

Araştırma Makalesi / Research Article

Bazalt Elyaf Yüzeyindeki Silan Katmanının Polilaktit Kompozitlerine Güçlendirme Etkinliğinin Değerlendirilmesi

Ümit TAYFUN¹, Çağrıalp ARSLAN^{2*}, Mehmet DOĞAN³

¹ Bartın Üniversitesi, Mühendislik Mimarlık ve Tasarım Fakültesi, Temel Bilimler Bölümü, Bartın, Türkiye, ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0001-5978-5162>, utayfun@bartin.edu.tr

² Bartın Üniversitesi, Mühendislik Mimarlık ve Tasarım Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Bartın, Türkiye, ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-5993-2983>, carslan@bartin.edu.tr

³ Erciyes Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Kayseri, Türkiye, ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0001-9157-6504>, mehmetd@erciyes.edu.tr

Geliş/ Received: 19.12.2022;

Kabul / Accepted: 27.02.2023

ÖZET: Bazalt elyaf (BF) yüzeyindeki kaplamanın, kırılmış BF içeren polilaktid (PLA) kompozitlerin mekanik, ısıl-mekanik, eriyik akış ve morfolojik özelliklerine etkisi, çekme, darbe ve Shore sertlik testleri, dinamik mekanik analiz (DMA), eriyik akış indeksi (MFI) ölçümleri ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) karakterizasyon yöntemleri kullanılarak rapor edilmiştir. Kaplanmış ve kaplanmamış BF'nin yüzey özelliklerini araştırmak için kızılötesi spektroskopi analizi uygulanmıştır. Kompozit numuneler, eriyik karıştırma ve enjeksiyon kalıplama prosesi ile hazırlanmıştır. BF'nin PLA matrisine yüzey yapışmasının iyileştirilmesi, kaplanmış BF ve kaplanmamış BF içeren kompozitlerin mekanik test verilerinin karşılaştırılması yardımıyla değerlendirilmiştir. BF yüzeyindeki silan kaplama, kaplanmamış BF'ye kıyasla depolama modülü değerlerinde artışa neden olmuştur. Bunlara ek olarak, PLA'nın MFI değeri, BF eklenmesi ile ciddi bir değişiklik göstermemiştir. Kaplanmış BF ve PLA fazı arasındaki yapışmanın gerçekleştirilmesinden kaynaklanan performans artışı, kompozitlerin SEM mikrografları ile doğrulanmıştır.

Anahtar Kelimeler: Polilaktit, Bazalt Elyaf, Polimer Kompozitler, Yüzey Kaplaması.

*Sorumlu yazar / Corresponding author: carslan@bartin.edu.tr

Bu makaleye atıf yapmak için /To cite this article

Tayfun, Ü., Arslan, Ç., Doğan, M. (2023). Bazalt Elyaf Yüzeyindeki Silan Katmanının Polilaktit Kompozitlerine Güçlendirme Etkinliğinin Değerlendirilmesi. Journal of Materials and Mechatronics: A (JournalMM), 4(1), 87-99.

Evaluating Reinforcement Effectiveness of Silane Layer on Basalt Fiber Surface to Its Composites with Polylactide

ABSTRACT: The effect of the covering layer on the basalt fiber (BF) surface on the mechanical, thermo-mechanical, melt-flow, and morphological properties of polylactide (PLA) composites loaded with chopped BF was reported by performing tensile, impact, and Shore hardness tests, dynamic mechanical analysis (DMA), melt flow index (MFI) measurements, and scanning electron microscopy (SEM) characterization methods. Infrared spectroscopy analysis was applied to investigate the surface characteristics of desized and sized BF. Composite specimens were prepared through the melt-compounding and injection molding processes. The improvement of BF surface adhesion to PLA matrix was evaluated by comparing mechanical test data of composites containing desized and sized BF. Silane covering on BF led to an increase in storage modulus values compared to desized BF. Furthermore, the MFI of PLA did not change significantly with BF inclusions. Performance enhancement caused by the establishment of adhesion between the BF and PLA phases was confirmed by SEM micrographs of composites.

Keywords: Polylactide, Basalt Fiber, Polymer Composites, Surface Sizing.

1. GİRİŞ

Polilaktit (PLA), doğal kaynaklardan üretilen, biyo-bozunur karakterde olduğundan çevreyle uyumlu harman üretim faaliyetlerinde kullanımı artan yeni nesil bir polimerdir. Son yıllarda PLA esaslı kompozitlerine performans iyileştirme odaklı çalışmalar hız kazanmıştır (Auras ve ark., 2004; Bajpai ve ark., 2014; Nagarajan ve ark., 2016; Rasal ve ark., 2010). PLA'nın biyolojik olarak parçalanarak bozunabilme özelliği çevre için uyumlu çeşitli ürünlerde kullanımını arttırmıştır. Yüksek mekanik dayanım, biyo-uyumluluk ve geleneksel teknikler ile pratik işlenebilme da dahil olmak üzere biyolojik olarak parçalanabilme özelliği PLA'nın en önemli avantajıdır (Dike, 2020; Hasan ve ark., 2020; Ilyas ve ark., 2022; Murariu ve Dubois, 2016; Siakeng ve ark., 2019). Öte yandan PLA'nın geniş aralıkta kullanımını kısıtlayan hidrofobik yapı, zayıf tokluk ve düşük bozunma oranı gibi bazı sınırlamalar mevcuttur. Bu yüzden PLA'nın endüstriyel uygulamalarda kullanımını genişletmek amacıyla performans iyileştirme çalışmaları devam etmektedir (Ahmad ve ark., 2015; Akampumuza ve ark., 2017; Chauhan ve ark., 2022). Bunlara ek olarak, doğal lif içeren PLA esaslı kompozitlerin eklemeli imalat uygulamalarında üç boyutlu yazıcı filamentleri olarak kullanımına dair çalışmalar da son yıllarda ivme kazanmıştır (Musa ve ark., 2022; Nasir ve ark., 2022, Sang ve ark., 2019; Torun ve ark., 2021).

Bazalt elyafı, bazalt kayaçlarının eritilmesiyle sürekli ve kısa formlarda üretilmektedir. BF, mineral kayaçtan elde edildiğinden bitkisel bir lif olmamasına rağmen doğal lif olarak sınıflandırılır. Bazalt elyafın ana üreticileri başlıca Rusya Federasyonu, Ukrayna, Çin, Norveç, İrlanda ve Almanya'dır (Gur'ev ve ark., 2001; Jamshaid ve Mishra, 2016; Ross, 2006). Bazalt elyaf (BF), yüksek mukavemeti sayesinde çoğuz harmanlarda (polimerik kompozitlerde) kullanımı gerek akademik çalışmalar gerekse endüstri uygulamalar bazında gün geçtikçe artan bir güçlendiricidir. BF, yüksek boy/çap ve yüzey alanı/hacim oranına sahip olduğundan, polimerik yapı içerisine eklendiğinde mekanik özelliklerde iyileşme sağlamaktadır. BF yüzeyine çoğuz ile uyumlu hale getirmek için kimyasal kaplama yöntemleri uygulanmaktadır (Dhand ve ark., 2015; Fiore ve ark., 2015; Khandelwal ve ark., 2020; Lilli ve ark., 2021; Singha, 2012).

Literatürde BF ile takviye edilmiş PLA esaslı kompozitlerin hazırlanması ve karakterizasyonuna yönelik birkaç araştırma yapılmıştır. Tabi ve ark. enjeksiyonla kalıplanmış uzun BF dolgulu PLA kompozitleri üretmiştir (Tabi ve ark., 2014). Liu ve ark. BF yüzeyine uygun yüzey işlemi uygulamışlar ve BF ile güçlendirilmiş PLA mekanik özelliklerinde iyileştirmeler saptamıştır (Liu ve ark., 2012). Kurniawan ve ark. plazma polimerizasyonu uygulanan BF yüzey sonuçlarını aktarmıştır. Plazma modifikasyonu, PLA/BF kompozitlerinin çekme dayanımında artışa neden olmuştur (Kurniawan ve ark., 2013). Kurniawan ve ark. başka bir çalışmalarında yüzeyi silanla kaplanmış BF ile güçlendirilmiş PLA kompozitlerinin yüksek mekanik özellikleri sergilediğini aktarmıştır (Kurniawan ve ark., 2015). Sbardella ve ark. BF yüzeyini çinkooksit ile modifiye ederek PLA ile elyaf arasında yüzeysel etkileşimi arttırmıştır (Sbardella ve ark., 2021). Chen ve ark. hazırladıkları PLA/BF kompozitlerinin sert doku onarım uygulamalarında kullanım potansiyeline sahip olduğunu öne sürmüşlerdir (Chen ve ark., 2010). Diğer bir çalışmada, PLA matrisi BF ve odun elyaf ile harmanlanarak, baskı kalıplama ile şekillendirilen kompozitlerin ısı ve ses yalıtım performansı incelenmiştir (Aykanat ve Ermeydan, 2022). Tabi ve ark. BF içeren PLA bazlı kompozitlerin uzun süreli kullanım gerektiren mühendislik uygulamalarında yapısal kullanım davranışlarını incelemiştir (Tabi ve ark., 2016).

Bu çalışmada yüzeyi kaplanmış ve kaplanmamış BF numuneleri, PLA ile eriyik karıştırma yöntemiyle kompozitler hazırlanmıştır. Test numuneleri enjeksiyon kalıplama işlemi kullanılarak hazırlanmıştır. BF'nin PLA matrisine yüzey yapışmasının iyileştirilmesi, kaplanmış BF ve kaplanmamış BF içeren kompozitlerin mekanik test sonuçlarının karşılaştırılması yapılarak ortaya konmuştur. BF ile güçlendirilmiş PLA esaslı kompozitlerin çekme dayanım, sertlik, darbe dayanım, ısıl mekanik, eriyik akış ve morfolojik davranışları tespit edilmiştir. Özellikle eriyik akış hızı sonuçları, PLA/BF kompozitlerin eklemeli imalat uygulamalarındaki işlem parametrelerini ortaya koymasından önem arz etmektedir.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

Bu çalışmada polilaktit matris olarak Natureworks LLC firmasının Ingeo Biopolymer ticari isimli ürünü kullanılmıştır. Bazalt elyaf 6 mm boyunda kırılmış şekilde Tila Kompozit firmasından temin edilmiştir. Endüstriyel olarak silan kaplanmış şekilde alınan BF için her bir lif için elyaf çapı 13-20 µm aralığında olduğu üretici tarafından bildirilmiştir. Ticari olarak silan kaplanmış kısa BF numunesi 500 °C sıcaklıkta kül fırınında 2 saat bekletilerek, yüzey kaplaması kaldırılmıştır. Yüzey kaplaması kaldırılmış (D-BF) ve silan kaplamalı (S-BF) elyaf yüzeylerinin özelliklerini araştırmak için kızılötesi spektroskopisi (FTIR) analizi uygulanmıştır.

Kompozit hazırlama aşamasından önce PLA ve BF numuneleri 100 °C sıcaklıkta etüvde 2 saat süre boyunca bekletilerek, eklenti içerisindeki nem uzaklaştırılmıştır. Kompozit numuneler, eriyik karıştırma ve enjeksiyon kalıplama işlemleri ile hazırlanmıştır. D-BF ve S-BF, %20 sabit ağırlıkça yüzde oranında PLA ile laboratuvar ölçekli mikro-ekstruder (MC 15 HT, Xplore) kullanılarak karıştırılmıştır. Test numuneleri 7.4×2.1×80 mm³ boyutlarında enjeksiyon kalıplama cihazı (Daca Instruments) ile şekillendirilmiştir. Kompozit hazırlama basamağında kullanılan işlem parametreleri Çizelge 1'de listelenmiştir.

Çizelge 1. Kompozit üretiminde kullanılan işlem parametreleri

Parametre	Değer	Birim
Ekstrüzyon işlemi		
Karıştırma sıcaklığı	200	°C
Karıştırma süresi	5	dakika
Karıştırma hızı	100	tur/dakika
Enjeksiyonlu kalıplama işlemi		
Hazne sıcaklığı	210	°C
Kalıp sıcaklığı	80	°C
Enjeksiyon basıncı	8	Bar
Kalıpta bekleme süresi	3	dakika

Kompozitlerin mekanik özellikleri, eriyik akış parametreleri, ısıl-mekanik özellikleri ve morfolojik davranışları sırasıyla çekme testi, erime akış indeksi (MFI) testi, dinamik mekanik analizi (DMA), ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir. Sertlik ölçümleri, her bir bileşim için en az 10 farklı ölçüm alınarak yapılmış olup, ortalama değerler alınarak kaydedilmiştir.

BF numunelerinin yüzey fonksiyonel özellikleri kızılötesi spektroskopisi (FTIR) yöntemiyle, Bruker Optics marka 66/S serisi cihaz kullanılarak karakterize edilmiştir.

Kompozitlerin çekme testleri, Lloyd LR 30 K çekme test cihazı kullanılarak ASTM D638 standardına göre 5 kN yük hücresi ve 5 cm/dk çekme hızı parametrelerinde yapılmıştır. Çekme mukavemeti, çekme modülü ve yüzde gerinim değerleri, her bir bileşim için en az beş numune test edilerek ve ortalama değerler alınarak kaydedilmiştir.

Kompozit numunelere darbe testi, ASTM D256 standart prosedürü kullanılarak 4J sarkaçlı Coesfeld marka darbe test cihazı kullanılarak uygulanmıştır. Her bir bileşim için en az beş numune test edilerek ve ortalama değerler alınarak kaydedilmiştir.

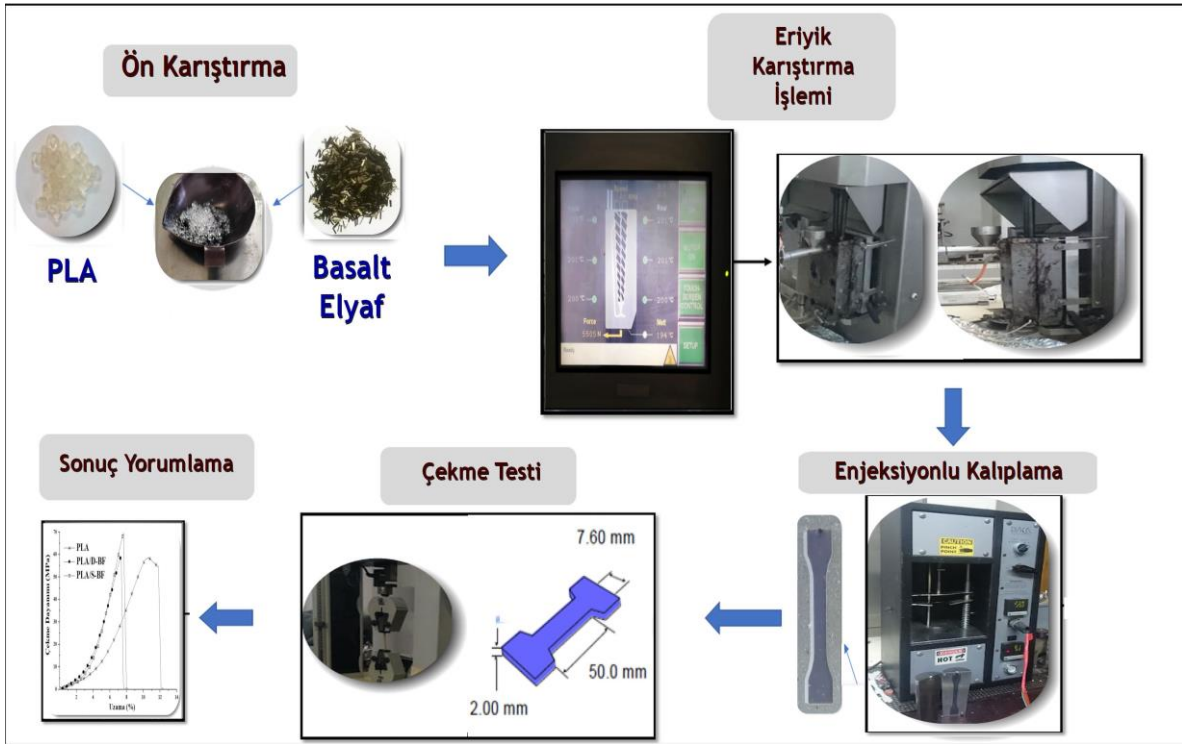
Kompozitlerin morfolojik yapılarını görüntülemek amacıyla taramalı elektron mikroskobu (SEM) tertip edilmiştir. Bu analizde, darbe testinden elde edilen kompozitlerin kırık yüzeyleri test öncesi altın ile kaplanarak, LEO 440 taramalı elektron mikroskobu ile incelenmiştir.

PLA ve kompozitlerin Shore sertlik değerleri, Zwick R5LB041 dijital sertlik cihazı kullanılarak belirlenmiştir.

Eriyik akış hızları (MFI) ölçümleri, 210°C sıcaklıkta 5 kg standart yük kullanılarak Coesfeld Meltfixer LT cihazında gerçekleştirilmiştir.

Kompozitlerin ısıl-mekanik davranışlarını belirlemek amacıyla Perkin Elmer marka DMA 8000 model cihaz kullanılarak depolama ve kayıp modülleri ve tanδ parametrelerinin artan sıcaklığa göre değişimlerini gösteren eğrileri analiz edilmiştir. DMA ölçümleri, 1 Hz frekans, 0-150 °C sıcaklık aralığı ve 10 C/dak. ısıtma hızı uygulanarak ikili konsol bükme modunda gerçekleştirilmiştir.

Çalışmanın kompozit hazırlama ve şekillendirme basamaklarını da kapsayan görsel Şekil 1'de sunulmuştur.

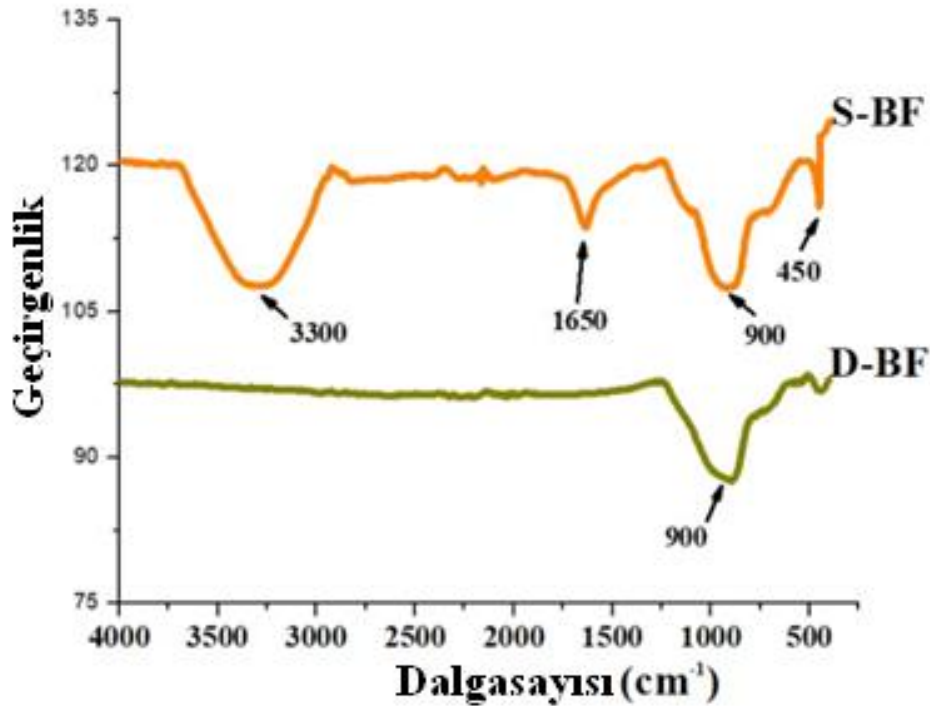


Şekil 1. Çalışmanın aşamalarını betimleyen şema

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1 Elyaf Yüzeyinin Karakterizasyonu

S-BF ve D-BF numunelerinin yüzeylerinin FTIR spektrumları Şekil 1’de paylaşılmıştır.



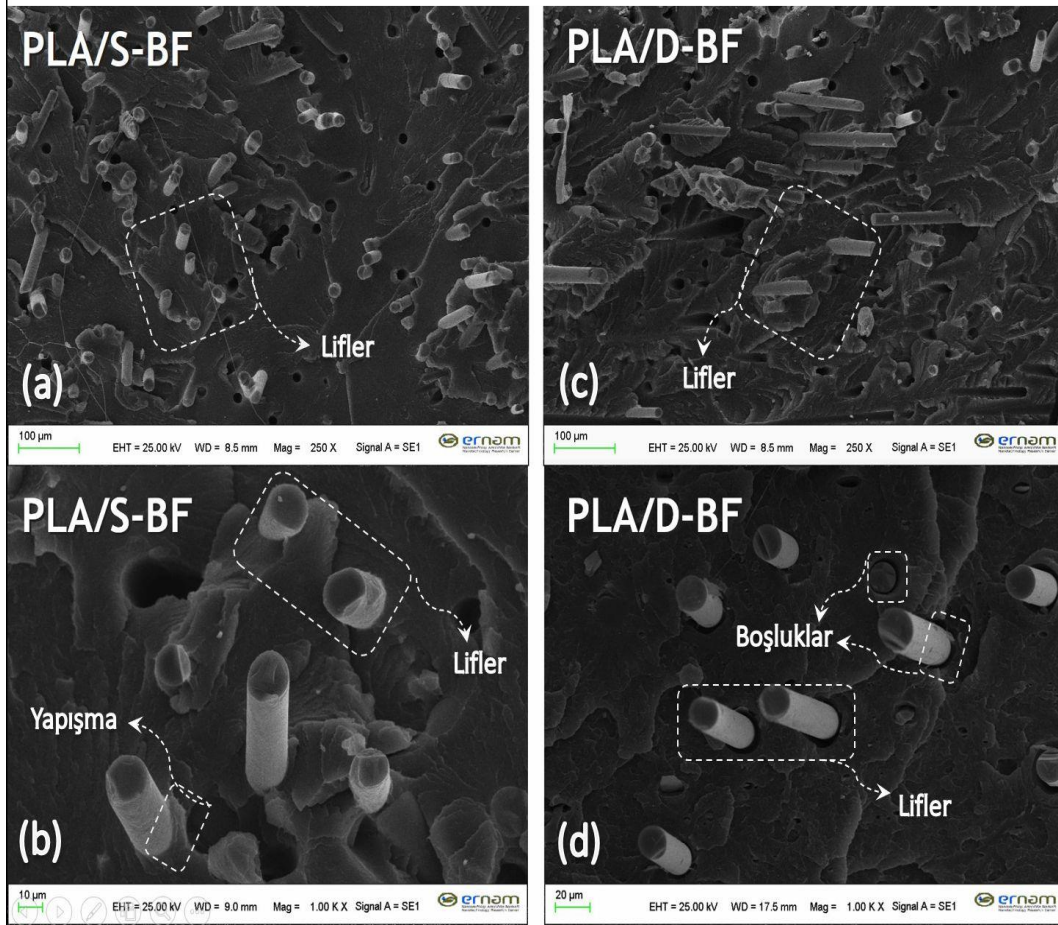
Şekil 2. Elyaf yüzeylerinin FTIR spektrumları

Şekil 2’de paylaşılan spektrumlarda 900 cm^{-1} dalga sayısında görülen karakteristik pik BF’ya aittir (Arslan ve Doğan, 2018). S-BF spektrumunda mevcut olup D-BF spektrumunda gözlenmeyen yaklaşık 450, 1650 ve 3330 cm^{-1} dalga sayısındaki pikler, sırasıyla Si–O gerilme, serbest N-H, C-H

germe titreşimlerinden kaynaklı olup BF yüzeyindeki amino-silan varlığını açıkça göstermektedir (Arslan ve Doğan, 2018; Chemtob ve ark., 2011; Paunikallio ve ark., 2008; Tayfun ve Doğan, 2022).

3.2 Kompozitlerin Morfolojisi

Kompozitlerin darbe testi sonucu kırılmış yüzeylerinin SEM mikro resimleri Şekil 3'te gösterilmiştir. BF ile güçlendirilmiş kompozitlerin kırılmış yüzeylerinin SEM mikro-grafikleri incelendiğinde, D-BF liflerinin PLA fazı içinde homojen dağılım göstermediği gözlenmiştir (Şekil 3c). PLA matrisi içerisinde D-BF'nin homojen dağılım göstermemesinin nedeni D-BF yüzeyinde polimer ile uyumlu fonksiyonel grup olmadığından PLA ile D-BF arasında güçlü yapışma gerçekleşmemesidir. PLA matrisi ile D-BF arasındaki uyumsuzluklardan ötürü oluşan boşluklar ve kopmalar PLA/D-BF kompozitlerinin SEM mikro-fotoğraflarında açıkça görülmektedir (Şekil 3d). S-BF ise PLA matrisi ile daha çok yüzey etkileşimine girerek kompozit yapısı içerisinde homojen olarak dağılmasını sağlamıştır (Şekil 3a). Buna ek olarak S-BF liflerinin etrafının PLA ile iyi yapışma sergilediği gözlenmektedir (Şekil 3b). SEM fotoğraflarında gözlemlenen yuvarlak boşluklar, deformasyon sırasında liflerin matris içerisinden çıkması nedeni ile oluşmuştur.



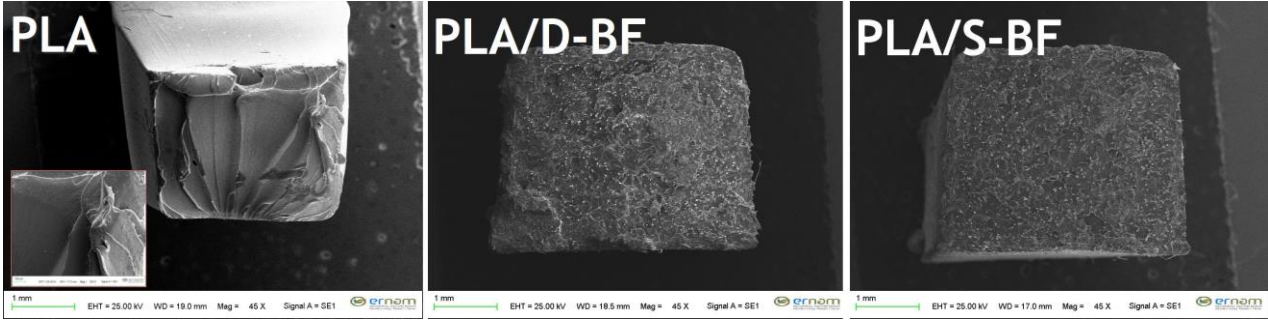
Şekil 3. Kompozitlerin darbe testi sonucu kırık yüzeylerinin 250x (a-c) ve 1000x büyütme (b-d) oranlarında SEM mikro-resimleri

3.3 Kompozitlerin Mekanik Özellikleri

Çizelge 2'de numunelerin mekanik test sonuçları listelenmiştir. PLA ve kompozitlerin çekme testi sonucu kopma yüzeylerinin SEM mikro-fotoğrafları Şekil 4'te paylaşılmıştır. PLA ve kompozitlerin çekme dayanım eğrileri Şekil 5'te gösterilmiştir.

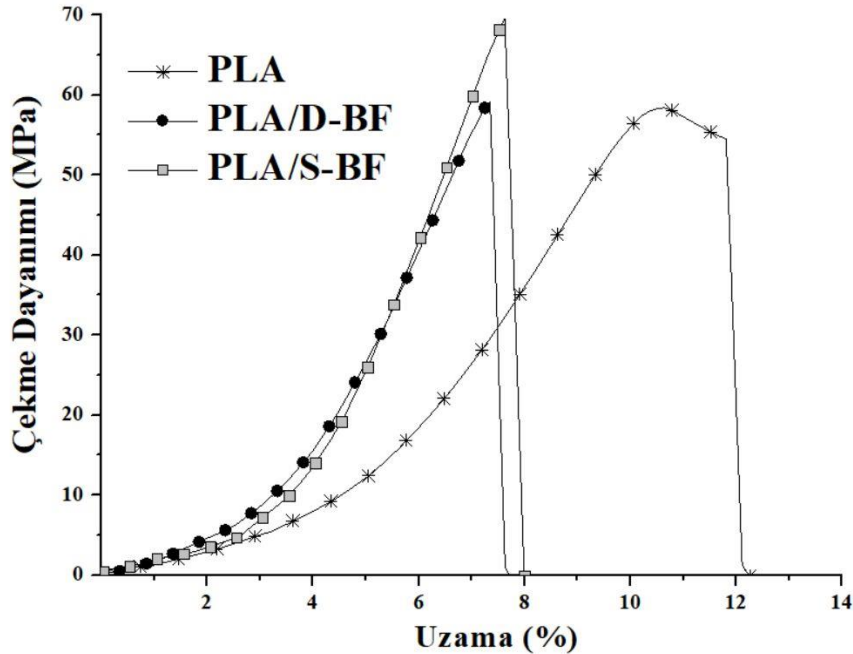
Çizelge 2. PLA ve kompozitlerin mekanik test sonuçları

Numune	Kopmada Uzama (%)	Çekme Dayanımı (MPa)	Darbe Dayanımı (kJ/m ²)	Sertlik (Shore D)
PLA	12,2 ± 0,7	58,4 ± 0,8	10,8 ± 0,4	50,1 ± 0,2
PLA/D-BF	7,7 ± 0,4	59,2 ± 0,6	12,2 ± 0,3	52,7 ± 0,2
PLA/S-BF	8,0 ± 0,5	69,6 ± 1,1	15,3 ± 0,5	53,4 ± 0,3



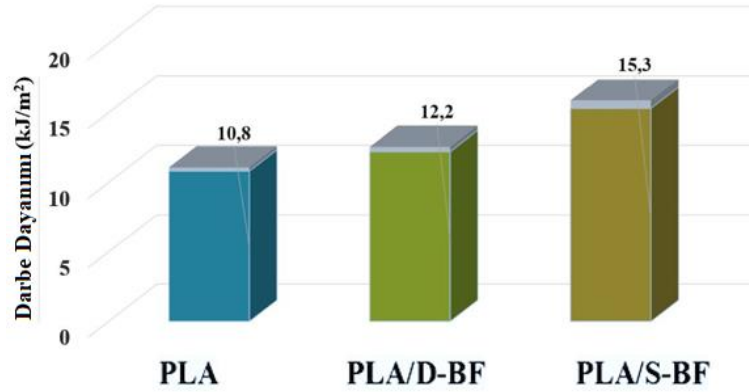
Şekil 4. PLA ve kompozitlerin kopma yüzeylerinin SEM mikro-resimleri

PLA ile karşılaştırıldığında, elyaf takviyesi ile kompozitlerin çekme gücü artmıştır. S-BF içeren kompozit için çekme dayanımındaki artış (yaklaşık %19) belirgin iken, PLA/D-BF için artış düşük seviyede kalmıştır. Ekleme yapılmamış PLA çekme-uzama eğrisinde az oranda sünme davranışı göstermiş, elyaf takviyesi ile sünme davranışı kaybolmuştur. İki tür BF takviyesi ile kopmada uzama değerlerinde azalma (yaklaşık %37 ve %34) tespit edilmiştir. Elyaf ile güçlendirilmiş kompozitler için bu azalma beklenen bir sonuçtur. S-BF içeren kompozit, D-BF içerene oranla az bir seviyede yüksek uzama değerine sahiptir. PLA ve kompozitlerin kopma yüzeyleri (Şekil 4) incelendiğinde, deformasyon sırasında numunelerin kopmaya direnç gösterdiği güçlü kısımları ve kopmanın başladığı zayıf kısımları gözlenmektedir. PLA/D-BF kompoziti yüzeyinde zayıf lif-polimer yapışması, kopma deformasyonun yayılımına sebebiyet verdiği anlaşılmaktadır (Ceritbinmez ve ark., 2021).



Şekil 5. PLA ve kompozitlerin çekme-uzama eğrileri

Yapılan Shore sertlik ölçümleri incelendiğinde, BF eklemeleri ile PLA ile kıyasla yüksek sertlik değerlerine ulaşıldığı görülmektedir. S-BF içeren kompozitin sertlik değeri D-BF içerene göre 0.7 birim fazla bulunmuştur. Elyaf yüzeyi ile polimer fazı arasındaki yüzeysel tutunma, kompozitin Shore sertlik parametresinde artışa sebebiyet vermiştir. Lif parçacıklarının kompozit yapısı içinde homojen dağılması ve fazlar arasındaki yüzeysel yapışmadaki iyileşmenin kompozitin Shore sertliğinde artışa sebebiyet vermesi, elyaf takviyeli polimerik kompozitlerin sertlik davranışını inceleyen benzer çalışmalarda da gözlenmiştir (Dike, 2020; Raghunath Reddy ve ark., 2010; Siddika ve ark., 2014; Tayfun ve ark., 2017).

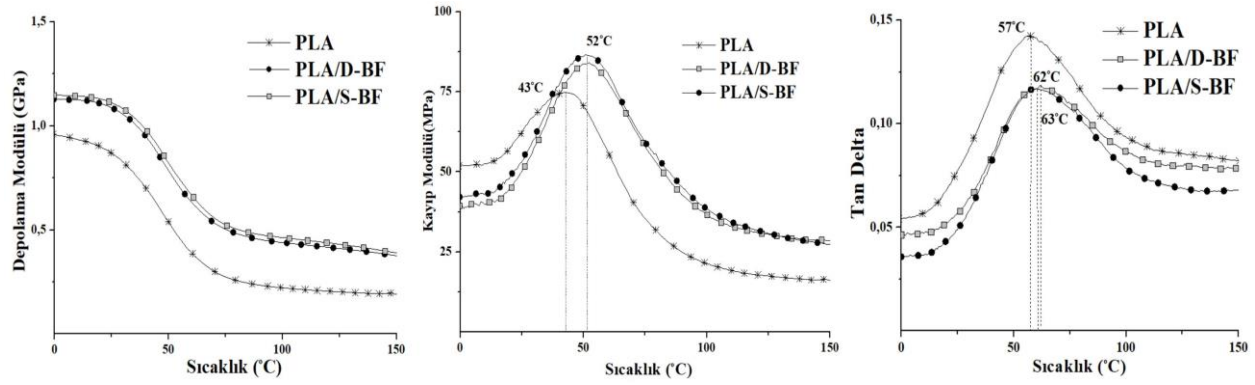


Şekil 6. PLA ve kompozitlerin darbe dayanım değerleri

PLA ve kompozitlerin darbe dayanım davranışları incelendiğinde, PLA matrisine D-BF eklenmesi kompozitin darbe dayanımını yaklaşık %20 yükseltmişken, S-BF eklenmesi ile PLA'nın darbe dayanımında yaklaşık %50 artışa ulaşılmıştır (Şekil 6). BF-PLA arayüzündeki silan kaplamanın fazlar arasındaki yüzeysel uyumu artırmasından dolayı S-BF takviyeli PLA kompozitinin darbe deformasyonuna karşı daha fazla direnç sergilediği görülmüştür. Elyaf yüzeyindeki kaplamanın güçlendirici etkisinin, polimer matris ile elyaf arasında etkin yapışma sayesinde polimer fazındaki mekanik deformasyonu eklentiye aktararak sönmülmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir (Ahmed ve ark., 2020; Deak ve ark., 2010; Kaymakçı ve Uyanık, 2020; Liu ve ark., 2019; Zelenetskii ve ark., 1997).

3.4 Kompozitlerin Isıl-mekanik Performansları

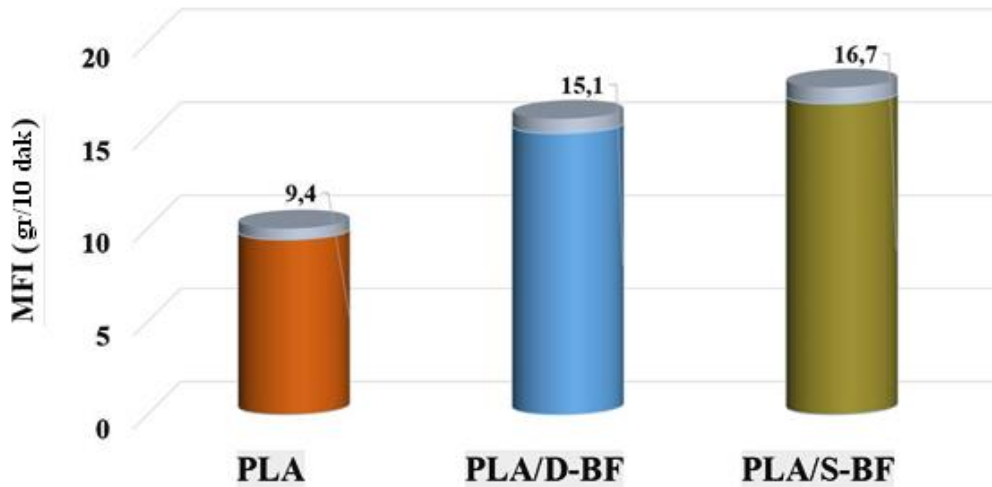
PLA ve kompozitlerin DMA grafiklerini içeren Şekil 7 incelendiğinde, PLA'nın depolama modülü BF yüklemeleriyle artış sergilediği anlaşılmaktadır. D-BF ve S-BF takviyeli kompozitler, birbirine yakın değerlerde depolama modülü grafikleri vermiştir. BF yüzeyindeki kaplamanın kompozitlerin kayıp modülü eğrilerinde belirgin şekilde görülmektedir. Gerek kayıp modül pik değeri gerekse pik sıcaklığı kompozitlerde PLA'ya kıyasla yüksek değerlerde saptanmıştır. Tan delta eğrilerine bakıldığında, kompozitlerin kayıp faktörlerinin, eklentisiz PLA'dan düşük seviyelerde olduğu bulunmuştur. PLA'nın camsı geçiş sıcaklığı (T_g), kompozit yapısındaki BF fazının PLA zincirlerinin hareketliliğini kısıtladığından D-BF yüklemesinden sonra 5 °C, S-BF eklendikten sonra ise 6 °C artırmıştır. Eklentisiz PLA'nın DMA parametrelerinde ve T_g değerindeki artışın BF demetlerinin polimer zincirlerinin serbest hareketliliğini kısıtlamasından kaynaklandığı düşünülmektedir (Jandas ve ark., 2011; Takayama ve ark., 2014).



Şekil 7. PLA ve kompozitlerin DMA grafikleri

3.5 Kompozitlerin Eriyik-akış Davranışları

BF yüksek boy/çap (L/D) yapısından dolayı eriyik haldeki polimerin akışını arttırmaktadır. Yüzeyi silan kaplı BF, PLA ile iyi yüzey etkileşimine girdiği için polimerik matris içerisinde daha homojen dağılmış, bu da eriyik viskozitesini düşürerek kompozitlerin MFI değerini yükseltmiştir (Şekil 8). BF lif demetleri enjeksiyon işlemi sırasında akış doğrultusunda yönlendiğinden dolayı her bir elyaf eriyik haldeki polimere tutunarak akış yönünde kompozitin akış hızını arttırmış ve eklentisiz polimere kıyasla yüksek MFI değerlerinin gözlenmesine neden olmuştur (Bledzki ve Faruk, 2005; Eselini ve ark., 2020; Geethamma ve ark., 1996; Hristov ve Vlachopoulos, 2007; Xu ve ark., 2021; Zhou ve ark., 2019). S-BF ile PLA arasında PLA/D-BF sistemine kıyasla daha güçlü tutunma gerçekleştiği için silan kaplı BF, PLA fazına güçlü şekilde tutunarak akış hızını daha da arttırmıştır.



Şekil 8. PLA ve kompozitlerin MFI değerleri

4. SONUÇ

PLA matrisine yüzeyi silan kaplı ve yüzey katmanı kaldırılmış BF eklenmesi kıyaslandığında aşağıdaki çıkarımlar elde edilmiştir;

- BF yüzeyindeki silan katmanı, PLA ile lif etkileşimini artırarak kompozitlerin mekanik, ısıl-mekanik, akış ve morfolojik özelliklerinde belirgin iyileşmelere neden olmuştur.
- BF eklenmesi, PLA'nın mekanik dayanımını arttırmıştır. S-BF ile hazırlanan kompozitte PLA'nın çekme dayanımına oranla %19 civarında daha yüksek çekme dayanımı değeri saptanmıştır. S-BF içeren kompozitin darbe dayanımı, PLA'nın darbe direncine oranla %42 civarında yüksek bulunmuştur.

- D-BF ve S-BF yüklemeleri PLA'nın eriyik akışında yönlendirmesinden dolayı MFI değerlerinde, sırasıyla %61 ve %78 civarında artışa sebebiyet vermiştir.
- DMA sonuçları incelendiğinde; hazırlanan kompozitlerin T_g değerleri PLA'nınki ile kıyaslandığında 5 ve 6 °C yükseldiği bulunmuştur.
- Kompozitlerin SEM mikro-grafikleri incelendiğinde; MFI ve diğer test sonuçları ile paralel olarak silan modifikasyonu ile, bazalt liflerinin PLA içerisinde daha homojen dağılım sağladığı tespit edilmiştir.
- Bu gözlemler ışığında, BF fazının polimer zincirlerinin moleküler hareketlerini sınırlandırdığı anlaşılmaktadır.

5. ÇIKAR ÇATIŞMASI

Yazarlar, bilinen herhangi bir çıkar çatışması veya herhangi bir kurum/kuruluş ya da kişi ile ortak çıkar bulunmadığını onaylamaktadırlar.

6. YAZAR KATKISI

Çağrıalp Arslan çalışmanın kavramsal ve tasarım süreçlerinin belirlenmesi, Mehmet Doğan veri toplama ve veri analizi, Ümit Tayfun veri analizi ve yorumlama.

7. KAYNAKLAR

- Ahmad F., Choi H.S., Park M.K., A review: Natural fiber composites selection in view of mechanical, light weight, and economic properties. *Macromolecular Materials and Engineering*, 300(1), 10-24, 2015.
- Ahmed S.A., Tirkes S., Tayfun U., Reinforcing effect of polyurethane sizing on properties of acrylonitrile–butadiene–styrene composites involving short carbon fiber. *SN Applied Sciences*, 2(12), 1-9, 2020.
- Akampunguza O., Wambua P.M., Ahmed A., Li W., Qin X.H., Review of the applications of biocomposites in the automotive industry. *Polymer Composites*, 38(11), 2553-2569, 2017.
- Arslan C., Dogan M., Effect of fiber amount on mechanical and thermal properties of (3-aminopropyl) triethoxysilane treated basalt fiber reinforced ABS composites. *Materials Research Express*, 6(11), 115340, 2019.
- Arslan C., Dogan M., The effects of silane coupling agents on the mechanical properties of basalt fiber reinforced poly (butylene terephthalate) composites. *Composites Part B: Engineering*, 146, 145-154, 2018.
- Auras R., Harte B., Selke S., An overview of polylactides as packaging materials. *Macromolecular Bioscience*, 4(9), 835-864, 2004.
- Aykanat O., Ermeşdan M.A., Production of basalt/wood fiber reinforced polylactic acid hybrid biocomposites and investigation of performance features including insulation properties. *Polymer Composites*, 43(6), 3519-3530, 2022.
- Bajpai P.K., Singh I., Madaan J., Development and characterization of PLA-based green composites: A review. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 27(1), 52-81, 2014.
- Bledzki A.K., Faruk O., Effects of the chemical foaming agents, injection parameters, and melt-flow index on the microstructure and mechanical properties of microcellular injection-molded wood-fiber/polypropylene composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 97(3), 1090-1096, 2005.

- Ceritbinmez F., Yapici A., Kanca E., The effect of nanoparticle additive on surface milling in glass fiber reinforced composite structures. *Polymers and Polymer Composites*, 29(9S), S575-S585, 2021.
- Chauhan V., Kärki T., Varis J., Review of natural fiber-reinforced engineering plastic composites, their applications in the transportation sector and processing techniques. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 35(8), 1169-1209, 2022.
- Chemtob A., Courtecuisse F., Croutxe-Barghorn C., Rigolet S., Simultaneous sol-gel and anionic photopolymerization of 3-(glycidyloxypropyl)trimethoxysilane via photobase catalysis. *New Journal of Chemistry*, 35, 1803–1808, 2011.
- Chen X., Li Y., Gu N., A novel basalt fiber reinforced polylactic acid composite for hard tissue repair, *Biomedical Materials*, 5, 1-8, 2010.
- Deák T., Czigány T., Tamás P., Németh C., Enhancement of interfacial properties of basalt fiber reinforced nylon 6 matrix composites with silane coupling agents. *Express Polymer Letters*, 4(10), 2010.
- Dhand V., Mittal G., Rhee K.Y., Park S.J., Hui D., A short review on basalt fiber reinforced polymer composites. *Composites Part B: Engineering*, 73, 166-180, 2015.
- Dike A.S., Improvement of mechanical and physical properties of carbon fiber-reinforced polyamide composites by applying different surface coatings for short carbon fiber. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 33(4), 541-553, 2020.
- Dike A.S., Preparation and characterization of calcite loaded poly (lactic acid) composite materials. *Erzincan University Journal of Science and Technology*, 13(1), 162-170, 2020.
- Eselini N., Tirkes S., Akar A.O., Tayfun U., Production and characterization of poly (lactic acid)-based biocomposites filled with basalt fiber and flax fiber hybrid. *Journal of Elastomers and Plastics*, 52(8), 701-716, 2020.
- Fiore V., Scalici T., Di Bella G., Valenza A., A review on basalt fibre and its composites. *Composites Part B: Engineering*, 74, 74-94, 2015.
- Geethamma V.G., Ramamurthy K., Janardhan R., Thomas S., Melt flow behavior of short coir fiber reinforced natural rubber composites. *International Journal of Polymeric Materials*, 32(1-4), 147-161, 1996.
- Gur'ev V.V., Neproshin E.I., Mostovoi G.E., The effect of basalt fiber production technology on mechanical properties of fiber. *Glass Ceramics*, 58, 62–65, 2001.
- Hasan K.F., Horváth P.G., Alpár T., Potential natural fiber polymeric nanobiocomposites: A review. *Polymers*, 12(5), 1072, 2020.
- Hristov V., Vlachopoulos J., Influence of coupling agents on melt flow behavior of natural fiber composites. *Macromolecular Materials and Engineering*, 292(5), 608-619, 2007.
- Ilyas R.A., Zuhri M.Y.M., Aisyah H.A., Asyraf M.R.M., Hassan S.A., Zainudin E.S., Sapuan S.M., Sharma S., Bangar S.P., Jumaidin R., Nawab Y., Sari N.H., Natural fiber-reinforced polylactic acid, polylactic acid blends and their composites for advanced applications. *Polymers*, 14(1), 202, 2022.
- Jamshaid H., Mishra R., A green material from rock: basalt fiber—a review. *The Journal of The Textile Institute*, 107(7), 923-937, 2016.
- Jandas P.J., Mohanty S., Nayak S.K., Srivastava H., Effect of surface treatments of banana fiber on mechanical, thermal, and biodegradability properties of PLA/banana fiber biocomposites. *Polymer Composites*, 32(11), 1689-1700, 2011.

- Kaymakçı O., Uyanık N., High performance silane coupled basalt fiber–polypropylene composites prepared by melt compounding. *AIP Conference Proceedings*, 2205, 020018, 2020.
- Khandelwal S., Rhee K.Y., Recent advances in basalt-fiber-reinforced composites: Tailoring the fiber-matrix interface. *Composites Part B: Engineering*, 192, 108011, 2020.
- Kurniawan D., Kim B.S., Lee H.Y., Lim J.Y., Effect of silane treatment on mechanical properties of basalt fiber/poly(lactic acid) ecofriendly composites. *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 52(1), 97-100, 2013.
- Kurniawan D., Kim B.S., Lee H.Y., Lim J.Y., Towards improving mechanical properties of basalt fiber/poly(lactic acid) composites by fiber surface treatments. *Composite Interfaces*, 22, 553-562, 2015.
- Lilli M., Jurko M., Sirjovova V., Zvonek M., Cech V., Scheffler C., Rogero C., Ilyn M, Tirillò J, Sarasini F., Basalt fibre surface modification via plasma polymerization of tetravinylsilane/oxygen mixtures for improved interfacial adhesion with unsaturated polyester matrix. *Materials Chemistry and Physics*, 274, 125106, 2021.
- Liu S., Dong C., Yuan C., Bai X., Study of the synergistic effects of fiber orientation, fiber phase and resin phase in a fiber-reinforced composite material on its tribological properties. *Wear*, 426, 1047-1055, 2019.
- Liu T., Yu F., Yu X., Zhao X., Lu A., Wang J., Basalt fiber reinforced and elastomer toughened polylactide composites: Mechanical properties, rheology, crystallization and morphology. *Journal of Applied Polymer Science*, 125(2): 1292-1301, 2012.
- Murariu M., Dubois P., PLA composites: From production to properties. *Advanced Drug Delivery Reviews*, 107, 17–46, 2016.
- Musa L., Kumar N.K., Abd Rahim S.Z., Rasidi M.S.M., Rennie A.E.W., Rahman R., Kanani Y.Y., Azmi A.A., A review on the potential of poly(lactic acid) based thermoplastic elastomer as filament material for fused deposition modelling. *Journal of Materials Research and Technology*, 20, 2841-2858, 2022.
- Nagarajan V., Mohanty A.K., Misra M., Perspective on poly(lactic acid) (PLA) based sustainable materials for durable applications: Focus on toughness and heat resistance, *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 4, 2899–2916, 2016.
- Nasir M.H.M., Taha M.M., Razali N., Ilyas R.A., Knight V.F., Norrrahim M.N.F., Effect of chemical treatment of sugar palm fibre on rheological and thermal properties of the PLA composites filament for FDM 3D printing. *Materials*, 15(22), 8082, 2022.
- Paunikallio T., Suvanto M., Pakkanen T.T., Grafting of 3-(trimethoxysilyl)propyl methacrylate onto polypropylene and use as a coupling agent in viscose fiber/polypropylene composites. *Reactive and Functional Polymers*, 68, 797–808, 2008.
- Raghunath Reddy G.V., Deopura B.L., Joshi M., Studies on dry-jet-wet spun polyurethane fibers. II. Effect of polyurethane shore hardness on spinnability and fiber properties. *Journal of Applied Polymer Science*, 116(2), 843-851, 2010.
- Rasal R.M., Janorkar A.V., Hirt D.E., Poly (lactic acid) modifications. *Progress in Polymer Science*, 35(3), 338-356, 2010.
- Ross A., Basalt fibers: Alternative to glass. *Composites Technology*, 12(4), 2006.
- Sang L., Han S., Li Z., Yang X., Hou W., Development of short basalt fiber reinforced polylactide composites and their feasible evaluation for 3D printing applications. *Composites Part B: Engineering*, 164, 629-639, 2019.

- Sbardella F., Martinelli A., Di Lisio V., Bavasso I., Russo P., Tirillò J., Sarasini F., Surface modification of basalt fibres with ZnO nanorods and its effect on thermal and mechanical properties of PLA-based composites. *Biomolecules*, 11(2), 200, 2021.
- Siakeng R., Jawaid M., Ariffin H., Sapuan S.M., Asim M., Saba, N., Natural fiber reinforced polylactic acid composites: A review. *Polymer Composites*, 40(2), 446-463, 2019.
- Siddika S., Mansura F., Hasan M., Hassan A., Effect of reinforcement and chemical treatment of fiber on the properties of jute-coir fiber reinforced hybrid polypropylene composites. *Fibers and Polymers*, 15(5), 1023-1028, 2014.
- Singha K., A short review on basalt fiber. *International Journal of Textile Science*, 1: 19–28, 2012.
- Tábi T., Bakonyi P., Hajba S., Herrera-Franco P.J., Czigány T., Kovács J.G., Creep behaviour of injection-moulded basalt fibre reinforced poly (lactic acid) composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 35(21), 1600-1610, 2016.
- Tábi T., Égerházi A.Z., Tamás P., Czigány T., Kovács J.G. Investigation of injection moulded poly (lactic acid) reinforced with long basalt fibres. *Composites: Part A*, 64, 99–106, 2014.
- Takayama T., Daigaku Y., Ito H., Takamori H., Mechanical properties of bio-absorbable PLA/PGA fiber-reinforced composites. *Journal of Mechanical Science and Technology*, 28(10), 4151-4154, 2014.
- Tayfun Ü., Doğan M., Application of surface modification routes to coconut fiber for its thermoplastic-based biocomposite materials. *Sustainable Natural Fiber Composites*, 122, 110-127, 2022.
- Tayfun Ü., Doğan M., 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.
- Torun A.R., Dike A.S., Yıldız E.C., Sağlam I., Choupani N., Fracture characterization and modeling of Gyroid filled 3D printed PLA structures. *Materials Testing*, 63(5), 397-401, 2021.
- Xu J., Hao X., Tang W., Zhou H., Chen L., Guo C., Wang Q., Ou R., Mechanical properties, morphology, and creep resistance of ultra-highly filled bamboo fiber/polypropylene composites: Effects of filler content and melt flow index of polypropylene. *Construction and Building Materials*, 310, 125289, 2021.
- Zelenetskii A.N., Gorbatkina Y.A., Kuperman A.M., Zelenskii E.S., Pirogov O.N., Fiber-matrix interaction in composites based on polypropylene and glass and basalt fibers. *Polymer Science Series A*, 39(10), 1116-1121, 1997.
- Zhou H., Liu H., Jiang Q., Kuang T., Chen Z., Li W., Effect of process parameters on short fiber orientation along the melt flow direction in water-assisted injection molded part. *Advances in Materials Science and Engineering*, 7201215, 2019.