

Termoplastik Nişasta Esaslı Polimer-Biyokompozit Köpük Üretimi

*Kadir KARAKUŞ, Fatih MENGELOĞLU

Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Orman Fakültesi, Orman Endüstri Müh. Bölümü,
Kahramanmaraş

*Sorumlu yazar: karakus@ksu.edu.tr

Geliş Tarihi:09.03.2015

Özet

Bu çalışmada, termoplastik nişasta içerisine dolgu maddesi olarak buğday sapı unları ve polimer matris olarak biyobozunur polikaprolakton (PCL) kullanılarak polimer kompozit malzemeler üretilmiştir. Polimer kompozit malzemelerinin üretimi ekstrüzyon ve pres kalıplama yöntemi ile gerçekleştirilmiştir. Üretilen kompozit örnekleri mikro-hücre yöntemi teknolojisi kullanılarak köpüklendirme işlemine tabi tutulmuştur. Köpüklendirilmiş örneklerin yoğunlukları tespit edilmiş olup taramalı elektron mikroskobu yardımıyla (SEM) morfolojik özellikleri belirlenmiştir. Köpüklendirme işleminden önce kompozit örneklerin gaz tutma ve gaz çıkış hızı değerleri belirlenmiştir. Sonuçlar incelendiğinde PCL oranındaki artışa bağlı olarak örneklerin gaz tutma kapasitesinde önemli oranda bir artış, gaz çıkış hızı değerlerinde ise PCL oranındaki artışa paralel olarak bir azalma meydana gelmiştir. PCL oranındaki artışa paralel olarak köpüklendirmenin daha iyi olduğu ve düşük yoğunluklu örneklerin üretilebildiği tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Köpük, Mikro-Hücre yöntemi, Nişasta, Polimer biyokompozit, Taramalı elektron mikroskobu (SEM).

Thermoplastic Starch Based Polymer-Biocomposite Foam Production

Abstract

In this study, thermoplastic starch based polymer composites were manufactured using lignocellulosic filler (wheat straw flour) and polymer matrix (polycaprolactone) through extrusion and compression molding. Thermoplastic starch based composites were foamed using microcellular foaming technology. Densities of the foamed samples were determined. Morphologies of polymer composites were studied using scanning electron microscopy (SEM). Before foaming, solubility and diffusivity of manufactured composites were measured. According to test results, solubility of composites were reduced with the increase of PCL loading but diffusivity values of composite samples were decreased with PCL loading. Parallel to increase of PCL loading, both composite samples are found better foaming with polycaprolactone loading and density reduction of the foamed samples was reduced.

Keywords: foams, microcellular method, starch, polymer biocomposite, SEM.

Giriş

Plastik malzemeler dünyada en fazla kullanılan ve en uzun süre doğadan kaybolmayan malzemelerden bir tanesidir. Her geçen gün plastik kullanımında meydana gelen artış beraberinde yüksek oranda çevresel atık (kirlenme) meydana getirmiştir. Özellikle gelişmiş toplumlarda yükselen çevre bilinci değeri, üretilen ve kullanılan plastik miktarının azaltılması konusunda önemli adımlar atılmasına ön ayak olmuştur (Karakuş, 2012). Polimerler doğal (selüloz, nişasta) ve sentetik (polipropilen, polietilen, polistiren) olmak üzere iki kısma ayrılmaktadır. Son zamanlarda sentetik esaslı termoplastiklerin yerine yenilenebilir kaynaklardan üretilen ve biyolojik olarak bozunabilen polimerlerin kullanımının yaygınlaştırılması hedeflenmiştir. Bu amaçla

nişasta, protein vb doğal ürünler kullanılarak biyolojik olarak bozunabilen polimerler üretilmiş ve bu konuda birçok çalışma yapılmıştır (Dintcheva ve ark., 2007; Liu ve ark., 2010). Biyolojik olarak bozunabilen polimerler genelde patates, pirinç, mısır, yulaf, buğday vb. elde edilen nişastadan üretilmektedir. Nişasta tam olarak termoplastik bir materyal değildir. Ancak yüksek sıcaklıklarda (90-180 °C) su, gliserin vb plastikleştirici eklenmesi ile akışkan hale getirilebilir ve böylelikle geleneksel olarak termoplastik polimerlerde uygulanan ekstrüzyon ve enjeksiyon kalıplama yöntemleriyle işlenebilirler (Curvelo ve ark., 2001; Dintcheva ve ark., 2007). Özellikle mısırdan elde edilen nişasta ile buğday saplarından elde edilen unların

birleştirilmesiyle oluşturulacak biyolojik olarak bozunabilen polimer kompozitler ülkemiz açısından son derece önemli bir potansiyele sahiptir. Biyolojik olarak bozunabilen polimerlerden olan polikaprolakton (PCL), biyobozunurluğu, çeşitli malzeme veya kopolimer yapılarıyla değiştirilebilir, kolay şekillenebilir ve farklı gözenek boyutunda üretilebilir olmasından dolayı diğer biyopolimerlere göre daha avantajlıdır (Özsağır, 2011).

Polimer biokompozit malzemelerin rutubete karşı daha dayanıklı olması, boyutsal sabitliğinin iyi olması, mantar ve böceklerle karşı dayanıklı olması gibi avantajlara sahip olmasına rağmen bazı dezavantajları vardır. Bunlardan en önemlileri dolgu maddesi olarak içerisine katılan unlar ya da liflerin üretilen biokompozit malzemeyi daha kırılabilir hale getirmesi ve malzemenin darbeye karşı dirençlerini azaltmasıdır (Sain ve Li, 2003; Panthapulakkal ve ark., 2004; Mengeloğlu ve Karakuş, 2008; Matuana, 2008; Mengeloğlu ve Karakuş, 2012). Fakat birçok olumlu özelliklerine rağmen, çoğu uygulama yerinde masif odunla karşılaştırıldığı zaman, yüksek yoğunluk ve düşük şok direncinden dolayı polimer biokompozitlerin kullanımı sınırlanmaktadır. Bu yüzden, yoğunluğu azaltmak ve şok direncini artırmak için bazı yöntemler yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu yöntemlerden biri de polimer kompozitler de köpüksü yapıların oluşturulmasıdır. Bu sayede, yoğunlukları azaltılmış, spesifik mekanik özellikleri iyileştirilmiş (şok direnci, sertlikleri ve çekme direnci gibi), çivi ve vida tutma dirençleri yükseltilmiş ürünler elde edilmiş olacaktır. Termoplastik polimerler içerisine dolgu maddeleri katılarak üretilen kompozitlerin dezavantajlarını ortadan kaldırmak amacıyla köpüklendirme işlemi yapılmaktadır (Di ve ark., 2005; Matuana, 2008; Matuana ve Diaz, 2010; Patel ve ark., 2010; Aydemir, 2012). Ayrıca bu kompozitlerin kullanımı yaygınlaştıkça malzemenin daha ucuz, daha hafif ve daha kullanılabilir bir malzeme olması için birçok çalışma yürütülmektedir. Özellikle otomotiv sektöründe araçların ağırlıkları azaldıkça yakıt

tasarruflarının arttığı düşünüldüğünde daha hafif kompozitlerin kullanımı cazip hale gelmiştir. Bu nedenle kompozitlerde poroz (boşluklu) yapı oluşturarak kompozitlerin yoğunluğunu azaltmak için birçok çalışma yapılmaktadır (Aydemir, 2012).

Polimer köpükler, içerisinde uçucu gaz dönüşebilen gaz veya sıvı haldeki köpük yapıcıların genişlemesiyle üretilen ve etrafı polimer matrisi ile çevrilmiş gaz boşlukları bulunan malzemeler olarak tanımlanır. Polimer köpükler genellikle katı polimerik matris ve köpük yapıcıdan elde edilen gaz olmak üzere iki fazdan oluşmaktadır. Polimer köpüklerin üretiminde fiziksel köpük yapıcılar (PBA) veya kimyasal köpük yapıcılar (CFA) kullanılmaktadır. Kimyasal köpük yapıcılar, kimyasal reaksiyonlar ve termal parçalanmayla köpüklendirme şartları altında CO₂ ve N₂ gazlarının yayılmasını sağlayabilmektedir. Fiziksel köpük yapıcılar ise, kloro flor karbonlar, uçucu hidrokarbon/alkol ve inert gazlardır (CO₂, N₂, Argon ya da Su) (Gangjian, 2006; Yetkin ve Ünal, 2008).

Bu çalışmada termoplastik nişasta içerisine biyolojik olarak bozunabilen polikaprolakton (PCL) katılarak polimer biokompozitler üretilmiştir. Üretilen kompozit örnekler üzerinde sıcaklık, süre ve polimer oranının köpüklendirme üzerine etkisi araştırılmıştır. Aynı zamanda üretilen polimer kompozit malzemelerin yoğunlukları ve taramalı elektron mikroskopu yardımıyla (SEM) morfolojik özellikleri incelenmiştir.

Materyal ve Metot

Materyal

Lignoselülozik dolgu maddesi olarak buğday sapları kullanılmıştır. Dolgu maddesi olarak kullanılan buğday sapları Kahramanmaraş bölgesinden temin edilmiştir. Bu amaçla çevre yerleşim birimlerindeki çiftçilerden satın alma yoluyla temin edilen buğday sapları kullanılmıştır. Ticari polikaprolakton (CAPA 6800, Perstorp) satın alma yoluyla temin edilmiş ve geldiği haliyle kullanılmıştır. Nişasta ise plastikleştirme işlemine tabi tutulmuştur. Bu işlem esnasında nişasta plastikleştirici kimyasal ile (gliserin) ile

yüksek devirli karıştırıcıda karıştırılmış ve daha sonra ağzı kapalı bir torba içerisinde bir gece bekletilmiştir. Bu şekilde nişastanın plastikleştirilmesi sağlanmıştır.

Metot

Biyolojik olarak bozunabilen polimer kompozitlerin üretimi; pellet (granül) üretilmesi ve kompozit üretimi olmak üzere iki aşamada gerçekleştirilmiştir. Tablo 1' de verilen üretim reçetesine bağlı kalınarak torba

içerisinde bekletilen karışım daha sonra ekstrüzyon işlemine tabi tutulmuştur. Ekstrüzyon işleminden geçirilen örnekler ufalanarak preslenmeye hazır hale getirilmiştir. Pres-kalıplama yöntemiyle üretim de kuru haldeki boncuklar 190 °C'ye kadar ısıtılmış olan hidrolik sıcak preste 2x150x200 mm boyutlarında levhalara dönüştürülerek kompozit üretimi gerçekleştirilmiştir.

Tablo 1. Termoplastikleştirilmiş nişasta esaslı kompozitler için üretim reçetesi

I D	Termoplastikleştirilmiş Nişasta* (%)	Polikaprolakton (PCL) Miktarı (%)	Buğday Sapı Unu Miktarı (%)
S0	70	0	30
S1	60	10	30
S2	50	20	30
S3	40	30	30
S4	30	40	30
S5	20	50	30

* Termoplastikleştirilmiş nişasta: % 60 nişasta, % 35 gliserol ve % 5 çinko stearate'ten oluşan karışımı temsil etmektedir. Karışım oranları ağırlıkçadır.

Mikro-Hücre Köpüklendirme

Yöntemiyle

Mikro-hücre yöntemiyle köpük üretimi malzemenin gaz tutma kapasitesinin ve gaz çıkışı özelliklerinin belirlenmesi bakımından son derece önemlidir. Üretilen kompozitlerden köpüklendirme amacıyla 1x2cm büyüklüğünde örnekler kesilmiştir. Köpüklendirme öncesinde "sorption" deneyleri gerçekleştirilerek kompozit malzemenin "solubility" (gaz tutma potansiyeli) ve "diffusivity" (gaz çıkış hızı) belirlenmiştir. Bu amaçla örneklerin ağırlıkları önce belirlenmiş ve örnekler sonra basınç

çemberi içerisine konularak karbondioksit gazı ile 24 saat boyunca doymun hale getirilmiştir. Bu periyodun sonunda örnekler dışarı çıkartılarak son ağırlıkları belirlenerek yüzde ağırlık artışları hesaplanmış ve kompozit malzemenin gaz tutması belirlenmiştir. Gaz çıkış hızları ise çemberden çıkan örneklerdeki zamana bağlı ağırlık değişimi hesaplanarak desorption eğrilerinin oluşturulmasıyla belirlenmiştir. Köpüklendirme işleminde kullanılan gazın örnek içerisindeki gaz çıkış hızları ise aşağıdaki formül yardımıyla hesaplanmıştır:

$$D = \frac{\Pi}{16} \left[\frac{d \left(\frac{A_t}{A_\infty} \right)}{d \left(\frac{\sqrt{t}}{l} \right)} \right]^2 \quad (1)$$

Burada A_t t zamanında emilen gazın miktarını göstermekte, A_∞ ise sonsuz zamandaki emilen gaz miktarını

göstermektedir. T zamanı, l ise örnek kalınlığını (mm) göstermektedir.

Mikro-hücre yöntemiyle köpüklendirme işleminde basınç çemberi ve gliserin banyosu kullanılmıştır. Köpüklendirme işleminde örnekler önce deney düzeneği içerisinde oda sıcaklığında yüksek basınçlı CO₂ gazına saatlerce maruz bırakılmıştır. CO₂ gazı ile doyurulmuş (sature edilmiş) örnekler hızlı basınç düşüşüne ve sıcaklık yükselmesine maruz bırakılarak örnek içerisinde ani gaz konsantrasyonu düşüşü sağlanmıştır. Bu işlemler örneklerin basınç çemberinden çıkarılması ve yüksek sıcaklıktaki gliserin banyosuna maruz bırakılmasıyla sağlanmıştır. Daha sonra köpüklendirilmiş örnekler oluşturulan hücresel yapının korunması için soğuk su banyosuna konulmuştur. Örneklerin

$$\text{ÖA} = \frac{a}{[a + w] - b} \quad (2)$$

Burada;

ÖA: Özgül ağırlık

a: Örnek ağırlığı (gr)

b: Suya batırıldıktan sonra örneğin ve batırma aparatının ağırlığı (kullanılan su dahil) (gr)

w: Batırma aparatının ağırlığı (kullanılan su dahil) (gr).

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi

Kompozit malzemelerle ilgili taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizleri Jeol marka ve JSM 6400 model makine üzerinde gerçekleştirilmiştir. Analiz öncesinde, örnekler sıvı azot içerisinde bir süre bekletildikten sonra sert bir cisim yardımıyla kırılarak temiz bir kırık yüzey (fractured surface) elde edilmiştir. Örnek yüzeyinden meydana gelebilecek yansımaları ortadan kaldırmak amacıyla kırık yüzeyler altın tozuyla 10 mA de 120 sn süreyle kaplama işlemine tabi tutulmuşlardır.

Veri analizi

Bu çalışmada üretilen deneme gruplarına ait veri analizleri Desing Expert® Version 7.0.3. İstatistik paket programı kullanılmıştır. Faktörlerin etkilerini belirlemek amacıyla ANOVA testi uygulanmıştır.

yoğunlukları ise ASTM D792 standardına göre belirlenmiştir.

Özgül Ağırlık Belirleme Testi

Tam kuru yoğunluğun belirlenmesinde ASTM D792 Standardında belirtilen esaslara uyularak her bir grup için 10 adet deney numunesi kullanılmıştır. Örneklerin boyutları yaklaşık 5x20x20 mm'dir. Örneklerin kuru ağırlıkları 0,01g duyarlılıktaki analitik terazi ile belirlenmiştir. Örneklerin sudaki ağırlıkları ise kurulu bir düzenek yardımıyla 23 °C damıtılmış suya batırıldıktan sonra belirlenmiş ve özgül ağırlıkları (ÖA) aşağıdaki eşitlik (2) yardımıyla hesaplanmıştır.

Bulgular ve Tartışma

Mikro-hücre yöntemiyle köpüklendirme işlemleri pres-kalıplama yöntemi kullanılarak üretilmiş örnekler üzerinde gerçekleştirilmiştir. Bu bölüm iki kısımdan oluşmaktadır; gaz tutma ve gaz çıkış hızı değerlerinin belirlenmesi ve mikro-hücre yöntemiyle köpük üretimi. Tablo 1'de verilen PCL esaslı kompozit malzemelerin gaz tutma potansiyelleri ve gaz çıkış hızları değerleri gösterilmiştir. Bu sonuçlara göre PCL oranındaki artışa bağlı olarak örneklerin gaz tutma kapasitesinde önemli oranda bir artış gözlemlenmiştir. Özellikle % 30, 40 ve 50 oranında PCL kullanımında bariz olarak gözükmektedir. Gaz çıkış hızı değerlerinde ise beklendiği üzere PCL oranındaki artışa paralel olarak bir azalma meydana gelmiştir. Bu sonuç örneklerin daha iyi köpüklendirilme potansiyeline sahip olduğunu göstermektedir (Matuana, 2008; Matuana ve Diaz, 2010; Mengeloğlu ve Karakuş, 2012).

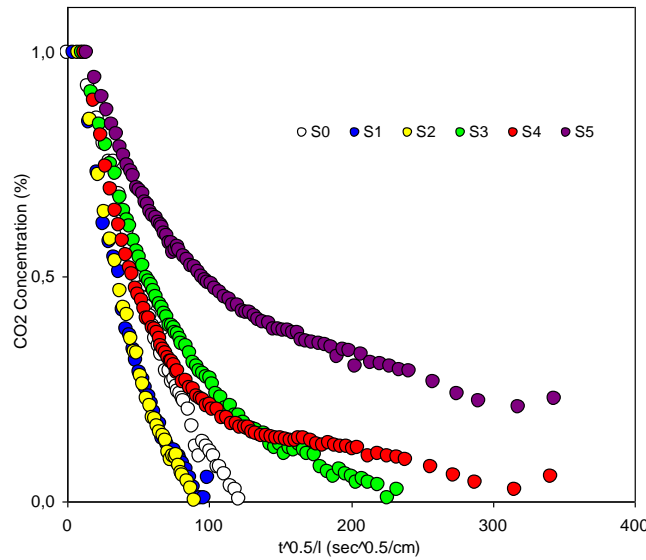
Tablo 1. Polimer kompozitlere ait gaz tutma ve gaz çıkış hızı değerleri

Örnek Adı	Gaz tutma oranı (%)	Gaz çıkış hızı (*10 ⁻⁶ cm ² sn)
S0	1,022	1031,2
S1	1,080	1057,9
S2	1,073	1191,9
S3	1,655	960,6
S4	1,800	914,8
S5	1,858	493,0

Şekil 1’de gaz çıkış hızlarının hesaplanmasında kullanılan gaz bırakma eğrileri gösterilmiştir. Burada elde edilen sonuçlar köpüklendirme sonuçlarını desteklemesi bakımından son derece önemlidir. Köpüklendirme esnasında sıcaklık ve sürenin köpüklendirme üzerine etkisi “Merkezi bileşkeli tasarım (center points of Central Composite Design (CCD))” metodu kullanılarak araştırılmıştır. Bu sayede daha az deneme sayısı ile daha genel bir değerlendirme yapmak hedeflenmiştir. Köpüklendirme

esnasında kullanılan parametreler ise Tablo 2’de verilmiştir.

Yapılan köpüklendirme işlemi sonrasında elde edilen malzemenin yoğunlukları hesaplanmış ve istatistiksel program yardımıyla yoğunluk değerleri incelenerek bu değerler üzerinde sıcaklık, süre ve polimer matrisi içerisindeki PCL oranının etkisi incelenmiştir. Bu sonuçlara bakıldığında sıcaklığın köpüklendirme üzerindeki etkisinin seçilen çalışma aralığında minimum düzeyde olduğu bulunmuştur (P=0,0914).



Şekil 1. Termoplastikleştirilmiş nişasta-PCL esaslı biyokompozitlerin gaz bırakma eğrileri

Tablo 2' de gösterilen köpüklendirme şartları istatistik programı yardımıyla belirlenmiştir. Köpüklendirme süresi her bir

grup için yaklaşık 16-20-30-40-44 sn olacak şekilde uygulanmış, köpüklendirme sıcaklıkları ise 165-170-182,5-195-200 °C uygulanmıştır.

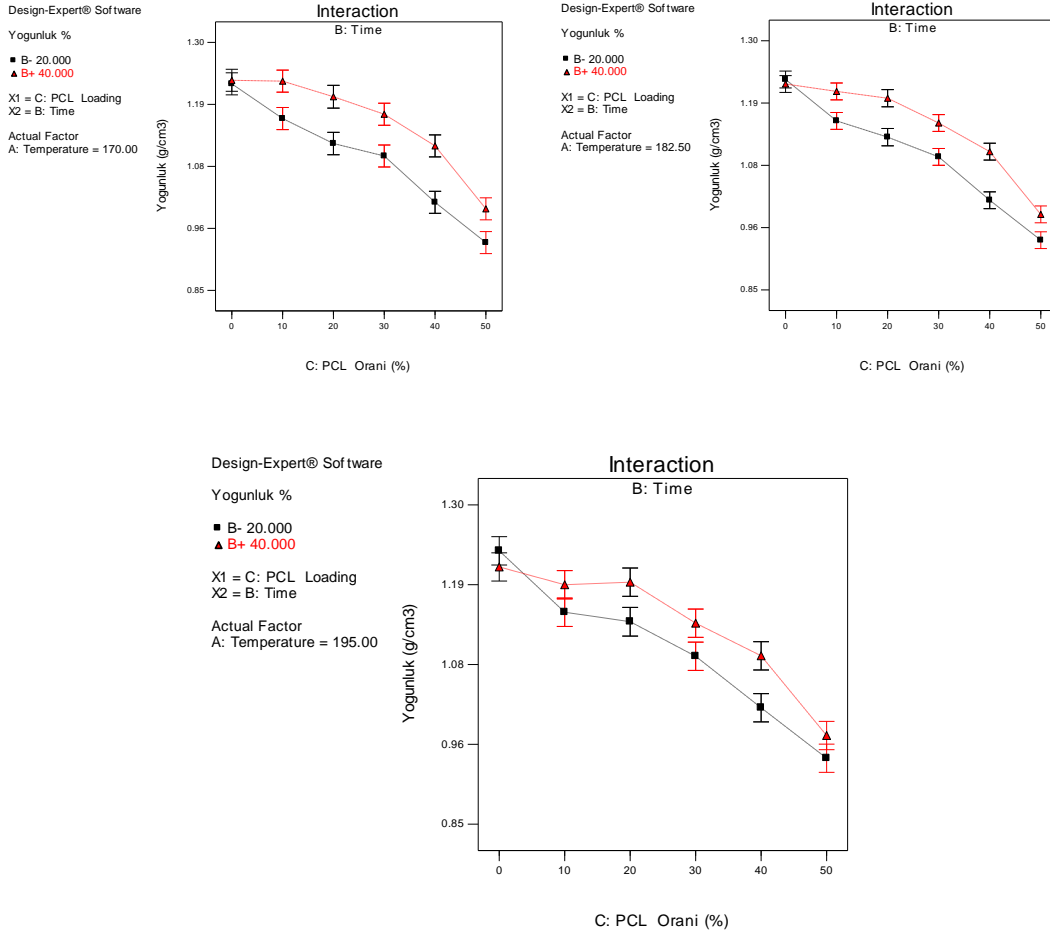
Tablo 2. Mikro-hücre yönteminde kullanılan köpüklendirme şartları

Faktör	Tipi	Faktöryel	Aksiyel	Merkezi
Sıcaklık(°C)	Sayısal	170 (-1)* ve 195 (+1)	165(- α), 200(+ α)	182,5 (0)
Süre (sn)	Sayısal	20 (-1) ve 40 (+1)	16(- α), 44 (+ α)	30 (0)
PCL Oranı (%)	Katagorik	0, 10, 20, 30, 40, 50		

* Parantez içerisindeki değerler merkezi bileşkeli tasarımın (CCD) faktöryel, aksiyel ve merkez noktalarını göstermektedir.

Sürenin ve PCL oranının köpüklendirme üzerine etkisinin istatistiksel olarak önemli düzeyde olduğu tespit edilmiştir ($P < 0,0001$ ve $P < 0,0001$). İstatistiksel analiz sonuçları süre ve PCL oranı arasındaki etkileşimin son derece etkili olduğunu göstermektedir ($P < 0,0014$). Çalışmada araştırılan faktörlerin oluşturulan köpüklendirme üzerine etkisini daha iyi anlayabilmek ve daha iyi tartışılabilmesi için istatistiksel program yardımıyla etkileşim grafikleri oluşturulmuştur (Şekil 2). Bu grafikler üzerinde yoğunluk değerleri y ekseninde ve PCL oranı ise x ekseninde gösterilmiştir. Grafiklerdeki kırmızıçizgi uzun köpüklendirme süresinin (40 sn) kullanıldığında elde edilen yoğunluk değerlerini, siyah çizgi ise kısa köpüklendirme süresindeki (20 sn) değerleri göstermektedir. İlk grafik düşük köpüklendirme sıcaklığındaki (170 °C) köpüklendirme sonuçlarını, ikinci grafik orta köpüklendirme sıcaklığındaki (182,5 °C) sonuçları ve üçüncü grafik ise yüksek köpüklendirme sıcaklığındaki (195 °C) sonuçlarını göstermektedir. Sonuçlar incelendiğinde öncelikli olarak PCL oranındaki artışa paralel olarak köpüklendirmenin daha iyi olduğu ve düşük yoğunluklu örneklerin üretilebildiği tespit edilmiştir. Nişasta içerisindeki PCL oranındaki artışa paralel olarak sonuçların iyileşmesi beklenen bir sonuç

olmuştur. Bilindiği üzere köpüklenme polimer matrisinde meydana geleceği için PCL oranındaki artış köpüklendirilebilir potansiyeli olan malzeme miktarının artmasını sağlamaktadır (Mengeloğlu ve Karakuş, 2012). Benzer sonuçlar farklı dolgu maddesiyle üretilen polimer kompozitlerde de tespit edilmiştir. Willett ve Shogren (2002) tarafından yapılan bir çalışmada köpüklendirilmiş örneklerin yoğunlukları incelendiğinde genel olarak nişasta içerisine katılan polimerlerin oranının artmasıyla yoğunluklarının azaldığını rapor etmektedirler. Elektron mikroskobu yardımıyla (SEM) nişasta köpüklerin yüzeyleri incelendiğinde kontrol örneklerinde gözlemlenen çok sayıda küçük boşlukların kompozit malzeme içerisine polimerlerin eklenmesiyle daha az sayıda ya da boşlukların hiç olmadığı belirlenmiştir. Matuana (2008) tarafından yapılan bir çalışmada mikro hücre yöntemi ile polilaktik asit (PLA) esaslı köpükler üretilmiştir. Köpüklendirilmiş mikro hücre yapılarının oluşmasından dolayı büyüme oranının iki katı olduğunu, darbe direncini geliştirdiği (köpüklendirilmemiş PLA örneklerine göre iki katı artış), kopmada uzama değerini (köpüklendirilmemiş PLA örneklerine göre iki katı artış) arttırdığı belirtilmiştir



Şekil 2. PCL oranı, sıcaklık ve sürenin köpüklendirme üzerine etkisinin CCD etkileşim grafiği ile gösterimi.

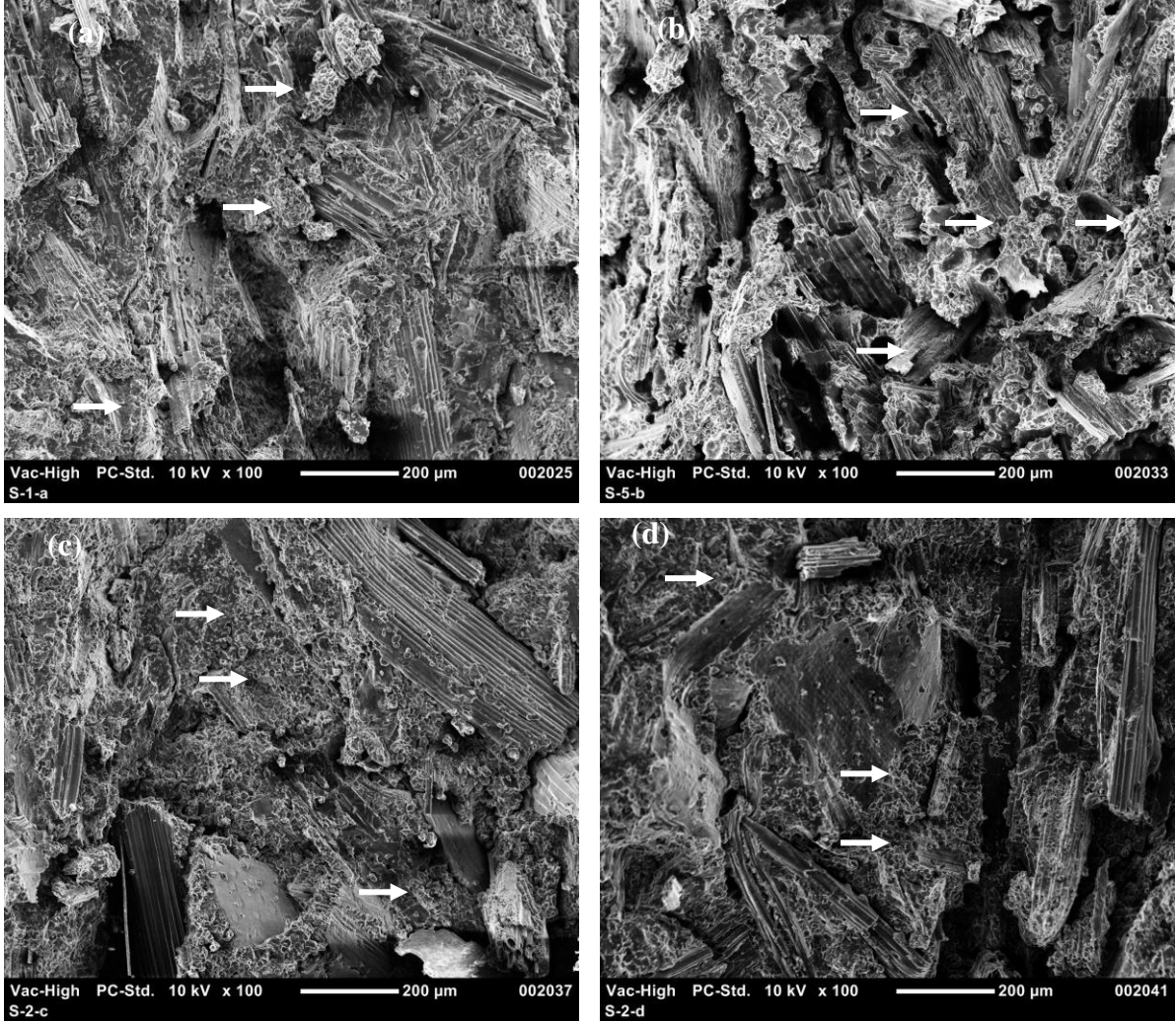
Patel ve ark. (2010) tarafından yapılan çalışmada mısır nişastası kullanarak ekstrüzyon yönteminde CO₂ gazı ile köpüklendirme denemeleri olduğunu göstermiştir. Morfolojik özellikleri incelendiğinde ısıtma işlemine tabi tutulmayan nişasta örneklerinde solvent değişim materyallerinin boşluklarının arttığı açıkça görülmüştür. Üretilen örneklerin yoğunluk özellikleri incelendiğinde hava kurusu örnekler ile karşılaştırıldığında bütün örneklerin yoğunluklarının azaldığı tespit edilmiştir.

Köpüklendirme üzerine sürenin etkisine bakıldığında köpüklendirme süresinin daha kısa tutulmasının daha iyi sonuçlar verdiği gözlemlenmiştir. Şekil 3c ve 3d' de % 20 PCL

içeren örneklerin 20 sn ve 40 sn'lik süreler zarfında ayrı ayrı köpüklendirilmesi sonucunda elde edilen örneklerin SEM görüntüsü verilmiştir. Yoğunluk ölçümleri sonucunda 20 sn köpüklendirme süresi uygulanan örnekler daha iyi sonuç vermesine rağmen bu farklılık çekilen SEM fotoğraflarında gözlemlenememiştir. Bunun nedeni kompozit örneklerinin hazırlanması esnasında karışımın homojen olarak yapılamaması, SEM çekimi esnasında görüntü alınan kesitte kompozit malzeme içerisine köpük oluşumunun gözlenememesi ve PCL içerisinde yer alan buğday sapı unlarının dağılımından kaynaklandığı düşünülmektedir. Köpüklendirme sıcaklığının ise istatistiksel

anlamda etkili olmadığı bulunmuştur. Ayrıca yüksek sıcaklıklarda köpükendirme yapılırken köpükendirme esnasında uygulanan sürenin uzun veya kısa olmasının etkisinin düşük olduğu gözlemlenmiştir. Şekil 3a ve b'de % 10 ve % 50 PCL oranına sahip köpükendirilmiş örneklerin SEM görüntüsü verilmiştir. SEM görüntülerinde kompozit malzeme içerisindeki

PCL oranının etkisi (%10-%50 PCL) ve köpükendirme süresinin etkisi (20-40 sn) incelendiğinden SEM görüntüleri sadece 170 °C köpükendirme sıcaklığında %10-50 PCL oranlarında çekilmiştir. SEM görüntülerde görüldüğü üzere köpükendirme % 50 PCL içeren örneklerde daha iyi gözükmektedir.



Şekil 3 a) 170 °C de 20 sn köpükendirilmiş % 10 PCL, b) 170 °C de 20 sn köpükendirilmiş % 50 PCL, c) 170 °C de 20 sn köpükendirilmiş % 20 PCL ve d) 170 °C de 40 sn köpükendirilmiş % 20 PCL örneklerine ait SEM görüntüleri

Sonuç

Termoplastik nişasta içerisine dolgu maddesi olarak buğday sapı unları ve polimer matris olarak polikaprolakton (PCL) kullanılarak polimer kompozit malzemeler üretilmiştir. Üretilen kompozit örnekleri mikro-hücre yöntemiyle köpüklendirme işlemine tabi tutulmuştur. Köpüklendirme üzerine sürenin etkisine bakıldığında köpüklendirme süresinin daha kısa tutulmasının daha iyi sonuçlar verdiği gözlemlenmiştir. Polimer kompozitlerin köpüklendirme sıcaklığının ise istatistiksel anlamda etkili olmadığı bulunmuştur. Ayrıca yüksek sıcaklıklarda köpüklendirme yapılırken köpüklendirme esnasında uygulanan sürenin uzun veya kısa olmasının etkisinin düşük olduğu gözlemlenmiştir.

Teşekkür

Bu çalışma; Türkiye Bilimsel ve Teknik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK) tarafından 107O830 proje adıyla desteklenmiştir. Vermiş oldukları destekten dolayı TÜBİTAK'a teşekkür ediyoruz.

Kaynaklar

Aydemir D., 2012. Selülozik nano/makro partiküllerle desteklenmiş stiren maleik anhidrit (SMA) kompozitlerinin köpüklendirilmesi ve karakterizasyonu. Doktora Tezi, Bartın Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 175s. Bartın.

Curvelo A.A.S., De Carvalho A.J.F., Agnelli J.A.M. 2001. Thermoplastic starch-cellulosic fibers composites: Preliminary results. *Carbohydrate Polymers*, 45 (2), 183–188.

Dintcheva N.T., Mantia F.P.L. 2007. Durability of starch-based biodegradable polymer. *Polymer Degradation and Stability*, 92 (4), 630-634.

Di Y., Iannace S., Di Maio E., Nicolas L. 2005. Reactively modified poly(lactic acid): Properties and foam processing. *Macromolecular Materials and Engineering*, 290 (11), 1083-1090.

Gangjian G. 2006. Development of fine-celled biofibre composite foams using physical blowing agents and nanoparticle. Degree of Doctor of Philosophy, University of Toronto.

Karakuş K., 2012. Nişasta esaslı biyolojik olarak bozunabilen odun polimer kompozitlerin üretimi ve mikro hücre yöntemiyle köpüklendirilmesi. Doktora Tezi, KSU Fen Bilimleri Enstitüsü, Kahramanmaraş.

Liu D., Zhong T., Chang P.R., Li K., Wu Q. 2010. Starch composites reinforced by bamboo cellulosic crystals. *Bioresource Technology*, 101 (7), 529–2536.

Matuana L.M. 2008. Solid state microcellular foamed poly(lactic acid): Morphology and property characterization. *Bioresource Techn.*, 99 (9), 3643-3650.

Matuana L.M., Diaz C.A. 2010. Study of cell nucleation in microcellular poly(lactic acid) foamed with supercritical CO₂ through a continuous-extrusion process. *Ind. Eng. Chem. Res.*, 49 (5), 2186-2193.

Mengeloğlu F., Karakuş K. 2008. Some properties of eucalyptus wood flour filled recycled high density polyethylene polymer-composites. *Turk. J. Agric For.*, 32 (6), 537-546.

Mengelolu F., Karakuş K. 2012. Mechanical properties of injection-molded foamed wheat straw filled HDPE biocomposites: The effects of filler loading and coupling agent contents. *Bioresources*, 7 (3), 3293-3305.

Özsağroğlu E., 2011. Enzimatik polimerizasyon ile sentezlenen polikaprolakton reaksiyon koşulları etkisinin ve polikaprolaktonun biyobozunurluğunun incelenmesi, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, 81s. İstanbul.

Panthapulakkal S., Law S., Sain M. 2004. Injection molded hybrid natural fiber composite materials for automotive applications. *SAE Paper No*, DOI: 2004-01-0014.

Patel S.V., Venditti R.A., Pawlak J.J. 2010. Dimensional changes of starch microcellular foam during the exchange of water with ethanol and subsequent drying. *Bioresearches*, 5 (1), 121-134.

Sain M., Li H. 2003. High stiffness natural fiber-reinforced hybrid polypropylene composites. *Polym. Plast Technol Eng.* 42 (5), 853-862.

Yetkin S.H., Ünal H. 2008. Polimer esaslı köpük malzemeler, Dumlupınar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, Sayı 17, ISSN 1302-3055, Kütahya.

Willet J.L., Shogren R.L. 2002. Processing and properties of extruded starch/polymer foams. *Polymer*, 43 (22), 5935-5947.