com.tr/tr/ueruenler/oeguetme/kesmeli-oeguetuecue/sm-100/fonksiyon-ozellikler/>.
- Rokbi, M., Osmani, H., Imad, A. ve Benseddiq, N. (2011). Effect of chemical treatment on flexure properties of natural fiber-reinforced polyester composite. *Procedia Engineering*, 10, 2092-2097.
- Rowell, R. M. ve Stout, H. P. (2006). Jute and kenaf. Lewin, M. (Ed.), *Handbook of Fibre Chemistry* (405-452). New York: CRC Press.

- Ryba, J., Ujhelyiova, A. ve Kristofic, M. (2008). Thermal Behaviour of oriented and un-oriented polymer blends from metallocene polypropylene. *Acta Chimica Slovaca*, 1 (1), 276 – 289.
- Saha, A. K. ve Mitra, B. C. (1996). Studies on cyanoethylation of jute fiber. *Journal of Applied Polymer Science*, 62 (5), 733-742.
- Sain, M., Suhara, P., Law, S. ve Bouilloux, A. (2005). Interface modification and mechanical properties of natural fiber-polyolefin composite products. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 24 (2), 121-130.
- Samuels, R. J. (1975). Quantative structural characterization of the melting behavior of isotactic polypropylene. *Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry*, 13 (7), 1417-1446.
- Sarwar Jahan, M., Saeed, A., He, Z. ve Ni, Y. (2011). Jute as raw material for the preparation of microcrystalline cellulose. *Cellulose*, 18, 451-459.
- Segal, L., Creely, J. J., Martin Jr, A. E. ve Conrad, C. M. (1959). An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-ray diffractometer. *Textile Research Journal*, 29 (10), 786-794.
- Seki, Y. (2009). Innovative multifunctional siloxane treatment of jute fiber surface and its effect on the mechanical properties of jute/thermoset composites. *Materials Science and Engineering: A*, 508 (1-2), 247–252.
- Seki, Y., Sever, K., Erden, S., Sarıkanat, M., Neşer, G. ve Özeş, Ç. (2012). Characterization of luffa cylindrica fibers and the effect of water aging on the mechanical properties of its composite with polyester. *Journal of Applied Polymer Science*, 123 (4), 2330–2337.

- Seki, Y., Sarıkanat, M., Sever, K. ve Durmuşkahya, C. (2013). Extraction and properties of *Ferula communis* (chakshir) fibers as novel reinforcement for composites materials. *Composites Part B: Engineering*, 44 (1), 517–523.
- Seki, Y., Seki, Y., Sarıkanat, M., Sever, K., Durmuşkahya, C. ve Bozacı, E. (2016). Evaluation of linden fibre as a potential reinforcement material for polymer composites. *Journal of Industrial Textiles*, 45(6), 1221-1238.
- Semba, T., Kitagawa, K., Endo, S., Maeda, K. ve Hamada, H. (2004). In situ fiber-reinforced composites from blends containing polypropylene and polycaprolactone. *Journal of Applied Polymer Science*, 91 (2), 833-840.
- Sernek, M. (2002). *Comparative analysis of inactivated surfaces*. Doktora Tezi. State Üniversitesi, Virginia.
- Sever, K. (2009). *The role of interfaces on the mechanical performance of fiber reinforced polymer composites*. Doktora Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi, İzmir.
- Sever, K., Sarıkanat, M., Seki, Y., Erkan, G., Erdoğan, Ü.H. ve Erden, S. (2012). Surface treatments of jute fabric: The influence of surface characteristics on jute fabrics and mechanical properties of jute/polyester composites. *Industrial Crops and Products*, 35 (1), 22-30.
- Sfiligoj Smole, M., Hribernik, S., Stana Kleinschek, K. ve Kreze, T. (2013). Plant fibers for textile and technical applications. Grundas, S. ve Stepniewski, A. (Ed.), *Advances in Agrophysical Research* (369-398). Croatia: Intech.
- Sgriccia, N., Hawley, M. C. ve Misra, M. (2008). Characterization of natural fiber surfaces and natural fiber composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39 (10), 1632–1637.

- Shahidi, S., Ghorannevis, M., Moazzenchi, B., Rashidi, A. ve Dorranean, D. (2007). Effect of using cold plasma on dyeing properties of polypropylene fabrics. *Fibers and Polymers*, 8(1), 123-129.
- Shishoo, R. (2007). *Plasma technologies for textiles* (1.Baskı). UK: Woodhead Publishing Limited.
- Singh, B., Gupta, M., Verma, A. ve Tyagi, O. S. (2000). FT-IR microscopic studies on coupling agents: Treated natural fibres. *Polymer International*, 49 (11), 1444-1451.
- Sinha, E. ve Panigrahi, S. (2009). Effect of plasma treatment on structure, wettability of jute fiber and flexural strength of its composite. *Journal of Composite Materials*, 43 (17), 1791-1802.
- Sinha, E. ve Rout, S. K. (2009). Influence of fiber surface treatment on structural, thermal and mechanical properties of jute fiber and its composite. *Bulletin of Material Science*, 32 (1), 35-76.
- Sinha, D. (2012). Structural modifications of gamma irradiated polymers: An FT-IR study. *Advances in Applied Science Research*, 3 (3), 1365-1371.
- Siqueira, G., Bras, J. ve Dufresne, A. (2010). Luffa Cyindrica as a lignocellulosic source of fiber, microfibrillated cellulose and cellulose nanocrystals. *Biosources*, 5 (2), 727-740.
- Skypack (2015). *Film yarma (şişme yöntemi) üretim hattı*. 3 Eylül 2015, <http://www.5layer.com/>.
- Slama, I. ve Mala, J. (1991). Induction period of crystallization of calcium chloride solutions in ethylene glycol. *Chemical Papers*, 45 (2), 221-225.

Soroudi, A. ve Skrifvars, M. (2008). *Preparation of melt spun conductive polypropylene/polyaniline fibres for smart textile applications*. 1 Eylül 2015, <http://bada.hb.se/bitstream/2320/4109/2/SoroudiSkrifvarsAmbience08.pdf>.

Spiridon, I., Teaca, C. A. ve Bodirlau, R. (2011). Structural changes evidenced by FTIR spectroscopy in cellulosic materials after pretreatment with ionic liquid and enzymatic hydrolysis. *Bioresources*, 6 (1), 400-413.

Spoljaric, S., Genovese, A. ve Shanks, R. A. (2009). Polypropylene–microcrystalline cellulose composites with enhanced compatibility and properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40 (6-7), 791-799.

Suzuki, K., Sato, A., Okumura, H., Hashimoto, T., Nakagaito, A.N. ve Yano, H. (2014). Novel high-strength, micro fibrillated cellulose-reinforced polypropylene composites using a cationic polymer as compatibilizer. *Cellulose*, 21 (1), 507-518.

Taj, S., Munawar, M. A. ve Khan, S. (2007). Natural fiber-reinforced polymer composites. *Pakistan Academy of Sciences*, 44 (2), 129-144.

Textile Innovation Knowledge Platform (2015). *Melt spinning*. 3 Eylül 2015, <http://www.tikp.co.uk/knowledge/technology/fibre-and-filament-production/melt-spinning/>.

Tripathi, D. (2002). *Practical guide to polypropylene* (1.Baskı). UK: Rapra Technology Ltd.

TS EN ISO 105-C06 (2010). *Tekstil- Renk haslığı deneyleri- Bölüm C06: Evsel yıkamaya ve ticari müesseselerde yıkamaya karşı renk haslığı*. Ankara: Türk Standartları Enstitüsü.

Türkçü, H. N. (2004). *Investigation of the crystallinity and orientation of polypropylene with respect to temperature changes using FTIR, XRD, and RAMAN techniques*. Yüksek Lisans Tezi, Bilkent Üniversitesi, Ankara.

- Van Bonn, C. (2015). Global fiber production: More polyester, less olefins and acrylics. *Chemical Fibers International*, 65 (3), 124-129.
- Van der Ven, S. (2012). *Polypropylene and other polyolefins: Polymerization and characterization* (1.Baskı), Amsterdam: Elsevier.
- Wang, B., Panigrahi, S., Tabil, L., Crerar, W. ve Sokansanj, S. (2003). Modification of flax fibers by chemical treatment. *CSAE/SCGR Meeting*, 6-9 July 2003, Montreal, Quebec.
- Wang, N., Zha, A. ve Wang, J. (2008). Study on the wicking property of polyester filament yarns. *Fibers and Polymers*, 9 (1), 97-100.
- Wang, Y., Jacob, K., Netravali, A., Pan, N., Zhang, X. ve Ucar, N. (2010). Melt spinning of cellulose-based fibers. *National Textile Center Annual Report, NTC Project F10-GT03* (1-8). 2 Eylül 2015, <http://www.ntcresearch.org/pdf-rpts/AnRp10/F10-GT03-A10.pdf>.
- Wei, Q., Yu, L., Mather, R. R. ve Wang, X. (2007). Preparation and characterization of titanium dioxide nanocomposite fibers. *Journal of Materials Science*, 42 (19), 8001-8005.
- Wertz, J. L., Bedue, O. ve Mercier, J. P. (2010). *Cellulose science and technology* (1.Baskı). İtalya: EFPL Press.
- Xiao, B., Sun, X. F. ve Sun, R. (2001). Chemical, structural, and thermal characterizations of alkali-soluble lignins and hemicelluloses, and cellulose from maize stems, rye straw, and rice straw. *Polymer Degradation and Stability*, 74 (2), 307-319.

Yan, H. ve Chen, Y. (2010). Blends of polypropylene and hyperbranched poly(phenylene sulphide) for production of dyeable PP fibers, *Iranian Polymer Journal*, 19 (10), 791-799.

Yapraksan Masterbatch (2015). *Renk pigmenti katkı polipropilen granülleri*. 3 Eylül 2015, <http://www.yapraksanmasterbatch.com/arge.html>

Zafeiropoulos, N. E., Williams, D. R., Baillie, C. A. ve Matthews, F. L. (2002). Engineering and characterization of the interface in flax fiber/polypropylene composite materials. Part I. Development and investigation of surface treatments, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 33 (8), 1083-1093.

Zaman, H. U., Khan, M. A. ve Khan, R. A. (2011). Surface modification of jute fabrics using acrylic monomers: Effect of additives. *International Journal of Polymeric Materials*, 60 (10), 754-765.

Zeronian, S. H. ve Inglesby, M. K. (1995). Bleaching of cellulose by hydrogen peroxide. *Cellulose*, 2, 265-272.

Zhang, J., Zhang, H. ve Zhang, J. (2014). Evaluation of liquid ammonia treatment on surface characteristics of hemp fiber. *Cellulose*, 21, 569-579.

Zheng, W. ve Wu, J. (2007). Preparation, crystallization, and spinnability of poly(ethylene terephthalate)/silica nanocomposites. *Journal of Applied Polymer Science*, 103 (4), 2564–2568.

Zhu, M. F. ve Yang, H. H. (2006). Polypropylene fibers. Lewin, M. (Ed.), *Handbook of Fiber Chemistry* (3. Baskı) (139-260). New York: CRC Press.