



TEKSTİL VE MÜHENDİS
(Journal of Textiles and Engineer)



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

Kalsiyum Hipofosfit ve Magnezyum Hipofosfit Emdirilmiş Jüt Elyaf Katkılı Poli (Laktik Asit) Biyokompozitlerinin Isıl Ve Güç Tutuşurluk Özelliklerinin İncelenmesi

Investigation of Thermal and Flammability Properties of Poly (Lactic Acid) Biocomposites Reinforced with Calcium Hypophosphite and Magnesium Hypophosphite Impregnated Jute Fiber

Lemiye ATABEK SAVAŞ^{1*}, Ayşegül ERDEM², Alperen KAPLAN², Mehmet DOĞAN³

¹Erciyes Üniversitesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, Kayseri, Türkiye

²Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kayseri, Türkiye

³Erciyes Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği, Kayseri, Türkiye

Online Erişime Açıldığı Tarih (Available online): 1 Nisan 2021 (1 April 2021)

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

Lemiye ATABEK SAVAŞ, Ayşegül ERDEM, Alperen KAPLAN, Mehmet DOĞAN (2021): Kalsiyum Hipofosfit ve Magnezyum Hipofosfit Emdirilmiş Jüt Elyaf Katkılı Poli (Laktik Asit) Biyokompozitlerinin Isıl Ve Güç Tutuşurluk Özelliklerinin İncelenmesi, Tekstil ve Mühendis, 28: 121, 16-22.

For online version of the article: <https://doi.org/10.7216/1300759920212812102>

Arastırma Makalesi / Research Article

KALSİYUM HIPOFOSFİT VE MAGNEZYUM HIPOFOSFİT EMDİRİLMİŞ JÜT ELYAF KATKILI POLİ(LAKTİK ASİT) BİYOKOMPOZİTLERİNİN ISIL VE GÜÇ TUTUŞURLUK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Lemiye ATABEK SAVAŞ^{1*} 

Ayşegül ERDEM² 

Alperen KAPLAN² 

Mehmet DOĞAN³ 

¹Erciyes Üniversitesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, Kayseri, Türkiye

²Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kayseri, Türkiye

³Erciyes Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği, Kayseri, Türkiye

Gönderilme Tarihi / Received: 15.08.2020

Kabul Tarihi / Accepted: 17.03.2021

ÖZET: Bu çalışmanın amacı kalsiyum hipofosfit (CHP) ve magnezyum hipofosfit (MHP) emdirilmiş jüt elyaf (JE) ile katkılanırlan poli(laktik asit) (PLA) biyokompozitlerinin ısı ve güç tutuşurluk özelliklerinin incelenmesidir. Bu amaç doğrultusunda ağ. %5 ve %10'luk CHP ve MHP çözeltileri ile ayrı ayrı işlem görmüş JE kurutulduktan sonra sabit oranda (ağ. %20) PLA içerisine eriyik harmanlama yöntemiyle ilave edilerek biyokompozitler üretilmiştir. Üretilen PLA biyokompozitlerin ısı özellikleri termogravimetik analiz (TGA), güç tutuşurluk özellikleri ise limit oksijen indeksi (LOI), dikey (UL-94V) ve yatay yanma (UL-94HB) testleri ile değerlendirilmiştir. TGA test sonuçlarından, CHP ve MHP emdirilmiş JE'nin ilavesiyle PLA biyokompozitlerinin ısı kararlılığı ve kül kalıntısı miktarının arttığı ve bunlara bağlı olarak da güç tutuşurluk özelliklerinin iyileştiği tespit edilmiştir. LOI test sonuçlarından, JE'nin işlem gördüğü çözelti içerisindeki hipofosfitlerin yüzdesi arttıkça PLA biyokompozitlerinin LOI değerlerinin de arttığı gözlenmiştir. UL-94V ve UL-94HB test sonuçları ise ağ. %10'luk CHP çözeltisi ile işlem görmüş JE ile katkılanırlan PLA biyokompozitinin en iyi güç tutuşurluk performansına sahip olduğunu göstermektedir.

Anahtar Kelimeler: Poli(laktik asit), jüt elyaf, güç tutuşurluk, metal hipofosfit.

INVESTIGATION OF THERMAL AND FLAMMABILITY PROPERTIES OF POLY(LACTIC ACID) BIOCOSITES REINFORCED WITH CALCIUM HYPOPHOSPHITE AND MAGNESIUM HYPOPHOSPHITE IMPREGNATED JUTE FIBER

ABSTRACT: The aim of this study is to investigate the thermal and flammability properties of poly(lactic acid) (PLA) biocomposites reinforced with calcium hypophosphite (CHP) and magnesium hypophosphite (MHP) impregnated jute fiber (JE). For this purpose, biocomposites were produced by adding the jute fibers (JEs), which are treated separately with 5% and 10% CHP and MHP solutions and dried, to the PLA at a constant rate (20% wt) by melt blending method. Thermal properties of the PLA biocomposites produced were evaluated by thermogravimetric analysis (TGA), also their flammability properties were investigated by using limit oxygen index (LOI), vertical (UL-94V) and horizontal burning (UL-94HB) tests. As a result of the TGA tests, it was determined that the addition of JEs impregnated with CHP and MHP, the thermal stability and char residue amount of PLA biocomposites increased, and consequently the flame retardancy of the composites were also improved. From the LOI test results, it was observed that the LOI values of PLA biocomposites increased as the percentage of hypophosphites in the JE treatment solution increased. UL-94V and UL-94HB tests indicate that PLA biocomposite reinforced with JEs treated with 10% wt CHP has the highest flame retardancy performance.

Keywords: Poly(lactic acid), jute fiber, flame retardancy, metal hypophosphite.

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: atabekl@erciyes.edu.tr

DOI: <https://doi.org/10.7216/1300759920212812102> www.tekstilmuhendis.org.tr

1. GİRİŞ

Çevre bilincinin artması ve bu konuda yapılan düzenlemeler, endüstrileri doğal ve çevre kirliliğine yol açmayan malzeme arayışına yönlendirmiştir [1,2]. Bu hususta, doğal elyaf doğada bol miktarda bulunması, çevre dostu ve biyobozunur olması, düşük maliyet ve yoğunluğu sebebiyle sentetik elyafa kıyasla daha cazip hale gelmiştir [1-6]. Bu elyafın kendileri gibi biyobozunur polimerlere ilavesi ile yenilenebilir, geri dönüştürülebilir (kısmen veya tamamen) ve tümüyle doğada çözülebilir biyokompozitler elde edilmektedir. Biyokompozitler sahip oldukları ekonomik ve ekolojik avantajlarından dolayı yapı malzemeleri, otomobil parçaları ve havacılık endüstrisi gibi çeşitli uygulama alanlarında kullanılmaktadır. Söz konusu alanlarda biyokompozitlerin yamıcılığının azaltılması temel bir gerekliliktir [2, 4, 7]. Bu gereklilik matris malzemesinin ve/veya elyafın ve/veya bütün olarak kompozitin yamıcılığının azaltılması ile gerçekleştirilebilir [4].

Poli(laktik asit) (PLA), yenilenebilir kaynaklardan üretilen ve ticari olarak uygulanabilme imkânı bulmuş en umut verici biyobozunur polimerlerden birisidir [1, 8, 9]. PLA içerisinde en sık kullanılan bazı doğal takviye elemanları jüt, muz kabuğu, ananas yaprağı ve bambu elyafıdır [10]. PLA biyokompozitlerinin yanma dayanımına çeşitli fosfor esaslı güç tutuşurluk maddelerinin (amonyum polifosfat (APP), diamonyum fosfat (DAP), ve alüminyum hipofosfit (AHP), DOPO ve şişebilen sistemler) etkisinin incelendiği birçok çalışma mevcuttur [3, 7, 11-15]. Sonuçlar, fosfor esaslı güç tutuşurluk maddelerinin PLA biyokompozitleri için oldukça etkili olduğunu göstermiştir.

Metal hipofosfitler düşük maliyetinin yanı sıra ısıl ve güç tutuşurluk özelliklerinin iyi olmasından dolayı fosfor esaslı güç tutuşurluk maddelerinin dikkat çekici sınıfı haline gelmişlerdir. Son yıllarda metal hipofosfitlerin PLA için etkili bir güç tutuşurluk maddesi olduğunu gösteren birçok çalışma yapılmıştır. [8, 14, 16-19]. Bununla birlikte metal hipofosfitlerin PLA biyokompozitlerinin güç tutuşurluk özelliklerine etkisini inceleyen tek bir çalışma bulunmaktadır [14]. Söz konusu çalışmada, bazalt elyaf katkılı PLA'nın güç tutuşurluk özelliklerine AHP ile birlikte

karbon nanotüpün etkisi incelenmiştir. Burada güç tutuşurluk maddeleri bazalt elyaf ile birlikte doğrudan PLA içerisine ilave edilmiştir. Güç tutuşurluk maddeleri elyaf ile birlikte doğrudan ya da elyafın işleme tabi tutulmasıyla birlikte polimerlere ilave edilebilirler. Literatürde güç tutuşurluk maddeleri ile işleme tabi tutulmuş elyafın polimere ilave edildiği çok az çalışma mevcuttur [3]. Bu alana katkı sağlamak amacıyla CHP ve MHP emdirilmiş jüt elyaf ile takviyelendirilen PLA biyokompozitleri üretilmiştir. CHP ve MHP emdirilmesinin hangi oranda etkili olduğu PLA biyokompozitlerinin ısıl ve güç tutuşurluk özellikleri incelenerek ortaya konulmuştur. PLA biyokompozitlerinin ısıl özellikleri termogravimetrik analiz (TGA) ile, güç tutuşurluk özellikleri ise limit oksijen indeksi (LOI), dikey ve yatay yanma (UL-94V ve UL-94HB) testleri ile araştırılmış ve sonuçlar yorumlanmıştır.

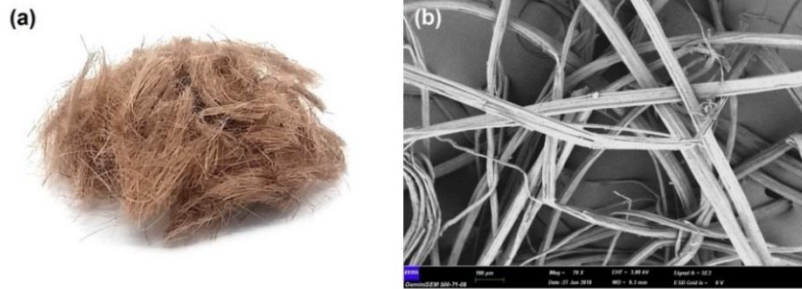
2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

2.1. Kullanılan Malzemeler

Çalışmada kullanılan PLA (Ingeo TM Biopolymer 3001D) NatureWorks firmasından satın alınmıştır. PLA 1,24 g/cm³ yoğunluğa ve 22 g/10 dk. (2,16 kg, 210 °C) eriyik akış indeksi değerlerine sahiptir. Kalsiyum ve magnezyum hipofosfit (CHP/Ca(H₂PO₂)₂ ve MHP/Mg(H₂PO₂)₂.6H₂O) Ruiji Chemical Co., Ltd. (Wuhan, Çin) şirketinden temin edilmiştir. Jüt elyaf (JE) ise Kayseri'de bulunan yerel bir işletmeden satın alınmıştır. Kullanılan JE'nin dijital ve SEM fotoğrafları Şekil 1'de görülmektedir.

2.2. CHP ve MHP'nin JE'ye Emdirilmesi

CHP ve MHP saf su içerisinde çözdürülerek ağırlık %5 ve %10'luk çözeltiler hazırlanmıştır. Hazırlanan bu çözeltilerden 1000'er ml alınıp içerisine 10'ar g jüt elyaf ilave edilmiştir (flotte oranı 1:100). Karışım 24 saat oda sıcaklığında bekletilmiş ve sonrasında çözelti süzülerek uzaklaştırılmıştır. Kalan elyafa sıkıca işlemi uygulandıktan sonra hava sirkülasyonlu etüvde 80 °C'de 24 saat kurumaya bırakılmıştır. JE'ye emdirilen HP miktarları yüzde cinsinden (%E) denklem (1)'e göre hesaplanmıştır. Burada E₁ işlem görmemiş, E₂ ise işlem görmüş JE'nin ağırlığıdır.



Şekil 1. JE'nin (a) dijital ve (b) SEM fotoğrafları (×79).

$$\%E = \frac{E_2 - E_1}{E_1} \times 100 \quad (1)$$

Ağ. %5'lik ve %10'luk CHP çözeltisi için JE'nin emdiği CHP miktarı ağ. %12,81 ve %17,08'dir. Ağ. %5'lik ve %10'luk MHP çözeltisi için bu miktar ağ. %4,27 ve %13,17'dir. Sonuçlardan her iki çözelti konsantrasyonu için de JE'nin MHP'ye oranla daha fazla CHP emdiği anlaşılmaktadır. Bu durum kalsiyum iyonun (Ca^{+2}) magnezyum iyonuna (Mg^{+2}) kıyasla JE'ye afinitesinin daha fazla olmasından kaynaklanmaktadır [20]. Ağ. %5 ve %10'luk CHP çözeltisi içinde bekletilen JE için numune kodları sırasıyla JE5CHP ve JE10CHP'dir. Ağ. %5 ve %10'luk MHP çözeltisi içinde bekletilen JE için ise numune kodları sırasıyla JE5MHP ve JE10MHP'dir.

2.3. PLA Biyokompozitlerin Üretimi

PLA biyokompozitlerin üretimi 19 mm vida çapında ve L/D (boy/çap) oranı 40 olan çift vidalı ekstrüder (Gülner Makina, İstanbul, Türkiye) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Üretim öncesinde JE ve PLA 80 °C'de 18 saat süre boyunca kurutulmuştur. Kuruyan malzemeler 50-160-165-170-165-160 °C sıcaklık profiline ve 150 dev/dk vida hızına ayarlanan ekstrüdere beslenerek PLA biyokompozitler üretilmiştir. Güç tutuşurluk özelliklerini incelemek için gerekli olan standart numuneler 185 °C kovan ile 20 °C kalıp sıcaklığında laboratuvar tipi enjeksiyon makinesinde (DSM Xplore 12 ml Micro-injection Molder, Netherlands) şekillendirilmiştir. PLA içerisine sabit oranda (ağ. %20) hipofosfit emdirilmiş jüt elyaf ilave edilmiştir. Yalnızca JE içeren biyokompozit için numune kodu PLA/JE şeklindedir. JE5CHP katkılı PLA için PLA/JE5CHP, JE10CHP katkılı PLA için PLA/JE10CHP, JE5MHP katkılı PLA için PLA/JE5MHP, JE10MHP katkılı PLA içinse PLA/JE10MHP'dir.

2.4. Karakterizasyon Yöntemleri

TGA ölçümleri 20-800 °C sıcaklıkları arasında, 50 ml/dk azot gazı akışında ve 10 °C/dk ısıtma hızı ile Hitachi-High Tech STA-7300 cihazı ile gerçekleştirilmiştir. LOI değerlerinin tespiti ASTM

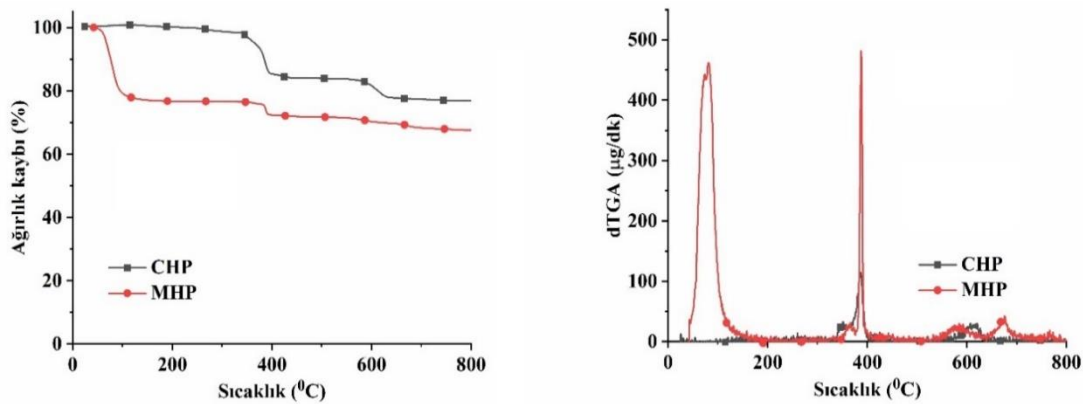
D2863 standardına göre Fire Testing Technology Limiting Oxygen Index Analyzer cihazı kullanılarak yapılmıştır. Bu testte 130×6,5×3,2 mm³ boyutlarında şekillendirilmiş örnekler kullanılmıştır. Düşey ve yatay yanma testleri (UL-94V ve UL-94HB) ise sırasıyla ASTM D3801 ve ASTM D635 standartlarına göre 130×13×3,2 mm³ boyutlarındaki örnekler kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

3. SONUÇLAR ve TARTIŞMA

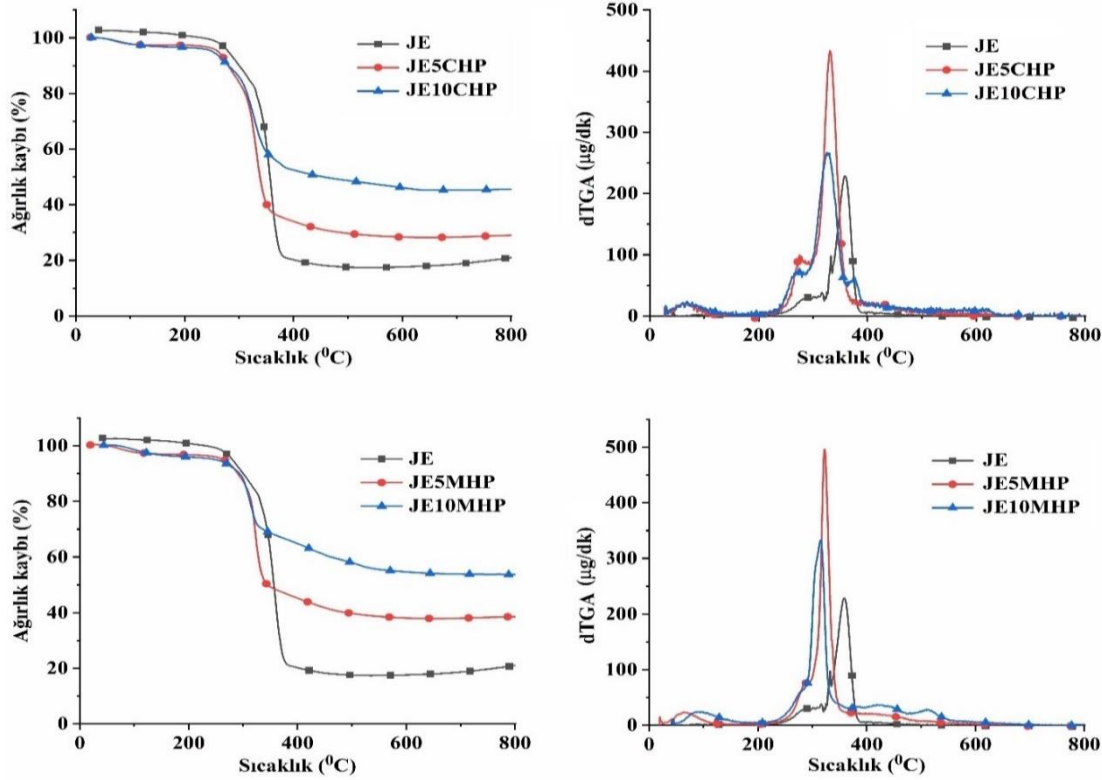
3.1. TGA

CHP ve MHP'nin ısıl kararlılıkları ve bozunma davranışları TGA ve DTG analizleri ile incelenmiş olup, TGA ve DTG eğrileri Şekil 2'de verilmektedir. CHP 386 °C ve 615 °C olmak üzere iki adımda bozunmuş ve bozunma sonrası ağ. %87,4 oranında inorganik kalıntı bırakmıştır. Ayrıca 383 °C'de ana pike bitişik bir omuz pik gözlenmiştir. CHP ilk adımda $Ca_2(HPO_4)_2$ ve PH_3 'e ayrışmakta, ikinci adımda ise $Ca_2(HPO_4)_2$ $Ca_2(P_2O_7)$ ve H_2O 'ya ayrışmaktadır [21]. MHP ise 82 °C, 387 °C ve 591 °C olmak üzere üç adımda bozunmuş ve bozunma sonrası ağ. %53 oranında inorganik kalıntı bırakmıştır. Ayrıca 365 °C'de ana pike bitişik bir omuz pik gözlenmiştir. MHP'nin ilk bozunma adımı yüzeye adsorbe olmuş su bünyeden uzaklaşmıştır. İkinci adımda $Mg(H_2PO_4)_2$ $Mg_2(HPO_4)_2$ ve PH_3 'e ayrışmış, üçüncü adımda ise $Mg_2(HPO_4)_2$ $Mg_2(P_2O_7)$ ve H_2O 'ya ayrışmıştır [21].

JE ve HP'ler ile işlem görmüş JE'lerin (JE/HP) TGA ve DTG eğrileri Şekil 3'te verilmiş, ilgili veriler ise Tablo 1'de sunulmuştur. Bu tabloda numunelerin ağ. %5 ($T_{5\%}$) ve maksimum kütle kaybının (T_{max}) gerçekleştiği sıcaklıklar ile 800 °C'deki kalıntı miktarları gösterilmiştir. JE, 357 °C'de tek adımda bozunmuş, bozunma sonrası ağ. %21 oranında kül kalıntısı bırakmıştır. Ayrıca 294 °C'de ana pike bitişik bir omuz pik gözlenmiştir. 294 °C'deki omuz pik hemiselülozun, 357 °C'deki ana pik ise α -selülozun bozunmasından kaynaklanmaktadır [22].



Şekil 2. CHP ve MHP'nin TGA ve DTG grafikleri.



Şekil 3. JE ve JE/HP'lerin TGA ve DTG grafikleri.

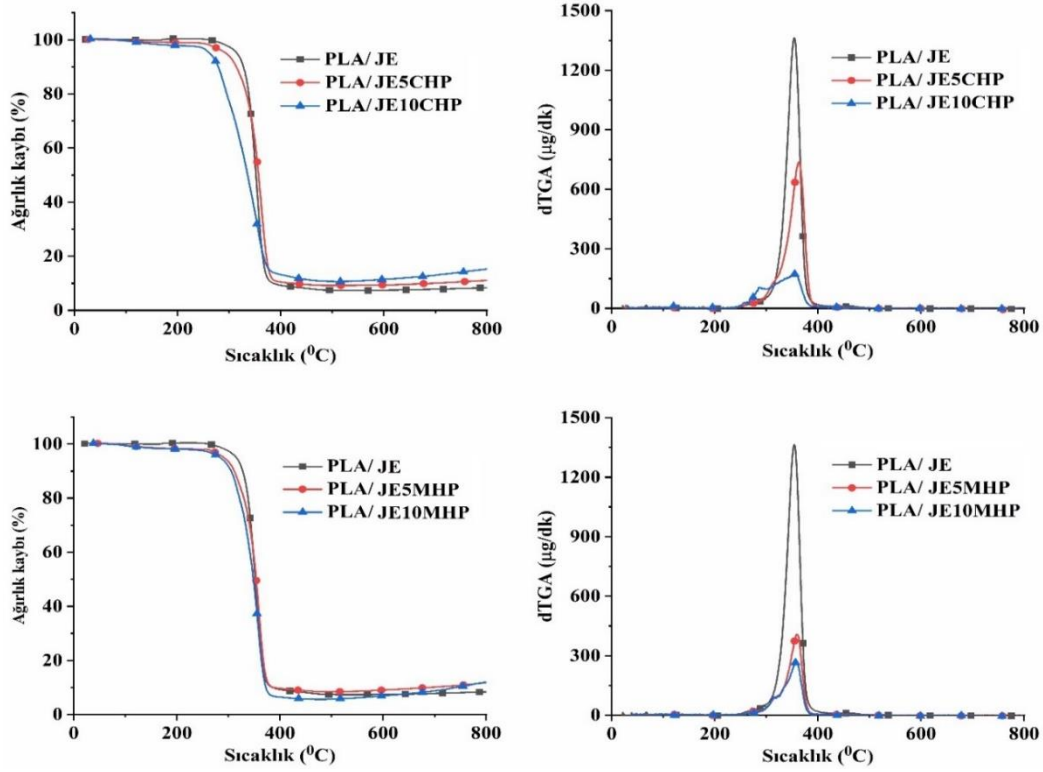
JE5CHP, JE10CHP, JE5MHP ve JE10MHP sırasıyla 330 °C, 327 °C, 323 °C ve 315 °C'lerde bozunmuş ve bozunma sonrası ağırlık kaybı oranında kül kalıntısı bırakmışlardır. Sonuçlar JE'ye kıyasla, JE/HP'lerin $T_{5\%}$ ve T_{max} sıcaklık değerlerinin çözelti içerisindeki CHP ve MHP konsantrasyonunun artmasıyla azaldığını, kül kalıntısı miktarlarının ise arttığını göstermektedir. Literatürde bu duruma CHP ve MHP'nin bozunmasıyla meydana gelen asidik ürünlerin (fosfinik ve hipofosforöz asit) neden olduğu belirlenmiştir. Bu asitler, glikoz birimlerinin -OH grupları ile reaksiyona girerek selülozun daha erken bozunmasına neden olmaktadır. Söz konusu asidik bileşikler -OH gruplarıyla esterleşme reaksiyonu sonucunda fosfor esterleri oluştururlar. Bu esterler levoglukozanı tüketerek kül kalıntısı ve su oluşumunu teşvik ederler [4, 21, 23, 24]. Kül kalıntısındaki artışın bir nedeni de katı fazda oluşan kalsiyum ve magnezyum pirofosfat esaslı bileşiklerdir [20].

PLA biyokompozitlerin TGA ve DTG eğrileri Şekil 4'te verilmiş, ilgili veriler ise Tablo 1'de sunulmuştur. PLA/JE 355 °C'de tek adımda bozunmuş ve bozunma sonrası ağırlık kaybı oranında kalıntı bırakmıştır. PLA/JE5CHP, PLA/JE10CHP, PLA/JE5MHP ve PLA/JE10MHP sırasıyla 362 °C, 357 °C, 359 °C ve 358 °C'lerde bozunmuş ve bozunma sonrası ağırlık kaybı oranında kül kalıntısı bırakmışlardır. PLA/JE'ye kıyasla söz konusu biyokompozitlerin $T_{5\%}$ sıcaklık değerleri azalmış, T_{max} sıcaklık değerleri ve kül kalıntısı miktarları artmıştır. $T_{5\%}$ sıcaklık değerlerindeki azalmanın JE/HP'lerin düşük $T_{5\%}$ sıcaklık değerlerinden kaynaklandığı düşünülmektedir. T_{max} sıcaklık değerlerindeki artışlar, JE/HP'lerin PLA biyokompozitlerin ısı

kararlılığını arttırmada etkili olduğunu göstermektedir. PLA biyokompozitlerinin kül kalıntısı miktarlarındaki artış PLA'nın poliol karakterli yapıya sahip olmasından kaynaklanmaktadır. Benzer durum Matko ve ark. [25] tarafından yapılan çalışmada nişasta esaslı polimerlerin fosforlu güç tutuşurluk maddeleri ile reaksiyona girip kül miktarında artışa neden olmasıyla açıklanmıştır.

3.2. LOI, UL-94V ve UL-94HB

PLA biyokompozitlerinin güç tutuşurluk özelliklerini belirleyen LOI, UL-94V ve UL-94HB test sonuçları Tablo 2'de verilmektedir. PLA/JE'nin LOI değeri %18,4'tür ve UL-94V testinde herhangi bir sınıfa sahip değildir. PLA/JE5CHP, PLA/JE10CHP, PLA/JE5MHP ve PLA/JE10MHP'nin LOI değerleri sırasıyla %19,2, %19,7, %19,1 ve %19,9'dur. Bununla birlikte PLA/JE10CHP hariç diğer biyokompozitler UL-94V sınıfına girememişlerdir. PLA/JE10CHP ise V2 test sınıfına ulaşmıştır. PLA biyokompozitlerin tümünde JE'nin işleme tabi tutulduğu çözeltideki HP'lerin yüzdesi arttıkça LOI değerleri de artmıştır. Bu artış JE'nin artan HP konsantrasyonuna bağlı olarak daha fazla fosfor emmesinden (deneysel kısımda emilen HP miktarı hesaplanmıştır) kaynaklanmaktadır. Bunun sonucu olarak da PLA biyokompozitinin yüzeyinde oluşan kül kalıntısı artmaktadır. Kül kalıntısındaki artış polimeri ısı ve alevden koruyarak kompoziti yanmaya karşı daha dirençli hale getirmektedir [18, 26, 27]. Ayrıca CHP ve MHP'nin bozunma ürünü olan fosfin gazının (PH_3) ayrışması ile oluşan PO_2 ve PO radikalleri aktif radikalleri yakalayarak alev bölgesine transferlerini engellemektedir [26, 28]. Böylece CHP ve MHP gaz fazında da etkinlik göstermiş olur.



Şekil 4. PLA biyokompozitlerinin TGA ve DTG grafikleri.

Tablo 1. Numunelerin TGA ve DTG analiz sonuçları.

Numuneler	T _{5%} (°C)	T _{max} (°C)	Kül kalıntısı (%)
JE	276	357	21,0
JE5CHP	253	330	29,0
JE10CHP	235	327	45,6
JE5MHP	249	323	38,5
JE10MHP	203	315	53,7
PLA/ JE	311	355	8,37
PLA/ JE5CHP	285	362	11,1
PLA/ JE10CHP	261	357	15,2
PLA/ JE5MHP	283	359	11,7
PLA/ JE10MHP	275	358	11,9

Tablo 2. PLA biyokompozitlerin LOI, UL-94V ve UL-94HB test sonuçları.

PLA biyokompozitler	LOI (%)	UL-94V	UL-94HB (Yanma süresi-sn)
PLA/ JE	18,4	BC	120
PLA/ JE5CHP	19,2	BC	129
PLA/ JE10CHP	19,7	V2	150
PLA/ JE5MHP	19,1	BC	121
PLA/ JE10MHP	19,9	BC	140

BC: Test örneğinin numune tutucuya kadar yanması

UL-94HB testinde alevlin ilk referans çizgisinden (serbest uçtan 25 mm) ikinci referans çizgisine (100 mm) ulaşma süresi ölçülmüştür. PLA biyokompozitlerin tümü ikinci referans çizgisine kadar yanmış, UL-94HB test sınıfına girememiştir. Fakat PLA/ JE'ye kıyasla JE/HP'ler ile katkılanırlan PLA biyokompozit-

lerin yanma süreleri artmıştır. Hem UL-94V hem de UL-94HB testinde en iyi sonuç PLA/ JE10CHP kompozitinde elde edilmiştir. Bu durum CHP'nin JE'ye olan afinitesinin MHP'ye kıyasla daha yüksek olmasından kaynaklanmaktadır [21].

4. SONUÇLAR

Bu çalışma sonucunda, JE'nin CHP ve MHP ile işleme tabi tutulmasıyla ısıl kararlılığının azaldığı fakat kül kalıntısı miktarının arttığı tespit edilmiştir. JE/HP'lerin PLA içerisine ilavesiyle hem T_{max} sıcaklık değerleri hem de kül kalıntısı miktarları PLA/JE kompozitine kıyasla artmıştır. Bu sonuçlardan kompozitlerin ısıl kararlılığının arttığı anlaşılmıştır. JE'nin işleme tabi tutulduğu çözeltideki HP'lerin yüzdesi arttıkça kompozitlerin LOI değerlerinin de arttığı gözlemlenmiştir. UL-94V testinde PLA/JE10CHP biyokompoziti V2 sınıfına ulaşmış diğerleri ise hiçbir test sınıfına girememişlerdir. Ayrıca PLA/JE10CHP biyokompoziti UL-94HB testinde de ikinci referans çizgisine en uzun sürede ulaşmıştır. Bu durum JE10CHP'nin diğer işlem görmüş JE'lere kıyasla daha fazla HP dolayısıyla daha fazla fosfor içermesinden kaynaklanmaktadır.

KAYNAKLAR

- Oksman, K., Skrifvars, M., Selin J.F., (2003), Natural fibres as reinforcement in polylactic acid (PLA) composites, *Composites Science and Technology*, 63(9), 1317-1324.
- Mngomezulu, M.E., John, M.J., Jacobs, V., Luyt, A.S., (2014), Review on flammability of biofibres and biocomposites, *Carbohydrate Polymers*, 111, 149-182.
- Suardana, N.P.G., Ku, M.S., Lim, J.K., (2011), Effects of diammonium phosphate on the flammability and mechanical properties of bio-composites, *Materials and Design*, 32(4), 1990-1999.
- Chapple, S., Anandjiwala, R., (2010), Flammability of Natural Fiber-reinforced Composites and Strategies for Fire Retardancy: A Review, *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 23(6), 871-893.
- Saheb, D.N., Jog, J.P., (1999), Natural fiber polymer composites: A Review, *Advances in Polymer Technology*, 18(4), 351-363.
- Kozłowski, R., Władyska-Przybylak, M., (2008), Review Flammability and fire resistance of composites reinforced by natural fibers, *Polymers for Advanced Technologies*, 19, 446-453.
- Shumao, L., Jie, R., Hua, Y., Tao, Y., Weizhong, Y., (2009), Influence of ammonium polyphosphate on the flame retardancy and mechanical properties of ramie fiber-reinforced poly(lactic acid) biocomposites, *Polymer International*, 59(2), 242-248.
- Tang, G., Wang, X., Xing, W., Zhang, P., Wang, B., Hong, N., Yang, W., Hu, Y., Song, L., (2012), Thermal Degradation and Flame Retardance of Biobased Polylactide Composites Based on Aluminum Hypophosphite, *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 51, 12009-12016.
- Jang, J.Y., Jeong, T.K., Oh, H.J., Youn, J.R., Song, Y.S., (2012), Thermal stability and flammability of coconut fiber reinforced poly(lactic acid) composites, *Composites Part B: Engineering*, 43(5), 2434-2438.
- Jandas, P.J., Mohanty, S., Nayak, S.K., (2013), Surface treated banana fiber reinforced poly (lactic acid) nanocomposites for disposable applications, *Journal of Cleaner Production*, 52, 392-401.
- Réti, C., Casetta, M., Duquesne, S., Bourbigot, S., Delobel, R., (2008), Flammability properties of intumescent PLA including starch and lignin, *Polymers for Advanced Technologies*, 19(6), 628-635.
- Shukor, F., Hassan, A., Islam, M.S., Mokhtar, M., Hasan M., (2014), Effect of ammonium polyphosphate on flame retardancy, thermal stability and mechanical properties of alkali treated kenaf fiber filled PLA biocomposites, *Materials and Design*, 54, 425-429.
- Yu, T., Li, Y., Wang, Y., (2014), Flammability and Mechanical Properties of Ramie Reinforced Poly(lactic Acid) Composites by Using DOPO, *Journal of Engineering Science*, 10, 9-18.
- Yang, W., Jia, Z., Chen, Y., Zhang, Y., Si, J., Lu, H., Yang, B., (2015), Carbon nanotube reinforced polylactide/basalt fiber composites containing aluminum hypophosphite: thermal degradation, flame retardancy and mechanical properties, 5, 105869-105879.
- Yu, T., Tuerhongjiang, T., Sheng, C., Li, Y., (2017), Phosphorus-containing diacid and its application in jute/poly(lactic acid) composites: Mechanical, thermal and flammability properties, *Composites: Part A*, 97, 60-66.
- Zhou, X., Li, J., Wu, Y., (2015), Synergistic effect of aluminum hypophosphite and intumescent flame retardants in polylactide, *Polymer Advanced Technologies*, 26, 255-265.
- Tang, G., Zhang, R., Wang, X., Wang, B., Song, L., Hu, Y., Gong, X., (2013), Enhancement of Flame Retardant Performance of Bio-Based Polylactic Acid Composites with the Incorporation of Aluminum Hypophosphite and Expanded Graphite, 50, 255-269.
- Tang, G., Huang, X., Ding, H., Wang, X., Jiang, S., Zhou, K., Wang, B., Yang, W., Hu, Y., (2014), Combustion properties and thermal degradation behaviors of biobased polylactide composites filled with calcium hypophosphite, *The Royal Society of Chemistry*, 4, 8985-8993.
- Tang, G., Wang, X., Zhang, R., Wang, B., Hong, N., Hu, Y., Song, L., Gong, X., (2013), Effect of Rare Earth Hypophosphite Salts on the Fire Performance of Biobased Polylactide Composites, *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 52, 7362-7372.
- Christa, F.B., Thomas, B., (2009), Sorption of alkaline earth metal ions Ca²⁺ and Mg²⁺ on lyocell fibers, *Carbohydrate Polymers*, 76, 123-128.
- Furtana, Ş., Mutlu, A., Doğan, M., (2020), Thermal stability and flame retardant properties of calcium- and magnesium-hypophosphite-finished cotton fabrics and the evaluation of interaction with clay and POSS nanoparticles, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 139, 3415-3425.
- Basak, R.K., Saha, S.G., Sarkar, A.K., Saha, M., Das, N.N., Mukherjee, A.K., (1993), Thermal Properties of Jute Constituents and Flame Retardant Jute Fabrics, *Textile Research Journal*, 62(11), 658-666.
- Suardana, N.P.G., Ku, M.S., Lim, J.K., (2011), Effects of diammonium phosphate on the flammability and mechanical properties of bio-composites, *Materials and Design*, 32, 1990-1999.
- Liokadis, S.E., Statheropoulos, M.K., Tzamtzis, N.E., Pappa, A.A., Parissakis, G.K., (1996), The effect of salt and oxide-hydroxide additives on the pyrolysis of cellulose and Pinus halepensis pine needles, *Thermochimica Acta*, 278, (99-108).

25. Matkó, S., Toldy, A., Keszei, S., Anna, P., Bertalan, G., Marosi, G., (2005), Flame retardancy of biodegradable polymers and biocomposites, *Polymer Degradation and Stability*, 88, 138-145.
26. Atabek, L., Tayfun, U., Hancer, M., Dogan, M., (2019), The flame - retardant effect of calcium hypophosphite in various thermoplastic polymers, *Fire and Materials*, 43, 294-302.
27. Shumao, L., Jie, R., Hua, Y., Tao, Y., Weizhong, Y., (2010), Influence of ammonium polyphosphate on the flame retardancy and mechanical properties of ramie fiber - reinforced poly(lactic acid) biocomposites, *Polymer International*, 59, 242-248.
28. Li, Q., Li, B., Zhang, S., Lin, M., (2012), Investigation on Effects of Aluminum and Magnesium Hypophosphites on Flame Retardancy and Thermal Degradation of Polyamide 6, *Journal of Applied Polymer Science*, 125, 1782–1789.