



**TARIMSAL ATIK KATKILI POLİBÜTİLEN
SÜKSİNAT KOMPOZİTLERİNİN HAZIRLANMASI
VE KARAKTERİZASYONU**

Fatma Nur BAYINDIR

**2022
YÜKSEK LİSANS TEZİ
METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ**

**Tez Danışmanı
Doç. Dr. Yasin KANBUR
Dr. Öğr. Üyesi Ümit TAYFUN**

**TARIMSAL ATIK KATKILI POLİBÜTİLEN SÜKSİNAT
KOMPOZİTLERİNİN HAZIRLANMASI VE KARAKTERİZASYONU**

Fatma Nur BAYINDIR

**T.C.
Karabük Üniversitesi
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümünde
Lisansüstü Tezi
Olarak Hazırlanmıştır**

**Tez Danışmanı
Doç. Dr. Yasin KANBUR
Dr. Öğr. Üyesi Ümit TAYFUN**

**KARABÜK
Ağustos 2022**

Fatma Nur BAYINDIR tarafından hazırlanan “TARIMSAL ATIK KATKILI POLİBÜTİLEN SÜKSİNAT KOMPOZİTLERİNİN HAZIRLANMASI VE KARAKTERİZASYONU” başlıklı bu tezin Yüksek Lisans Tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Doç. Dr. Yasin KANBUR

Tez Danışmanı, Kimya Anabilim Dalı

Dr. Öğr. Üyesi Ümit TAYFUN

Tez Danışmanı, Temel Bilimler Anabilim Dalı

Bu çalışma, jürimiz tarafından Oy Birliği ile Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Ünvanı, Adı SOYADI (Kurumu)

İmzası

Başkan : Dr. Öğr. Üyesi Ahmet BULUT (BARÜ)

Üye : Doç. Dr. Yasin KANBUR (KBÜ)

Üye : Dr. Öğr. Üyesi Ümit TAYFUN (BARÜ)

Üye : Dr. Öğr. Üyesi Engin ÇEVİK (KBÜ)

Üye : Dr. Öğr. Üyesi Sedef ŞİŞMANOĞLU (KBÜ)

KBÜ Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Yönetim Kurulu, bu tez ile, Yüksek Lisans derecesini onamıştır.

Prof. Dr. Hasan SOLMAZ

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü



“Bu tezdeki tüm bilgilerin akademik kurallara ve etik ilkelere uygun olarak elde edildiğini ve sunulduğunu; ayrıca bu kuralların ve ilkelerin gerektirdiği şekilde, bu çalışmadan kaynaklanmayan bütün atıfları yaptığımı beyan ederim.”

Fatma Nur BAYINDIR

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

TARIMSAL ATIK KATKILI POLİBÜTİLEN SÜKSİNAT KOMPOZİTLERİNİN HAZIRLANMASI VE KARAKTERİZASYONU

Fatma Nur BAYINDIR

Karabük Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı:

Doç. Dr. Yasin KANBUR

Dr. Öğr. Üyesi Ümit TAYFUN

Ağustos 2022, 58 sayfa

Bu çalışmada, doğal takviye malzemeleri olan hurma çekirdeği (HC) ve fındık kabuğu (FK) tozları biyobazlı polibütilen süksinat (PBS) matrisine eklenmiştir. Ayrıca polimer matris ile doğal dolgu maddeleri arasındaki ara yüzey yapışmasını ve özelliklerini iyileştirmek için doğal dolgu malzemesi olarak kullanılan hurma çekirdeği ve fındık kabuğuna alkalileme ve silanlama yüzey modifikasyonu işlemleri yapılmıştır. Kompozitlerin mekanik, morfolojik ve ısıl özellikleri incelenmiştir. Yüzey modifikasyonlu ve modifikasyonsuz hurma çekirdeği ve fındık kabuğu tozlarının karakterizasyonu için SEM ve ATR/FTIR analizleri kullanılmıştır. Kompozitler çift vidalı mikro-ekstrüder cihazıyla imal edilmiş ve enjeksiyonlu kalıplama cihazı ile şekillendirilen test örnekleri; çekme, termogravimetrik analiz (TGA), aşınma testi, termomekanik analiz (DMA), su emme ve alan etkili taramalı elektron mikroskopisi (FESEM) testleri kullanılarak karakterize edilmiştir.

Yapılan test sonuçlarına göre, hurma çekirdeđi ve fındık kabuđu eklenen kompozitlerin mekanik ve ısısızal özelliklerinin pozitif yönde etkilendiđi görölmüşür. Hurma çekirdeđi ve fındık kabuđunun yüzey modifikasyonu, polibütülen süksinat matris ve dolgu malzemesi arasında daha iyi arayüzey etkileşimi sağladıđı için PBS/modifiye HC ve PBS/modifiye FK kompozitleri için daha iyi mekanik, ısısızal ve morfolojik özellikler elde edilmiştir.

Anahtar Sözcükler : Polibütülen Süksinat, hurma çekirdeđi, fındık kabuđu, yüzey modifikasyonu, silanlama.

Bilim Kodu : 91524



ABSTRACT

M. Sc. Thesis

PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF AGRICULTURAL WASTE FILLED POLYBUTYLENE SUCCINATE COMPOSITES

Fatma Nur BAYINDIR

Karabük University

Institute of Graduate Programs

Department of Metallurgical and Materials Engineering

Thesis Advisor:

Assoc. Prof. Dr. Yasin KANBUR

Assist. Prof. Dr. Ümit TAYFUN

August 2022, 58 pages

In this study, date palm seed (DPS) and hazelnut shell (HS) powders, which are natural additives were added to the biobased polybutylene succinate (PBS) matrix. In order to improve the interfacial adhesion and properties between the polymer matrix and natural fillers, alkalization and silanization surface modification processes were applied to the date palm seed and hazelnut shell, which are used as natural fillers. The mechanical, morphological, and thermal properties of the composites were investigated. SEM and ATR/FTIR analyzes were used for the characterization of date palm seed and hazelnut shell powders with and without surface modification. Composites were manufactured with a twin-screw micro-extruder and shaped with an injection molding device. Tensile test, thermogravimetric analysis (TGA), wear test, thermomechanical analysis (DMA), water absorption, and field effect scanning electron microscopy (FESEM) tests were utilized. According to the test results, it was

observed that the mechanical and thermal properties of the composites were positively affected by date palm seed and hazelnut Shell inclusions. The higher mechanical, thermal, and morphological properties were obtained for PBS/modified DPS and PBS/modified HS composites since surface modification of additives provided better interfacial interaction between polybutylene succinate matrix and filler material.

Keywords : Polybutylene Succinate, Hazelnut Shell, Date Palm Seed, Surface modification, silanization.

Science Code : 91524



TEŞEKKÜR

Lisans ve Yüksek Lisans eğitim sürecimde mesleğiyle ve hayat yaklaşımlarıyla bizlere örnek olan, tez çalışmasının oluşumunda, araştırılmasında ve yürütülmesinde, desteğini esirgemeyen, engin bilgilerini paylaşan, tecrübelerinden yararlandığım yönlendirme ve bilgilendirmeleriyle çalışmamı bilimsel temeller ışığında şekillendiren sayın hocam Doç. Dr. Yasin KANBUR sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Ekokompozit malzemenin üretilmesi aşamasında yardımlarını, bilgilerini ve tecrübesini benden esirgemeyen sayın hocam Dr. Öğr. Üyesi Ümit TAYFUN' a teşekkür ederim.

Tez çalışmamda kendisine ne zaman danışsam bana kıymetli zamanını ayırıp benimle bilgilerini paylaşan, sabırla beni dinleyen, güler yüzünü ve samimiyetini benden esirgemeyen Dr. Öğr. Üyesi Sedef ŞİŞMANOĞLU' na teşekkür ederim.

Beni bugünlere sevgi ve sabırla getiren, bana olan inancını hiç yitirmeyen, her zaman maddi ve manevi destekleriyle yanımda olan annem, babam, abim ve canım dedeme, dünyanın en şanslı insanı olduğumu hissettiren kadim dostum Sema ÖZALP'e, bu süreçte anlayış ve desteğini benden esirgemeyen Hüseyin GÜLER'e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Bu tez çalışması Karabük Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP) Koordinatörlüğü tarafından KBÜBAP-21-YL-001 'nolu proje ile desteklenmiştir. Karabük Üniversitesi BAP Koordinatörlüğüne verdikleri maddi destekten dolayı teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
KABUL.....	ii
ÖZET.....	iv
ABSTRACT.....	vi
TEŞEKKÜR.....	viii
İÇİNDEKİLER.....	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xii
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	xiv
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	xv
BÖLÜM 1.....	1
GİRİŞ.....	1
BÖLÜM 2.....	3
GENEL BİLGİ.....	3
2.1. KOMPOZİT MALZEMELER.....	3
2.2. EKOKOMPOZİTLER.....	6
2.3. HURMA ÇEKİRDEĞİ.....	7
2.4. FINDIK KABUĞU.....	8
2.5. POLİBÜTİLEN SÜKSİNAT (PBS).....	9
2.6. DOLGU MADDELERİNİN YÜZEY MODİFİKASYON YÖNTEMLERİ.....	11
2.6.1. Alkalileme ile Yüzey Modifikasyonu.....	12
2.6.2. Silanlama ile Yüzey Modifikasyonu.....	12
2.7. EKOKOMPOZİT MALZEMELERİN ÜRETİM YÖNTEMLERİ.....	13
2.7.1. Enjeksiyon Kalıplama.....	13
2.7.2. Ekstrüzyon.....	13
BÖLÜM 3.....	15
DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	15
3.1. MALZEMELER.....	15

3.2. DOĞAL DOLGU MADDELERİNİN TOZ HALİNE GETİRİLME PROSESİ VE YAĞ ÇIKARMA PROSESİ	15
3.3. YÜZEY MODİFİKASYON İŞLEMLERİ.....	16
3.3.1. Hurma Çekirdeği Yüzey Modifikasyonu.....	16
3.3.2. Fındık Kabuğu Yüzey Modifikasyonu	17
3.4. KOMPOZİT MALZEMELERİN ÜRETİMİ	17
3.5. KARAKTERİZASYON METOTLARI.....	19
3.5.1. ATR/FTIR Analizi.....	19
3.5.2. Alan Etkili Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM)	19
3.5.3. Çekme Testi.....	20
3.5.4. Termogravimetrik Analiz (TGA)	21
3.5.5. Dinamik Mekanik Analiz (DMA)	22
3.5.6. Su Absorplama Testi	22
3.5.7. Aşınma Testi.....	23
BÖLÜM 4	24
DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA.....	24
4.1. PBS/HURMA ÇEKİRDEĞİ (HC) EKOKOMPOZİTLERİNİN MEKANİK, TERMAL VE MORFOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ	24
4.1.1. Hurma Çekirdeği (HC) Yüzeyinin Modifikasyonu	24
4.1.1.1. ATR/FTIR Analizi	24
4.1.1.2. Alan Etkili Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM) Analizi.....	26
4.1.2. PBS/Hurma Çekirdeği (HC) Ekokompozitlerinin Mekanik Özellikleri. 27	
4.1.2.1. Çekme Testi	27
4.1.3. PBS/Hurma Çekirdeği (HC) Ekokompozitlerinin Su Emme Performansları.....	29
4.1.4. PBS /Hurma Çekirdeği (HC) Ekokompozitlerinin Morfolojik Karakterizasyonu	30
4.1.5. PBS/Hurma Çekirdeği (HC) Ekokompozitlerinin Aşınma Özellikleri .. 32	
4.1.6. PBS/Hurma Çekirdeği (HC) Ekokompozitlerinin Termogravimetrik Analizi.....	33
4.1.7. PBS/Hurma Çekirdeği (HC) Ekokompozitlerinin Termomekanik Özellikleri	35
4.2. PBS/FINDIK KABUĞU (FK) EKOKOMPOZİTLERİNİN MEKANİK, TERMAL, MORFOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ.....	36

	<u>Sayfa</u>
4.2.1. Fındık Kabuğu (FK) Yüzeyinin Modifikasyonu	36
4.2.1.1. ATR/FTIR Analizi	36
4.2.1.2. Alan Etkili Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM) Analizi.....	39
4.2.2. PBS/ Fındık Kabuğu (FK) Ekokompozitlerinin Mekanik Performansı .	40
4.2.2.1. Çekme Testi	40
4.2.3. PBS/Fındık Kabuğu (FK) Ekokompozitlerinin Su Emme Performansları.....	42
4.2.4. PBS/Fındık Kabuğu (FK) Ekokompozitlerinin Morfolojik Karakterizasyonu	43
4.2.5. PBS/Fındık Kabuğu (FK) Ekokompozitlerinin Aşınma Özellikleri.....	45
4.2.6. PBS/Fındık Kabuğu (FK) Ekokompozitlerinin Termogravimetrik Analizi.....	46
4.1.7. PBS/Fındık Kabuğu (FK) Ekokompozitlerinin Termomekanik Özellikleri	47
BÖLÜM 5	50
ÇIKARIMLAR	50
5.1. YÜZEY MODİFİKASYONUNUN PBS/HURMA ÇEKİRDEĞİ (HC) EKOKOMPOZİTLERİNİN MEKANİK, TERMAL, MORFOLOJİK ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİLERİ	50
5.2. YÜZEY MODİFİKASYONUNUN PBS/FINDIK KABUĞU (FK) EKOKOMPOZİTLERİNİN MEKANİK, TERMAL, MORFOLOJİK ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİLERİ	51
KAYNAKLAR	53
ÖZGEÇMİŞ	58

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 2.1. Kompozit malzeme bileşenlerinin şematik hali.....	4
Şekil 2.2. Kompozitlerin sınıflandırılması.....	6
Şekil 2.3. Hurma çekirdeğindeki yapısında bulunan yağ asitlerinin kimyasal formülleri a) oleik asit, b) miristik asit, c) linoleik asit, d) laurik asit, e) palmitik asit.....	8
Şekil 2.4. PBS'nin kimyasal yapısı.....	10
Şekil 2.5. Geleneksel ve biyo-bazlı polimerlerin son 5 yılda kullanım verileri.....	10
Şekil 2.6. PBS kullanım alanları.....	11
Şekil 2.7. Enjeksiyonlu kalıplama makinası.....	13
Şekil 2.8. Ekstrüzyon kalıplama makinası.....	14
Şekil 3.1. Soxhlet ekstraksiyon (yağ çıkarma) metodu.....	16
Şekil 3.2. Laboratuvar ölçekli çift vidalı mikro ekstrüder cihazı.....	18
Şekil 3.3. Mikro enjeksiyonlu kalıplama cihazı.....	18
Şekil 3.4. Bruker Alpha FTIR spektrometresi.....	19
Şekil 3.5. Carl Zeiss Ultra Plus Gemini marka FESEM cihazı.....	20
Şekil 3.6. Lloyd LR 30 K çekme testi cihazı.....	21
Şekil 3.7. Hitachi STA 7300 markalı termogravimetrik analiz (TGA) cihazı.....	21
Şekil 3.8. Perkin Elmer 8000 markalı dinamik mekanik analiz cihazı.....	22
Şekil 3.9. UTS Tribometer T10 aşınma testi cihazı.....	23
Şekil 4.1. a) HC FTIR spektrumu (4500-500 cm ⁻¹ aralığı) b) HC FTIR spektrumu (1500-500 cm ⁻¹ aralığı).....	25
Şekil 4.2. Modifikasyonlu ve modifikasyonsuz HC numunelerinin FESEM görüntüleri.....	27
Şekil 4.3. a) PBS ve PBS/HC kompozitlerinin su emme testinden önce b) PBS ve PBS/HC kompozitlerinin su emme testinden sonra gerilim-gerinim grafikleri.....	28
Şekil 4.4. PBS ve PBS/HC kompozitlerinin su emme eğrileri.....	29
Şekil 4.5. PBS/HC ve kompozitlerinin FESEM görüntüleri.....	31
Şekil 4.6. PBS/HC kompozitlerinin aşınmış yüzeylerin iki boyutlu yüzey alanları grafiği.....	32
Şekil 4.7. a) Yüzey modifikasyonlu ve modifikasyonsuz HC tozlarının TGA grafiği, b) PBS ve PBS/HC kompozitlerinin TGA grafiği.....	34

Şekil 4.8. a) PBS ve PBS/HC kompozitlerinin depolama modülü grafiği b) PBS ve PBS/HC kompozitlerinin Tan δ grafiği.	36
Şekil 4.9. a) FK FTIR spektrumu (4500-500 cm^{-1}) b) FK FTIR spektrumu (1500-500 cm^{-1} aralığı.	38
Şekil 4.10. Modifikasyonlu ve modifikasyonsuz FK numunelerinin FESEM görüntüleri.....	40
Şekil 4.11. a) PBS ve PBS/FK kompozitlerinin su emme testinden önce b) PBS ve PBS/FK kompozitlerinin su emme testinden sonra gerilim-gerinim grafikleri.....	41
Şekil 4.12. PBS ve PBS/FK kompozitlerinin su emme eğrileri.	42
Şekil 4.13. PBS/FK ve kompozitlerinin FESEM görüntüleri.	44
Şekil 4.14. PBS/FK kompozitlerinin aşınmış yüzeylerin iki boyutlu yüzey alanları grafiği.....	45
Şekil 4.15. a) Yüzey modifikasyonlu ve modifikasyonsuz FK tozlarının TGA grafiği, b) PBS ve PBS/FK kompozitlerinin TGA grafiği.....	47
Şekil 4.16. a) PBS ve PBS/FK kompozitlerinin depolama modülü grafikleri b) PBS ve PBS/FK kompozitlerinin Tan δ grafikleri.....	49

ÇİZELGELER DİZİNİ

	<u>Sayfa</u>
Çizelge 2.1. Fındık kabuğunun lignoselülozik analizi	9
Çizelge 4.2. Su emme testinden önce ve sonra PBS ve PBS/HC kompozitlerinin çekme özellikleri.....	28
Çizelge 4.3. PBS ve PBS/HC kompozitlerinin aşınma özellikleri.....	33
Çizelge 4.4. Fındık Kabuğu için gözlemlenen pikler ve literatürde verilen pikler	39
Çizelge 4.5. Su emme testinden önce ve sonra PBS ve PBS/FK kompozitlerinin çekme özellikleri.....	41
Çizelge 4.6. PBS ve PBS/FK kompozitlerinin aşınma özellikleri	46

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

SİMGELER

A	: aşınma yüzey alanı
°C	: santigrat
Cm	: santimetre
cm ⁻¹	: santimetre üzeri eksi bir
dk	: dakika
dk ⁻¹	: dakika üzeri eksi bir
g	: gram
kg	: kilogram
kN	: kilonewton
m	: metre
mm	: millimetre
mm ²	: milimetrekaire
mm ³	: milimetreküp
MPa	: megapaskal
N	: newton
rpm	: bir dakikada devir
ShoreA	: yumuşak plastikler için sertlik
ShoreD	: orta sertlikteki plastikler için sertlik
T _g	: camsı geçiş sıcaklığı
tan δ	: tanjant delta
W	: aşınma hacmi
W ₀	: kuru ağırlık
W _f	: numunenin suya daldırıldıktan sonraki ağırlığı
W _R	: özgül aşınma oranı
µm	: mikrometre

KISALTMALAR

ASTM	: American Society for Testing and Materials (Amerika Deneme ve Malzeme Topluluğu)
ATR	: Attenuated Total Reflectance (Zayıflatılmış Toplam Yansıma Analizi)
DMA	: Dynamic Mechanical Analysis (Dinamik Mekanik Analiz)
ES	: [3-(2,3-Epoksipropoksi)-propil]-trimetoksisilan
ES-FK	: [3-(2,3-Epoksipropoksi)-propil]-trimetoksisilan Fındık Kabuğu
ES-HC	: [3-(2,3-Epoksipropoksi)-propil]-trimetoksisilan Hurma Çekirdeği
FESEM	: Field Emission Scanning Electron Microscope (Alan Etkili Taramalı Elektron Mikroskobu)
FK	: Fındık Kabuğu
FTIR	: Fourier Transform Infrared Spectrometer (Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi)
HC	: Hurma Çekirdeği
ISO	: International Organization for Standardization (Uluslararası Standartlar Örgütü)
MFI	: Melt Flow Index (Erime Akış İndeksi)
Na-FK	: Alkalileme Yüzey İşlemi Uygulanmış Fındık kabuğu
Na-HC	: Alkalileme Yüzey İşlemi Uygulanmış Hurma Çekirdeği
NaOH	: Sodyum Hidroksit
PBS	: Polibütilen Süksinat
PBS/ES-FK	: [3-(2,3-Epoksipropoksi)-propil]-trimetoksisilan Fındık Kabuğu Takviyeli Polibütilen Süksinat
PBS/ES-HC	: [3-(2,3-Epoksipropoksi)-propil]-trimetoksisilan Hurma Çekirdeği Takviyeli Polibütilen Süksinat
PBS/FK	: Fındık Kabuğu Takviyeli Polibütilen Süksinat
PBS/HC	: Hurma Çekirdeği Takviyeli Polibütilen Süksinat
PBS/Na-FK	: Alkali Modifikasyonlu Fındık Kabuğu takviyeli Polibütilen Süksinat
PBS/Na-HC	: Alkali Modifikasyonlu Hurma Çekirdeği takviyeli Polibütilen Süksinat
SEM	: Scanning Electron Microscope (Taramalı Elektron Mikroskobu)
Si-FK	: Silanlama Yüzey İşlemi Uygulanmış Fındık Kabuğu
Si-HC	: Silanlama Yüzey İşlemi Uygulanmış Hurma Çekirdeği

TGA : Thermogravimetric Analysis (Termogravimetrik Analiz)



BÖLÜM 1

GİRİŞ

Plastiklerin en önemli özelliklerinden biri uzun ömürlü olmalarıdır. Bu dikkat çekici özellikleri sebebiyle ambalaj, otomotiv, medikal, elektronik ve beyaz eşya vb. gibi pek çok sektörde kullanılmaktadırlar. Yaygın bir kullanım alanına sahip petrol esaslı sentetik plastiklerin tüketimi tüketici talepleri doğrultusunda sürekli artmakta ve günümüzde plastik kirliliği çevre için önemli bir sorun teşkil etmektedir. Petrol krizi ve çevre kirliliği gibi problemlerden dolayı petrol esaslı plastik ürünlerin yerini doğaya zararı daha az olan ekokompozitler almaya başlamıştır [1,2].

Ekokompozit; biyoplastik ve doğal liflerden yapılan kompozit malzemelere denir [1]. Ekokompozitlerde, doğal atık malzemelerinin dolgu maddesi olarak kullanımı sayesinde doğada fazla miktardaki atıkların çevre kirliliği ve kötü koku oluşturmaları gibi sorunların önüne geçilmesine olanak sağlamıştır. Ayrıca doğal dolgu maddelerinin kullanılmasıyla birlikte petrol bazlı polimer matrisli kompozitlerin doğadaki bozunma sürelerinin azaltılması amaçlanmıştır. Şimdiye kadar yapılan çalışmalarda doğal lif yapısına sahip, sisal, jüt, keten, kenaf, bambu, fındık kabuğu, hurma çekirdeği, hindistan cevizi ya da hint keneviri gibi dolgu maddeleri ekokompozit üretiminde kullanılmışlardır. Doğal liflerin yapısında lignin, selüloz ve hemiselüloz bulunmaktadır [1].

Ekokompozitlerde dolgu maddesi olarak hurma çekirdeği ve fındık kabuğunun kullanılmasının sebepleri düşük yoğunluğa sahip olmaları, biyolojik olarak bozunabilme kabiliyetleri ve göreceli düşük maliyetleridir. Ayrıca atık malzemeler kullanılarak petrokimyasal madde kullanımının azaltılması ve atık plastiklerin doğada kolaylıkla bozunabilmeleri sağlanmaktadır. Bunun yanında biyobazlı üretilen polimerler kullanılarak petrol ürünlerine olan bağımlılıkta azaltılmaktadır [1,2].

Polibütülen Süksinat (PBS), bakteri ve mantarlar tarafından kolayca bozunabilen, üstün mekanik özelliđi, termal özelliđi, yüksek kimyasal direnci ve kolay işlenebilirliđi olan bir polimerdir. PBS'nin bu özelliklerinin, yenilenebilir dođal kaynaklardan elde edilen takviye malzemeleri kullanılarak geliştirilmesi ve dođaya yararlı olan biyoçözünür ekokompozit malzeme üretilmesi amaçlanmaktadır [1,3].

Bu çalışmada; PBS/hurma çekirdeđi, PBS/findık kabuđu ekokompozitleri hazırlanmış ve ekokompozitlerin; mekanik, termomekanik, termal analiz, aşınma, su emme ve morfolojik özellikleri incelenmiştir. Dolgu maddelerinin yüzeylerine alkalileme ve silanlama yüzey modifikasyon yöntemleri uygulanarak polimer ve dolgu malzemesi arayüzey etkileşimi iyileştirilmiştir. Yüzey modifikasyonlarının hazırlanan ekokompozit malzemelerin mekanik, termo-mekanik, ısısız, aşınma, su emme ve morfolojik özellikleri üzerine etkisi araştırılmıştır.

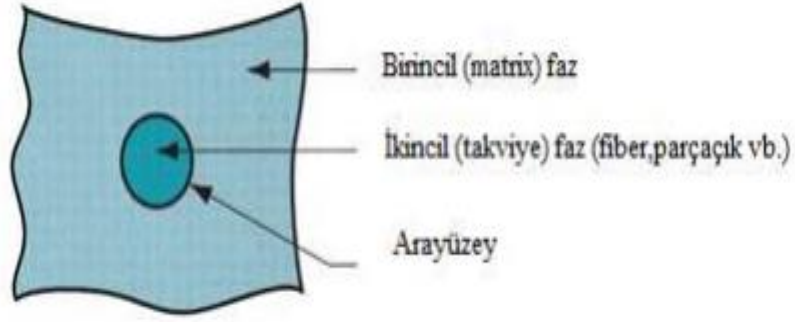
BÖLÜM 2

GENEL BİLGİ

2.1. KOMPOZİT MALZEMELER

Kompozit malzeme, iki veya daha fazla bileşen ya da fazın iyi özellikler kazanmak ve meydana gelebilecek hataları önlemek amacıyla uygun olan bir yöntemle karıştırılıp tek bir malzemenin meydana gelmesidir [4].

Kompozit malzemede hacimsel açıdan çoğunluğu oluşturan ve sürekli olan bileşene matris adı verilir. Ana malzeme olan matris fazının amacı deformasyon esnasında oluşabilecek çatlak ilerlemelerini engellemek ve kompozit malzemedeki kopmayı geciktirmektir. Matris fazı polimer, seramik ve metal türlerinde bulunabilir. Matrisin mekanik veya diğer özelliklerini iyileştiren ikinci bileşenine ise takviye fazı adı verilir. Takviye fazının amacı malzemeleri yük altında bir arada tutabilmek, karşı koymak ve yükü eşit bir şekilde dağıtmaktır. Birincil (matris) faz ile ikincil (takviye) faz arasında bağlayıcılık görevini üstlenen yüzey bağıda, matrisin iletmek istediği yükü kendi üzerinden kayma gerilimleriyle takviye fazına aktarılmasını sağladığı için kompozit malzemenin mekanik davranışlarında önemli yere sahiptir [5].



Şekil 2.1. Kompozit malzeme bileşenlerinin şematik hali [5].

Kompozit malzemenin kullanılmaya başlandığı ilk aşama olarak insanların ihtiyaçlarını gidermek ve malzemedeki kırılma problemi çözmek amacıyla malzemenin içerisine hayvansal veya bitkisel lifler katılması örnek olarak gösterilebilir [5].

Son 50-60 yılda hızlı bir şekilde önem kazanan kompozit malzemeler günümüzde bina ve gemi yapımında, otomotiv, elektronik, medikal sektörlerinde ve özellikle havacılık sektöründe hafif bir yapıda bulunduğu ve metallerle aynı mukavemet ve sertliği sağladığı için metal alaşımlarının yerini almıştır [1,5]. Kompozit malzemelerin avantajları arasında; yüksek mukavemet, korozyon direnci, aşınma direnci, yüksek dielektrik direnci, hafiflik, sertlik, ısısal yalıtım ve tasarım esnekliği özellikleri söylenebilir [2].

Kompozit malzeme bileşenleri, kullanım yerine göre uygun bir şekilde seçilerek istenilen özellikler elde edilebilir [1].

2.1.1. Kompozit Malzemede Sınıflandırma

Genel olarak kompozit malzemelerin sınıflandırılması hazırlanma yöntemi, uygulama alanı ve bileşenlere göre farklılık göstermektedir. Kompozit malzemelerde en çok matris ve takviye fazına göre sınıflandırma yapılmaktadır [1].

2.1.1.1. Matris Fazına Göre Sınıflandırma

Farklı şekillerde sınıflandırılan kompozit malzeme ana dokuyu oluşturan matris fazına göre polimer, metal ve seramik kompozitler olarak üç sınıfa ayrılmaktadır.

- a) Polimer matrisli kompozitler: Günümüzde en geniş kullanım alanına sahip (takviye fazı) elyaf ve (matris) doğal polimerlerin tercih edildiği malzemelerdir. Yüksek korozyon dayanımı, kolay işlenme ve şekillendirme, uzun kullanım süresi ve yüksek yük kapasitesine sahip malzemelerdir [6].
- b) Metal matrisli kompozitler: Alüminyum (Al), magnezyum (Mg), Çinko (Zn) gibi malzemelerin matris olarak kullanıldığı, yüksek sıcaklık ve özgül mukavemet özelliklerine sahip yapılardır. Düşük yoğunluk, yüksek iletkenlik, yüksek tokluk, yüksek mukavemet ve yüksek elastik özellikler avantajları arasında gösterilmektedir [1,7].
- c) Seramik matrisli kompozitler: Yüksek erime noktası, erozyon ve aşınmaya direnç, düşük yoğunluk ve yüksek oksidasyon dirençleri sayesinde yüksek sıcaklıklarda kullanıma elverişli malzemelerdir. Bu özellikleri sayesinde otomotiv sektörü, roket ve jet motorları, savunma sanayi, enerji santralleri, tıp, haberleşme gibi birçok sektörde kullanımı bulunmaktadır. Seramikler birçok özelliğe sahiptirler fakat dezavantajı olan kırılabilir yapıları bu özellikleri geri plana atmaktadır [1,6].

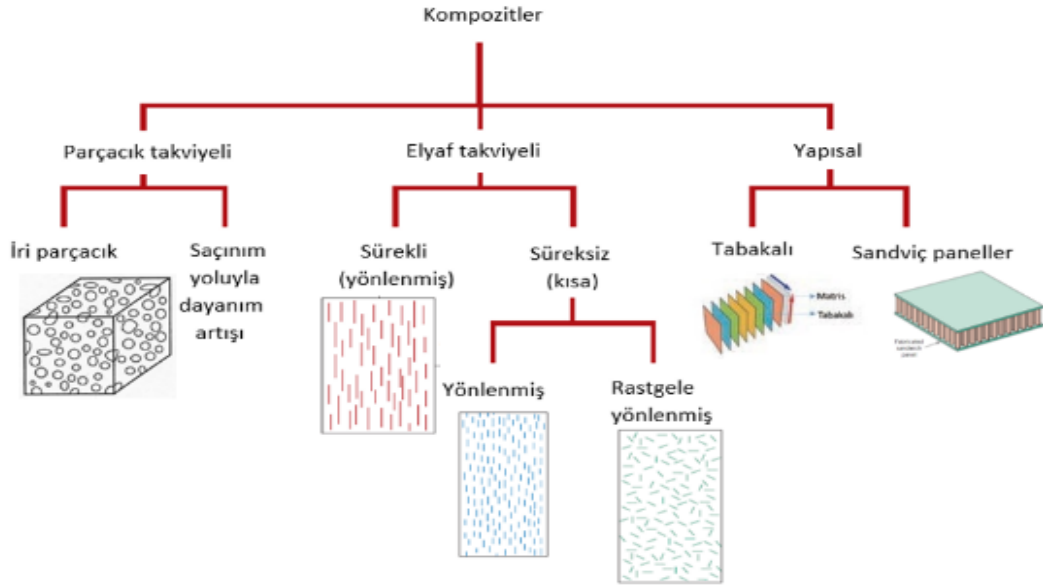
2.2.2. Takviye Fazına Göre Sınıflandırma

Kompozit malzemeler ikincil (takviye) faza göre 3 grupta sınıflandırılır; parçacık takviyeli, elyaf takviyeli ve yapısal kompozitlerdir.

- a) Parçacık takviyeli kompozit: Ana malzeme içinde diğer bir malzemenin parçacıklar halinde bulunmasıyla parçacık takviyeli kompozit elde edilirler. Parçacık takviyeli kompozitler homojen bir dağılım göstermektedir. Matris

fazından sert yapıda olan parçacıklar yanlarında bulunan matris fazlarını tutarak mukavemeti arttırmaktadır [2,5].

- b) Elyaf takviyeli kompozit: Ana malzeme için de ince elyafların bulunmasıyla elyaf takviyeli kompozit elde edilir. Elyaf takviyeli kompozitler birbirine paralel şekilde ana malzeme içerisine yerleştirildiğinde yüksek mukavemet elde edilirken, dik doğrultuda yerleştirildiğinde düşük mukavemete sebep olur. İki taraflı da eşit mukavemet sağlamak için elyafların iki boyutlu yerleştirilmesi gerekmektedir [5]. Elyaf takviyeli kompozitler korozyona dirençli olmalarının yanı sıra düşük yoğunluğa, yüksek elastik modülüne ve sertliğe sahiptirler.
- c) Yapısal kompozitler: Ana malzeme içinde geometrik ve homojen bir yapıya sahip olan kompozit bileşenlerine yapısal kompozit adı verilir [2].



Şekil 2.2. Kompozitlerin sınıflandırılması [2].

2.2. EKOKOMPOZİTLER

Petrol hammaddelerinden meydana gelen ve yaygın bir şekilde kullanılan plastiklerin az maliyete ve kolay bir şekilde elde edilmesi plastiğe cazibe kazandırmış ve hayatımızın birçok sektöründe kullanılır hale getirmiştir. Ülkelerdeki büyümeyle ve tüketici talepleriyle birlikte artan plastik üretimi günümüzde petrol hammaddesinin azalmasına ve çevre kirliliğinin artmasında büyük rol oynamaktadır. Plastiklerin bu

sorunlarını çözmek amacıyla üretilen biyolojik olarak parçalanabilen, sürdürülebilir ve zararsız olan doğal kaynaklardan ve tarımsal atıklardan üretilen ekokompozitler ilgi odağı olmuştur. Biyolojik olarak bozunabilir polimerler olan ekokompozitlerin doğal ve sentetik malzemelerle birleştirilmesi, bu sorunlar için etkili bir çözüm ve ekonomik açıdan uygun bir yöntemdir. Selüloz esaslı doğal lifler (kenaf, keten, ananas yaprağı lifleri, jüt, vb.) ve tarımsal ürünler (hurma çekirdeği, buğday samanı, fındık kabuğu, vb.) biyobazlı kompozit imalatında son zamanlarda dolgu malzemesi olarak kullanılmaktadır [8]. Ekokompozitlerde sentetik lifler yerine doğal liflerin kullanılmasının sebebi olarak düşük maliyet, düşük enerji tüketimi, yüksek dayanım, yüksek sertlik, CO₂ depolaması, biyobozunurluk, sürdürülebilirlik ve aşınmanın daha az olması sayılabilir [8,9].

Ekokompozitler; biyoplastik ve doğal fiberlerden oluşan çevre dostu kompozitlerdir. Ambalaj endüstrisinde, tarım sektöründe, otomotiv sektöründe, inşaat sektöründe ve diğer tek kullanımlık ürünlerde kullanılan ekokompozitlerin polimer matrisleri doğal elyaflarla birleştirildiğinde üretim maliyeti azalmakta ve malzemenin mekanik özellikleri etkilenmektedir [2].

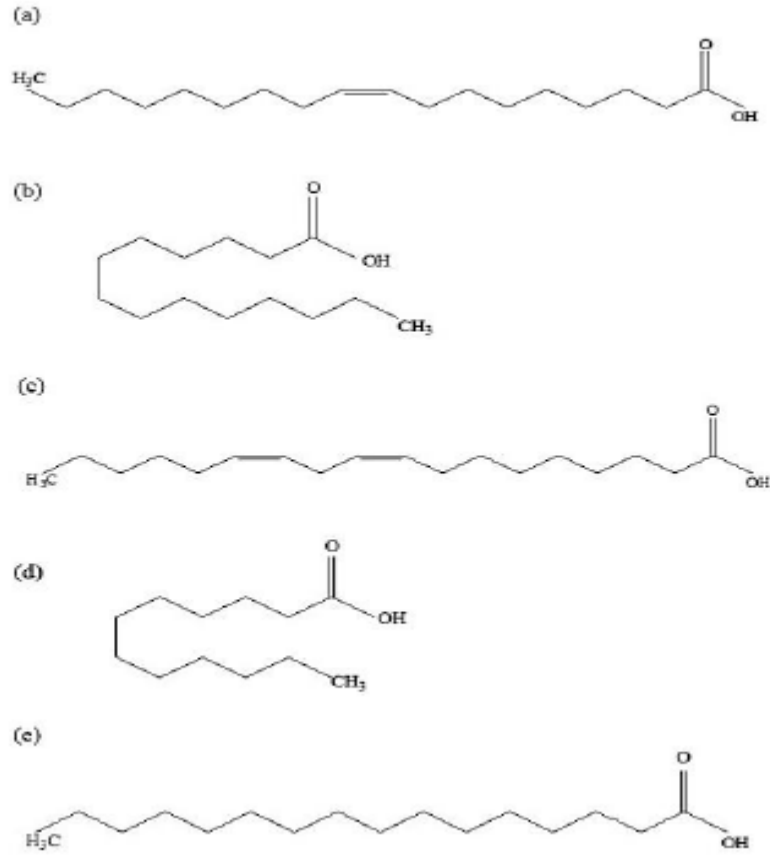
2.3. HURMA ÇEKİRDEĞİ

Dünyanın kurak ve yarı kurak bölgelerinde (Suudi Arabistan ve çevresindeki bölgeler) yetişen hurma, insanlar ve hayvanlar için yüksek besin kaynağıdır [10]. Hurma günümüzde en önemli üçüncü ticari mahsul olarak kabul edilmektedir [11].

Bir hurmanın etli kısmı yaklaşık olarak 20 kalori sağlamaktadır. Bazı vitamin ve minerallerle birlikte az miktarda kalsiyum ve demir içeren iyi bir karbonhidrat (%73-79), diyet lifi (%14-18), magnezyum, fosfor, sodyum ve potasyum kaynağıdır [12-13].

Hurma çekirdeği yağlarının gaz kromatografisinde ortaya çıkan en bol yağ asitleri oleik (%41-50), linoleik (%12-19), laurik (%10-15), palmitik (%10-11) ve miristik asitlerdir [14,15].

Hurma çekirdekleri geleneksel bakımdan hayvanlar için yem olarak, insanlar için diyet ürünü olarak ve küçük boyutta öğütülerek kafeinsiz kahve olarak kullanılmaktadır [13]. Hurma işlenirken yıllık olarak büyük miktarda tarımsal atığa sebep olur. Bu atık hurma çekirdekleri polimer matrise dolgu maddesi olarak katılabilir ve biyolojik olarak parçalanabilen ekokompozit malzemeler elde edilerek doğaya ve insana yararlı bir malzeme haline getirilebilir [14,15].



Şekil 2.3. Hurma çekirdeğindeki yapısında bulunan yağ asitlerinin kimyasal formülleri a) oleik asit, b) miristik asit, c) linoleik asit, d) laurik asit, e) palmitik asit [2].

2.4. FINDIK KABUĞU

Fındık genel olarak Karadeniz, Akdeniz ve Pasifik okyanusu yakınlarında yazları serin, kışları ılık geçen uygun hava şartlarında yetişmektedir [16].

Fındık içeriğinde bakır, sodyum, kalsiyum, mangan, çinko, magnezyum gibi mineraller, E ve B grubu vitaminler, doymamış yağ asitleri yönünden oldukça zengin olan lifli bir besin kaynağıdır. Fındık lignoselülozik bir yapıya sahiptir. Lignoselüloz içeriğinde başlıca selüloz %26,8, lignin %42,9, ekstraksiyon maddesi %3,3 ve hemiselüloz %30,4 yapılar bulunmaktadır [17,18].

Fındığın kullanım alanlarına bakıldığında giderek genişleyen gıda sektöründe iç kısmı oldukça rağbet görürken, ağırlıkça %50 oranında atık olan kabuk kısmı ise yüksek kalorili (4100 – 4400 kcal/kg) bir biyokütledir. Tarımsal atık kısmı, aktif karbon üretimi, boya sanayisi, etanol ve yakacak olarak kullanılmaktadır [19].

Literatüre baktığımızda fındık kabuğunun bakır gideriminde düşük maliyetli adsorban olarak, boyar madde olarak, piroliz yönteminde, hidrojen üretimi gibi farklı amaçlara yönelik çalışmalarda kullanıldığı görülmektedir [17,20].

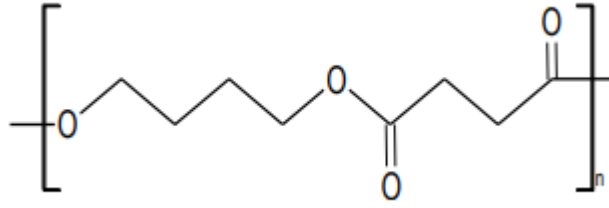
Çizelge 2.1. Fındık kabuğunun lignoselülozik analizi [18].

Hemiselüloz	30,4
Selüloz	26,8
Lignin	42,9
Ekstraksiyon Maddesi	3,3

2.5. POLİBÜTİLEN SÜKSİNAT (PBS)

1990 yılların başında Japonya'da Showa Highpolymer tarafından bulunan Poli(bütilen süksinat) (PBS), 1,4-bütandiol ve süksinik asitin polikondenzasyon reaksiyonu ile oluşan alifatik polyesterlerdir [21,22].

Alifatik polyesterler, biyolojik olarak parçalanabilen çevre dostu polimerler olarak kabul edilmektedir [22].

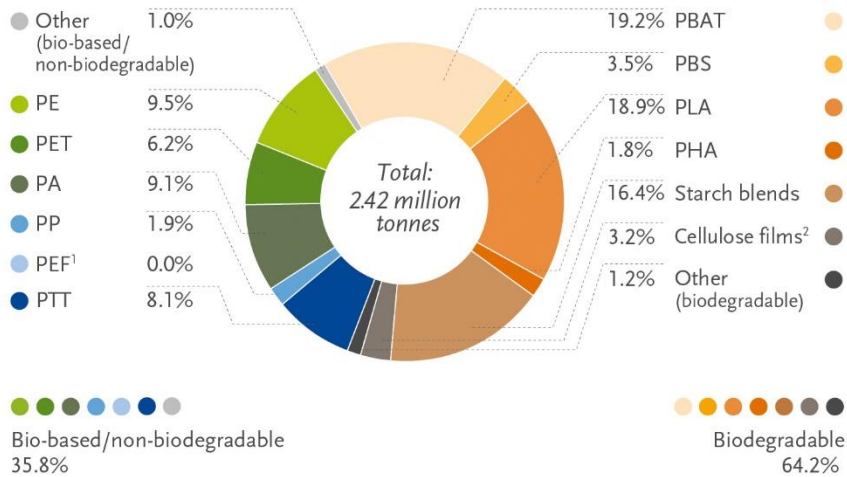


Şekil 2.4. PBS'nin kimyasal yapısı [2].

Bakteri ve mantarlar tarafından kolayca bozunabilen PBS, 90 °C – 120 °C arasında erime sıcaklığına, -45 °C ile -5 °C arasında camsı geçiş sıcaklığına, yaklaşık olarak 1,25 g/cm³ yoğunluğa, polietilen (PE) ile polipropilen (PP) arasında çekme dayanımına, düşük yoğunluklu polietilen (LDPE) ile yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE) arasında sertliğe ve 6000 cal/gr altında yanma ısısına sahip beyaz renkte ve kristal formunda bir termoplastik malzemedir [3].

Polibütilen süksinat üstün mekanik özelliği, uygun ısıl özelliği, yüksek kimyasal direnci, kolay işlenebilirliği ve düşük maliyeti sayesinde biyobozunur polimerler içerisinde rekabetçi hale gelmektedir [3]. Şekil 2.5'te sunulan biyo-bazlı polimerlerin son 5 yıl içindeki kullanım verileri incelendiğinde; PBS polimerine ilginin artışı gözlenmektedir [23].

*Global production capacities of bioplastics 2021
(by material type)*



Şekil 2.5. Geleneksel ve biyo-bazlı polimerlerin son 5 yılda kullanım verileri [23].

PBS günümüzde tarım, plastik, gıda, medikal ve balıkçılık endüstrisi gibi birçok alanda tercih edilmektedir [24].



Şekil 2.6. PBS kullanım alanları [24].

2.6. DOLGU MADDELERİNİN YÜZEY MODİFİKASYON YÖNTEMLERİ

Kompozit malzemelerin hazırlanmasında son yıllarda çevreye sağladığı yarar ve yenilenebilir olması gibi avantajlarından dolayı takviye materyali olarak doğal liflerin kullanıldığı ve bunun giderek arttığı gözlemlenmiştir. Bu gibi avantajların yanı sıra, takviye malzemesi olarak kullanılan doğal liflerin hidrofilik yapısı ve polimer matrisin hidrofobik yapısından kaynaklı yüzey uyumsuzluk problemleri yani zayıf yapışma, eko-kompozitlerin mekanik özelliklerini olumsuz yönde etkileyerek kompozitin su emmesini arttırmaktadır [1].

Bu dezavantajın giderilmesi için doğal takviye malzemelerine uygulanan fiziksel veya kimyasal yüzey modifikasyonlarıyla zayıf yapışma sorununun giderilmesi amaçlanmıştır. Fiziksel yüzey modifikasyon işlemi uygulandığında doğal dolgu malzemelerinin kimyasal bileşimi değişmemektedir. Öte yandan, kimyasal yüzey modifikasyon işleminde ise dolgu malzemesi yüzeyinde oluşan ara tabaka vasıtasıyla polimer ile uyumluluğu artırılmaktadır [25]. Doğal dolgu malzemelerinin yüzey yapısını değiştirmek için kullanılan kimyasal yüzey modifikasyon işlemleri aşağıda verilmiştir:

2.6.1. Alkalileme ile Yüzey Modifikasyonu

Alkalileme, doğal dolgu malzemelerinin yüzeyini değiştirmek için kullanılan en yaygın yöntemdir. Yapılarında hidroksil grupları bulunduran doğal dolgu malzemeleri, hidrofilik ve polar yapıya sahiptirler. Malzemeye farklı konsantrasyonlarda, sıcaklıklarda ve zaman sürelerinde uygulanan sodyum hidroksit (NaOH) ile yapılan alkalileme yüzey modifikasyon işlemi sonucunda dolgu maddesi yüzeyi pürüzlü bir yapıya dönüşür. Alkalime işlemiyle birlikte lifin yüzeyinde bulunan serbest enerjiyi düşürerek; doğal liflerin yapılarındaki selülozlar, lignin ve pektin gibi bileşenlerin belli bir kısmı giderilerek çok sayıda açık selüloz uçları elde edilir. Alkalileme yüzey modifikasyon işlemi selüloz fibrillerine etki ederek, selülozun polimerizasyon derecesini azaltmakta, liften ayrılan lignin ve hemiselülozun miktarını doğrudan etkilemektedir [26]. Selülozun yüksek miktarda paketlenmiş kristal yapısının oryantasyonu, alkalileme yüzey modifikasyon işlemiyle değiştirilir. Alkalileme ile yüzey modifikasyonu reaksiyonu Eşitlik 2.1’de verilmiştir [27].

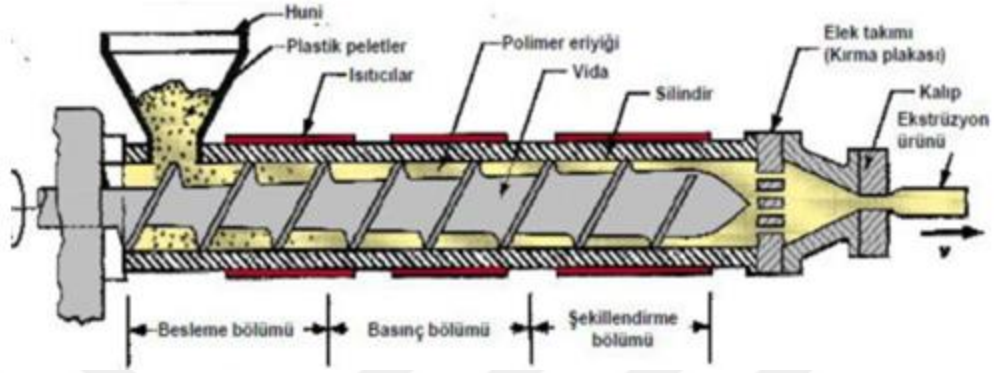


2.6.2. Silanlama ile Yüzey Modifikasyonu

Silanlar; yüzeyde bulunan enerji miktarını ve doğal dolgu malzemelerinin yapısında bulunan hidroksil grupların miktarını düşürerek lif yüzeyini hidrofobik yapıya dönüştüren maddelerdir. Silanlama ile yüzey modifikasyon reaksiyonları eşitlik 2.2’de ve eşitlik 2.3’de verilmiştir. Organosilan, yapısında karbon-silikon bağı bulunan ve RSiX_3 genel formülü ile gösterilen silanlara denilir. R ifadesi ile gösterilen fonksiyonel grup alkil, aromatik, organo-fonksiyonel ve hidrolize olmayan organik kısmı temsil ederken; X ile gösterilen fonksiyonel grup ise metoksi ($-\text{OCH}_3$) veya etoksi ($-\text{OC}_2\text{H}_5$) gibi hidrolize olabilen alkil gruplarını göstermektedir. Silanlama yüzey modifikasyon işleminin düzgün bir şekilde gerçekleşmesi; reaksiyon şartlarına, silanlama maddesinin yapısal özelliklerine ve polimer ile uyumlu bir ısıl kararlılığa bağlıdır [28].



Karıştırma işlemi bittikten sonra namlunun ucundaki delikten (kalıp) dışarı doğru itilir ve kalıp kesitine göre şekil alır [1,4]. Levhalar, kablolar, peletler, profiller ve lifler ekstrüzyon işlemi sayesinde plastik malzemenin aldığı şekillerdir [4].



Şekil 2.8. Ekstrüzyon kalıplama makinası [2].

BÖLÜM 3

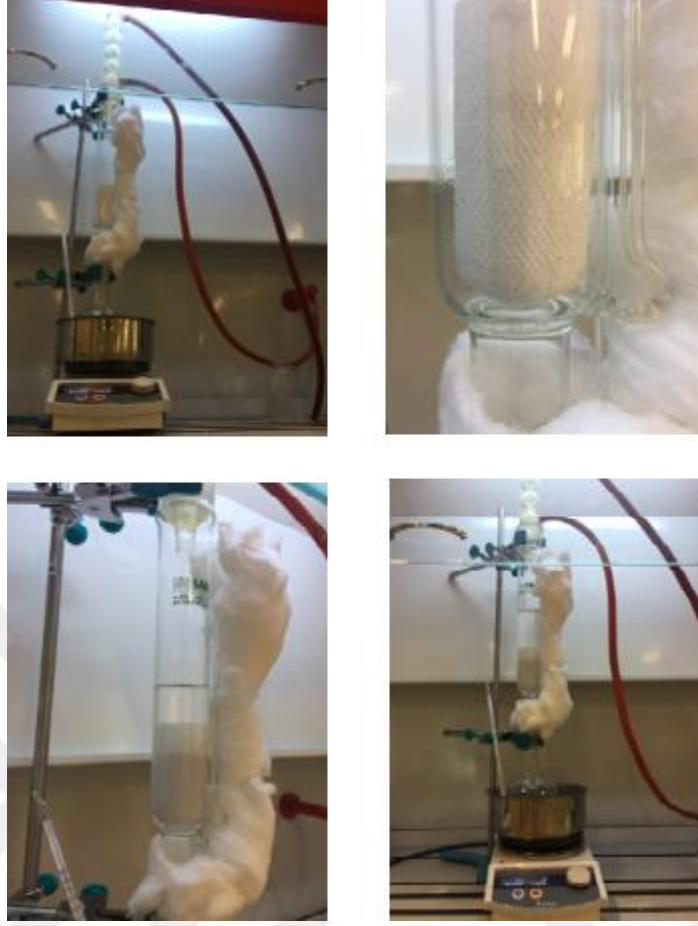
DENEYSEL ÇALIŞMALAR

3.1. MALZEMELER

Polibütülen süksinat (PTT MCC Biochem Company Limited), PTT Global Chemical Public Company Limited (GC) ve Mitsubishi Chemical Corporation (MCC)'den tedarik edilmiştir. Sigma Aldrich firmasından temin edilen sodyum hidroksit (NaOH) alkalileme işleminde kullanılmıştır. Merck firmasından satın alınan etil alkol silanizasyon işleminde kullanılmıştır. Hurma çekirdeğinin ve fındık kabuğunun yağını çıkarmak için çözücü olarak kullanılan Hegzan, Merck firmasından tedarik edilmiştir. Silanlama işleminde kullanılan Epoksi silan (3-(2,3-Epoksipropoksi)-propil)-trimetoksisilan uyumlaştırıcısı Alfa Aesar firmasından satın alınmıştır.

3.2. DOĞAL DOLGU MADDELERİNİN TOZ HALİNE GETİRİLME PROSESİ VE YAĞ ÇIKARMA PROSESİ

Hurma çekirdeği atıkları mekanik öğütücü ile 1 mm boyutlarına, fındık kabuğu atıkları ise mekanik öğütücüyle 200 µm boyutlarına getirilmiştir. Hurma çekirdeği ve fındık kabuğunun içerisinde mevcut olan yağlar ve yağ asitleri için çözücü madde olarak Hekzan kullanılarak 600 rpm karıştırma hızında ve 140 °C'de Soxhlet ekstraksiyon (Şekil 3.1) metodu ile yağ çıkarma işlemi gerçekleştirilmiştir. Doğal dolgu maddelerinden hurma çekirdeği ve fındık kabuğu içeriğindeki yağların tamamen uzaklaştırılması 4 döngü sonunda tamamlanmıştır.



Şekil 3.1. Soxhlet ekstraksiyon (yağ çıkarma) metodu.

3.3. YÜZEY MODİFİKASYON İŞLEMLERİ

3.3.1. Hurma Çekirdeği Yüzey Modifikasyonu

Alkalileme işleminde hurma çekirdeği tozu 2 saat süreyle oda sıcaklığında %2 NaOH/su çözeltisi içerisinde karıştırılmıştır. Alkalileme işleminden sonra elde edilen karışım birkaç kez damıtılmış suyla yıkanmıştır. Kalıntı NaOH'ın hurma çekirdeği tozundan uzaklaştırılması için birkaç damla asetik asit damlatılmıştır. Daha sonra, numuneye 100 °C'de 4 saat boyunca etüvde kurutma işlemi uygulanmış ve elde edilen örnek Na-HC olarak isimlendirilmiştir. Hurma çekirdeği tozu oda sıcaklığında %2 Epoksi Silan((3-(2,3-Epoksipropoksi)-propil)-trimetoksisilan)/Etanol çözeltisi içerisinde 120 dakika boyunca karıştırılarak silanlama işlemi uygulanmıştır. Silanlama işleminden sonra elde edilen örnek birkaç kez etanol ile yıkanmıştır. Daha sonra, numune 240 dakika boyunca 80 °C'de etüvde kurutulmuştur ve çıkan örnek ES-HC

olarak isimlendirilmiştir. Yüzey modifikasyon işlemi uygulanmamış numune ise HC olarak isimlendirilmiştir.

3.3.2. Fındık Kabuğu Yüzey Modifikasyonu

Alkalileme işleminde fındık kabuğu tozu 2 saat süreyle oda sıcaklığında %2 NaOH/su çözeltisi içerisinde karıştırılmıştır. Alkalileme işleminden sonra elde edilen karışım birkaç kez damıtılmış suyla yıkanmıştır. Kalıntı NaOH'ın hurma çekirdeği tozundan uzaklaştırılması için birkaç damla asetik asit damlatılmıştır. Daha sonra, numuneye 100 °C'de 4 saat boyunca etüvde kurutma işlemi uygulanmış ve elde edilen örnek Na-FK olarak isimlendirilmiştir. Fındık kabuğu tozu oda sıcaklığında %2 Epoksi Silan((3-(2,3-Epoksipropoksi)-propil)-trimetoksisilan)/Etanol çözeltisi içerisinde 120 dakika boyunca karıştırılarak silanlama işlemi uygulanmıştır. Silanlama işleminden sonra elde edilen örnek birkaç kez etanol ile yıkanmıştır. Daha sonra, numune 240 dakika boyunca 80 °C'de etüvde kurutulmuştur ve çıkan örnek ES-FK olarak isimlendirilmiştir. Yüzey modifikasyon işlemi uygulanmamış numune ise FK olarak isimlendirilmiştir.

3.4. KOMPOZİT MALZEMELERİN ÜRETİMİ

Saf PBS, PBS/Hurma Çekirdeği, PBS/Fındık Kabuğu örnekleri, çift vidalı mikro-ekstrüder (MC15HT, Xplore Inst.) cihazında (Şekil 3.2), 200 °C'de 5 dakika süresince 100 rpm'de karıştırılmıştır. Bütün kompozitler %15 sabit hurma çekirdeği ve fındık kabuğu oranına sahiptir. Hazırlanan test numuneleri enjeksiyon kalıplama (Micro-injector, Daga Instruments) cihazında (Şekil 3.3) 210 °C hazne sıcaklığı ve 25 °C kalıp sıcaklığı, 8 bar enjeksiyon basıncı uygulanmıştır ve 7.4×2.1×80 mm³ boyutlarında çekme testi, su emme ve aşınma testi için köpek kemiği biçiminde numuneler hazırlanmıştır.



Şekil 3.2. Laboratuvar ölçekli çift vidalı mikro ekstrüder cihazı [2].



Şekil 3.3. Mikro enjeksiyonlu kalıplama cihazı [2].

3.5. KARAKTERİZASYON METOTLARI

3.5.1. ATR/FTIR Analizi

Bruker Alpha marka FT-IR spektrometre ve mikroskobu (Şekil 3.4) ile yüzey modifiyeli ve modifiyesiz HC ve FK tozlarının $4500-500\text{ cm}^{-1}$ aralığındaki bölgede FTIR analizi yapılmıştır.



Şekil 3.4. Bruker Alpha FTIR spektrometresi [2].

3.5.2. Alan Etkili Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM)

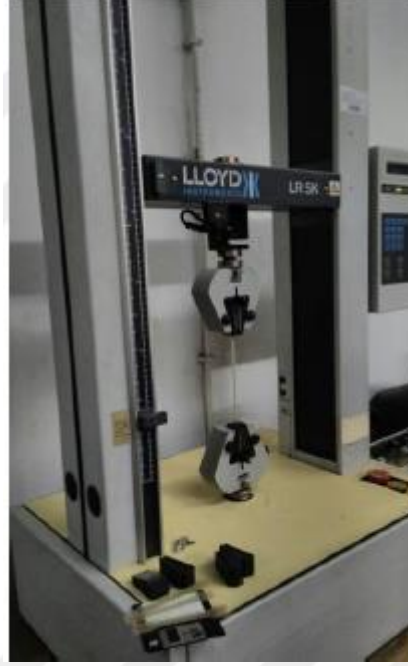
Elde edilen kompozit malzemelerdeki kırılma görülen yüzeyler ince bir şekilde altınla (iletken bir yüzey için) kaplanarak, kompozitteki hurma çekirdeği ve fındık kabuğu tozunun dağılımları ve polimer dolgu maddesi ara yüzeyi Carl Zeiss Ultra Plus Gemini marka taramalı elektron mikroskobu (Şekil 3.5) ile incelenmiştir ve x1000 ile x200,000 arasında büyütme ile FESEM görüntüleri çekilmiştir.



Şekil 3.5. Carl Zeiss Ultra Plus Gemini marka FESEM cihazı [1].

3.5.3. Çekme Testi

ASTM D-638 (plastiklerin çekme özellikleri) standardına göre ve Lloyd LR 30 K çekme testi cihazı (Şekil 3.6) ile köpek kemiği biçimindeki kompozitlere 5 kN yük haznesi ve 5 cm/dk hızında çekme testi yapılmıştır. 4 örneğin teste tabi tutularak ortalama değerlerinin alınmasıyla çekme testi sonuçlarındaki sapma değerleri hesaplanmıştır.



Şekil 3.6. Lloyd LR 30 K çekme testi cihazı [1].

3.5.4. Termogravimetrik Analiz (TGA)

Hitachi STA 7300 markalı termogravimetrik analizör cihazında (Şekil 3.7), PBS ve kompozitlerinin 25-600 °C aralığında ve 10 °C/dak hızında termogravimetrik analizi yapılmıştır.



Şekil 3.7. Hitachi STA 7300 markalı termogravimetrik analiz (TGA) cihazı [2].

3.5.5. Dinamik Mekanik Analiz (DMA)

Perkin Elmer 8000 markalı dinamik mekanik analiz cihazı (Şekil 3.8) ile 1 Hz sabit frekansta, -100 °C ile 100 °C sıcaklıkları arasında, 10 °C/dk ısıtma hızında ve çift konsol eğim modunda, hazırlanan kompozitlerin termo-mekanik özellikleri belirlenmiştir.



Şekil 3.8. Perkin Elmer 8000 markalı dinamik mekanik analiz cihazı [1].

3.5.6. Su Absorplama Testi

ASTM D570 (plastiklerin su absorpsiyonu) standardına göre, kompozitlerin su emme testleri, oda sıcaklığında su banyosuna batırılmasıyla gerçekleştirilmiştir. Batırılan örnekler suyun içerisinden çıkartılarak yüzeylerinde bulunan sular silinerek uzaklaştırılmıştır. Daha sonra örnek hemen tartılarak tekrar su banyosuna batırılmıştır. Eşitlik 3.1’de verilen formüle göre örneklerin su emme yüzdeleri hesaplanmıştır. Formülde bulunan W_0 , örneğin suyu batırılmadan önce tartılan kuru ağırlığını, W_f ise suya batırıldıktan sonraki tartılan ağırlığını ise göstermektedir.

$$\% \text{ Su Emme} = \frac{W_f - W_0}{W_0} \times 100 \quad (3.1)$$

3.5.7. Aşınma Testi

ASTM G133 standardına göre hurma çekirdeği ve fındık kabuğu katkılı kompozit örneklerine, UTS Tribometer T10 (Şekil 3.9) cihazı ile 10 mm yol (stroke), 5 N yük altında ve kayma mesafesi toplam da 20 m olma şartıyla ileri-geri olarak aşınma testi yapılmıştır.



Şekil 3.9. UTS Tribometer T10 aşınma testi cihazı [2].

BÖLÜM 4

DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

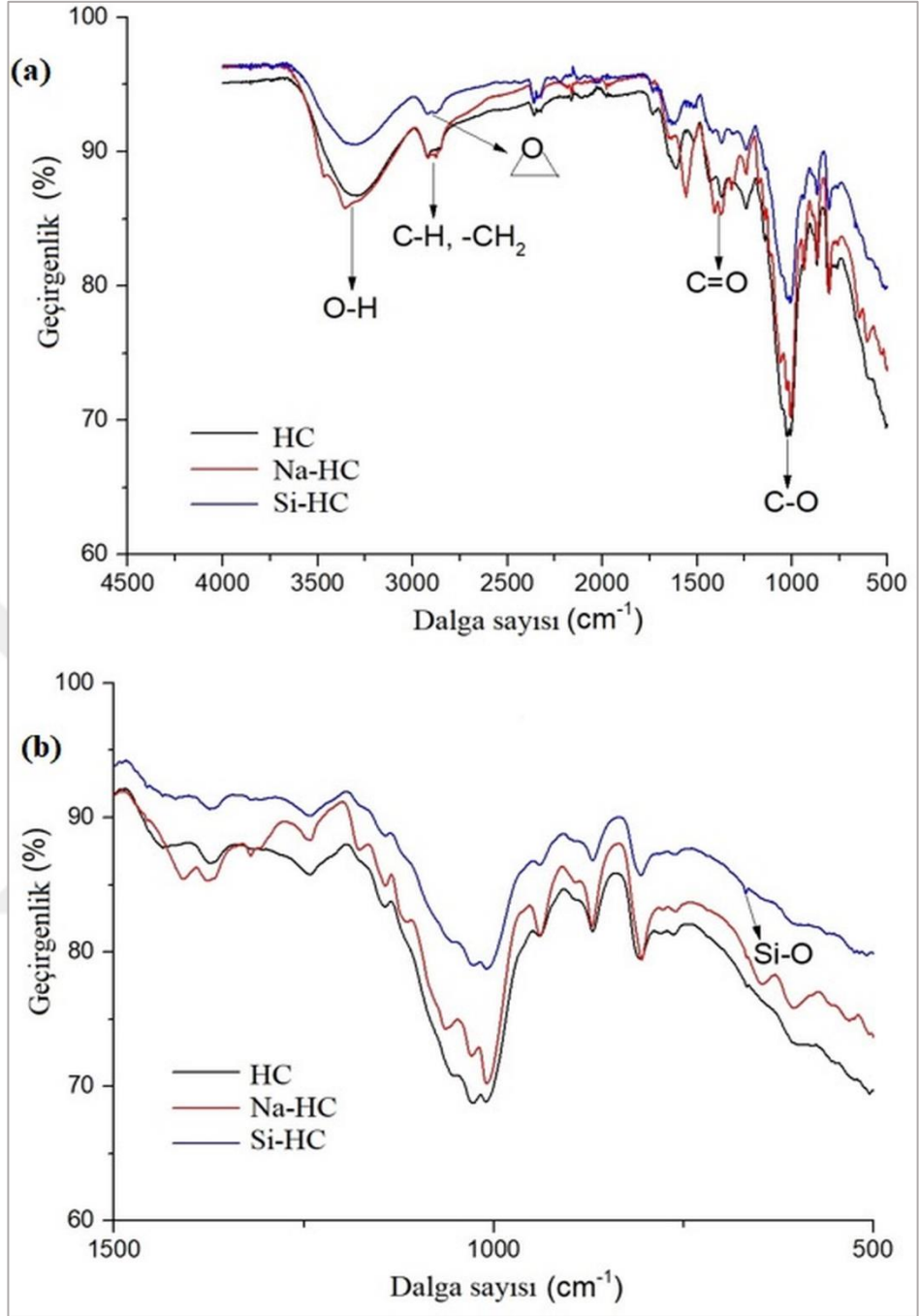
4.1. PBS/HURMA ÇEKİRDEĞİ (HC) EKOKOMPOZİTLERİNİN MEKANİK, TERMAL VE MORFOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

4.1.1. Hurma Çekirdeği (HC) Yüzeyinin Modifikasyonu

4.1.1.1. ATR/FTIR Analizi

Şekil 4.1 a'da, HC'nin modifikasyonlu ve modifikasyonsuz 4500-500 cm^{-1} aralığındaki FTIR spektrumu gösterilmiştir. -OH grubunun varlığını gösteren pik 3400-3100 cm^{-1} 'de geniş bant piki ile gözlemlenmiştir [29,30]. 2895 cm^{-1} 'deki pik selülozun -CH ve -CH₂ gruplarının gerilme titreşimlerini göstermektedir. Ayrıca 2895 cm^{-1} 'deki pik epoksi pikine aittir ve silanlama yüzey modifikasyonunun başarılı olduğunu göstermiştir [29]. HC'nin hemiselüloz içerisinde bulunan karboksil ve asetil gruplarının C = O gerilme titreşimleri, 1400 cm^{-1} 'deki pikte görülmektedir [31,32]. 1010 cm^{-1} 'deki orta yoğunluktaki geçirgenlik bandı, C-O bağ titreşiminden kaynaklanmaktadır [32].

Şekil 4.1 b'deki, HC'nin modifikasyonlu ve modifikasyonsuz 1500-500 cm^{-1} aralığındaki FTIR spektrumu gösterilmiştir. 670 cm^{-1} 'de görülen pik, Si-O titreşiminden kaynaklanmaktadır [33]. Hurma çekirdeği için gözlemlenen pikler ve literatürde verilen pikler, Çizelge 4.1'de gösterilmektedir.



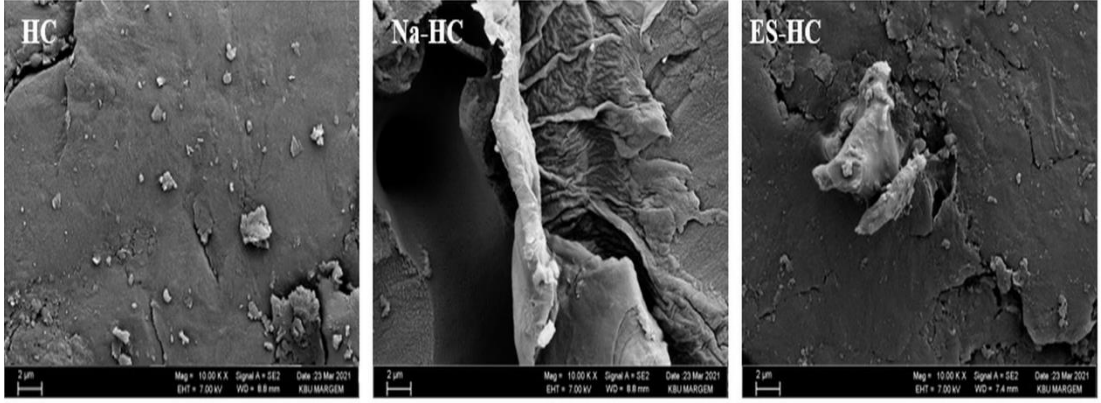
Şekil 4.1. a) HC FTIR spektrumu (4500-500 cm^{-1} aralığı) b) HC FTIR spektrumu (1500-500 cm^{-1} aralığı).

Çizelge 4.1. Hurma çekirdeği için gözlemlenen ve literatürde verilen pikler.

Gözlemlenen Pikler (cm ⁻¹)	Titreşim Modu	Literatürdeki Pikler (cm ⁻¹)
3320	OH grubu varlığından	3400-3100 [29,30]
2895	Selülozun -CH ve -CH ₂ gruplarının gerilme titreşimleri	3000-2790 [29]
2895	-CH grubunun gerilmesi (Epoksi)	3040-3000 [29]
1400	Karboksil ve asetil gruplarının C=O gerilme titreşimleri	1400 [31,32]
1010	C-O bağı titreşimi	1010 [32]
670	Si-O bağı titreşimi	670 [33]

4.1.1.2. Alan Etkili Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM) Analizi

HC'nin yüzey özelliklerini incelemek amacıyla, modifikasyonlu ve modifikasyonsuz HC numunelerine FESEM analizi yapılmıştır. HC numunelerinin FESEM görüntülerinde Şekil 4.2'de verilmiştir. Yüzey modifikasyonsuz HC numunesi neredeyse pürüzsüz bir yüzeye sahipken, alkalileme uygulanan HC tozunun yüzeyi pürüzlü hale gelmiştir. Alkalileme yüzey modifikasyonundan sonra oluşan bu yüzey pürüzlülüğünün sebebi olarak hurma çekirdeği tozunun yapısından selülozik olmayan maddelerin, hemiselülozların, lignin ve pektin gibi bileşenlerin uzaklaşması olduğu düşünülmektedir. Pürüzlü yapı, artan yüzey alanı sebebiyle matris polimeri ile daha verimli temas olduğu izlenilmiştir. Silanlama (ES-HC) yüzey modifikasyon işlemi incelendiğinde taneler arasındaki boşlukların dolduğu ve yüzeyin pürüzsüzleştiği görülmektedir. Yüzey modifikasyonlarının ardından tanelerin daha fazla yüzeye gömüldüğü gözlemlenmiştir.



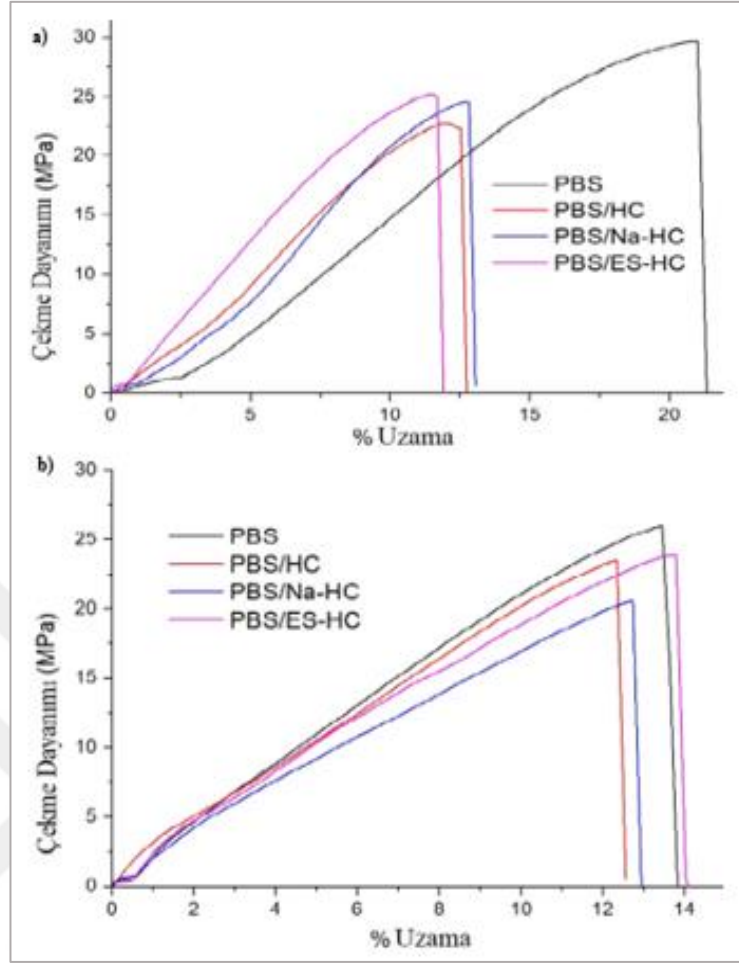
Şekil 4.2. Modifikasyonlu ve modifikasyonsuz HC numunelerinin FESEM görüntüleri.

4.1.2. PBS/Hurma Çekirdeği (HC) Ekokompozitlerinin Mekanik Özellikleri

4.1.2.1. Çekme Testi

PBS ve hazırlanan kompozitlerin su emme testinden önce ve sonraki gerilme-gerinim eğrileri Şekil 4.3’ te ve sonuçları Çizelge 4.2’de verilmiştir. Modifiyesiz HC tozunun PBS matrisine ilave edilmesi ile saf PBS’ye göre çekme dayanımında 1,31 kat, kırılma uzamasında 1,69 kat azalma olduğu ve Young modülüne baktığımızda 1,28 kat artış olduğu gözlemlenmiştir. Modifiye edilmiş HC içeren kompozitlerin, modifiyesiz HC içeren kompozitlerine göre daha yüksek gerilme dayanımı göstermiştir [34]. Bu işlemler arasında, gerilme mukavemetinde en büyük gelişmeyi % 11,45’lik sonuçla PBS/ ES-HC kompoziti göstermiştir. Bu gelişme, HC ve PBS arasında oluşan arayüzey yapışmasını iyileştiren silanlama yüzey modifikasyon işleminden kaynaklanmaktadır [35,36].

Su emme testinden sonra Çizelge 4.2’ye baktığımızda, modifikasyonsuz HC’nin çekme mukavemeti ve Young modülünde artış olduğu gözlemlenirken, modifikasyonlu HC’ye baktığımızda ise çekme mukavemetlerinde azalma olduğu, Young modüllerinde ise artış olduğu gözlemlenmiştir.



Şekil 4.3. a) PBS ve PBS/HC kompozitlerinin su emme testinden önce b) PBS ve PBS/HC kompozitlerinin su emme testinden sonra gerilim-gerinim grafikleri.

Çizelge 4.2. PBS ve PBS/HC kompozitlerinin su emme testinden önce ve sonra çekme özellikleri.

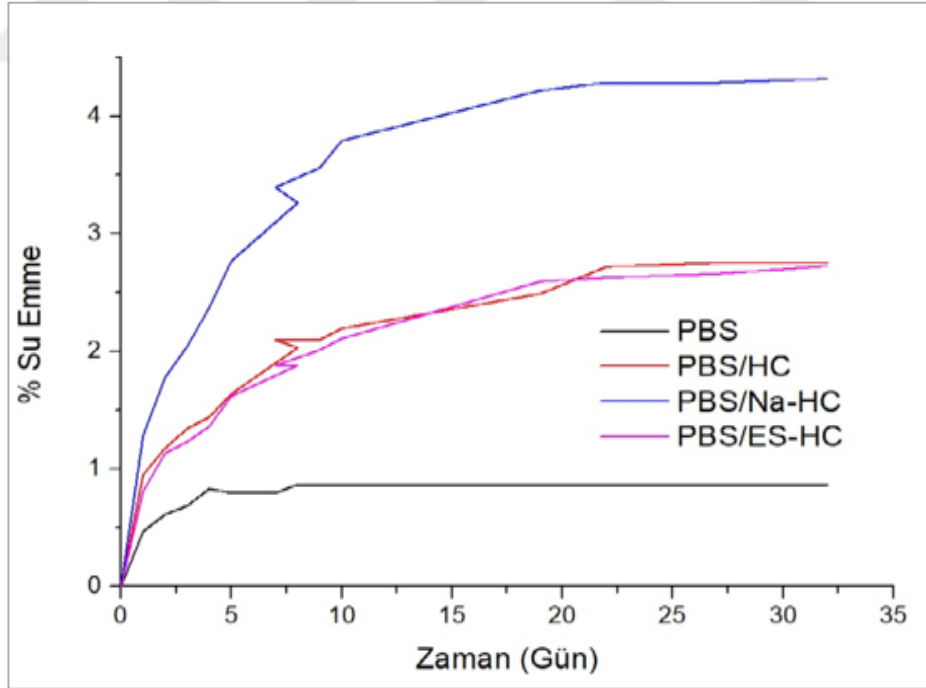
Örnekler	Çekme Dayanımı (MPa)	Kırılma Uzaması (%)	Young modülü (MPa)
PBS	29,8±1,7 /26,0±1,4*	20,9±1,2 /13,6±1,4*	201,9±1,3/370,4±1,2*
PBS/HC	22,7±1,2 /23,5±1,5*	12,4±1,4 /12,4±1,3*	259,3±1,7/371,9±1,5*
PBS/Na-HC	24,6±1,1 /20,6±1,3*	12,8±1,0 /12,8±1,6*	294,6±1,5/335,5±1,6*
PBS/ES-HC	25,3±1,7 /23,9±1,2*	11,6±1,6 /13,7±1,1*	284,1±1,2/412,3±1,7*

* Su emme testi uygulanmış örneklerin test sonuçları

4.1.3. PBS/Hurma Çekirdeği (HC) Ekokompozitlerinin Su Emme Performansları

Termoplastiklerin su emme testleri, çevre koşullarına karşı mukavemetleri hakkında ve mantar, don oluşumları gibi ekokompozitlerin yaşlanmaya karşı mukavemeti hakkında bilgi sağlar. Su emme testi, matris ile takviye fazı arasındaki uyumla ve su moleküllerinin hidroksil içeren lignoselülozik gruplarına hidrojen bağları ile etkileşimleri ilgilidir [27,37].

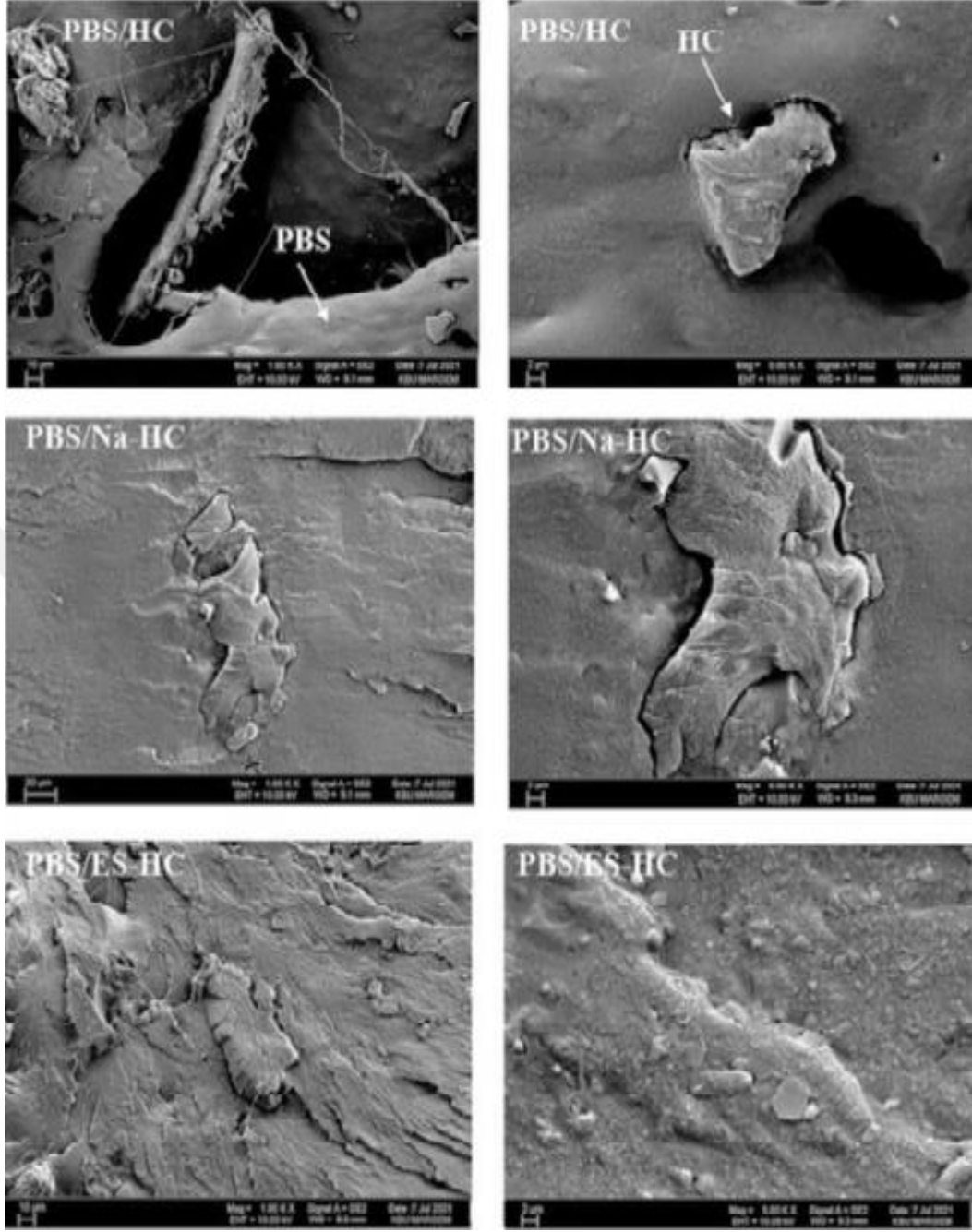
PBS ve kompozitleri 32 gün süresince yüzde (%) su emmesi Şekil 4.3'te gösterilmektedir. Saf PBS birkaç gün içinde hızlı bir şekilde yaklaşık %0,7 su emilimi yaparak maksimum kapasitesine ulaşmıştır ve test süresince bu değer sabit kalmıştır. Silan yüzey bağlayıcısının iyi bilinen hidrofobik doğası sebebiyle ES-HC içeren kompozit yaklaşık %2,5 değerle daha az su emilimi gösterdiği gözlemlenmiştir. NaOH yüzey bağlayıcısı HC kompozitini daha hidrofilik hale getirerek kompozit %4,3'lük bir su emme kapasitesiyle en yüksek su emilimi göstermiştir [27].



Şekil 4.4. PBS ve PBS/HC kompozitlerinin su emme eğrileri.

4.1.4. PBS /Hurma Çekirdeđi (HC) Ekokompozitlerinin Morfolojik Karakterizasyonu

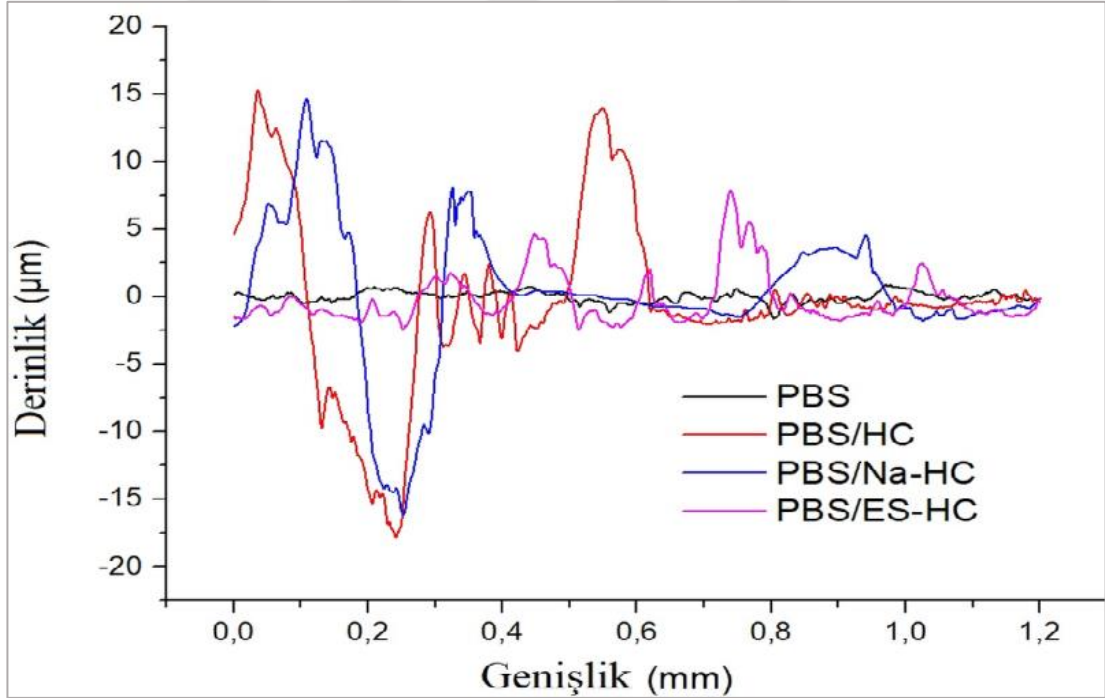
PBS/HC kompozitlerinin FESEM mikro-grafikleri Őekil 4.5'te gsterilmektedir. PBS ve HC arasındaki dolgu arayznde zayıf yapışma olduđu ve iki faz arasında byk boşluklar oluřtuđu grlmektedir. Modifiye edilmiř Na-HC ve ES-HC kompozitlerin FESEM grntlerine baktıđımızda alkalileme ve silanlama yzey iřlemleri sayesinde HC tanelerinin PBS matrisine daha iyi gmldđ grlmektedir. Bu gzlem, HC ve polimer matris arasındaki dolgu arayzey uyumluluđunda ykseliř olduđunu ve iki faz arasındaki boşlukların kapanarak, iyi yapışma sađladıđını gstermektedir. Bu sonular, nceki testlerde tartiřılan kompozitlerin mekanik sonularına niteliksel kanıt deđerindedir [27,38,39].



Şekil 4.5. PBS/HC ve kompozitlerinin FESEM görüntüleri.

4.1.5. PBS/Hurma Çekirdeği (HC) Ekokompozitlerinin Aşınma Özellikleri

PBS/HC kompozitlerinin aşınma grafiği Şekil 4.6'da ve aşınma testi sonuçları çizelge 4.3'te verilmiştir. Özgül aşınma oranı artış gösterirken aşınma dayanımı azalmaktadır [40,41]. Saf PBS'ye modifiyeli ve modifiyesiz HC'nin eklenmesiyle birlikte özgül aşınma oranlarının yükseldiği ve dolayısıyla aşınma dayanımlarının düştüğü görülmüştür. HC'nin tozlarının yapısı, yüzeyden parça kopmasını kolaylaştırıp yüzeydeki aşınma derinliğini arttırmış ve bunun sonucunda da aşınma direncinin azalmasına sebep olmuştur. Modifikasyonlu HC kompozitlerini incelediğimizde, silanlama yüzey modifikasyon işlemi ile birlikte özgül aşınma oranlarının düştüğü ve aşınma mukavemetlerinin yükseldiği gözlemlenmiştir. Bu işlemler arasında, özgül aşınma oranı en büyük gelişmeyi % 83,33'lük sonuçla PBS/ ES-HC kompoziti göstermiştir.



Şekil 4.6. PBS/HC kompozitlerinin aşınmış yüzeylerin iki boyutlu yüzey alanları grafiği.

Çizelge 4.3. PBS ve PBS/HC kompozitlerinin aşınma özellikleri.

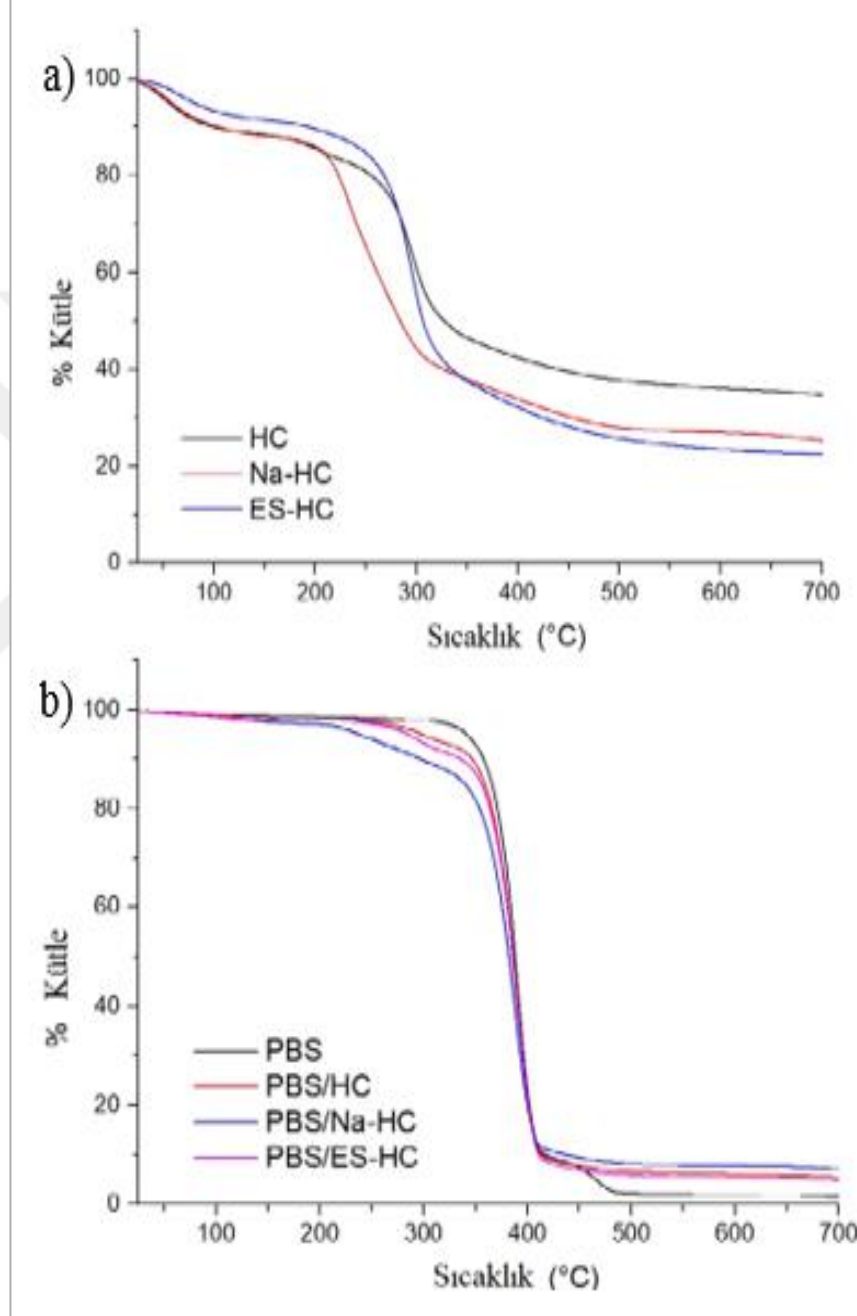
Örnekler	Yol (Stroke) (mm)	Aşınma Yüzey Alanı (A) (mm ²)	Aşınma Hacmi (W) (mm ³)	Özgül Aşınma Oranı (W _R) (mm ³ /Nm)
PBS	10	0,0005	0,005	0,01
PBS/HC	10	0,006	0,06	0,12
PBS/Na-HC	10	0,003	0,03	0,06
PBS /ES-HC	10	0,001	0,01	0,02

4.1.6. PBS/Hurma Çekirdeği (HC) Ekokompozitlerinin Termogravimetrik Analizi

Şekil 4.7 a'da yüzey modifikasyonlu ve modifikasyonsuz HC tozlarının TGA grafiğinde, 50 °C -200 °C aralığında %15 civarında kütle kaybı olmuştur. Bu kütle kaybı, hurma çekirdeği içerisindeki yağ veya nemin buharlaşarak uzaklaşmasıyla ilişkilendirilebilir. İkinci ana kütle kaybının olduğu 200-410 °C aralığında ise ilk olarak hemiselüloz daha sonra selüloz ve lignin ayrışmaları gözlemlenmiştir. Na-HC diğer numunelere kıyasla düşük sıcaklıkta ısıl bozunum göstermiştir [42].

Şekil 4.7 b'de saf PBS ve PBS/HC kompozitlerinin TGA grafiğinde, 350 °C civarında PBS'nin yapısında bulunan süksinat grubunun ayrılması ile tek basamaklı bir ısıl bozunma eğrisi görülmüştür. PBS/HC kompozitlerinde 250 °C ve 410 °C aralığında ana kütle kaybının görüldüğü ve bu kütle kaybının biyokütlenin selülozik kısmının ayrışmasıyla ilişkili olduğu görülmüştür [43]. HC'nin 250-410 °C' de sahip olduğu ısıl kararlılığı, yüzey modifikasyon işlemlerinden sonra azalma göstermiştir ve malzemedeki karbonizasyon oranlarında yükselmelere neden olmuştur. Alkalileme yüzey modifikasyon işleminden sonra, meydana gelen karboksilik asitleri hemiselülozların ayrışmasını hızlandırır. 410 °C'nin üzerinde HC'nin içerisinde bulunan hemiselüloz, lignin ve doğal liflerin çözünmesinden kaynaklı çok küçük ağırlık kayıpları görülmüştür [34,44]. Buna göre, PBS matrisine HC eklenmesi ile ısıl dirençte azalmalar görülmüştür. PBS/Na-HC eğrisine bakıldığında ısıl

bozunmaya daha erken başladığı gözlemlenmiştir. PBS/ES-HC eğrisine bakıldığında, alkalileme işlemine göre kompozitin ısıl dayanımında az miktarda artış olduğu gözlemlenmiştir. Kompozitlerin ısıl bozunma hızları ile PBS'nin bozunma hızı birbirlerine yaklaşık seviyededirler [27,42,45].

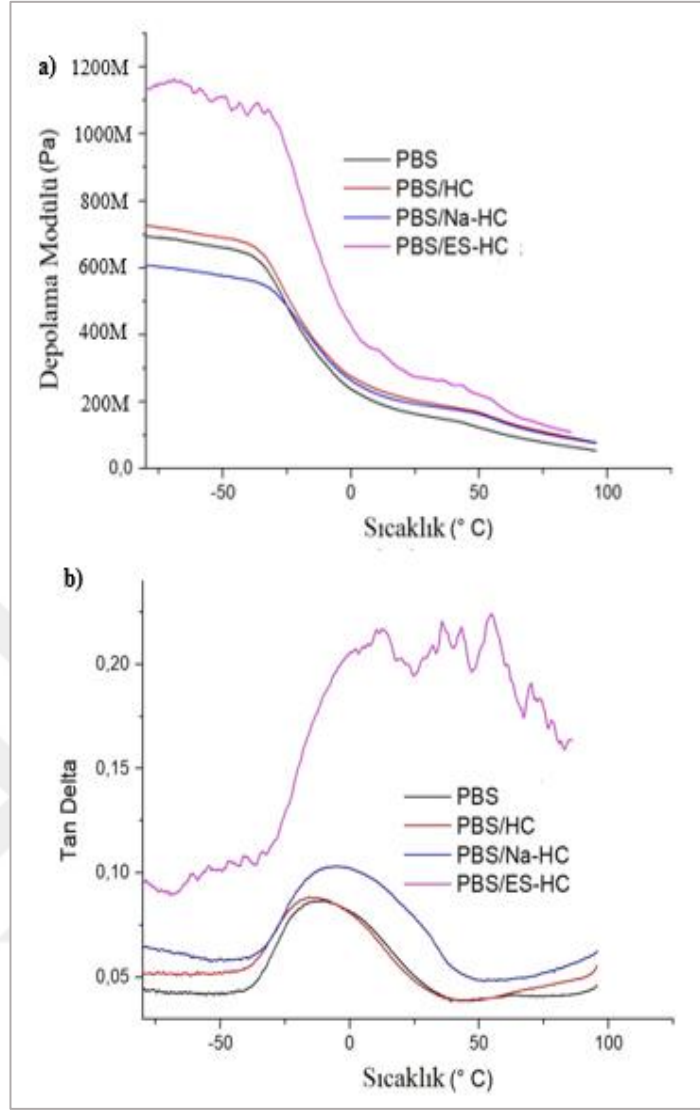


Şekil 4.7. a) Yüzey modifikasyonlu ve modifikasyonsuz HC tozlarının TGA grafiği, b) PBS ve PBS/HC kompozitlerinin TGA grafiği.

4.1.7. PBS/Hurma Çekirdeđi (HC) Ekokompozitlerinin Termomekanik Özellikleri

Şekil 4.8 a'da PBS ve PBS/HC kompozitlerinin depolama modülü-sıcaklık grafikleri verilmiştir. Deđerler incelendiđinde silanla modifiye edilmiş HC en yüksek deđerini göstermiştir. Bunun sebebi, HC içeren kompozit numunesinin matris ile yakaladığı yüzey uyumluluđunun daha iyi olmasından kaynaklanmaktadır [46]. Alkalileme ile modifiye edilmiş HC'ye bakıldıđında, saf PBS ve kompozitler arasında en düşük deđerde olduđu ve su emme deđerleriyle sonuçların uyumlu olduđu görülmüştür.

Şekil 4.8 b'de PBS ve HC kompozitlerinin Tan δ -sıcaklık grafikleri verilmiştir. Deđerler incelendiđinde saf PBS'nin camsı geçiş sıcaklığı (T_g), modifikasyonsuz ve yüzey modifikasyonlu HC eklendikten sonra genişleyerek yüksek sıcaklıklara kaymıştır. PBS/ES-HC numunesi 60 °C ile en yüksek Tan δ pik deđerini göstermiştir. HC içeren kompozitler PBS ile kıyasla yüksek Tan delta deđerleri ve ilaveten pik Tan delta sıcaklığında artma göstermiştir.



Şekil 4.8. a) PBS ve PBS/HC kompozitlerinin depolama modülü grafiği b) PBS ve PBS/HC kompozitlerinin Tan δ grafiği.

4.2. PBS/FINDIK KABUĞU (FK) EKOKOMPOZİTLERİNİN MEKANİK, TERMAL, MORFOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

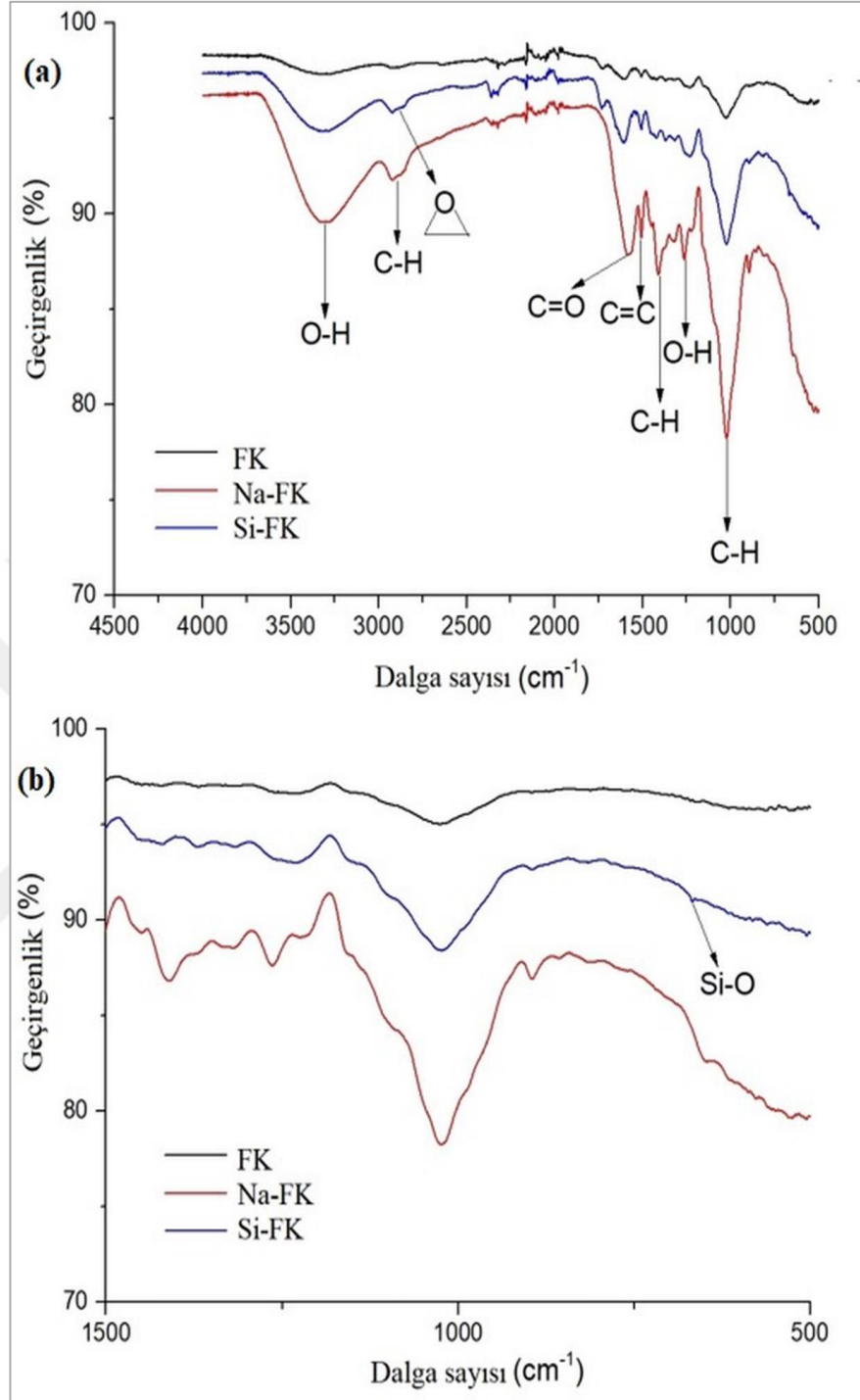
4.2.1. Fındık Kabuğu (FK) Yüzeyinin Modifikasyonu

4.2.1.1. ATR/FTIR Analizi

Şekil 4.9 a'da, FK'nın modifikasyonlu ve modifikasyonsuz 4500-500 cm^{-1} aralığındaki FTIR spektrumu gösterilmiştir. Pikler incelendiğinde 3300 cm^{-1} 'de gözlemlenen geniş bant aralığı, fındığın yapısındaki selüloz ve lignindeki -OH fenolik

ve alkol gruplarına aittir [47]. 2900 cm^{-1} de gözlemlenen pik selülozun –CH grubunun gerilme titreşimlerini göstermektedir. Ayrıca 2900 cm^{-1} 'deki pik epoksi pikiyle ilişkilendirilebilir ve silanlama işleminin başarılı olduğu görülmüştür [48]. FK'nın hemiselüloz yapısında bulunan karboksil ve asetil gruplarının C = O titreşim gerilmesi, 1574 cm^{-1} 'deki pikte görülmektedir [47,48]. 1507 cm^{-1} de görülen pikte C=C bağının gerilme titreşimlerini göstermektedir [49]. 1415 cm^{-1} deki pik –CH bağı titreşiminden kaynaklanmaktadır [48,49]. 1268 cm^{-1} 'de görülen pikte hidroksil grubunu yapısında bulunan su moleküllerinin –OH eğilme titreşimleri gözlemlenmiştir [50]. 1030 cm^{-1} deki orta yoğunluktaki geçirgenlik bandında –CH bağı gerilme titreşimleri görülmüştür [51].

Şekil 4.9 b'deki, FK'nın modifikasyonlu ve modifikasyonsuz 1500-500 cm^{-1} aralığındaki FTIR spektrumu gösterilmiştir. 670 cm^{-1} 'de görülen pik, Si-O titreşiminden kaynaklanmaktadır [51]. Fındık kabuğu için gözlemlenen pikler ve literatürde bildirilen pikler, Çizelge 4.4' te gösterilmektedir.



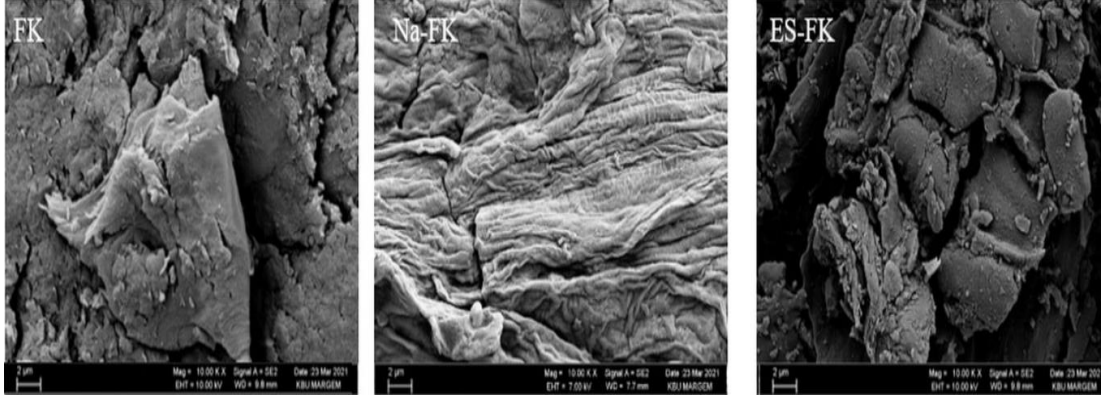
Şekil 4.9. a) FK FTIR spektrumu (4500-500 cm⁻¹) b) FK FTIR spektrumu (1500-500 cm⁻¹ aralığı).

Çizelge 4.4. Fındık Kabuğu için gözlemlenen pikler ve literatürde verilen pikler.

Gözlemlenen Pikler (cm ⁻¹)	Titreşim Modu	Literatürdeki Pikler (cm ⁻¹)
3300	OH grubu varlığından	3500-3000 [47]
2900	Selülozun -CH gerilme titreşimleri	3040-2790 [48]
2900	-CH grubunun gerilmesi (Epoksi)	3040-2790 [48]
1574	Karboksil ve asetil gruplarının C=O gerilmesi	1574 [47,48]
1507	C=C grubunun gerilme titreşimleri	1507 [49]
1415	-CH bağı titreşimleri.	1415 [48,49]
1268	-OH eğilme titreşimi	1268 [50]
1030	-CH bağı gerilme titreşimleri	1030 [51]
670	Si-O bağı titreşimi	670 [51]

4.2.1.2. Alan Etkili Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM) Analizi

FK tozlarının yüzey özelliklerini incelemek amacıyla, modifikasyonlu ve modifikasyonsuz FK numunelerine FESEM analizi yapılmıştır. FK numunelerinin FESEM görüntülerinde Şekil 4.9'da verilmiştir. Yüzey modifikasyonu uygulanmamış FK numunesine baktığımızda tanelerinin arasında boşluklar bulunan pürüzlü bir yapı gözlemlenirken; yüzey modifikasyonu uygulanmış FK numunelerine baktığımızda taneler arasındaki boşlukların kapandığı görülmektedir. Silanlama yüzey modifikasyonu uygulanmış FK numunesine baktığımızda yüzeyinde bulunan yuvarlıkların silan olduğu görülmektedir. Alkalileme yüzey modifikasyonuna uğramış FK numunesine baktığımızda ise tanelerin yüzeyinin daha pürüzlü yapı haline geldiği görülmektedir.



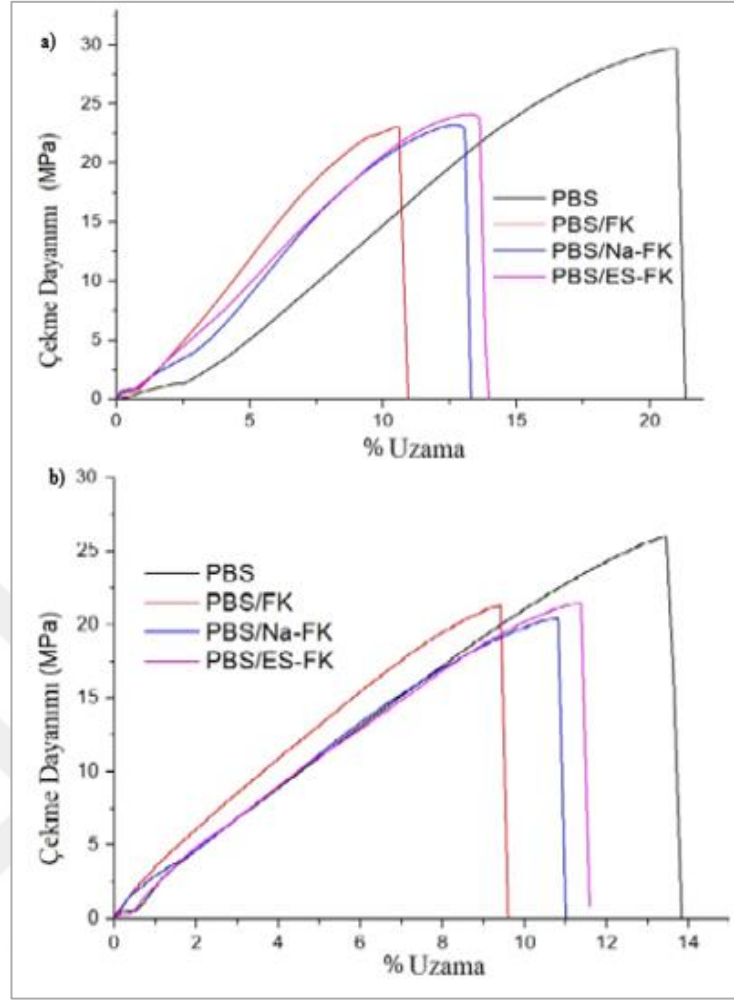
Şekil 4.10. Modifikasyonlu ve modifikasyonsuz FK numunelerinin FESEM görüntüleri.

4.2.2. PBS/ Fındık Kabuğu (FK) Ekokompozitlerinin Mekanik Performansı

4.2.2.1. Çekme Testi

PBS ve hazırlanan kompozitlerin su emme testinden önce ve sonraki gerilme-gerinim eğrileri Şekil 4.11’de ve sonuçları Çizelge 4.5’te verilmiştir. Modifiyesiz FK tozunun PBS matrisine ilave edilmesi ile saf PBS’ye göre çekme dayanımında 1,29 kat, kırılma uzamasında 2 kat azalma olduğu ve Young modülüne baktığımızda 1,48 kat artış olduğu gözlemlenmiştir. Bu işlemler arasında, gerilme mukavemetinde en büyük gelişmeyi %4,33’lük sonuçla PBS/ES-FK kompoziti göstermiştir. Bu gelişme, FK ve PBS arasında oluşan arayüzey yapışmasını iyileştiren silanlama modifikasyon işleminden kaynaklanmaktadır [2,27].

Su emme testinden sonra Çizelge 4.5’e baktığımızda, modifikasyonsuz ve modifikasyonlu FK’nın çekme mukavemeti ve kırılma uzamasında azalma gözlemlenmişken, Young modülünde artış olduğu görülmüştür.



Şekil 4.11. a) PBS ve PBS/FK kompozitlerinin su emme testinden önce b) PBS ve PBS/FK kompozitlerinin su emme testinden sonra gerilim-gerinim grafikleri.

Çizelge 4.5. Su emme testinden önce ve sonra PBS ve PBS/FK kompozitlerinin çekme özellikleri.

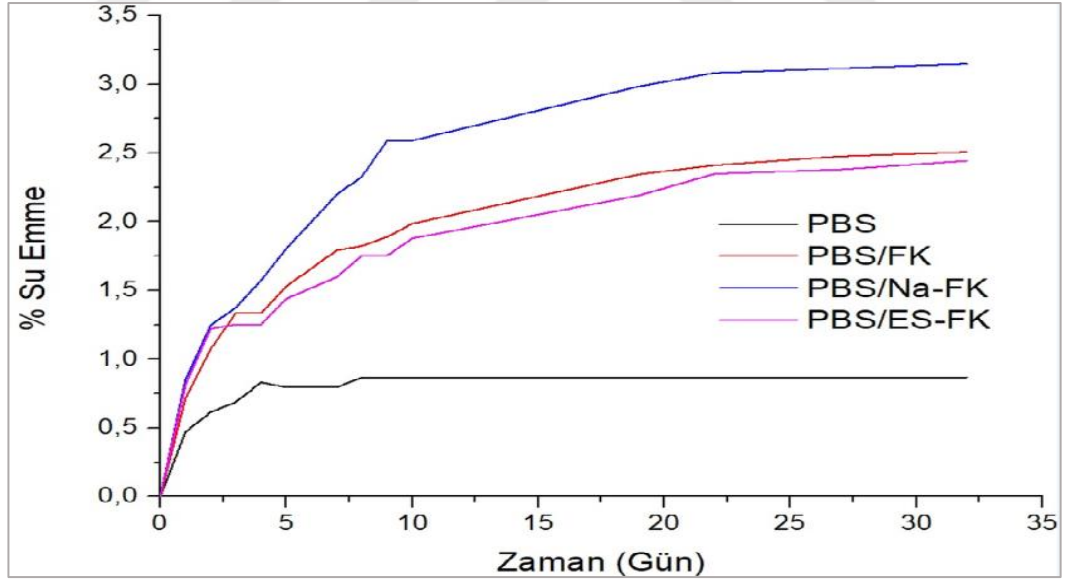
Örnekler	Çekme Dayanımı (MPa)	Kırılma Uzaması (%)	Young modülü (MPa)
PBS	29,8±1,7 /26,0±1,4*	20,9±1,2 /13,6±1,4*	201,9±1,0/370,4±1,2*
PBS/FK	23,1±1,5 /21,3±1,3*	10,5±1,4 /9,4±1,5*	298,8±1,3/395,0±1,1*
PBS/Na-FK	23,2±1,2 /20,5±1,5*	12,9±1,3 /10,8±1,3*	274,4±1,4/417,1±1,5*
PBS/ES-FK	24,1±1,4 /21,5±1,1*	13,5±1,4 /11,4±1,7*	240,8±1,5/319,9±1,2*

* Su emme testi uygulanmış örneklerin test sonuçları

4.2.3. PBS/Fındık Kabuğu (FK) Ekokompozitlerinin Su Emme Performansları

Termoplastiklerin su emme testleri, çevre koşullarına karşı mukavemetleri hakkında ve mantar, don oluşumları gibi ekokompozitlerin yaşlanmaya karşı mukavemeti hakkında bilgi sağlar. Su emme testi, matris ile takviye fazı arasındaki uyumla ve su moleküllerinin hidroksil içeren lignoselülozik gruplarına hidrojen bağlaması ile ilgilidir [31].

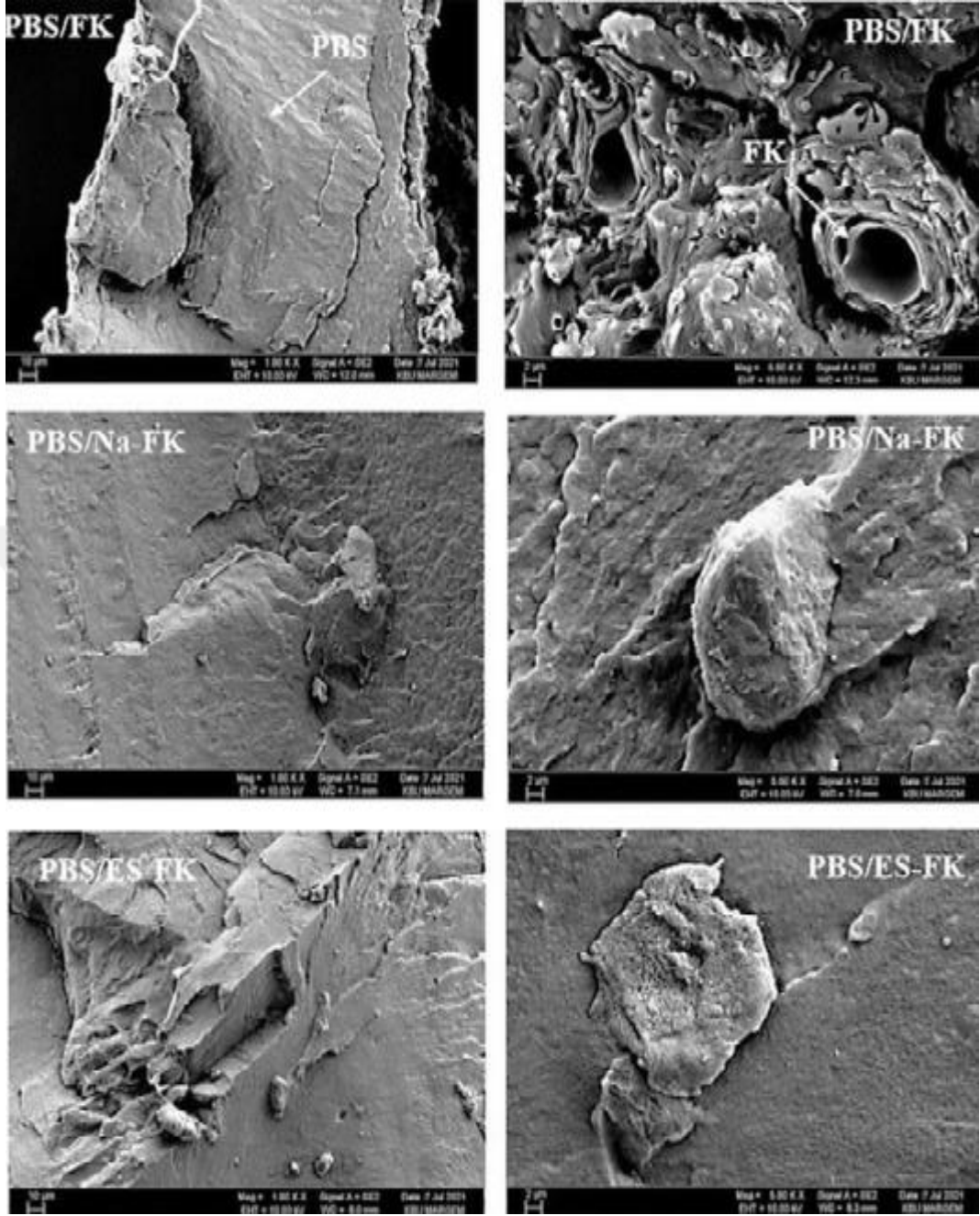
PBS ve kompozitlerinin 32 gün süresince yüzde (%) su emmeleri Şekil 4.12’de gösterilmektedir. Saf PBS birkaç gün içinde hızlı bir şekilde yaklaşık %0,7 su emilimi yaparak maksimum kapasitesine ulaşmıştır ve test süresince bu değer sabit kalmıştır. Silan yüzey bağlayıcısının iyi bilinen hidrofobik doğası sebebiyle ES-FK içeren kompozitin daha az su emilimi gösterdiği gözlemlenmiştir. NaOH yüzey bağlayıcısı FK kompozitini daha hidrofilik hale getirerek %3,2’lik bir su emme kapasitesiyle en yüksek su emilimi göstermiştir [31,39].



Şekil 4.12. PBS ve PBS/FK kompozitlerinin su emme eğrileri.

4.2.4. PBS/Fındık Kabuğu (FK) Ekokompozitlerinin Morfolojik Karakterizasyonu

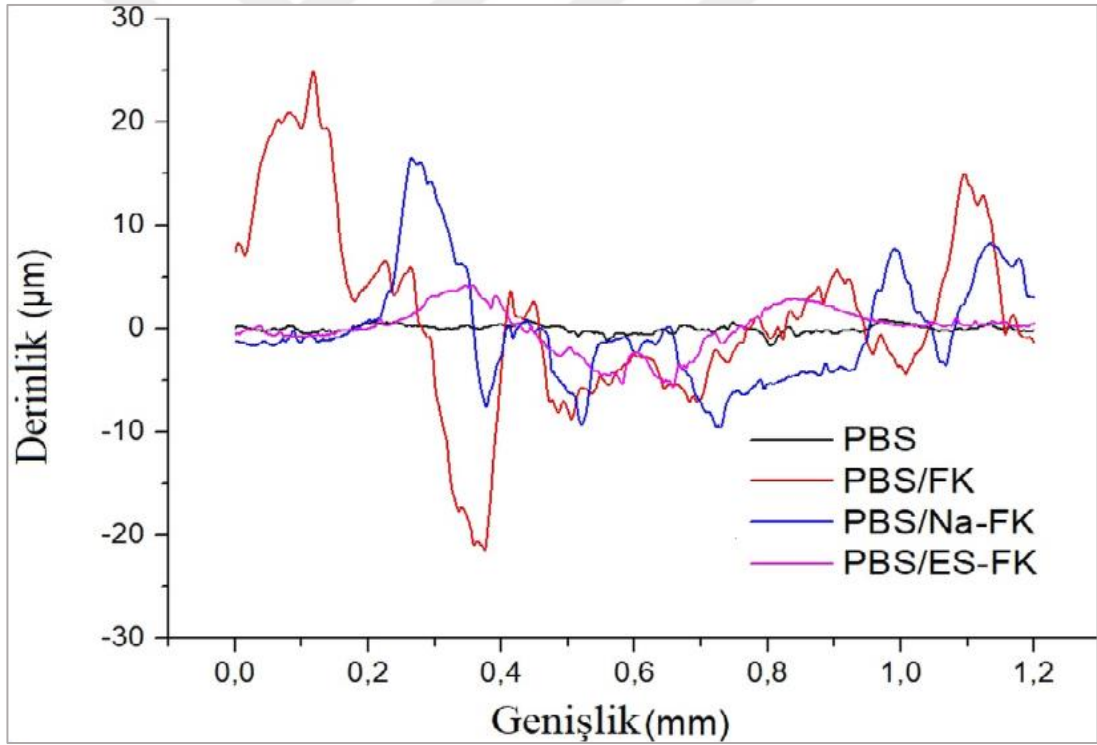
PBS/FK kompozitlerinin FESEM mikrografları Şekil 4.13'te gösterilmektedir. PBS ve FK arasındaki dolgu arayüzünde zayıf yapışma olduğu ve iki faz arasında büyük boşluklar oluştuğu görülmektedir. Modifiye edilmiş Na-FK ve ES-FK kompozitlerin FESEM görüntülerine baktığımızda alkalileme ve silanlama yüzey işlemleri sayesinde FK tanelerinin PBS matrisine daha iyi gömüldüğü görülmektedir. Bu gözlem, FK ve polimer matris arasındaki dolgu arayüzey uyumluluğunda yükseliş olduğunu ve iki faz arasındaki boşlukların kapanarak, iyi yapışma sağladığını göstermektedir. Bu sonuçlar, önceki testlerde tartışılan kompozitlerin mekanik sonuçlarına niteliksel kanıt değerindedir [39].



Şekil 4.13. PBS/FK ve kompozitlerinin FESEM görüntüleri.

4.2.5. PBS/Fındık Kabuğu (FK) Ekokompozitlerinin Aşınma Özellikleri

PBS/FK kompozitlerinin aşınma grafiği Şekil 4.14'de ve aşınma testi sonuçları çizelge 4.6'da verilmiştir. Özgül aşınma oranı artış gösterirken aşınma dayanımı azalmaktadır. Saf PBS'ye modifiyeli ve modifiyesiz FK'nın eklenmesiyle birlikte özgül aşınma oranlarının yükseldiği ve dolayısıyla aşınma dayanımlarının düştüğü görülmüştür. FK'nın tozlarının yapısı, yüzeyden parça kopmasını kolaylaştırıp yüzeydeki aşınma derinliğini arttırmış ve bunun sonucunda da aşınma direncinin azalmasına sebep olmuştur. Modifikasyonlu FK kompozitlerine bakıldığında silanlama yüzey modifikasyon işlemi ile birlikte özgül aşınma oranlarının düştüğü ve aşınma mukavemetlerinin yükseldiği gözlemlenmiştir. Bu işlemler arasında, özgül aşınma oranı en büyük gelişmeyi % 86,7'lık sonuçla PBS/ ES-FK kompoziti göstermiştir.



Şekil 4.14. PBS/FK kompozitlerinin aşınmış yüzeylerin iki boyutlu yüzey alanları grafiği.

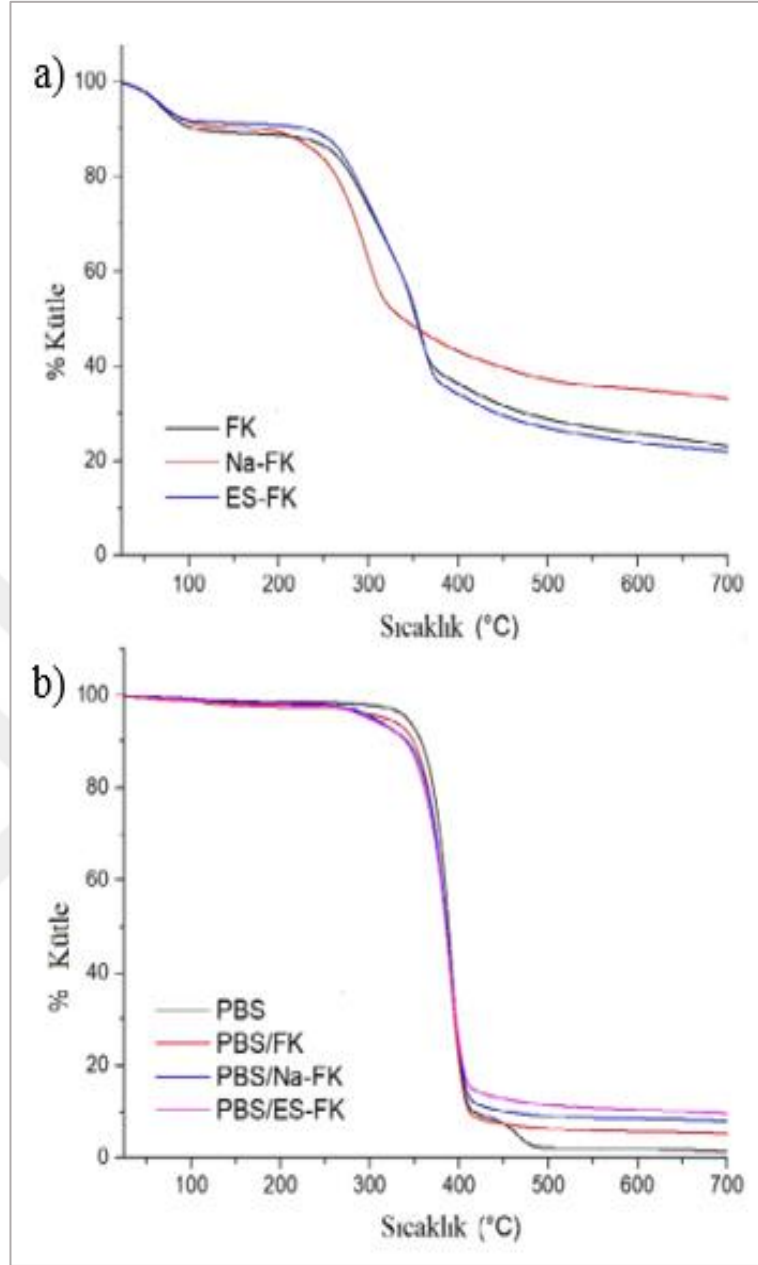
Çizelge 4.6. PBS ve PBS/FK kompozitlerinin aşınma özellikleri.

Örnekler	Yol (Stroke) (mm)	Aşınma Yüzey Alanı(A) (mm ²)	Aşınma Hacmi(W) (mm ³)	Özgül Aşınma Oranı(W _R) (mm ³ /Nm)
PBS	10	0,0005	0,005	0,01
PBS/FK	10	0,015	0,15	0,3
PBS/Na-FK	10	0,007	0,07	0,14
PBS /ES-FK	10	0,002	0,02	0,04

4.2.6. PBS/Fındık Kabuğu (FK) Ekokompozitlerinin Termogravimetrik Analizi

Şekil 4.15 a'da yüzey modifikasyonlu ve modifikasyonsuz FK tozlarının TGA grafiğinde, 50°C -150 °C aralığın da %10 civarında kütle kaybı olmuştur. Bu kütle kaybı, fındık kabuğu içerisindeki yağ veya nemin buharlaşarak uzaklaşmasıyla ilişkilendirilebilir. İkinci ana kütle kaybının olduğu 250-400 °C aralığında ise ilk olarak hemiselüloz daha sonra selüloz ve lignin ayrışmaları gözlemlenmiştir [52]. Na-FK diğer numunelere kıyasla düşük sıcaklıkta ısıl bozunum göstermiştir.

Şekil 4.15 b'de saf PBS ve PBS/FK kompozitlerinin TGA grafiğinde, 350 °C civarında PBS'nin yapısında bulunan suksinat grubunun ayrılması ile tek basamaklı bir ısıl bozunma eğrisi görülmüştür. PBS/FK kompozitlerinin 410 °C civarındaki ısıl kararlılığı saf PBS'ye göre daha yüksektir ve yüzey modifikasyon işlemlerinden sonra kütle kaybının daha az olduğu görülmüştür [52]. Alkalileme yüzey modifikasyon işleminden sonra, meydana gelen karboksilik asitleri hemiselülozların ayrışmasını hızlandırır. Bozunmanın başladığı sıcaklıkta saf PBS'nin ısıl kararlılığı PBS/FK kompozitlerine göre daha fazladır. 410 °C'nin üzerinde FK'nin içerisinde bulunan hemiselüloz, lignin ve doğal liflerin çözünmesinden kaynaklı çok küçük ağırlık kayıpları görülmüştür [52,53]. Alkalileme ve silanlama yüzey modifikasyonlu FK kompozitlerine bakıldığında, ısıl bozunma eğrilerinin birbirlerine çok yakın olduğu gözlemlenmiştir. Kompozitlerin ısıl bozunma hızları ile PBS'nin bozunma hızı birbirlerine yaklaşık seviyede bulunmuştur.



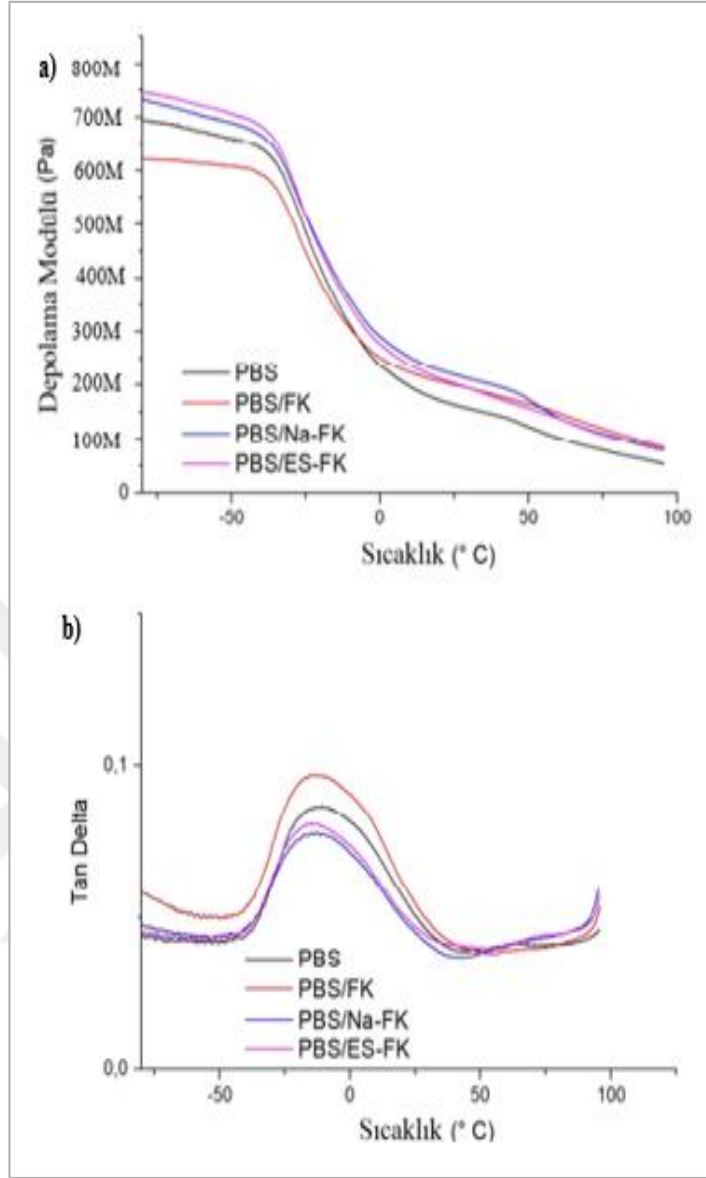
Şekil 4.15. a) Yüzey modifikasyonlu ve modifikasyonsuz FK tozlarının TGA grafiği, b) PBS ve PBS/FK kompozitlerinin TGA grafiği.

4.1.7. PBS/Fındık Kabuğu (FK) Ekokompozitlerinin Termomekanik Özellikleri

Şekil 4.16 a'da PBS ve FK kompozitlerinin depolama modülü-sıcaklık grafikleri verilmiştir. Değerler incelendiğinde silanla modifiye edilmiş FK en yüksek değeri göstermiştir. Bunun sebebi, FK içeren kompozit numunesinin matris ile yakaladığı yüzey uyumluluğunun daha iyi olmasından kaynaklanmaktadır. Saf PBS'ye ilave

edilmiş modifikasyonsuz FK numunesine bakıldığında kompozitler arasında en düşük deęerde olduęu ve matris ile yüzey uyumluluęunun kötü olduęu görölmektedir.

Şekil 4.16 b'de PBS ve FK kompozitlerinin Tan δ -sıcaklık grafikleri verilmiştir. Deęerler incelendiğinde, saf PBS'nin camsı geçiş sıcaklığı (T_g), kompozite yüzey modifikasyonları FK eklendikten sonra azalarak daha düşük sıcaklıklara kaymıştır [27]. PBS/FK numunesi -12 °C ile en yüksek Tan δ pik deęerini göstermiştir. Tan δ deęerindeki bu artış, PBS matris ile katkı maddesinin yapışma kalitesini gösterir. Tan δ düşükçe yapışma kalitesi artmaktadır. PBS/ES-FK ve PBS/Na-FK numuneleri en düşük Tan δ pik yüksekliğinde oldukları için dięer örnekler arasında en güçlü ara yüzey yapışmasına sahip oldukları görölmektedir. Kompozitler arasında PBS/Na-FK numunesi az bir farkla en düşük pik Tan δ deęeri vermiştir.



Şekil 4.16. a) PBS ve PBS/FK kompozitlerinin depolama modülü grafikleri b) PBS ve PBS/FK kompozitlerinin Tan δ grafikleri.

BÖLÜM 5

ÇIKARIMLAR

5.1. YÜZEY MODİFİKASYONUNUN PBS/HURMA ÇEKİRDEĞİ (HC) EKOKOMPOZİTLERİNİN MEKANİK, TERMAL, MORFOLOJİK ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİLERİ

Hurma çekirdeğine, alkalileme ve silanlama yüzey modifikasyon işlemleri uygulanmış ve sonucunda modifikasyonsuz HC, Na-HC ve ES-HC olarak üç tane takviye malzemesi üretilmiştir. Bu takviye malzemelerinin, doğa dostu PBS ile birleştirilmesi sonucu PBS/HC, PBS/Na-HC ve PBS/ES-HC kompozitleri elde edilmiştir. Elde edilen kompozitlerin morfolojik, su emme, mekanik ve ısısal özellikleri incelenmiştir. Bunun sonucunda;

1. HC tozlarının FTIR/ATR analizinde, grafikteki pikler silanlama ve alkalileme yüzey modifikasyon işlemlerinin başarılı bir şekilde gerçekleştiği görülmektedir.
2. HC tozlarının morfolojik özelliklerine bakıldığında yüzey modifikasyon işlemlerinin boşlukları azalttığı, silanların toz tanelerinin etrafını sardığı ve yüzey modifikasyon işlemlerinin başarılı olduğu görülmüştür. PBS/HC kompozitlerinin SEM mikrograflarına bakıldığında ise PBS ve HC arasında, silanlama ile yüzey modifikasyon işlemi yapılmış olan numunede daha iyi arayüzey etkileşimi olduğu görülmüştür.
3. Kompozit malzemenin su emme testi sonuçları incelendiğinde, silan ile modifiye edilmiş HC içeren kompozitte diğer modifiyesiz HC 'ye göre % su emme verileri daha düşük çıkmıştır.

4. Çekme testi sonuçları incelendiğinde, PBS, HC ile takviyelendirildiğinde çekme mukavemeti ve kırılmada uzamasında saf PBS ye göre azalma görülürken Young modüllerinde artma görülmüştür.
5. Silanlama yüzey modifikasyonlu HC içeren kompozitlerin, diğer kompozitlere göre aşınma dirençleri daha iyidir.
6. DMA analizlerine bakıldığında, silan ile modifiye edilmiş HC içeren kompozitler, saf PBS ve diğer kompozitlere göre daha yüksek depolama modül değeri göstermiştir. Tan delta grafik sonuçlarında ise PBS matrisine HC ilave edilmesi ile pikleri n şiddetlerinde artma görülmekte ve silan modifikasyonu sayesinde PBS'nin T_g sıcaklığının artarak T_g eğrisi daha yüksek değerlere çıkmıştır.
7. HC tozlarının TGA grafiği incelendiğinde silanlama yüzey modifikasyon işleminden sonra daha geç bozunmaya başladığı görülmektedir. PBS/HC kompozitlerinin TGA grafiklerine bakıldığında ise, silanlama modifikasyon işlemi yapılmış HC ısısal dayanımında az miktarda artış olduğu gözlemlenmiştir.

5.2. YÜZEY MODİFİKASYONUNUN PBS/FINDIK KABUĞU (FK) EKOKOMPOZİTLERİNİN MEKANİK, TERMAL, MORFOLOJİK ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİLERİ

Fındık kabuğuna, alkalileme ve silanlama yüzey modifikasyon işlemleri uygulanmış ve sonucunda modifikasyonsuz FK, Na-FK ve ES-FK olarak üç tane takviye malzemesi üretilmiştir. Bu takviye malzemelerinin, doğa dostu PBS ile birleştirilmesi sonucu PBS/FK, PBS/Na-FK ve PBS/ES-FK kompozitleri elde edilmiştir. Elde edilen kompozitlerin morfolojik, su emme, mekanik ve ısısal özellikleri incelenmiştir. Bunun sonucunda;

1. FK tozlarının FTIR/ATR analizinde, grafikteki pikler silanlama ve alkalileme yüzey modifikasyon işlemlerinin başarılı bir şekilde gerçekleştiği görülmektedir.

2. FK tozlarının morfolojik özelliklerine bakıldığında yüzey modifikasyon işlemlerinin boşlukları azalttığı, silanların toz tanelerinin etrafını sardığı ve başarılı bir şekilde uygulandığı görülmüştür. PBS/FK kompozitlerinin SEM mikrograflarına bakıldığında ise PBS ve FK arasında, silanlama ile yüzey modifikasyon işlemi yapılmış olan numunede daha iyi arayüzey etkileşimi olduğu görülmüştür.
3. Kompozit malzemenin su emme testi sonuçlarına bakıldığında, silan ile modifiye edilmiş FK içeren kompozitte diğer modifiyesiz FK 'ye göre % su emme verileri daha düşük çıkmıştır.
4. Çekme testi sonuçları incelendiğinde, PBS, FK ile takviyelendirildiğinde çekme mukavemeti ve kırılmada uzamasında saf PBS ye göre azalma görülürken Young modüllerinde artma görülmüştür.
5. Silanlama yüzey modifikasyonlu FK içeren kompozitlerin, diğer kompozitlere göre aşınma dirençleri daha iyidir.
6. DMA analizlerine bakıldığında, silan ile modifiye edilmiş FK içeren kompozitler, saf PBS ve diğer kompozitlere göre daha yüksek depolama modül değeri göstermiştir. Tan delta grafik sonuçlarında ise PBS matrisine modifikasyonsuz FK ilave edilmesi ile pikin şiddetinde artma görülmekte ve yüzey modifikasyonları sayesinde tan delta pik yüksekliği azalmaktadır.
7. FK tozlarının TGA grafiği incelendiğinde silanlama yüzey modifikasyon işleminden sonra daha geç bozunmaya başladığı görülmektedir. PBS/FK kompozitlerinin TGA grafiklerine bakıldığında ise, silanlama modifikasyon işlemi yapılmış FK ısısal dayanımında az miktarda artış olduğu gözlemlenmiştir.

Yapılan testler sonucunda hurma çekirdeği ve fındık kabuğu tozlarının dolgu maddesi olarak kullanımından elde edilen sonuçlar karşılaştırıldığında, su emme ve aşınma testinde birbirlerine yakın oranda değerler gösterdiği görülürken, hurma çekirdeği tozunun fındık kabuğu tozuna göre daha iyi çekme dayanımı gösterdiği söylenebilir.

KAYNAKLAR

1. Kılınç K., Kanbur, Y. ve Tayfun Ü., "Termoplasik poliüretan/Talaş eko-kompozitleri", Yüksek Lisans Tezi, *Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Karabük*, 1-11, 17-23, 23-30, 37-50 (2018).
2. Şişmanoğlu S., "Termoplastik poliüretan matrisli eko-kompozitlerin hazırlanması ve karakterizasyonu", Doktora Tezi, *Karabük Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği*, Karabük, 4-6, 12-16, 17-39 (2020).
3. Filizgök S., "Poli(bütilen Süksinat) nanokompozitlerinin kristalizasyon kinetiğinin incelenmesi", Doktora Tezi, *Kocaeli Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kocaeli, 4-15 (2017).
4. Tayfun Ü., Doğan M., and Bayramlı E., "Polyurethane elastomer as a matrix material for short carbon fiber reinforced thermoplastic composites." *Anadolu University Journal of Science and Technology A-Applied Sciences and Engineering*, 18.3, 682-694 (2017).
5. Bulut M., "Türkiyede kompozit malzeme üretimi ve kompozit malzeme sektörünün genel değerlendirilmesi", Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, 5-20 (2014).
6. Kaya A., "Kompozit malzemeler ve özellikleri", *Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi, Teknik Bilimler Yüksek Okulu*, 40 (2016).
7. Kalemtaş A., "Metak matrisli kompozitlere genel bir bakış", Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, 18-20 (2014).
8. Fuqua M., "Polymer reviews", *Natural fiber reinforced composites, gaylor and francis group*, North Dakota, 259-260 (2012).
9. Mohanty A., et al. "Sustainable bio-composites from renewable resources: opportunities and challenges in the green materials world." *Journal of Polymers and the Environment*, 19-26 (2002).
10. Ben-Youssef, S., et al., "Green extraction procedures of lipids from Tunisian date palm seeds." *Industrial Crops and Products*, 520-525 (2017).
11. Akasha, I., et al. "The major proteins of the seed of the fruit of the date palm (Phoenix dactylifera L.): Characterisation and emulsifying properties." *Food Chemistry*, 799-806 (2016).

12. Sait, Hani H., et al. "Pyrolysis and combustion kinetics of date palm biomass using thermogravimetric analysis." *Bioresource Technology*, 382-389 (2012).
13. Afiq MJ A., et al. "Date seed and date seed oil." *International Food Research Journal*, 2035-2036 (2013).
14. Bouallegue, K., et al. "Phenomenological modeling and intensification of texturing/grinding-assisted solvent oil extraction: case of date seeds (Phoenix dactylifera L.)." *Arabian Journal of Chemistry*, 2398 (2019).
15. Alem, Chakib, et al. "Phytochemical compositions and antioxidant capacity of three date (Phoenix dactylifera L.) seeds varieties grown in the South East Morocco." *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences*, 350-357 (2017).
16. Kumaş C., and Z. E. Sayın. "Activated carbon production from hazelnut shells using phosphoric acid and boron.", Yüksek Lisans Tezi, *Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, Afyon, 11-19 (2016).
17. Hoşgün, Emin Z., and Bozan B. "Investigation of the effect of low temperature low time alkali pretreatment on hazelnut shells composition and enzymatic hydrolysis." *Anadolu Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi*, 518-523 (2017).
18. Demirbas A." Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects ", *Furfural Production from Fruit Shells by Acid-Catalyzed Hydrolysis*, Taylor and Franc, is Group, London, 157-165 (2006).
19. Hussein A., " Pirina, fındık kabuğu ve talaşın karbon dioksit ortamında gazlaştırılması",Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 16-19 (2019).
20. Karagöz B." Yumurta kabuğu, antep fıstığı kabuğu, fındık kabuğu, pirinç kabuğu ve zeytin çekirdeğinden hazırlanan adsorbanların adsorpsiyon performansları", Yüksek Lisans Tezi, *Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, 27 (2011).
21. Jin H.J., et al. "Thermal and mechanical properties of mandelic acid-copolymerized poly (butylene succinate) and poly (ethylene adipate)." *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 1504-1511 (2000).
22. Phua, Y. J., et al. "Biodegradability studies of poly (butylene succinate)/organomontmorillonite nanocomposites under controlled compost soil conditions: effects of clay loading and compatibiliser." *Polymer degradation and stability*, 1345-1354 (2012).
23. İnternet: European Bioplastics BV, <https://www.european-bioplastics.org> (2022).
24. Yoruç A. B. H. and Uğraşkan V., "Yeşil polimerler ve uygulamaları." *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 318-337 (2017).

25. Fowler P. A., J. Mark Hughes, and Robert M. Elias. "Biocomposites: technology, environmental credentials and market forces." *Journal of the Science of Food and Agriculture* 1781-1789 (2006).
26. Bulut Y. and Erdoğan Ü.H., "Usability of cellulose based natural fibers as reinforcement materials in composite manufacturing." *International Journal of Engineering Research and Development*, 82 (2011).
27. Tayfun, Ü. "Influence of surface treatment of fillers on the mechanical properties of thermoplastic polyurethane composites.", Ph.D. Thesis, *The Graduate School of Natural and Applied Sciences, Middle East Technical University*, 11-16 (2015).
28. Akpınar S., and Evcin A. "Silan modifiye mermer toz atıklarının epoksi polimer özelliklerine etkilerinin araştırılması." *El-Cezeri*, 712-725 (2019).
29. Zannen, S., et al. "Effect of chemical extraction on physicochemical and mechanical properties of doum palm fibres." *Advances in Materials Physics and Chemistry*, 203 (2014).
30. Motaung T., E., Mngomezulu M.E., and Mpitloane J. H., "Effects of alkali treatment on the poly (furfuryl) alcohol–flax fibre composites." *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 48-60 (2018).
31. Dogan, S.D, Tayfun U., and Dogan M. "New route for modifying cellulosic fibres with fatty acids and its application to polyethylene/jute fibre composites." *Journal of Composite Materials*, 2477-2485 (2016).
32. Sgriccia, N., M. C. Hawley, and M. Misra. "Characterization of natural fiber surfaces and natural fiber composites." *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 1632-1637 (2008).
33. Xie, Yanjun, et al. "Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: A review." *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 806-819 (2010).
34. Dike, A. S., Tayfun, U. and Dogan, M. "Influence of zinc borate on flame retardant and thermal properties of polyurethane elastomer composites containing huntite&hydromagnesite mineral", *Fire and Materials*, 890–897 (2017).
35. Tayfun, U., Dogan, M. and Bayramli, E., "Effect of surface modification of rice straw on mechanical and flow properties of TPU-based green composites," *Polymer Composites*, 1596–1602 (2016).
36. Ku, H., Wang, H., Pattarachaiyakoop, N. and Trada, M., "A review on the tensile properties of natural fiber reinforced polymer composites", *Composite Part B Engineering*, 856–873 (2011).

37. Kartal, S. N., Aysal, S., Terzi, E., Yilgör, N., Yoshimura, T. and Tsunoda, K., “Wood and bamboo-PP composites: Fungal and termite resistance, water absorption, and FT-IR analyses”, *BioResources*, 1222–1244 (2013).
38. Sato, N., Kurauchi, T., Sato, S. and Kamigaito, O., “Microfailure behaviour of randomly dispersed short fibre reinforced thermoplastic composites obtained by direct SEM observation”, *Journal of Materials Science* , 3891–3898 (1991).
39. Tayfun, U, and Mehmet Doğan. "Application of Surface Modification Routes to Coconut Fiber for its Thermoplastic-Based Biocomposite Materials." Sustainable Natural Fiber Composites, *Materials Research Forum LLC*, 122: 110-127 (2022).
40. Polat, S., Sun, Y., Çevik, E., Colijn, H. and Turan, M. E., “Investigation of wear and corrosion behavior of graphene nanoplatelet-coated B4C reinforced Al–Si matrix semi-ceramic hybrid composites”, *Journal of Composite Materials*, 3549-3565 (2019).
41. Akgul, Y., Ahlatci, H., Turan, M. E., Erden, M. A., Sun, Y. and Kilic, A., “Influence of carbon fiber content on bio-tribological performances of high-density polyethylene”, *Materials Research Express*, (2019).
42. Khan, Z., Suzana Y., and Murni M.A. "Thermogravimetric analysis of palm oil wastes decomposition." *Conference on Clean Energy and Technology (CET)*, 205-208 (2011).
43. Sözen, E., Gündüz, G., Aydemir, D. and Güngör, E. “Biyokütle kullanımının enerji, çevre, sağlık ve ekonomi açısından değerlendirilmesi”, *Journal of Bartın Faculty of Forestry*, 148–160 (2017).
44. Gheith, M. H., Aziz, M. A., Ghori, W., Saba, N., Asim, M., Jawaid, M., Alothman, O. Y., “Flexural, thermal and dynamic mechanical properties of date palm fibres reinforced epoxy composites”, *Journal of Materials Research and Technology*, 853-860 (2019).
45. Müller, M., Militz, H. and Krause, A., “Thermal degradation of ethanolamine treated poly(vinyl chloride)/wood flour composites”, *Polymer Degradation and Stability*, 166–169 (2012).
46. Yang, S., Taha-Tijerina, J., Serrato-Diaz, V., Hernandez, K. and Lozano, K., “Dynamic mechanical and thermal analysis of aligned vapor grown carbon nanofiber reinforced polyethylene”, *Composite Part B Engineering*, 228– 235 (2007).
47. Dede Ö.T., “Potential use hazelnut processing plant wastes as a sorbent for the simultaneous removal of multi-elements from water “, *Mühendislik Bilimleri ve Tasarım Dergisi*, 301-312 (2019).

48. Kaya N., Arslan F., and Uzun Z.Y. "Production and characterization of carbon-based adsorbents from waste lignocellulosic biomass: their effectiveness in heavy metal removal." *Fullerenes, Nanotubes and Carbon Nanostructures*, 769-780 (2020).
49. Budak E., Hizarci S. and Yilmaz E., "Recycling of hazelnut shell: Synthesis of boron carbide by carbothermic reaction." *The journal of supercritical fluids*, 163-164 (2019).
50. Gökalp G., "Conversion of hazelnut shell into value-added chemicals by using sub-critical water as a reaction medium." *Izmir Institute of Technology*. 37-78 (2016).
51. Demirkaya E., Dal O., and Yüksel A., "Liquefaction of waste hazelnut shell by using sub-and supercritical solvents as a reaction medium." *The Journal of Supercritical Fluids*, 11-20 (2019).
52. Kocabaş-Ataklı Z. Ö., Oktay-Öner F., and Yürüm Y., "Combustion characteristics of Turkish hazelnut shell biomass, lignite coal, and their respective blends via thermogravimetric analysis." *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 1723-1729 (2015).
53. Ceylan S., and Topçu Y., "Pyrolysis kinetics of hazelnut husk using thermogravimetric analysis." *Bioresource technology*, 182-188 (2014).

ÖZGEÇMİŞ

Fatma Nur BAYINDIR ilk ve orta öğrenimini Bolu'da tamamladı. Gerede Anadolu Lisesi Fen Bilimleri Bölümünden mezun oldu. 2013 yılında Karabük Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'nde öğrenime başlayıp 2018 yılında iyi derece ile mezun oldu.2019 yılında Karabük Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı'nda yüksek lisans eğitimine başladı. 2019 yılında Gerede Deri Organize Sanayi Bölgesinde yer alan Bayındır Deri Sanayi firmasında İdari kadroda işe başlamıştır ve halen çalışmaya devam etmektedir.