



TEKSTİL VE MÜHENDİS
(Journal of Textiles and Engineer)



<http://www.tekstilvemuhendis.org.tr>

Hindistan Cevizi Liflerinin Yüzey Özelliklerine, Termal Bozunma Davranışlarına ve Yapısal Karakterizasyonuna Oksidatif Modifikasyonun Etkisi

The Effects of Oxidative Modification on the Surface Properties, Thermal Degradation Behavior and Structural Characterization of Coir Fibers

Yasemin SEKİ
Dokuz Eylül Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Buca, İzmir, Türkiye

Online Erişime Açıldığı Tarih (Available online): 1 Ekim 2018 (1 October 2018)

Bu makaleye atıf yapmak için (To cite this article):

Yasemin SEKİ (2018): Hindistan Cevizi Liflerinin Yüzey Özelliklerine, Termal Bozunma Davranışlarına ve Yapısal Karakterizasyonuna Oksidatif Modifikasyonun Etkisi, Tekstil ve Mühendis, 25: 111, 189-195.

For online version of the article: <https://doi.org/10.7216/1300759920182511102>

Sorumlu Yazara ait Orcid Numarası (Corresponding Author's Orcid Number) :

<https://orcid.org/0000-0002-9267-922X>

Araştırma Makalesi / Research Article

HİNDİSTAN CEVİZİ LİFLERİNİN YÜZEY ÖZELLİKLERİNE, TERMAL BOZUNMA DAVRANIŞLARINA VE YAPISAL KARAKTERİZASYONUNA OKSİDATİF MODİFİKASYONUN ETKİSİ

Yasemin SEKİ

Dokuz Eylül Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Buca, İzmir, Türkiye

Gönderilme Tarihi / Received: 05.07.2018

Kabul Tarihi / Accepted: 10.09.2018

ÖZET: Bu çalışma kapsamında, Hindistan cevizi liflerinin kimyasal, yapısal, termal ve morfolojik özelliklerine, bu lifler için yeni bir modifikasyon maddesi olan sodyum perborat tetrahidratın etkisi incelenmiştir. Lifler sodyum perborat tetrahidratın farklı konsantrasyonlardaki sulu çözeltileri ile modifiye edilmiştir. Modifikasyon işlemlerinin liflerin yüzey kimyasına, fonksiyonel gruplarına, termal bozunma davranışlarına, kristalin yapısına ve yüzey özelliklerine etkisi sırası ile x-ışını fotoelektron spektroskopisi, fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi, termogravimetrik analiz, x-ışını difraksiyonu ve taramalı elektron mikroskobu ile incelenmiştir. Yapılan işlemlerin lifin yüzey karbon/oksijeni artırarak yüzey hidrofiliğini azalttığı, aynı zamanda lifte bulunan lignin ve hemiselülozun varlığını gösteren absorpsiyon piklerinin şiddetinde azalmaya neden olduğu ve lif yüzeyinde temizlik meydana getirdiği tespit edilmiştir. Hindistan cevizi liflerinin kristalin yapısı yapılan modifikasyon işlemlerinden önemli derecede etkilenmezken, modifikasyon sonucu ligninin miktarında meydana gelen değişimle birlikte maksimum bozunma sıcaklıkları azalmıştır. Modifikasyon sonrası kül miktarında meydana gelen artışla birlikte liflerin güç tutuşluluk özelliğinde iyileşme meydana gelebileceği belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Hindistan cevizi lifleri, selüloz, kompozit, sodyum perborat tetrahidrat

THE EFFECTS OF OXIDATIVE MODIFICATION ON THE SURFACE PROPERTIES, THERMAL DEGRADATION BEHAVIOR AND STRUCTURAL CHARACTERIZATION OF COIR FIBERS

ABSTRACT: In this study, the effect of sodium perborate tetra hydrate that is a new alternative modification agent for coir fibers was investigated on chemical, structural, thermal and morphological properties of the fibers. The coir fibers were modified at different concentrations of sodium perborate tetra hydrate aqueous solutions. The effects of the modifications on surface chemistry, functional groups, thermal degradation behavior, crystalline structure and surface properties were investigated by fourier transform infrared spectroscopy, thermogravimetric analyses, x-ray diffraction and scanning electron microscopy, respectively. According to the results, the modification processes decreased fiber surface hydrophilicity by increasing carbon/oxygen ratio and also decreased the intensities of the absorption peaks indicating hemicellulose and lignin. Cleaner fiber surface was achieved after the modifications. However, crystalline structure of the fiber was not affected significantly. The maximum degradation temperatures decreased with changes in lignin content of the fibers. The char yield values of the fibers increased after the modification which can possibly indicate enhancement in flame retardancy.

Keywords: Coir fibers, cellulose, composite, sodium perborate tetra hydrate

* **Sorumlu Yazar/Corresponding Author:** yasemin.seki@deu.edu.tr <https://orcid.org/0000-0002-9267-922X>

DOI: 10.7216/1300759920182511102, www.tekstilvemuhendis.org.tr

1. GİRİŞ

Sağladıkları avantajlar ve uygulama alanlarındaki çeşitlilik dolayısı ile bugün mühendislik uygulamalarında önemli bir yer tutan kompozit malzemeler; polimer maddelerin görünüm, bağlanma ve fiziksel özellikleri ile liflerin, yüksek mekanik ve fiziksel performanslarını birleştiren hibrit materyallerdir [1]. Günümüzde çeşitli özellikleri nedeni ile doğal malzemelerin polimer takviyesi olarak kullanıldığı çalışmalar yeni ürün alternatifleri olarak dikkat çekmekte ve başta otomotiv sanayi olmak üzere, inşaat, mimarlık ve denizcilik uygulamalarında da kullanım alanı bulmaktadır. Doğal liflerin kompozitlerin üretiminde sentetik liflere göre, düşük yoğunluk, hafiflik, biyolojik olarak parçalanabilirlik ve geri dönüştürülebilirlik, bitkisel kökenli doğal kaynakların yenilenebilir olması, yüksek özgül mukavemet ve düşük maliyet gibi avantajları bulunmaktadır. Bu amaçla keten, kenevir, jüt, sisal, kapok gibi yaygın olarak kullanılan liflerin yanısıra yeni keşfedilen ve özellikleri karakterize edilen selüloz esaslı lifler de kompozitlerde destek malzemesi olarak kullanılmaktadır [2-4].

Bugün Dünya’da özellikle kompozit malzeme üretiminde yaygın olarak kullanılan ve yıllık üretimi yaklaşık 5 milyon tondan fazla olan Hindistan cevizi lifleri *Cocos Nucifera* ağaçlarının meyvesinden elde edilmektedir [5]. Lignoselülozik olan Hindistan cevizi lifleri diğer selülozik liflerdeki gibi selüloz, hemiselüloz, lignin, pektin, inorganik ve yağlı mumlu maddeler içermektedir. Sürdürülebilir, çevre dostu, biyobozunur ve geri dönüştürülebilir olması gibi özelliklerinin yanısıra yüksek mukavemeti, rijit yapısı ve nem dayanımı gibi fonksiyonel özellikleri nedeni ile pek çok farklı ticari alanda kullanılabilir.

Kompozit malzeme üretiminde kullanımı dikkate alındığında, Hindistan cevizi lifleri termoplastik ve termoset karakterdeki birçok farklı polimerde destek materyali olarak işlev görmüştür [6-9]. Yapısında bulunan yüksek miktarlardaki hidroksil grupları ve yüzeyinde bulunan selülozik olmayan bileşenlerin varlığı nedeni ile kompozit üretiminde polimer ile bağlanmasını geliştirmek amacı ile Hindistan cevizi lifleri farklı fiziksel ve kimyasal yöntemler ile modifiye edilmiştir [7, 10-13]. Kimyasal modifikasyon işlemlerinin bir kısmı yüzey temizliğini esas alıp yüzey pürüzlülüğünü arttırmayı hedef alırken, bazı kimyasal yöntemler ise lifin hidroksil grupları ile etkileşime girerek yüzey hidrofiliğini azaltmayı amaçlamaktadır. Lif pürüzlülüğü artırılarak lif/polimer arasındaki mekanik tutunma sağlanırken, lif yüzey hidrofiliği azaltılarak da lif ve polimer arasındaki etkileşimde iyileşme sağlanabilmektedir. Bu amaçla yapılan alkali işlem, silan bağlayıcı ile modifikasyon, aşı polimerizasyonu, monomer çözeltileri ile muamele gibi yöntemlerin yanında oksidatif metotlar da bu kapsamda kullanılmaktadır. Konu ile ilgili yapılan çalışmalara bakıldığında, selüloz liflerin polimer esaslı kompozit malzemelerde kullanımını geliştirmek amacı ile hidrojen peroksit, potasyum permanganat ve potasyum dikromatın yaygın olarak kullanıldığı belirlenmiştir [14-18]. Oksidatif karakterdeki maddelerden bir diğeri de sodyum perborat tetrahidratıdır. Ağartma maddesi ve aktif oksijen kaynağı olarak

kullanılan sodyum perborat tetrahidrat sulu çözeltide hidrolize uğrayarak hidrojen peroksit ve borat bileşiğine parçalanmaktadır. Açığa çıkan hidrojen peroksit ağartma ve dezenfektan etkisi sağlamaktadır. İlgili literatür incelendiğinde, sodyum perborat tetrahidratın selülozik liflerin modifikasyonunda kullanıldığı sınırlı sayıda çalışma olduğu görülmektedir [16-19]. Hindistan cevizi liflerinin modifikasyonunda bu maddenin kullanımına dair herhangi bir çalışmaya rastlanmamıştır. Bu doğrultuda bu çalışma kapsamında, Hindistan cevizi liflerinin polimer esaslı kompozit malzemelerde kullanımını geliştirmek amacı ile sodyum perborat tetrahidratın modifikasyonunun liflerin yapısal, termal ve morfolojik özelliklerine etkisi araştırılmıştır. Modifikasyon işlemlerinin liflerin yüzey kimyasına, fonksiyonel gruplarına, termal bozunma davranışlarına, kristalin yapısına ve yüzey özelliklerine etkisi sırası ile x-ışını fotoelektron spektroskopisi, fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi, termogravimetrik analiz, x-ışını difraksiyonu ve taramalı elektron mikroskobu ile incelenmiştir.

2. MATERYAL VE METOT

Hindistan cevizi liflerinin modifikasyon çalışmaları için kullanılan sodyum perborat tetrahidrat Merck A.Ş. tarafından tedarik edilmiştir. Modifikasyon işlemleri öncesi liflerin yüzeyinde bulunabilecek toz ve kir gibi safsızlıkları uzaklaştırmak için, Hindistan cevizi lifleri saf su ile yaklaşık 1,5 saat kadar muamele edilmiş ve sonrasında 90°C sıcaklıktaki etüvde kurumaya bırakılmıştır. Ön temizleme sonrası lifler sodyum perborat tetrahidratın %2 (C2), 5 (C5) ve 10 (C10)’luk (ağırlık/hacim) sulu çözeltilerinde 75°C sıcaklıkta 30 dakika süre ile kurumaya bırakılmıştır. Kimyasal işlem sonrası, lifler saf su ile tekrarlı bir şekilde yıkanmış ve 105°C sıcaklıktaki etüvde kurutulmuştur [18,19].

Modifikasyon işleminin liflerin yüzey kimyasında meydana getirdiği değişim X-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS) analizi (Thermo Scientific Ka X-ışını Fotoelektron spektroskopisi) ile incelenmiştir.

Modifikasyon işlemlerinin liflerin fonksiyonel gruplarına etkisini incelemek amacı ile kızılötesi spektral ölçümleri, Perkin Elmer Spectrum BX fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisinde (FTIR) 600-4000 cm⁻¹ dalga aralığında 2 cm⁻¹ çözünürlükte yapılmıştır.

Ham ve modifiye liflerin iç yapısı 40 kV ve 36 mA’ da çalışabilen, CuKα ışın kaynağına sahip Rigaku ULTIMA 3 – Rint 2200/PC X-ışınları kırınım (XRD) cihazında incelenmiştir. Her bir lif numunesi için 3°-90° (2θ) açıları arasında 4°/dakika hızında tarama yapılmıştır. Liflerin kristalinite indeks değerleri aşağıda gösterilen Segal ampirik metoduna göre hesaplanmıştır [20, 21]:

$$CI = \frac{(I_{002} - I_{am})}{I_{002}} \times 100 \quad (1)$$

I_{002} , $2\theta=22-23^\circ$ açıları arasında yer alan, lifteki amorf ve kristalin materyalleri gösteren difraksiyon pikinin maksimum yoğunluğunu ifade etmektedir. I_{am} ise $2\theta=18-19^\circ$ açıları arasında yer alan, lif içerisindeki sadece amorf materyalleri gösteren difraksiyonunun minimum yoğunluğunu ifade etmektedir [21,22].

Liflerin termal bozunma davranışları Shimadzu DTG-60H termogravimetrik analiz (TGA) cihazında incelenmiştir. TGA analizleri azot ortamında yapılmış olup, tarama $25-600^\circ\text{C}$ sıcaklıkları arasında $10^\circ\text{C}/\text{dakika}$ ısıtma hızında gerçekleştirilmiştir.

Modifikasyon işlemlerinin Hindistan cevizi liflerinin yüzey morfolojisine etkisi JEOL JSM 60-60 taramalı elektron mikroskopunda (SEM) incelenmiştir.

3. BULGULAR

Ham ve sodyum perborat tetrahidratın %2, 5 ve 10 konsantrasyonlarında modifiye edilen Hindistan cevizi liflerinin FTIR spektrumları Şekil 1'de görülmektedir. FTIR spektrumunda bulunan absorpsiyon pikleri selülozik liflerinin selüloz, hemiselüloz, lignin ve pektin gibi temel bileşenlerinin fonksiyonel gruplarını göstermektedir [23]. Ham ve modifiye Hindistan cevizi liflerinin absorpsiyon pikleri ve ilgili fonksiyonel gruplar Tablo 1'de verilmiştir. Liflerin FTIR spektrumuna göre, yüzeyde bulunan safsızlıkların, karbonil (1730 cm^{-1}) ve C-O bağı (1230 cm^{-1}) içeren bileşenlerin giderilmesi sonucu bu grupların varlığını gösteren pikler yapılan modifikasyon işlemleri sonrası kaybolmuştur. Buna göre modifikasyon işlemi lif hüzmesi içerisinde fibriller arası bağlayıcı madde özelliğinde olan hemiselüloz, lignin ve pektini kısmen uzaklaştırarak fibrillerin birbirinden ayrılmasını sağlamakta ve böylece kompozit üretim aşamasında lifin polimer ile etkileşimini artırarak nihai

kompozit malzemenin mekanik özelliklerini geliştirebilecektir [24]. 3350 cm^{-1} absorpsiyon bandında liflerin hidroksil gruplarını ve hidrojen bağı titreşimlerini gösteren piklerin şiddeti ise artış göstermiştir. Ayrıca spektrumun 1030 cm^{-1} bandında bulunan pikin şiddeti yapılan işlemlerden sonra değişime uğramıştır. Lifte bulunan aldehit/asit/karboksilat yan grupları içeren ksilan miktarının değişiminden kaynaklandığı söylenilebilmektedir [23].

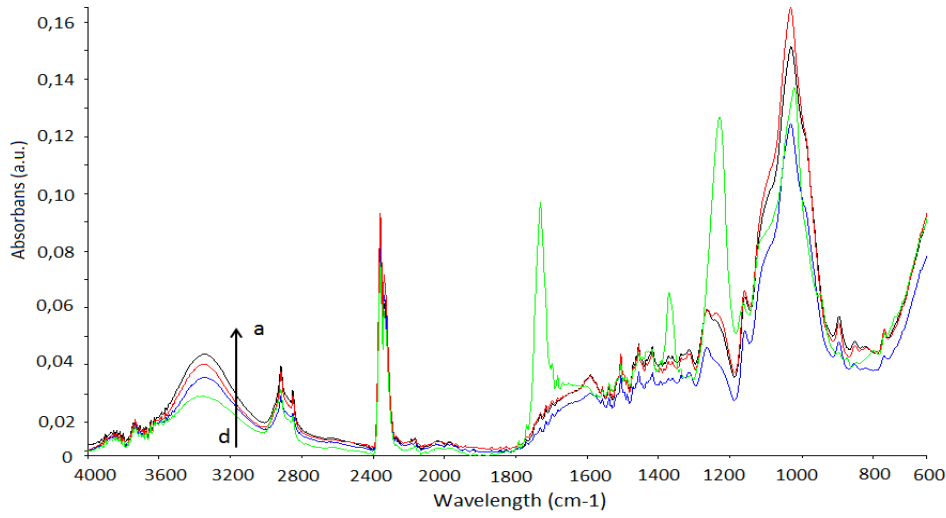
Selülozik liflerde, lifin FTIR spektrumunda 1428 cm^{-1} ve 897 cm^{-1} bantlarında verdiği piklerin absorpsiyon şiddetleri selülozun kristal yapısına bağlıdır. Bu iki banttaki absorpsiyon şiddetlerin birbirine oranı kristalin bölge yerleşim düzeni indeksi (LOI) ile ilgili sayısal bir değer vermekte ve selülozik materyallerde bulunan selüloz-I yapısının oranı olarak kabul edilmektedir [25]. 1428 cm^{-1} ve 893 cm^{-1} absorpsiyon bantlarında bulunan pikler lifin sırası ile selülozdaki CH_2 simetrik eğilmesini ve monosakaritler arası β -glikozidik bağları göstermekte olup lifin kristalin ve amorf selüloz yapılarına aittir [26, 27]. Liflerin FTIR spektrumunda 1428 cm^{-1} ve 893 cm^{-1} bantlarındaki absorpsiyon şiddetlerinin birbirine oranı, lifin kristalin bölgelerin amorf bölgelere göre oranından ziyade, kristalin bölgelerin yerleşim düzeni ile ilgili "LOI" (lateral order index) olarak tanımlanan sayısal bir değer vermektedir [28]. Carrillo ve ark.'na [29] göre malzemenin LOI değeri kristalin derecesi ile ters orantılıdır. Tablo 2'de verilen ham ve modifiye liflerin kristalin indeks değerleri incelendiğinde, ham lifin LOI değerinin $1,02$ 'den %2, 5 ve 10 konsantrasyonda yapılan işlemler sonucu sırası ile $0,78$, $0,77$ ve $0,73$ 'e azaldığı belirlenmiştir. Liflerin XRD sonuçlarına göre ise modifikasyon işlemlerinin ham lifin kristalinite indeks değerini az da olsa arttırdığı tespit edilmiştir.

Tablo 1. Ham ve modifiye liflerin absorpsiyon pikleri [30-33]

Bağ	C	C2	C5	C10
Hidrojen bağları ve -OH gerilimi	3364	3356	3346	3344
C-H gerilimi	2919	2918	2918	2918
Karboksil asit ya da asetil gruplarındaki C=O gerilimleri	1734	-		-
Lignindeki aromatik halkalarda bulunan C=C titreşimleri	1508	1508	1508	1508
C-H eğilmesi	1373			
C-O-C asimetrik gerilimleri	1165	1162	1161	1161
Hemiselülozda bulunan asetil gruplarındaki C-O gerilimleri	1231	1230	-	-

Tablo 2. Ham ve modifiye liflerin LOI değerleri

	LOI
C	1,02
C2	0,78
C5	0,77
C10	0,73



Şekil 1. Hindistan cevizi liflerinin FTIR spektrumları; (a), (b), (c) ve (d) C5, C2, C10 ve C (sırası ile)

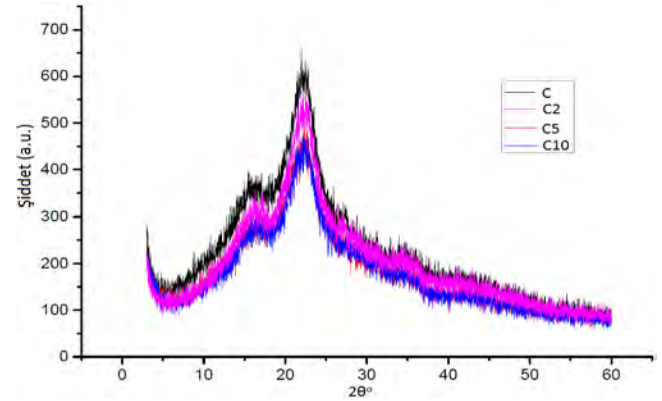
Modifikasyon işlemlerinin Hindistan cevizi liflerinin iç yapısına etkisini incelemek için XRD analizi yapılmıştır. Şekil 2’de ham ve modifiye Hindistan cevizi liflerinin XRD eğrileri görülmektedir. Ham ve modifiye liflerin XRD eğrilerinde görülen $2\theta=22-23^\circ$ (002) ve $2\theta=16-17^\circ$ (110) pikleri, selüloz-I yapısının tipik difraksiyonunu göstermektedir [21, 34]. Tablo 3’de verilen ham ve modifiye Hindistan cevizi liflerinin kristalinite indeks (CI) değerlerinin %49,60-53,25 arasında değiştiği görülmektedir. Hindistan cevizi liflerinin kristalinite indeks değerinin yapılan modifikasyon işlemlerinden önemli derecede etkilenmediği görülmektedir. Buna göre lifin kristalin yapısının modifikasyondan çok etkilenmediği, oksidatif işlemin sadece lif yüzeyinde etkili olduğu söylenebilir [35].

Tablo 3. Hindistan cevizi liflerinin CI değerleri

	CI (%)
C	49,60
C2	50,45
C5	50,10
C10	53,25

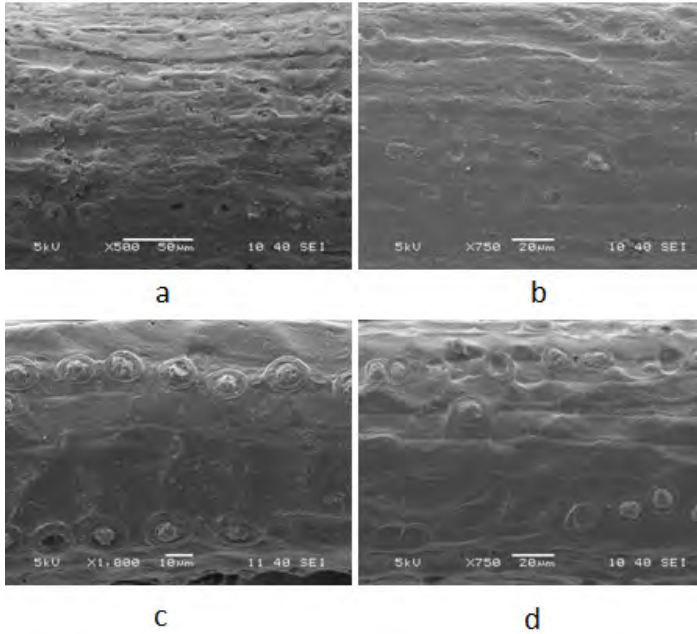
CI: Kristalinite indeks

Şekil 3’de ham ve modifiye Hindistan cevizi liflerinin SEM görüntüleri verilmektedir. Hindistan cevizi lifleri içerisinde çok sayıda fibril içeren hüzmeler halinde bulunmakta ve yüzeyinin de safsızlıklarla kaplı olduğu görülmektedir. Yaygın olarak kullanılan selülozik liflerden farklı olarak Hindistan cevizi liflerinin yüzeyinde çok sayıda yaklaşık 20 μm çapında küresel çukurlar bulunmaktadır [5, 36, 37]. Yapılan işlemler sonrası safsızlıkların ve fibriller arası bağlayıcı maddelerin kısmen uzaklaşarak yüzeyi pürüzlendirdiği ve konsantrasyon artışı ile birlikte lif yüzeyindeki temizlik etkisinin belirgin hale geldiği görülmektedir. Pürüzlü lif yüzeyi ve yüzey safsızlıklarının giderilmesi ile lif yüzeyinde polimer ile etkileşime girebilecek çok sayıda açık selüloz uçlarının oluşması lifin polimer matris ile tutunmasını arttırabilecektir [24].



Şekil 2. Hindistan cevizi liflerinin XRD eğrileri

Modifiye liflerin içyapı, yüzey topografisi ve fonksiyonel grupları incelendiğinde modifikasyon sonrası en fazla değişimin %10 konsantrasyonda yapılan işlem sonucu meydana geldiği belirlenmiştir. Bu nedenle liflerin yüzey kimyasında ve termal bozunma davranışlarındaki değişim %10 konsantrasyonda yapılan işlem sonrası incelenmiştir. Ham ve modifiye liflerin yüzey kimyası XPS analizi ile incelenmiştir. Ham ve modifiye Hindistan cevizi liflerinin XPS analizi verilerine göre lif yüzeyinde tespit edilen atomik konsantrasyonlar Tablo 4’de verilmektedir. Tablo 4’deki değerler incelendiğinde, modifikasyon işlemlerinin ham lifin karbon oranını %74,57’den %77,06’ya çıkartırken, oksijen oranını ise %20,29’dan %17,73’e azalttığı görülmektedir. Lif yüzeylerinde karbon ve oksijen atomlarının yanı sıra azot, sodyum ve silikon atomları da tespit edilmiştir. Ham lifin C/O oranı ise yapılan işlem sonrası %15,4 oranında artış göstermiştir. Lif yüzeyinin C/O oranının artması (ya da O/C oranının azalması) yüzey hidrofobluğunu olumlu yönde etkilediği için [17,18], yapılan modifikasyon işlemlerinin Hindistan cevizi lifinin yüzey hidrofobluğunu arttırdığı söylenilebilmektedir. Lif yüzeyinin hidrofiliğinin azalması kompozit malzemenin arayüzeyinde liflerin apolar karakterdeki polimerler ile olan uyumluluğunu geliştirmektedir [38].



Şekil 3. Ham (a: C) ve modifiye (b: C2, c: C5, d: C10) Hindistan cevizi liflerinin SEM görüntüleri

Şekil 4'de liflerinin C1s dekonvülyasyon eğrileri, Tablo 5'de C1(s) piklerinin dekonvülyasyon eğrileri altında kalan alanlardan yararlanılarak hesaplanan fonksiyonel grupların oranları verilmektedir. Ham lifin %41,07 olan C-C(C-H) bağlarının modifikasyon işlemleri sonucu %48,94'e yükseldiği tespit edilmiştir. C-OH(C-O-C) bağlarının oranında önemli bir değişiklik meydana gelmezken, C=O bağlarının oranında yaklaşık %55,7 oranında bir azalma meydana gelmiştir. Liflerin FTIR spektrumunda da karbonil gruplarını gösteren absorpsiyon

piklerinin şiddetlerinde azalma tespit edilmiştir. Liflerin hem FTIR hem XPS sonuçlarına göre yapılan modifikasyon işleminin hem lif yüzeyindeki selülozik olmayan bileşenleri ve safsızlıkları hem de fibriller arası bağlayıcı olarak bulunan hemiselüloz, lignin ve pektini kısmen giderdiği söylenilebilmektedir.

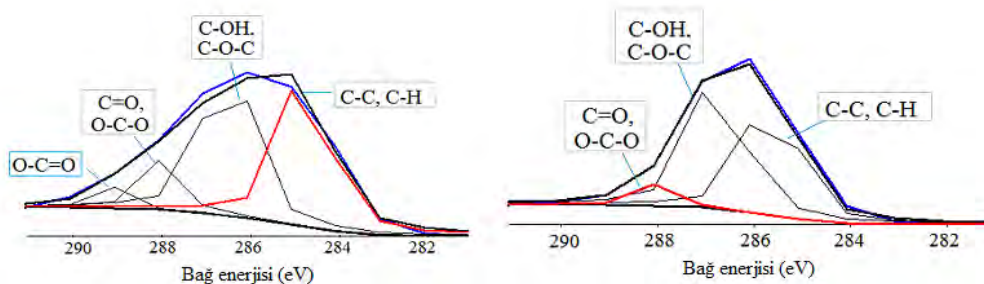
Tablo 6'da ham ve %10 konsantrasyonda modifiye liflerin TGA sonuçları verilmektedir. Şekil 5'de gösterilen ham ve modifiye liflerin TGA-DTG grafiklerine göre, ham Hindistan cevizi lifleri 2 aşamada bozunurken, modifiye lifler tek aşamada bozunma eğimi vermektedir. 250-320°C arasında meydana gelen ilk eğim hemiselülozun bozunmasından kaynaklanmaktadır. Hemiselülozun modifikasyon işlemleri sonucu kısmen giderilmesi nedeni ile modifiye liflerde bu sıcaklık aralığında bozunma eğimi tespit edilmemiştir [39]. 260-400°C sıcaklıkları arasında meydana gelen 2. eğim ise selülozun bozunmasını göstermektedir. Bu sıcaklık aralığında kaydedilen maksimum bozunma sıcaklığı (T_{maks}) modifikasyon işlemleri sonrası 352,83°C'den 316,24°C'ye azalmıştır. Liflerin FTIR spektrumunda da tespit edildiği üzere ligninde aromatik halkaların varlığını gösteren piklerin şiddeti modifikasyon sonrası azalma göstermiştir. Bu nedenle maksimum bozunma sıcaklığında meydana gelen azalmanın ligninin kısmen giderilmesinden kaynaklandığı söylenebilmektedir. Lignin selüloza göre termal olarak daha stabil olup yüksek oranda aromatik yapı içermektedir [40]. Hindistan cevizi liflerinin içerdiği nem miktarını gösteren 120°C sıcaklıktaki ağırlık kaybı değerlerinin modifikasyon işlemi sonrası yaklaşık %17 oranında azaldığı saptanmıştır. Ayrıca ham liflerin kömür miktarının yaklaşık %86 oranında arttığı belirlenmiştir. Meydana gelen bu artışa göre yapılan modifikasyon işleminin lifin güç tutuşurluğunu geliştirdiği, polimer esaslı kompozit malzeme üretiminde yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilen ekstrüzyon işlemlerine dayanım açısından avantaj sağlayacağı düşünülmektedir [41, 42].

Tablo 4. Ham ve %10 konsantrasyonda modifiye edilen Hindistan cevizi liflerinin yüzeyinde tespit edilen atomik konsantrasyonlar (%)

	Atomik konsantrasyonlar (%)					
	C1s	O1s	C/O	N1s	Na1s	Si2p
C	74,57	20,29	3,68	1,28	0,36	2,21
C10	77,06	17,73	4,35	-	0,98	3,05

Tablo 5. Ham ve %10 konsantrasyonda modifiye edilen Hindistan cevizi liflerinin yüzeyinde tespit edilen bağlar ve yüzde (%) miktarları

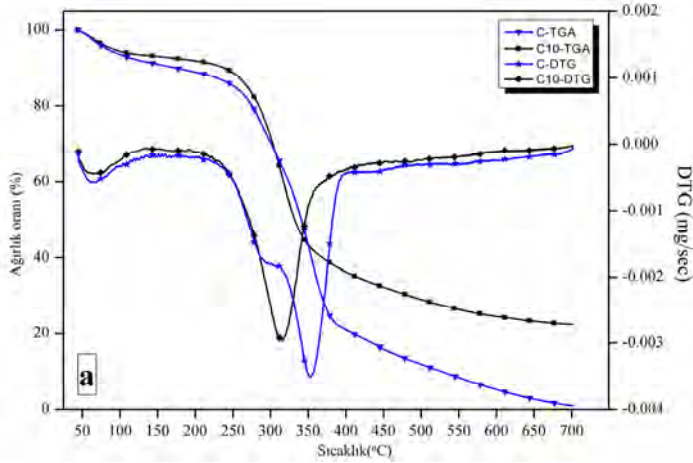
	eV	C-C, C-H	C-OH, C-O-C	C=O, O-C-O	O-C=O
		C	284,72	286,54	288,03
	%	41,07	45,88	9,12	3,93
C10	eV	285,6	286,72	288,09	-
	%	48,94	46,87	4,20	-



Şekil 4. Ham ve %10 konsantrasyonda modifiye edilen liflerin C1s grafikleri

Tablo 6. Ham ve %10 konsantrasyonda modifiye edilen liflerin TGA verileri

	T _{maks} (°C)	T _{maks} 'daki ağırlık kaybı (%)	T _{120C} 'daki ağırlık kaybı (%)	Kömür miktarı (%)
C	352,83	58,90	7,52	3,10
C10	316,24	39,22	6,18	22,40

**Şekil 5.** Ham ve %10 konsantrasyonda modifiye edilen Hindistan cevizi liflerinin TGA eğrileri

SONUÇ

Bu çalışmada polimer esaslı kompozit malzemelerde destek materyali olarak kullanılan Hindistan cevizi liflerinin yüze kimyasına, fonksiyonel özelliklerine, kristalin yapısına, termal bozunma davranışlarına ve yüze morfolojisine sodyum perborat tetra hidrat işleminin etkisi incelenmiştir. Yapılan modifikasyon işlemleri sonucu lifin hemiselüloz ve lignin bileşenlerinin varlığını gösteren absorpsiyon piklerinin şiddetlerinin azaldığı ve yüze üzerindeki safsızlıkların giderilerek daha temiz bir lif yüzeyi elde edildiği belirlenmiştir. Ligninin miktarının değişmesi ile birlikte maksimum bozunma sıcaklığının azaldığı, kül miktarının artması ile birlikte liflerin güç tutuşurluğunun iyileştirilebildiği tespit edilmiştir. Lifi kristalin yapısında önemli bir değişim kaydedilmeyen, lifin yüze karbon/oksijen oranının arttığı, buna bağlı olarak yüze hidrofilliğinin azaldığı saptanmıştır. Analiz sonuçları dikkate alındığında, sodyum perborat tetrahidrat modifikasyonunun selüloz esaslı liflerin kompozit malzeme üretiminde kullanımını geliştirmede etkili alternatif bir yöntem olduğu belirlenmiştir.

KAYNAKLAR

- Sain, M., Suhara, P., Law, S., Bouilloux, A. (2005). *Interface Modification And Mechanical Properties Of Natural Fiber-Polyolefin Composite Products*. Journal of Reinforced Plastics and Composites, 24 (2), 121-130.
- Le, A.T., Gacoin, A., Li, A., Mai, T.H., Rebay, M., Delmas, Y., (2014). *Experimental Investigation on The Mechanical Performance of Starch-Hemp Composite Materials*, Construction and Building Materials, 61, 106-113.
- Mu, B., Zheng, Y., Wang, A., (2015). *Facile Fabrication of Polyaniline/Kapok Fiber Composites Via A Semidry Method And Application in Adsorption And Catalyst Support*, Cellulose, 22(1), 615-624.
- Bisaria, H., Gupta, M.K., Shandilya, P., Srivastava, R.K. (2015). *Effect of Fibre Length on Mechanical Properties of Randomly Oriented Short Jute Fibre Reinforced Epoxy Composite*, Materials Today: Proceedings, 2(4-5), 1193-1199.
- Rout, J., Tripathy, S.S., Nayak, S.K., Misra, M., Mohanty, A.K. (2001). *Scanning Electron Microscopy Study of Chemically Modified Coir Fibers*, Journal of Applied Polymer Science, 79, 1169-1177.
- Arrakhiz, F.Z., El Achaby, M., Kakou, A.C., Vaudreuil, S., Benmoussa, K., Bouhfid, R., Fassi-Fehri, O., Qaiss, A. (2012). *Mechanical Properties of High Density Polyethylene Reinforced with Chemically Modified Coir Fibers: Impact of Chemical Treatments*, Materials & Design, 37, 379-383.
- 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*, Composites Science and Technology, 61(9), 1303-1310.
- Prasad, S.V., Pavithran, C., Rohatgi, P.K. (1983). *Alkali Treatment of Coir Fibres for Coir-Polyester Composites*, Journal of Materials Science, 18(5), 1443-1454.
- Azrin Hani, A.R., Hashim, M.S., Lim, T.Y., Mariatti, M., Ahmad, R., (2016). *Impact Behaviour of Woven Coir-Epoxy Composite: Effects of Woven Density and Woven Fabric Treatment*, Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L: Journal of Materials: Design and Applications, 230(1),
- Geethamma, V.G., Thomas Mathew, K., Lakshminarayanan, R., Thomas, S. (1998). *Composite of Short Coir Fibres and Natural Rubber: Effect of Chemical Modification, Loading and Orientation of Fibre*, Polymer, 39(6-7), 1483-1491.
- Kumar Saw, S., Sarkhel, G., Choudhury, A. (2011), *Surface Modification of Coir Fibre Involving Oxidation of Lignins Followed by Reaction with Furfuryl Alcohol: Characterization And Stability*, Applied Surface Science, 257(8), 3763-3769.
- Mir, S.S., Hasan, S.M.N., Hossain, J., Hasan, M. (2012). *Chemical Modification Effect on the Mechanical Properties of Coir Fiber*, Engineering Journal, 16(2).
- Sumi, S., Unnikrishnan, N., Mathew, L. (2016). *Effect of Antimicrobial Agents on Modification of Coir*, Procedia Technology, 24, 280-286.

14. Khan, J.A., Khan, M.A., Islam, R., Gafur, A. (2010). *Mechanical, Thermal and Interfacial Properties of Jute Fabric-Reinforced Polypropylene Composites: Effect of Potassium Dichromate*, Materials Sciences and Applications, 1, 350-357.
15. Wang, W.M., Cai, Z.S., Yu, J.Y., Xia, Z.P. (2009). *Changes in Composition, Structure, and Properties of Jute Fibers after Chemical Treatments*, Fibers and Polymers, 10(6), 776-780.
16. Khan, M.A., Hassan, M.M., Taslima, R., Mustafa, A.I. (2006). *Role of Pretreatment with Potassium Permanganate and Urea on Mechanical and Degradable Properties of Photocured Coir (Cocos Nucifera) Fiber with 1,6 Hexanediol Diacrylate*, Journal of Applied Polymer Science, 100(6), 4361-4368.
17. Bulut, Y., Akşit, A. (2013). *A Comparative Study on Chemical Treatment of Jute Fiber: Potassium Dichromate, Potassium Permanganate and Sodium Perborate Trihydrate*, Cellulose, 20(6), 3155-3164.
18. Seki, Y., Kılınc, A.Ç., Dalmış, R., Atagür, M., Köktaş, S., Göktaş, A.A., Çelik, E., Seydibeyoğlu, Ö., Önay, A.B. (2018). *Surface Modification of New Cellulose Fiber Extracted From Conium Maculatum Plant: A Comparative Study*, Cellulose, 25(6), 3267-3280.
19. Seki, Y., Akşit, A., Erdoğan, Ü.H. (2017). *Construction of Polypropylene Composite Multifilaments Filled with Sodium Perborate Trihydrate-Treated Jute Microparticles*, Science and Engineering of Composite Materials, 24(2).
20. Segal, L., Creely, J. J., Martin Jr, A. E., Conrad, C. M. (1959). *An Empirical Method for Estimating The Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using The Xray Diffractometer*. Textile Research Journal, 29 (10), 786-794.
21. Seki, Y., Sarıkanat, M., Sever, K., Durmuşkahya, C. (2013). *Extraction and Properties of Ferula Communis (Chakshir) Fibers as Novel Reinforcement for Composites Materials*. Composites Part B: Engineering, 44 (1), 517-523.
22. Morshed, M. M., Alam, M. M., Daniels, S. M. (2010). *Plasma treatment of Natural Jute Fibre by Rie 80 Plus Plasma Tool*. Plasma Science And Technology, 12 (3), 325-329.
23. Sudha, S., Thilagavathi, G. (2016). *Effect of Alkali Treatment on Mechanical Properties of Woven Jute Composites*, Journal of Textile Institute, 107(6): 691-701.
24. Cai, M., Takagi, H., Nakagaito, A.N., Katoh, M., Ueki, T., Waterhouse, G.I.N., Li, Y. (2015). *Influence of Alkali Treatment on Internal Microstructure and Tensile Properties of Abaca Fibers*, Industrial Crops and Products, 65, 27-35.
25. Spiridon, I., Teaca, C. A., Bodirlau, R. (2011). *Structural Changes Evidenced by Ftr Spectroscopy in Cellulosic Materials After Pretreatment with Ionic Liquid and Enzymatic Hydrolysis*. Bioresources, 6 (1), 400-413.
26. Oh, S. Y., Yoo, D. I., Shin, Y., Seo, G. (2005). *FTIR Analysis of Cellulose Treated with Sodium Hydroxide and Carbon Dioxide*. Carbohydrate Research, 340 (3), 417-428.
27. Ouajai, S., Shanks, R. A. (2005). *Morphology and Structure of Hemp Fibre after Bioscouring*. Macromolecular Bioscience, 5 (2), 124-134.
28. Korte, S. (2006). *Processing-Property Relationships of Hemp Fibre*. Yüksek Lisans Tezi. Canterbury Üniversitesi, Yeni Zelanda.
29. Carrillo, F., Colom, X., Sunal, J.J., Saurina, J. (2004). *Structural FTIR Analysis and Thermal Characterisation of Lyocell and Viscose-Type Fibres*, European Polymer Journal, 40(9), 2229-2234.
30. 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.
31. Kılınc, A.Ç., Atagür, M., Özdemir, O., Şen, I., Küçükdoğan, N., Sever, K., Seydibeyoğlu, Ö., Sarıkanat, M., Seki, Y. (2016). *Manufacturing and Characterization of vine stem reinforced high density polyethylene composites*, Composites part B: Engineering, 91, 267-274.
32. Reddy, K.O., Uma Maheswari, C., Shukla, M., Song, J.I., Varada Rajulu, A. (2013). *Tensile and Structural Characterization of Alkali Treated Borassus Fruit Fine Fibers*, Composites Part B: Engineering, 44(1), 433-438.
33. Motaung, T.E., Anandjiwala, R.D. (2015). *Effect of Alkali and Acid Treatment on Thermal Degradation kinetics of Sugar Cane Baggasse*, Industrial Crops and Products, 74, 472-477.
34. Liu, Z. T., Yang, Y. N., Zhang, L. L., Liu, Z. W., Xiong, H. P. (2007). *Study on The Cationic Modification and Dyeing of Ramie Fiber*. Cellulose, 14 (4), 337-45.
35. Coseri, S., Nistor, G., Fras, L., Strnad, S., Harabagiu, V., Simionescu, B. C. (2009). *Mild and Selective Oxidation of Cellulose Fibers in The Presence of Nhydroxyphthalimide*. Biomacromolecules, 10 (8), 2294-2299.
36. Tan, H. S., Yu, Y. Z., Liu, L. L., Xing, L. X. (2010). *Effect of Alkali Treatment of Coir Fiber on its Morphology and Performance of The Fiber/LDPE Bio-Composites*, Advanced Materials Research, 139-141: 348-351.
37. Akintayo, C.O., Azeez, M.A., Beuerman, S., Akintayo, E.T. (2016). *Spectroscopic, Mechanical, and Thermal Characterization of Native and Modified Nigerian Coir Fibers*, Journal of Natural Fibers, 13(5), 520-531.
38. Alexander, B., Supriya, M. ve Thomas, L. (2005). *Plant Fibers as Reinforcement for green composites*. In: Mohanty AK, Misra M, Drzal LT, editors. Natural fibers, biopolymers, and their biocomposites. Boca Raton: CRC Press.
39. Prasad, N., Agarwal, V. K. Sinha, S. (2016) *Thermal Degradation of Coir Fiber Reinforced Low-Density Polyethylene Composites*, Science and Engineering of Composite Materials, DOI: <https://doi.org/10.1515/secm-2015-0422>.
40. Brebu, M., Vasile, C. (2009). *Thermal Degradation of Lignin – A Review*, Cellulose Chemistry and Technology, 44(9): 353-363.
41. Krevelen, D.W. (1975). *Some Basic Aspects of Flame Resistance of Polymeric Materials*, Polymer, 16: 615-620.
42. Liu, Y.L. (2001). *Flame-Retardant Epoxy Resins from Novel Phosphorus-Containing Novolac*, Polymer, 42(8), 3445-3454.