

T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
BİLİMSEL ARAŞTIRMA PROJELERİ
KOORDİNASYON BİRİMİ

Jüt kumaş takviyeli polipropilen ve polietilen esaslı biyokompozit üretimi ve karakterizasyonu

FYL-2013-4613

Yüksek Lisans

SONUÇ RAPORU

Proje Yürütücüsü:

Yrd. Doç. Dr. Mehmet Doğan
Mühendislik Fakültesi/Tekstil Bölümü

Araştırmacı

Ayşenur Mutlu
Mühendislik Fakültesi/Tekstil Bölümü

Kasım 2014

KAYERİ

TEŞEKKÜR

Bu çalışma Erciyes Üniversitesi BAP birimi tarafından FYL-2013-4613 no'lu proje kapsamında desteklenmiştir.

ÖZET

Bu proje kapsamında maleik anhidrit fonksiyonel grup içeren polimerler jüt kumaş (JF) takviyeli alçak yoğunluklu polietilen (LDPE) ve polipropilen (PP) esaslı kompozitlerde uyumlaştırıcı olarak kullanılmıştır. Kompozit üretimde ham JF, alkali işlem görmüş JF (Na-JF) ve bunların uyumlaştırıcı çözeltisi emdirilmiş formları (prepreg) kullanılmıştır. Maleik anhidrit aşılanmış PP (PP-g-MA) PP esaslı kompozitlerde ve etilen, akrilik ester, maleik anhidrit terpolimeri (PE-g-MA) ise PE esaslı kompozitlerde uyumlaştırıcı olarak kullanılmıştır. Alkali işlem ve prepreg kullanımının kompozitlerin mekanik, su tutma ve morfolojik özellikleri üzerine etkisi incelenmiştir. Hem alkali işlem hem de prepreg kullanımı kompozitlerin mekanik özelliklerini iyileştirmiş ve su tutma değerini düşürmüştür. Her iki matris tipi içinde mekanik özelliklerde en yüksek iyileşme ve en düşük su tutma değeri alkali işlem ve ön emdirme işlemi birlikte kullanıldığında elde edilmiştir.

Anahtar kelimeler: Jüt kumaş, mekanik özellikler, biokompozit, uyumlaştırıcı, su çekme

ABSTRACT

Maleic anhydride (MA) functionalized polymers were used as compatibilizer in jute fabric (JF) reinforced low density polyethylene (LDPE) and polypropylene (PP) based composites. Composites were produced from pristine jute fabric (JF), alkaline treated (Na-JF) and their pre-impregnated ones with compatibilizer solutions. Polypropylene grafted maleic anhydride (PP-g-MA) and a random terpolymer of ethylene, acrylic ester and maleic anhydride (PE-g-MA) were used as compatibilizer for PP and PE, respectively. The effect of alkaline treatment and pre-impregnation on mechanical, water absorption and morphological properties of composites were investigated. Both alkaline treatment and pre-impregnation increased the mechanical properties and reduced the water uptake of composites. The highest improvement in mechanical properties and the highest reduction in water uptake values were achieved when alkaline treatment and pre-impregnation were used together for both matrix types.

KEYWORDS

Jute fabric, mechanical properties, biocomposites, compatibilizer, water uptake

İÇİNDEKİLER

	Sayfa No
ÖZET.....	iii
ABSTRACT.....	iv
İÇİNDEKİLER.....	v
ŞEKİL LİSTESİ.....	vi
TABLO LİSTESİ.....	vii
1.	1
GİRİŞ.....	
2. GEREÇ VE YÖNTEM	2
2.1 Materyaller.....	2
2.2 Jüt kumaşa uygulanan modifikasyonlar.....	3
2.3 Kompozitlerin hazırlanması.....	3
2.4 Karakterizasyon yöntemleri.....	4
3. TARTIŞMA VE SONUÇ.....	4
3.1 FTIR.....	4
3.2	6
SEM.....	
3.3 Çekme Testi.....	11
3.4	
DMA.....	13
3.5 Su Tutma.....	16
4. SONUÇLAR.....	18
5. KAYNAKLAR.....	18

ŞEKİL LİSTESİ

	Sayfa No
Şekil 1 Uyumlaştırıcıların molekül yapısı.....	2
Şekil 2 Uyumlaştırıcıların, JF ve prepreg'lerin FTIR grafikleri.....	6
Şekil 3 JF ve Na-JF'lerin 400 ve 2000 büyütmedeki yüzey görüntüleri.....	7
Şekil 4 PP esaslı kompozitlerin kopma yüzey görüntüleri.....	8
Şekil 5 Prepreg kullanılan kompozitlerin kopma yüzey görüntüleri.....	9
Şekil 6 PE esaslı kompozitlerin kopma yüzey görüntüleri.....	10
Şekil 7 PP esaslı kompozitlerin gerilim yüzde uzama grafikleri.....	12
Şekil 8 PE esaslı kompozitlerin gerilim yüzde uzama grafikleri.....	13
Şekil 9 PP esaslı kompozitlerin elastik modül zaman ve $\tan \delta$ zaman grafikleri....	14
Şekil 10 PE esaslı kompozitlerin elastik modül zaman ve $\tan \delta$ zaman grafikleri..	15
Şekil 11 Kompozitlerin 30 gün boyunca su tutma değerleri.....	17

TABLO LİSTESİ

	Sayfa No
Tablo 1 Uyumlaştırıcıların özellikleri	3
Tablo 2 Kompozitlerin kopma özellikleri.....	11

1. GİRİŞ

Biyokompozitler inşaat ve otomotiv sektörü başta olmak üzere birçok alanda kullanılmakta olup ve kullanımı gitgide yaygınlaşmaktadır. Bitkisel esaslı doğal lifler özellikle sak lifleri biyokompozit uygulamalarında yaygın bir şekilde kullanılmaktadır [1, 2]. Sak lif sınıfında yer alan jüt lifi kesikli [3, 4], iplik [5], dokuma[6, 7], dokusuz yüzey [8, 9] formunda takviye materyali olarak kullanılmaktadır.

Polipropilen (PP) ve polietilen (PE) gibi apolar polimer ile polar karakterdeki selülozik doğal lifler karıştırıldığında lif ile matris materyali arasında uyum problemi ve nem karşı hassasiyet ortaya çıkmaktadır. Bu yüzden doğal lif takviyeli kompozitlerdeki bu sorunları engellemek için birçok fiziksel ve kimyasal metotlar kullanılmaktadır. Yapışmayı artırmak için yapılan lif ve/veya matris modifikasyonu biyokompozit üretiminde kritik adımdır. Bu modifikasyonların temel prensibi lifi daha hidrofob ve matrisi ise daha hidrofil yapma esasına dayanmaktadır [10-13]. Geçmiş çalışmalarda lif modifikasyonu için alkali işlem, silan esaslı uyumlaştırıcılarla işlem, benzoil peroksit ile işlem, permanganat ile işlem, sıcak su ile işlem ara yüzeydeki yapışmayı artırmak için kullanılmıştır [13-20].

Lif ile matris materyali arasındaki uyumu artırmanın diğer bir yolu ise uyumlaştırıcı kullanılmasıdır. Literatürde maleik anhidrit içeren uyumlaştırıcılar farklı polimer matris sistemleri için kullanılmıştır [9, 21-31]. Genellikle maleik anhidrit esaslı uyumlaştırıcılar karıştırma esnasında direkt olarak kullanılmaktadır [21-28]. Sınırlı sayıdaki çalışmalarda ise maleik anhidrit esaslı uyumlaştırıcıları lif üzerine kimyasal olarak bağlayarak [9] veya prepreg formunda kullanılmıştır[29-31]. Prepreg terimi kompozit üretiminde kullanılacak reçine emdirilmiş kumaşlar için kullanılmaktadır.

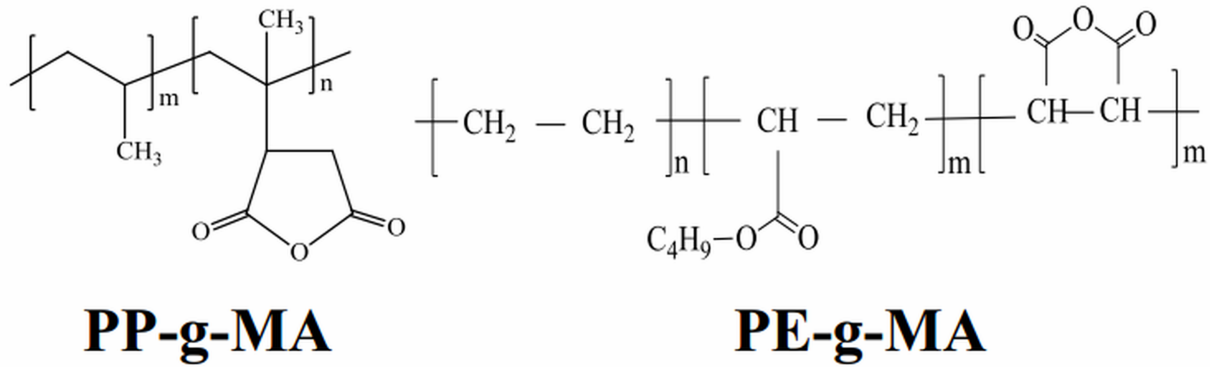
Erciyes Üniversitesi BAP birimi tarafından FYL-2013-4613 no'lu proje kapsamında desteklenen bu projede saf (JF), alkali işlem görmüş (Na-JF) ve bunlara maleik anhidrit esaslı uyumlaştırıcı (MA-JF) emdirilmiş jüt kumaşlardan PP ve PE bazlı kompozitler üretilmiştir.

Alkali işlemin ve prepreg kullanımının kompozitlerin mekanik, morfoljik ve su tutma özellikleri üzerine etkisi incelenmiştir.

2. GEREÇ VE YÖNTEM

2.1 Materyaller

Bezayağı dokuma kumaş Kumaşçı Bilişim ve Tekstil Hizmetlerinden (İstanbul, Türkiye) temin edilmiştir. LDPE F2-12 ticari isimli alçak yoğunluklu polietilen (LDPE) ve Petoplen EH-251, ticari isimli PP PETKİM A.S. (Türkiye)' den satın alınmıştır. LDPE ve PP'nin erime akış indeksleri sırası ile 2-3.5 g/10 dk. (2.16 kg, 190 °C) ve 20-28 g/10 dk (2.16 kg, 230 °C)' dir. Etilen, akrilik ester ve MA içeren terpolimer olan LOTADER® 2210 (PE-g-MA) ARKEMA (Fransa) firmasından satın alınmıştır. Exxelor PO 1015 ticari isimli maleik anhidrit aşılınmış (PP-g-MA) Exxonmobil firmasından temin edilmiştir. Uyumlaştırıcıların kimyasal yapıları Şekil 1' de ve özellikleri ise Tablo 1' de verilmiştir. Sodyum hidroksit (NaOH) ve toluyen Sigma Aldrich firmasından temin edilmiştir.



Şekil 1 Uyumlaştırıcıların molekül yapısı

Tablo 1 Uyumlaştırıcıların özellikleri

Uyumlaştırıcılar	Yoğunluk (g/cm ³)	Erime Akış İndisi (g/10 min)	Tm ^a (°C)	Bileşim %
LOTADER® 2210	0.94	3 ^b	107	Butil Akrilat (6) MA (2.8)
Exxelor PO 1015	0.9	22 ^c	138	MA (0.25)

a: Erime Noktası **b:** 190 °C’de 2.16 kg yük kullanılarak ölçülmüştür **c:** 190 °C’de 2.16 kg yük kullanılarak ölçülmüştür

2.2 Jüt kumaşa uygulanan modifikasyonlar

Jüt kumaşa alkali işlem ve prepreg hazırlama işlemleri gerçekleştirilmiştir. Alkali işlemin amacı jüt lifinin yapısında bulunan reçine, hemiselüloz, lignin ve petkinin uzaklaştırılmasıdır [32]. Alkali işlem kumaş ağırlığının %10’u kadar NaOH kullanılarak 20:1 flotte oranında 30 dakika süresince yapılmıştır. Alkali işlemden sonra NaOH uzaklaştırana kadar yıkama işlemi yapılmıştır. Son yıkama banyosuna 5ml asetik asit ilavesi yapılarak nötrleştirme işlemi gerçekleştirilmiştir. JF 60 °C’de 36 saat süreyle kurutulmuştur. Kurutma işleminden sonra JF diğer işlemlere kadar desikatörde bekletilmiştir.

Hem saf hem de alkali işlem görmüş kumaşlar %5’lik PP-g-MA and PE-g-MA uyumlaştırıcı çözeltisi ile işleme tabi tutulmuşlardır. PE-g-Ma ve PP-g-MA’nın çözünme işlemi 80 °C’de toluyen içerisinde gerçekleştirilmiştir. Emdirme işlemi laboratuvar tipi emdirme makinasında (Termal, Türkiye) yaş ağırlık (%100) olacak şekilde ayarlanmıştır. İşlem görmüş JF’ ler 80 °C’ de 8 saat süreyle kurutulmuştur. Kumaş üzerine aplike edilen uyumlaştırıcı miktarı kumaşın işlemden önceki ve işlemden sonraki ağırlıkları kullanılarak aşağıdaki formüle göre hesaplanmıştır.

$$A = (W_f - W_i) / W_i * 100 \quad (1)$$

A: kumaş ağırlığındaki yüzdesel artış; W_i : kumaşın işlem öncesi ağırlığı; W_f kumaşın işlem sonrası ağırlığı

Emdirme işleminden sonra kumaş üzerinde ağırlıkça % 5 ± 0.3 uyumlaştırıcı aplike edilmiştir. Numune kodlamalarında PE, PP, JF, Na-JF ve MA kısaltmaları sırası ile polietilen, polipropilen, jüt kumaş, alkali işlem görmüş jüt kumaş ve uyumlaştırıcı emdirilmiş jüt kumaş için kullanılmıştır. Örnek olarak PE/Na-JF/MA kodlu ürün uyumlaştırıcı emdirilmiş alkali işlem görmüş kumaş takviyeli PE esaslı kompozit malzemeyi temsil etmektedir.

2.3 Kompozitlerin Hazırlanması

Kompozitler film istifleme yöntemi ile ısıtılabilir preste (GULNAR PLASTİK MAKINALARI, İstanbul, Türkiye) üretilmiştir. Kompozit üretiminde kullanılan LDPE ve PP esaslı filmlerde aynı pres kullanılarak üretilmiştir. PP esaslı filmler 200 °C’ de ve PE esaslı filmler ise 180 °C’ de üretilmiştir. Kompozitlerin üretimi sabit basınç (4 MPa), üretim zamanı (120 sec.) ve soğutma süresinde (90 sec.) paslanmaz çelik kalıp kullanarak gerçekleştirilmiştir. Kompozit içerisinde kullanılan takviye materyali oranı ağırlıkça %50’dir. Üretilen kompozit kalınlığı ise 3 ± 0.1 mm’ dir.

2.4 Karakterizasyon Yöntemleri

Fourier dönüşümlü kızıl ötesi spektrofotometre (FTIR) emdirme işleminden sonra kumaş üzerindeki uyumlaştırıcıların apliedilip edilmediğini ispat etmek için kullanılmıştır. FTIR ölçümleri Bruker Optics IFS 66/S cihazında gerçekleştirilmiştir. Saf ve alkali işlem görmüş JF’lerin yüzey morfolojisi, kompozitlerin ise kopma yüzey görüntüleri SEM (Bilgisayar kontrollü LEO 440, 20 kV) cihazı ile incelenmiştir. Tüm örnekler incelemeye altın ile kaplanmıştır. Çekme testleri Shimadzu AG-X cihazında oda sıcaklığında ASTM D 638 standardına göre gerçekleştirilmiştir. Çekme testleri dikdörtgen şeklindeki numunelere ($16 \times 3 \times 60$ mm³) 5 mm/dk hızda uygulanmıştır. 5 örneğe çekme testi uygulanmış olup standart sapmalar verilmiştir. Dinamik mekanik Analiz (DMA) Perkin Elmer DMA 8000 cihazında 1 Hz frekansta eğilme modunda -40-110 °C sıcaklık aralığında 5 °C/dk hızda çekilmiştir. Su tutma testi $16 \times 3 \times 60$ mm³ ebadındaki numunelere uygulanmıştır. Numuneler günlük olarak sudan çıkarılmış, peçete ile yüzey suyu alındıktan sonra tartım işlemi gerçekleştirilmiştir. Tartım işlemi biten numune tekrardan su içerisine bırakılmıştır. Kompozitlerin ne kadar su tuttuğu aşağıdaki formüle göre hesaplanmıştır.

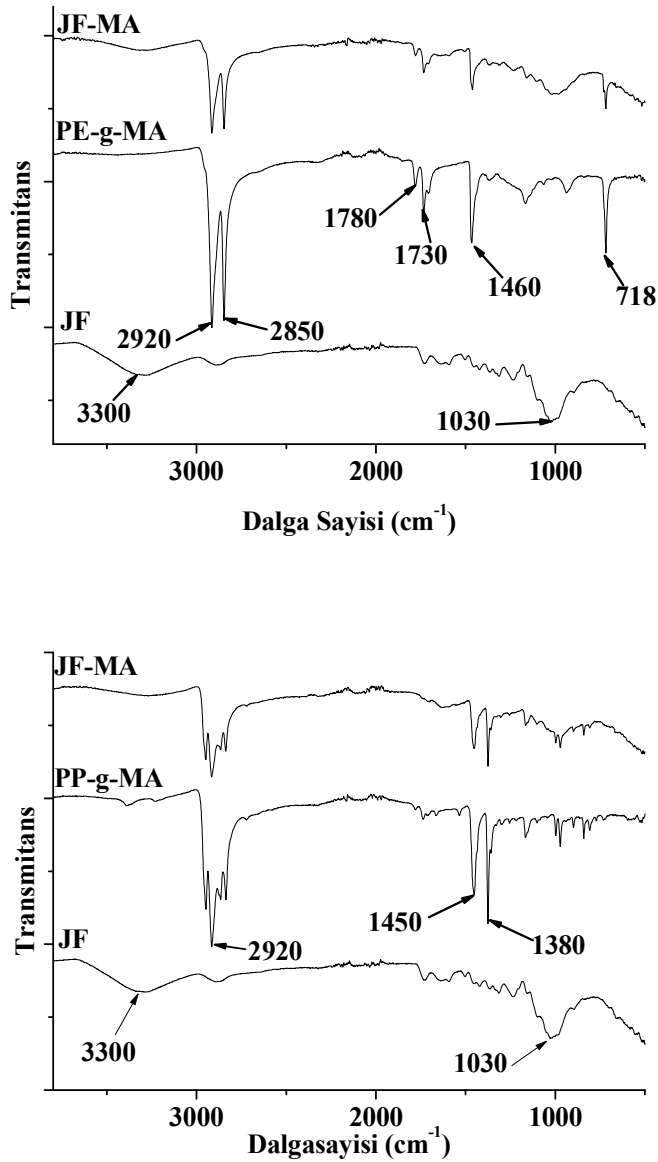
$$\text{Su Tutma (\%)} = (W_f - W_0) / W_0 \times 100,$$

W_0 : Kompozitin ilk ağırlığı W_f Kompozitin son ağırlığı

3. TARTIŞMA VE SONUÇ

3.1 FTIR Analizi

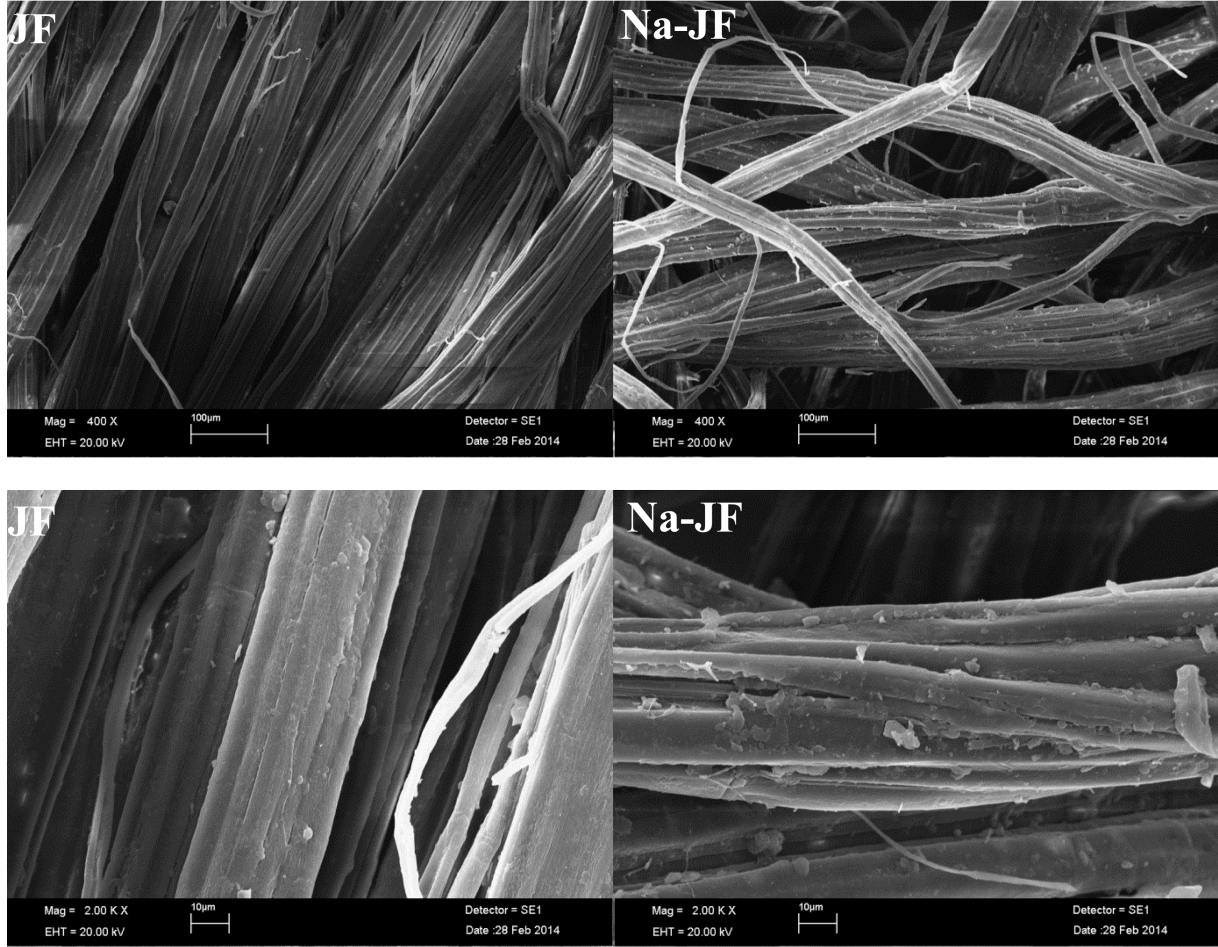
Uyumlaştırıcıların, JF ve prepreg'lerin FTIR grafikleri Şekil 2' de verilmiştir. Şekil 2' ye göre JF 3300 ve 1030 cm^{-1} 'de olmak üzere iki karakteristik pik vermiştir. Bu pikler selülozun yapısındaki hidroksil ve C-O gruplarının titreşimlerinden kaynaklanmaktadır [33]. PE-g-MA'nın karakteristik absorpsiyon pikleri 2850 ve 2920 cm^{-1} , 1450 ve 718 cm^{-1} , 1730 ve 1780 cm^{-1} 'de görülmektedir. 2850 ve 2920 cm^{-1} 'deki pikler uyumlaştırıcı içerisinde bulunan etilen gruplarının simetrik ve asimetrik titreşim hareketlerinden kaynaklanmaktadır. 1450 ve 718 cm^{-1} pikler CH_2 iskelet sisteminin titreşim ve deformasyonundan kaynaklanmaktadır. 1730 ve 1780 cm^{-1} 'de görülen pikler anhidrit yapısındaki karbonil gruplarından kaynaklanmaktadır [34, 35]. PP-g-MA, PP'ye ait karakteristik pikleri göstermektedir. 2920 cm^{-1} 'de görülen pik CH_2 grubuna bağlı hidrojenin titreşiminden kaynaklanmaktadır. 1450 ve 1380 cm^{-1} görülen pikler ise CH_3 grubundaki C-H bağının asimetrik ve simetrik titreşim hareketlerinden kaynaklanmaktadır. Emdirme işleminden sonra uyumlaştırıcıların karakteristik pikleri JF'nin üzerinde görülmesinden uyumlaştırıcıların kumaş üzerine absorplandığı anlaşılmaktadır.



Şekil 2 Uyumlaştırıcıların, JF ve prepreg'lerin FTIR grafikleri

3.2 SEM Analizi

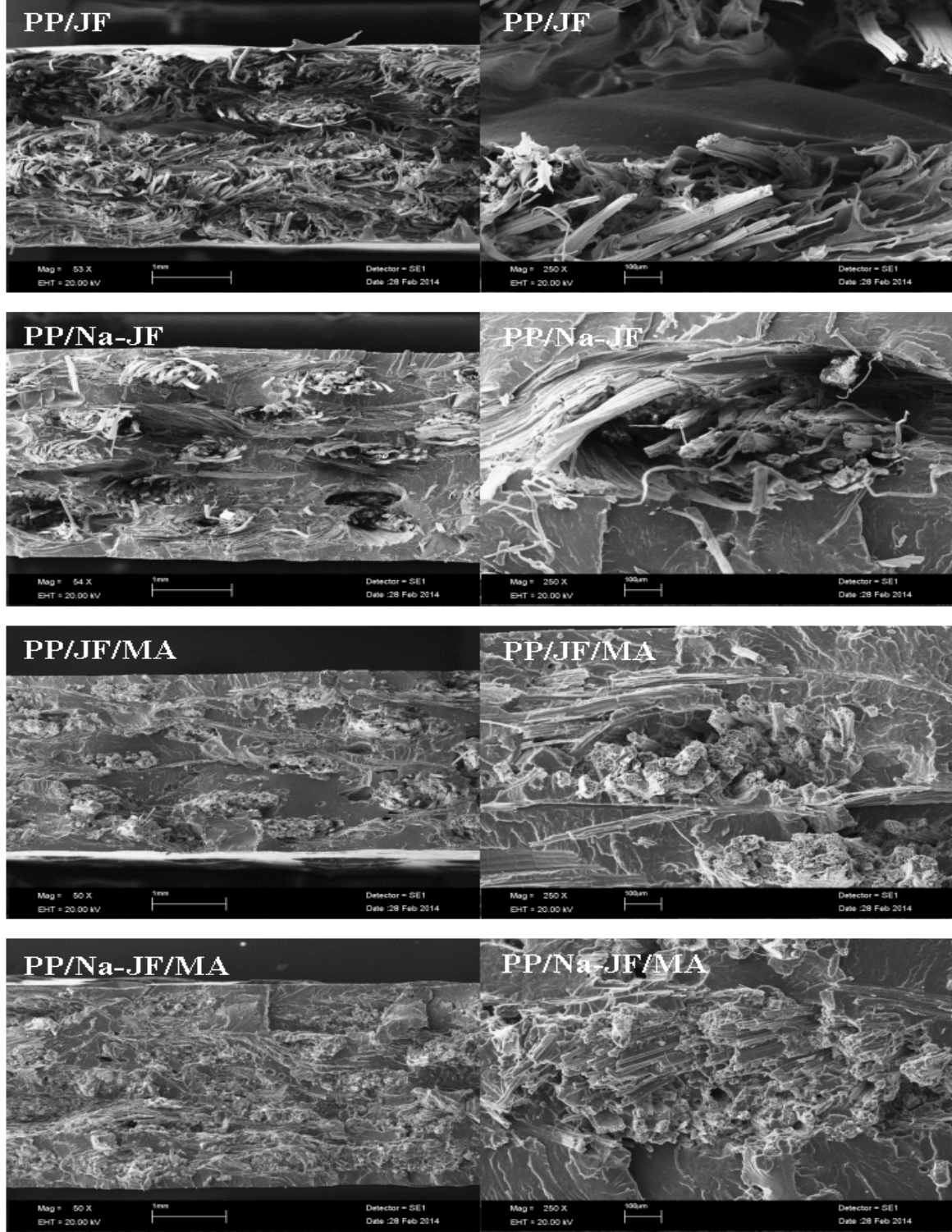
Alkali işlemin jüt lifinin yüzeyindeki etkisi ve kompozitlerin kopma yüzey morfolojisi SEM ile analiz edilmiştir. JF ve Na-JF'nin 400 ve 2000 büyütme SEM görüntüleri Şekil 3' de verilmiştir. Buna göre, alkali işlem sırasında selülozik olmayan materyalin uzaklaştırılması ve hemiselüloz, lignin ve petkin gibi maddelerin uzaklaşmasından dolayı jütün lifinin yüzeyi daha kıvrımlı hale gelmiştir. Bu kıvrımlı yapı lifin yüzey alanının artmasına böylece matris ile polimer arasındaki etkileşimin atmasına neden olmuştur [32].



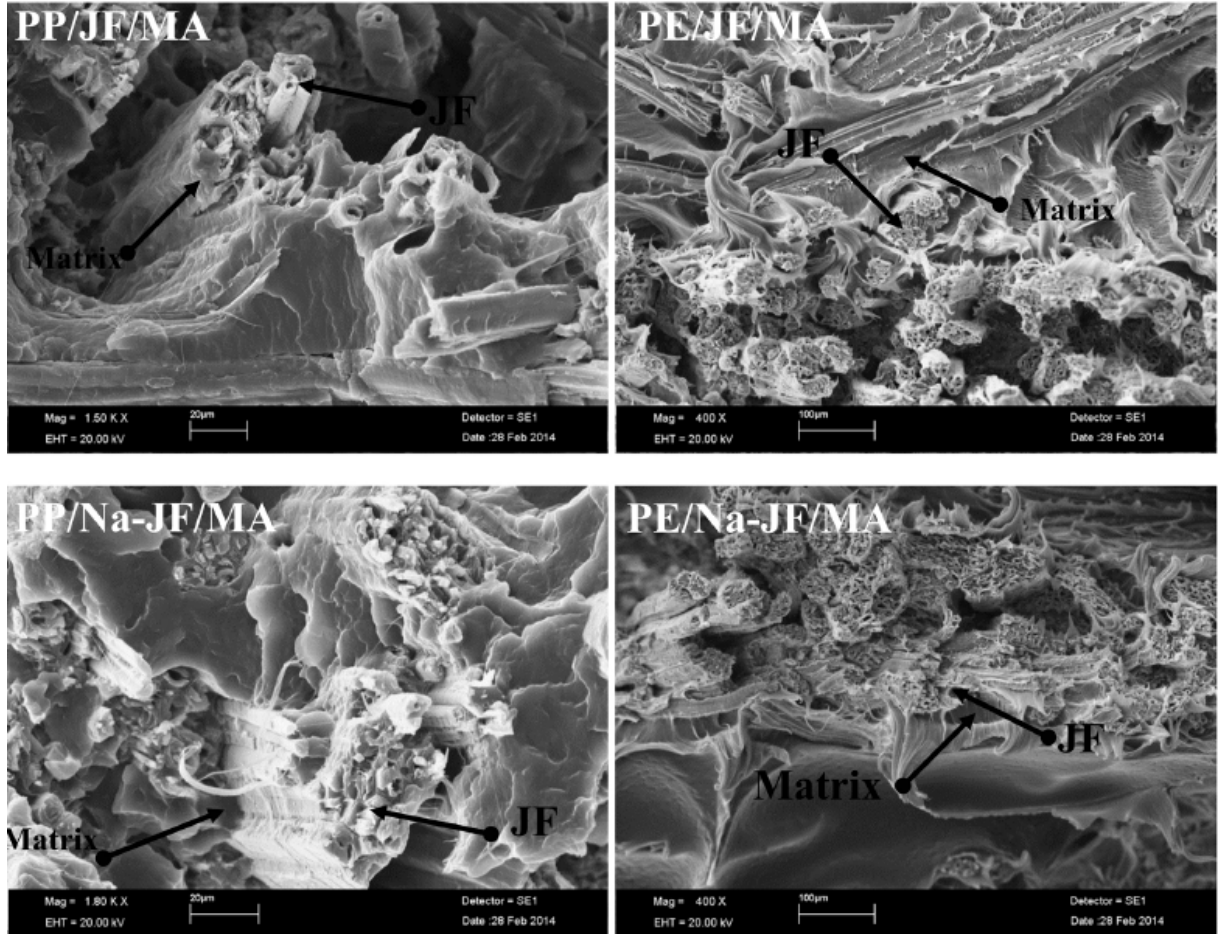
Şekil 3 JF ve Na-JF’lerin 400 ve 2000 büyütmedeki yüzey görüntüleri

PP esaslı numunelerin kopma yüzey görüntüleri Şekil 4’ de verilmiştir. JF ve Na-JF içeren kompozitlerin kopma yüzeyinde lif üzerinde herhangi bir matris materyalinin görülmemesi yapışmanın zayıf olduğunun göstergesidir. PP/JF ve PP/Na-JF kompozitlerinde kopma mekanizmasının lif sıyrılması (pull-out) şeklinde olduğu görülmektedir. PP/JF’in kopma yüzeyinin PP/Na-JF’ e göre daha lifli olduğu göze çarpmaktadır. Bu durum, PP/JF koparken daha fazla lifin sıyrılmasından ve sıyrılan liflerin uzunluğunun daha fazla olmasından kaynaklanmaktadır. Kopma esasında daha fazla lifin sıyrılması ve sıyrılan liflerin daha uzun olması alkali işlemin yapışmayı artırdığını göstermektedir. Alkali işlem sonrası lif yüzeyinin kıvrımlı hale gelmesinden dolayı lif ile matris mekanik olarak daha iyi kenetlendiğinden yapışma artmıştır. PP-g-MA emdirilmiş kumaş (prepreg) kullanımı ile kompozitlerin kopma mekanizmasının tamamı ile değiştiği görülmektedir. Kompozitlerin lif sıyrılması yerine lif kopması şeklinde koptuğu Şekil 4’te açıkça görülmektedir. Büyültülmüş SEM grafiğinde de

(Şekil 5) matris ile JF arasında boşluk görülmemesi ve matris materyalinin lif yüzeyinde kalması PP-g-MA kullanımının yapışmayı oldukça artırdığını ortaya koymaktadır.

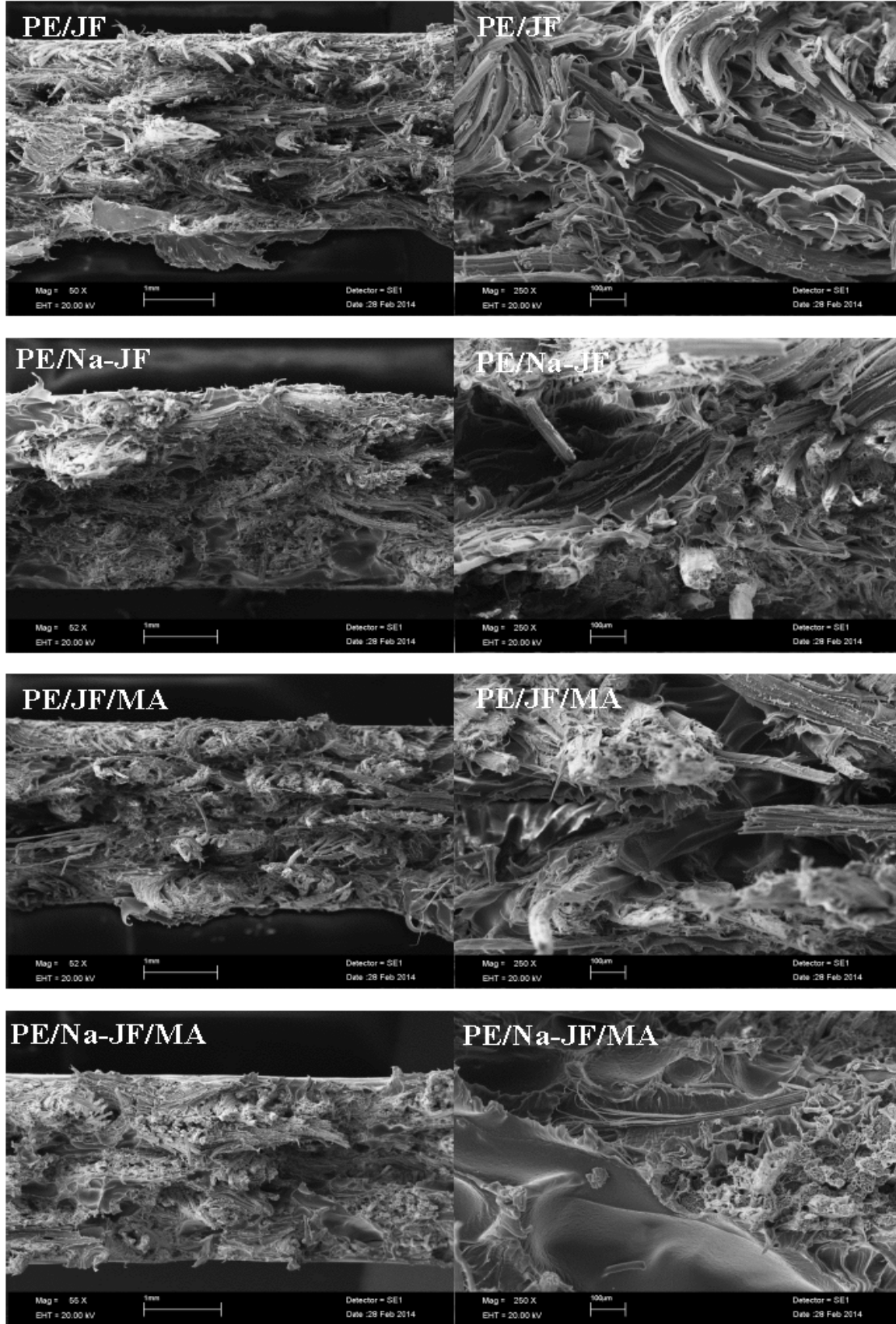


Şekil 4 PP esaslı kompozitlerin kopma yüzey görüntüleri



Şekil 5 Prepreg kullanılan kompozitlerin kopma yüzey görüntüleri

PE esaslı kompozitlerin kopma yüzey görüntüleri Şekil 6'da gösterilmiştir. PP esaslı kompozitlerin aksine, prepreg işleminden sonra dahi kompozitlerin kopma mekanizması lif sıyrılması şeklinde olmaktadır. Bu da PE-g-MA'nın PP-g-MA kadar etkili bir uyumlaştırıcı etki göstermediğini ortaya koymaktadır. Ancak prepreg kullanımı ile lif sıyrılması miktarının azaldığı görülmektedir. Şekil 5' de görüldüğü üzere prepreg kullanımı ile lif sıyrılmasının yanında lif kopuşları ve matris materyalinin lif yüzeyinde kaldığı görülmektedir. Bu bulgular PE-g-MA kullanımının yapışmayı artırdığını göstermektedir. Mekanik test sonuçları SEM sonuçlarını destekler niteliktedir.



Şekil 6 PE esaslı kompozitlerin kopma yüzey görüntüleri

3.3 Çekme Testi

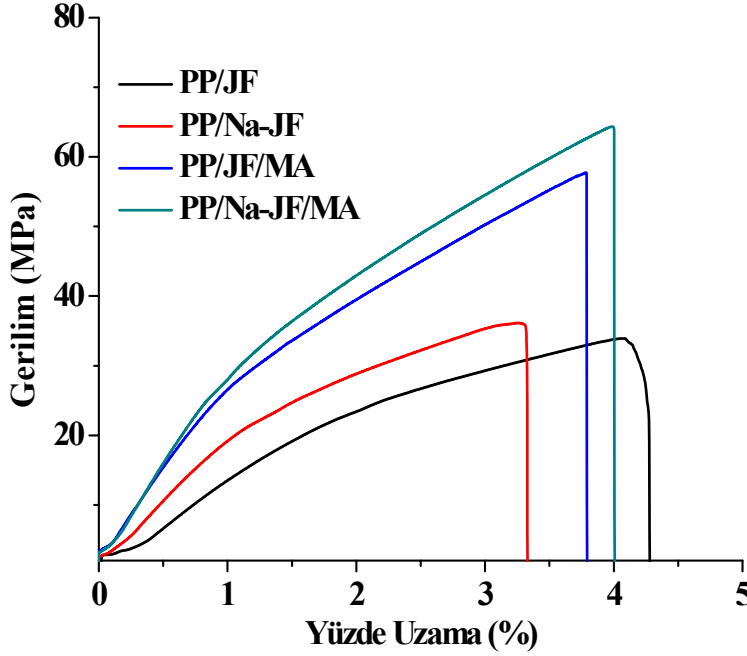
Alkali işlem ve prepreg kullanımının PP ve PE esaslı kompozitlerin kopma davranışı üzerine etkileri incelenmiştir. PP esaslı kompozitlerin gerilim yüzde uzama grafikleri Şekil 7’de ve PE esaslı kompozitlerin gerilim uzama grafikleri ise Şekil 8’de verilmiştir. Tüm kompozitlerin kopma özellikleri ise Tablo 2’ de verilmiştir.

Tablo 2 Kompozitlerin kopma özellikleri

Numuneler	Kopma Mukavemeti (MPa)	Kopma Uzaması (%)	Youngs’ Modülü (GPa)
PP/JF	34.1±2.4	4.2±0.7	1.6±0.2
PP/Na-JF	36.6±1.6	3.8±0.5	2.1±0.2
PP/JF/MA	56.4±3.4	4.1±0.4	3.1±0.3
PP/Na-JF/MA	64.3±2.8	3.9±0.4	3.2±0.2
PE/JF	25.3±1.9	7.6±0.7	1.1±0.2
PE/Na-JF	28.3±1.6	6.2±0.5	1.4±0.1
PE/JF/MA	32.2±2.4	5.8±0.4	1.4±0.1
PE/Na-JF/MA	35.3±1.4	6.1±0.6	1.7±0.2

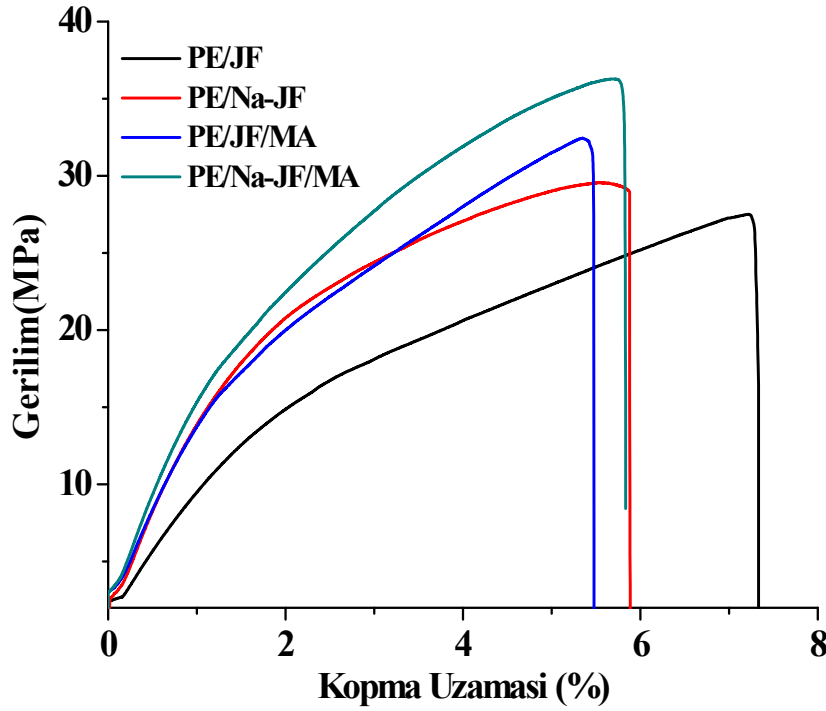
Tablo 2’ye göre PP/JF 34.1±2.4 (MPa) kopma mukavemetine, 1.6±0.2 (GPa) Youngs’ modül değerine ve 4.2±0.7 (%) kopma uzamasına sahiptir. Alkali işlem ile kopma mukavemeti ve kopma uzama değerleri standart sapmalar göz önünde bulundurulduğunda çok değişmemesine rağmen Youngs’ modülüs değerinde anlamlı bir artış gözlemlenmiştir. Morfolojik analizler göz önünde bulundurulduğunda bu anlaşılır bir durumdur. Sıyrılarak kopan lif miktarındaki azalış daha fazla lifin uygulanan yükü taşıdığını göstermektedir. Bu da kompozitin Youngs’ modül değerini artırmaktadır. Geçmişte yapılan çalışmalar matris materyaline göre daha rigid malzeme kullanımının malzemenin Youngs’ modül değerini artırdığını ortaya koymuştur [36-38]. Prepreg kullanımının kompozitlerin kopma uzaması değerlerinde anlamlı bir farklılığa yol açmadığı görülmektedir. Prepreg kullanımı ile kopma mukavemeti ve Youngs’ modül değerlerinde belirli bir artış gözlemlenmiştir. PP/JF/MA’nın kopma mukavemeti ve Youngs’ modül değeri PP/JF’den sırası ile % 65 ve 93 daha fazladır. PP/Na-JF/MA’nın kopma mukavemeti ve Youngs’ modül değeri PP/Na-JF’den sırası ile %75 ve 100 daha fazladır. Kopma mukavemeti ve Youngs’ modül değerindeki bu yüksek artış kompozitlerin kopma

mekanizmasındaki değişimden kaynaklanmaktadır. Prepreg kullanımı ile birlikte lif sıyrılması şeklinde olan kopma mekanizması lif kopması şekline dönüşmüştür.



Şekil 7 PP esaslı kompozitlerin gerilim yüzde uzama grafikleri

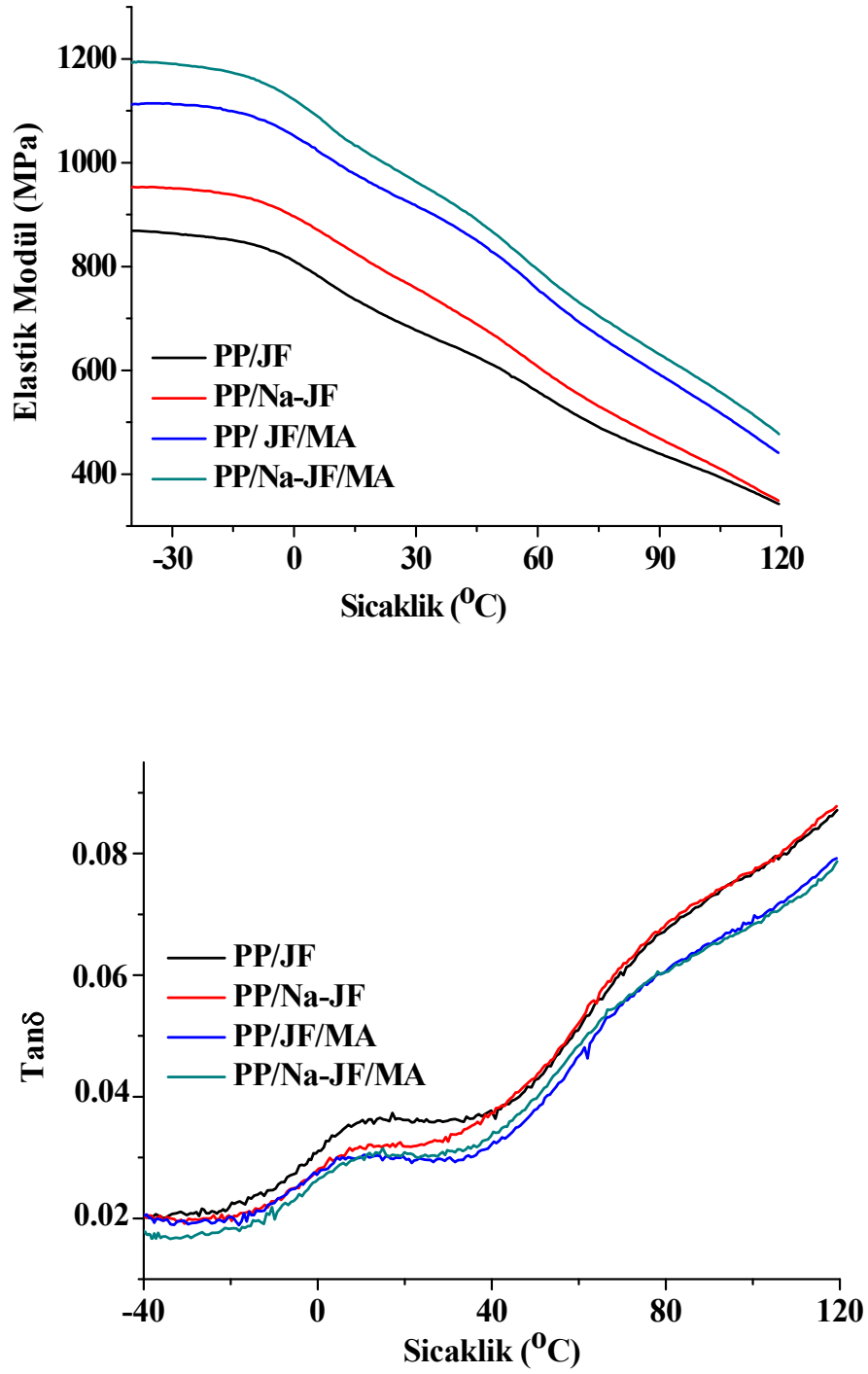
PP esaslı kompozitlerin kopma davranışında görülen trend PE esaslı kompozitlerin kopma davranışlarında da görülmektedir. Kısaca, alkali işlem ve prepreg kullanımı ile lif ile matris arasındaki yapışmanın artmasından dolayı kopma mukavemeti ve kopma uzaması artmıştır. PE/JF/MA'nın kopma mukavemeti ve Youngs' modül değeri PE/JF'den sırası ile %21 ve 27 daha fazladır. PE/Na-JF/MA'nın kopma mukavemeti ve Youngs' modül değeri PE/Na-JF'den sırası ile %25 ve 21 daha fazladır. PE esaslı kompozitlerin kopma özelliklerindeki iyileşme PP esaslı kompozitlerinkine göre daha düşük kalmıştır. Bu durum prepreg kullanımı ile dahi ana kopma mekanizmasının değişmemesinden kaynaklanmaktadır. Lif sıyrılması matris ile lif arasındaki uyumun zayıf olduğu durumlarda gözlemlenir. Eldeki verilere göre PP-g-MA'nın uyumlaştırıcı özelliğinin PE-g-MA çok daha iyi olduğu anlaşılmaktadır. Her iki kompozit tipinde de en yüksek kopma mukavemeti ve Youngs' modül değeri alkali işlem ile ön emdirme işlemi birlikte yapıldığında elde edilmiştir.



Şekil 8 PE esaslı kompozitlerin gerilim yüzde uzama grafikleri

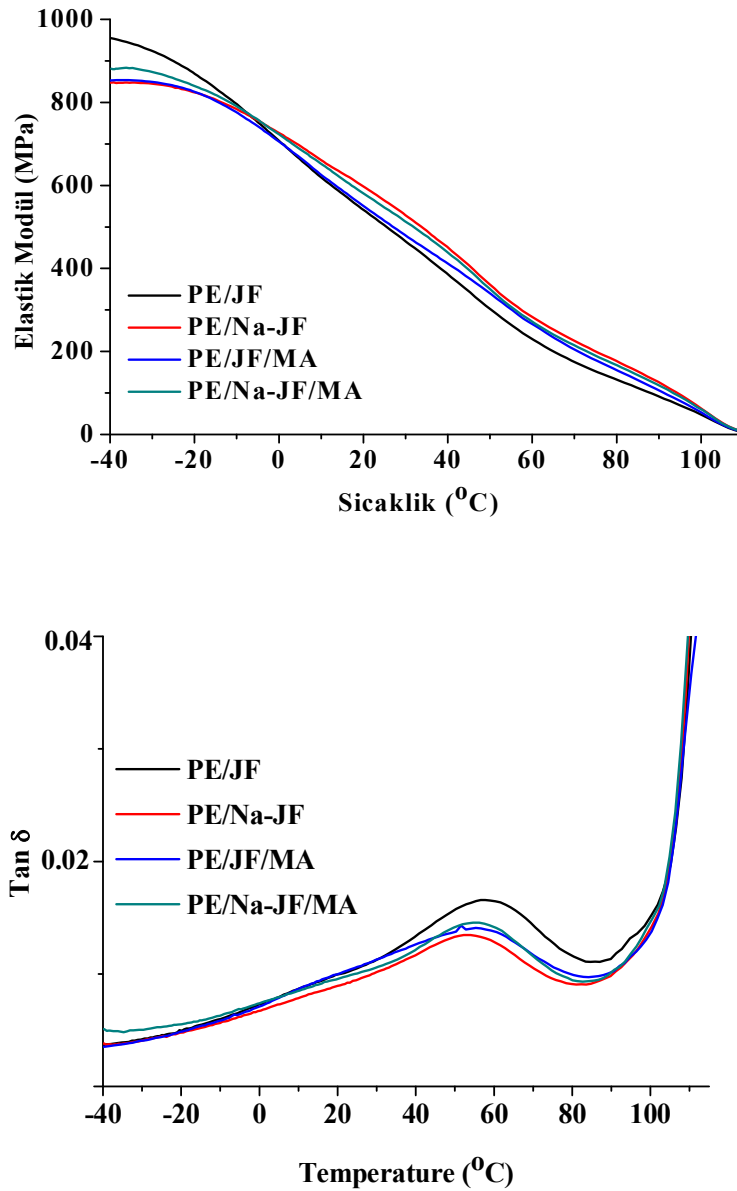
3.4 Dinamik Mekanik Analiz

PP esaslı kompozitlerin elastik modül zaman ve $\tan \delta$ zaman grafikleri Şekil 9' da gösterilmiştir. PP esaslı kompozitlerin elastik modül değerleri sıcaklık arttıkça azalmıştır. Sıcaklık $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ ' ye ulaştığında ise PP β geçiş sıcaklığına ulaştığından modül değerinde sert bir düşüş gözlemlenmiştir. β geçiş sıcaklığı serbest amorf kısmın hareketliliğinden kaynaklanmaktadır [39]. Saf JF içeren kompozit (PP/JF) tüm sıcaklıklarda en düşük modül değerini göstermiştir. Elastik modül değeri alkali işlem ve prepreg kullanımı ile lif ile matris arasındaki uyum artırdığı için artırmıştır. En yüksek elastik modül değeri alkali işlem ile ön emdirme işlemi birlikte uygulandığında elde edilmiştir (PP/Na-JF/MA). Bir kompozitin elastik modül değeri malzemenin yük taşıma kapasitesi hakkında da bilgi vermektedir. Prepreg kullanımı ile kompozitlerin yüksek sıcaklıktaki yük taşıma kapasitesinde de belirgin bir artış gözlemlenmiştir. $\tan \delta$ pik değeri, alkali işlem ve prepreg kullanımı ile azalmıştır. İyi yapışmadan kaynaklanan arafazdaki zincir hareketliliğinin azalması $\tan \delta$ değerinde azalmaya neden olmuştur [40]. En düşük $\tan \delta$ değeri alkali işlem ile ön emdirme işlemi bir arada kullanıldığında elde edilmiştir.



Şekil 9 PP esaslı kompozitlerin elastik modül zaman ve tan δ zaman grafikleri

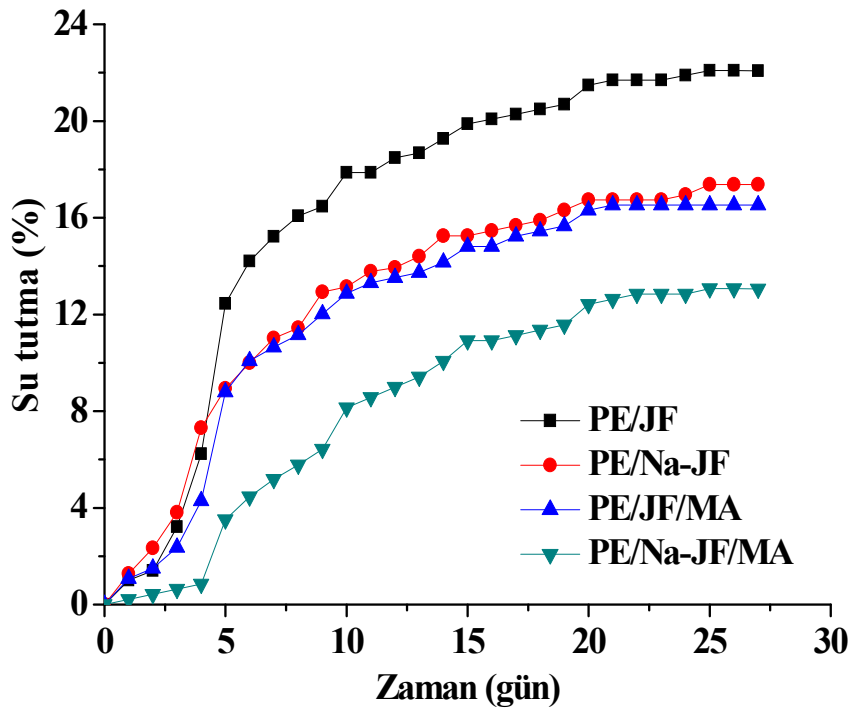
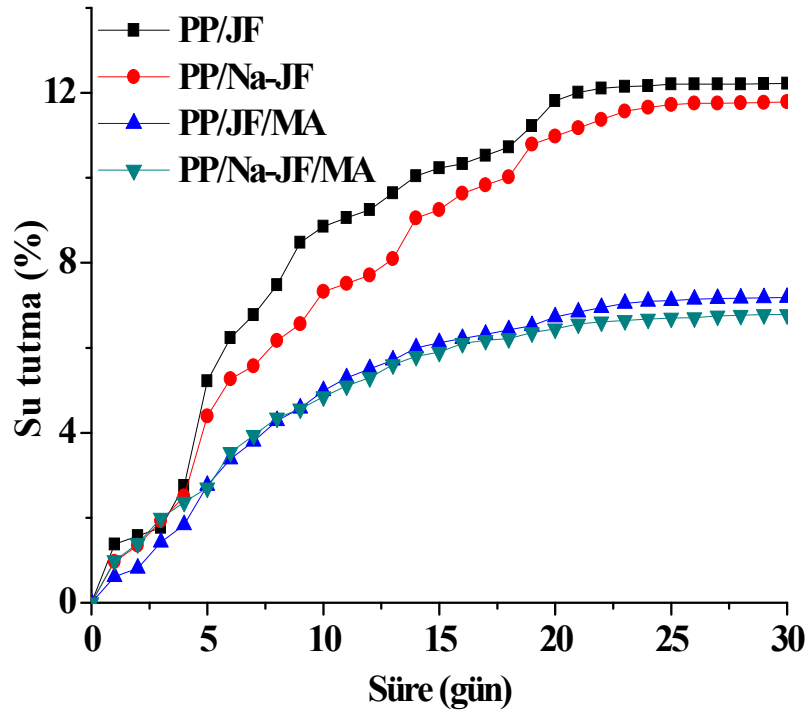
PE esaslı kompozitlerin elastik modül zaman ve $\tan \delta$ zaman grafikleri Şekil 10' da gösterilmiştir. PP esaslı kompozitlerin aksine PE esaslı kompozitlerin elastik modül değerinde tüm çalışma sıcaklık aralığında belirgin bir farklılık gözlemlenmemiştir. Bu durum daha önceki kısımlarda da belirtildiği üzere PE-g-MA'nın uyumlaştırıcı etkisinin zayıf kalmasından kaynaklanmaktadır. PE esaslı kompozitlerin elastik modül değeri sıcaklık artıkcı azalmıştır. -25 °C civarında PE matrisinin relaksasyonundan dolayı ani bir düşme gözlemlenmiştir. Alkali işlem ve prepreg kullanımı ile arafazdaki zincir hareketliliğinin kısıtlanmasından dolayı $\tan \delta$ değerinde düşme gözlemlenmiştir. Bu bulgular PE-g-MA'nın yapışmayı artırmasına rağmen PP-g-MA kadar etkili olmadığını göstermektedir.



Şekil 10 PE esaslı kompozitlerin elastik modül zaman ve $\tan \delta$ zaman grafikleri

3.5 Su tutma

Kompozitlerin 30 gün boyunca su tutma deęerleri Şekil 11' de gösterilmiştir. Genel olarak PE esaslı kompozitlerin su tutma kapasiteleri PP esaslı kompozitlere daha yüksek çıkmıştır. Her iki matris tipi için su tutma kapasiteleri farklı çıkmasına rağmen modikasyon işlemlerine baęlı olarak benzer deęişimler gözlemlenmiştir. Her iki matris tipi içinde maksimum su tutma saf JF kullanıldığında elde edilmiştir. Alkali işlem ile kompozitlerin su tutma kapasitelerinde azalma gözlemlenmiştir. Bu durum matris ile JF arasındaki uyumun artmasından kaynaklanmaktadır. Geçmişteki çalışmalarda da benzer bir trend gözlemlenmiştir [41-43]. Prepreg kullanılan kompozitlerin su tutma kapasiteleri kullanılmayanlara göre daha düşük çıkmıştır. Kompozitlerde en az su tutma özellięi alkali işlem ile prepreg işlemi bir arada yapıldığında elde edilmiştir. Kompozitlerde görülen bu trendi açıklamak için biokompozitlerin su almasını etkileyen faktörlere bakmak gerekmektedir. Selüloz esaslı liflerin yüzeyindeki hidroksil grupları kompozitlerin su alma isteęini belirlemektedir. Buna ek olarak lif ile matris arasındaki yapışma da kompozitlerin su tutma kapasitesini etkilemektedir Kompozit ile matris arasındaki yapışma ne kadar iyi olursa arayüzeydeki boşluk miktarı o kadar azalacaktır. Arayüzeyle oluşan bu boşluklar emme etkisi yaptığından yapışmanın zayıf olduęu kompozitlerin su tutma kapasiteleri yüksek çıkmaktadır [44, 45]. Bu sebeple matris ile JF arasındaki yapışma artıkça kompozitlerin su tutma kapasitelerinde azalma meydana gelmiştir.



Şekil 11 Kompozitlerin 30 gün boyunca su tutma değerleri

4. SONUÇ

Bu çalışmada alkali işlem ile prepreg kullanımının kompozitlerin mekanik, morfolojik ve su tutma özelliklerine olan etkisi incelenmiştir. FTIR sonuçlarına göre emdirme işleminden sonra uyumlaştırıcıların kumaş yüzeyine tutundukları anlaşılmaktadır. Prepreg kullanımı ile kompozitlerin kopma mekanizması lif sıyrılması yerine lif kopması şekline dönmüştür. PE esaslı kompozitlerde ise prepreg kullanılsa dahi kopma mekanizması genel olarak lif sıyrılması şeklinde olmuştur. Alkali işlem ve prepreg kullanımı ile kompozitlerin kopma mukavemeti ve Youngs' modül değerinde artış görülmüştür. En yüksek değerler ise alkali işlem ile ön emdirme işlemi bir arada kullanıldığında elde edilmiştir. Prepreg kullanımı ile PP esaslı kompozitlerin mekanik dayanımlarındaki görülen artış PE esaslı olanlara göre daha yüksektir. Su tutma özellikleri incelendiğinde ise hem alkali işlem hem de prepreg kullanımı kompozitlerin su alma değerlerini düşürmüştür. En düşük su tutma değeri ise her iki modifikasyon işlemi birlikte kullanıldığında elde edilmiştir.

5. KAYNAKLAR

1. Mohanty, A.K., Misra, M., Drzal, L.T., 2005, Natural Fibers, Biopolymers and Biocomposites, CRC press, Boca Raton.
2. Saheb, D.N., Jog, J. P., 1999. Natural fiber polymer composites: a review. **Advances in Polymer Technology**, **18**: 351-363.
3. Rana, A. K., Mitra, B.C., Banerjee, A. N., 1999. Short jute fiber-reinforced polypropylene composites: Dynamic mechanical study. **Journal of Applied Polymer Science**, **71**: 531-539.
4. Karaduman, Y., Gokcan, D., Onal, L., 2013. Effect of enzymatic pretreatment on the mechanical properties of jute fiber-reinforced polyester composites. **Journal of Composite Materials**, **47**: 1293-1302.
5. Doan, T.T.L., Gao, S.L., Mader, E., 2006. Jute/polypropylene composites I. Effect of matrix modification. **Composite Science and Technology**, **66**: 952-963.

6. Acha, B.A., Reboredo, M. M., Marcovich, N. E. 2007. Creep and dynamic mechanical behavior of PP–jute composites: Effect of the interfacial adhesion. **Composite Part A: Applied Science and Manufacturing**, **38**: 1507-1515.

7. Khan, J. A., Khan, M.A., Islam, R. 2013. Mechanical, thermal and degradation properties of jute fabric – reinforced polypropylene composites: Effect of potassium permanganate as oxidizing agent. **Polymer Composites**, **34**: 671-680.

8. Sayeed, M. M. A., Rawal, A., Onal, L., Karaduman, Y. 2014. Mechanical properties of surface modified jute fiber/polypropylene nonwoven composites. **Polymer Composites**, **35**: 1044-1050.

9. Liu, X. Y., Dai, G. C., 2007. Surface modification and micromechanical properties of jute fiber mat reinforced polypropylene composites. **Express Polymer Letters**, **1**: 299-307.

10. Mohanty, A. K., Misra, M., Hinchrichsen, G. 2000. Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites: An overview. **Macromolecular Materials and Engineering**, **276/277**: 1-4.

11. Bledzki, A. K., Gassan, J. 1999. Composites reinforced with cellulose based fibres. **Progress in Polymer Science**, **24**: 221-274.

12. Mohanty, A.K., Misra, M., Drzal, L.T. 2002; Sustainable Bio-Composites from Renewable Resources: Opportunities and Challenges in the Green Materials World. **Journal of Polymers and Environment**, **10**: 19-26.

13. George, J., Sreekala, M. S., Thomas, S. A. 2001. A review on interface modification and characterization of natural fiber reinforced plastic composites. **Polymer Engineering and Science**, **41**: 1471-1485.

14. Bledzki, A.K., Reihmane, S., Gassan J. 1996. Properties and modification methods for vegetable fibers for natural fiber composites. **Journal of Applied Polymer Science**, **59**: 1329-1336.

15. Mohanty, A.K., Misra, M., Drzal, L.T. 2001. Surface modifications of natural fibers and performance of the resulting biocomposites: An overview. **Composite Interfaces**, **8**, 313-343.

16. Valadez-Gonzalez, A., Cervantes-Uc, J.M., Olayo, R., Herrera-Franco, P. J. 1999. Effect of fiber surface treatment on the fiber–matrix bond strength of natural fiber reinforced composites. **Composite Part B:Engineering**, **30**: 309-320.

17. Li, X., Tabil, L.G. Panigrahi, S. 2007. Chemical Treatments of Natural Fiber for Use in Natural Fiber-Reinforced Composites: A Review. **Journal of Polymers and Environment**, **15**: 25-33.

18. Kaila, S., Kaith, B.S., Kaur, I. 2009. Pretreatments of natural fibers and their application as reinforcing material in polymer composites—A review. **Polymer Engineering Science**, **49**: 253-272.

19. Mwaikambo, L. Y., Ansell, M. P. 2002. Chemical modification of hemp, sisal, jute, and kapok fibers by alkalization. **Journal of Applied Polymer Science** **84**: 2222-2234.
20. Baiardo, M., Frisoni, G., Scandola, M., Licciardello, A. 2002. Surface chemical modification of natural cellulose fibers. **Journal of Applied Polymer Science**, **83**: 38-45.

21. Keener, T. J., Stuart, R. K., Brown, T.K. 2004. Maleated coupling agents for natural fibre composites. **Composite Part A: Applied Science and Manufacturing**, **35**: 357-362.

22. Acha, B. A., Reboredo, M. M., Marcovich, N.E. 2006. Effect of coupling agents on the thermal and mechanical properties of polypropylene–jute fabric composites. **Polymer International**, **55**: 1104-1113.

23. Lei ,Y., Wu, Q., Yao, F., Xu, Y. 2007. Preparation and properties of recycled HDPE/natural fiber composites. **Composite Part A: Applied Science and Manufacturing**, **38**: 1664-1674.

24. Mohanty, S., Nayak, S. K., Verma, S.K., Tripaty, S. S. 2004. Effect of MAPP as a Coupling Agent on the Performance of Jute-PP Composites. **Journal Reinforced Plastics and Composites**, **23**: 625-637.

25. Lai, S.M., Yeh, F.C., Wang, Y., Chan, H. C., Shen, H. F. 2003. Comparative study of maleated polyolefins as compatibilizers for polyethylene/wood flour composites. **Journal of Applied Polymer Science**, **87**: 487-496.

26. Li, Q., Matuana, L. M. 2003. Effectiveness of Maleated and Acrylic Acid-Functionalized Polyolefin Coupling Agents for HDPE-Wood-Flour Composites. **Journal of Thermoplastic Composites**, **16**: 551-564.

27. Wang, Y., Yeh, F. C., Chan, H. C., Shen, H. F. 2003. Effectiveness of functionalized polyolefins as compatibilizers for polyethylene/wood flour composites. **Polymer Engineering and Science**, **43**: 933-945.

28. Oksman, K., Lindberg, H., Holmgren, A. 1998. The nature and location of SEBS-MA compatibilizer in polyethylene-wood flour composites. **Journal of Applied Polymer Science**, **69**: 201-209.

29. Gassan, J., Bledzki, A. K. 1997. The influence of fiber-surface treatment on the mechanical properties of jute-polypropylene composites. **Composite Part A: Applied Science and Manufacturing**, **28**: 1001-1005.

30. Gassan, J., Bledzki, A. K. 2000. Possibilities to Improve the Properties of Natural Fiber Reinforced Plastics by Fiber Modification – Jute Polypropylene Composites. **Applied Composite Materials**, **7**: 373-385.

31. Altun, Y., Dogan, M., Bayramli, E. 2013. Comparative study of maleated and glycidyl methacrylate functionalized terpolymers as compatibilizers for low-density polyethylene-wood flour composites. **Journal of Applied Polymer Science**, **127**: 1010-1016.

32. Herrera-Franco, P. J., Valadez-Gonzalez, A. 2005. A study of the mechanical properties of short natural-fiber reinforced composites. **Composite Part B:Engineering**, **36**: 597-608.

33. Tserki, V., Zafeiropoulos, N. E., Simon, F., Panayiotou, C. 2005. A study of the effect of acetylation and propionylation surface treatments on natural fibres. **Composite Part A: Applied Science and Manufacturing**, **36**: 1110-1118.

34. Li, Q., Matuana, L. M. 2003. Surface of cellulosic materials modified with functionalized polyethylene coupling agents. **Journal of Applied Polymer Science**, **88**: 278-286.

35. Balasuriya, P. W., Ye, L., Mai, Y. W., Wu, J. 2002. Mechanical properties of wood flake-polyethylene composites. II. Interface modification. **Journal of Applied Polymer Science**, **83**: 2505-2521.

36. Pilla, S., Gong, S., O'Neill, E., Yang, L., Rowell, R. M. 2009. Poly lactide-recycled wood fiber composites. **Journal of Applied Polymer Science**, **111**: 37-47.

37. Marcovich, N. E. Villar, M. A. 2003. Thermal and mechanical characterization of linear low-density polyethylene/wood flour composites. **Journal of Applied Polymer Science**, **90**: 2775-2784.

38. Petinakis, E., Yu, L., Edward, G., Dean, K., Liu, H., Scully, A. D. 2009. Effect of Matrix-Particle Interfacial Adhesion on the Mechanical Properties of Poly(lactic acid)/Wood-Flour Micro-Composites. **Journal of Polymers and Environment**, **17**: 83-94.

39. Feng, D., Caulfield, D. F., Sanadi, A. R. 2001. Effect of compatibilizer on the structure-property relationships of kenaf-fiber/polypropylene composites. **Polymer Composites**, **22**: 506-517.

40. Hong, C. K., Wool, R. P. 2005. Development of a bio-based composite material from soybean oil and keratin fibers. **Journal of Applied Polymer Science**, **95**: 1524-1538.

41. Rout, J., Misra, M., Tripathy, S. S., Nayak, S. K., Mohanty, A. K. 2001. The influence of fibre treatment on the performance of coir-polyester composites. **Composite Science and Technology**, **61**: 1303-1310.
42. Sreekala, M. S. Thomas, S. 2003. Effect of fibre surface modification on water-sorption characteristics of oil palm fibres. **Composite Science and Technology**, **63**: 861-869.
43. Misra, S., Mohanty, A. K., Drzal, L.T., Misra, M., Parija, S., Nayak, S. K. Tripathy, S. S. 2003. Studies on mechanical performance of biofibre/glass reinforced polyester hybrid composites. **Composite Science and Technology**, **63**: 1377-1385.
44. Ichazo, M. N., Albano, C., Gonzalez, J., Perera, R., Candal, M.V. 2001. Polypropylene/wood flour composites: treatments and properties. **Composite Structures**, **54**: 207-214.
45. Nachtigall, S. M. B., Cerveira, G. S. Rosa, S. M. L. 2007. New polymeric-coupling agent for polypropylene/wood-flour composites. **Polymer Testing**, **26**: 619-628.