



# Kalsinasyon İşleminin Kemik Tozu Takviyeli Kompozitlerin Mekanik ve Tribolojik Performansına Etkisi

## *The Effect of Calcination Process on the Mechanical and Tribological Performance of Bone Powder Reinforced Composites*

Sena Kabave Kılınçarslan<sup>1</sup>, Havva Karaman<sup>2</sup>, M. Salih Gül<sup>3\*</sup>, Enes Kılınçarslan<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Karabük Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, [senakilincarslan@karabuk.edu.tr](mailto:senakilincarslan@karabuk.edu.tr)  
ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7302-4554>

<sup>2</sup> Karabük Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, [karamanhavva447@gmail.com](mailto:karamanhavva447@gmail.com)  
ORCID: <https://orcid.org/0009-0005-5867-8142>

<sup>3</sup> Karabük Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, [msalihgul@karabuk.edu.tr](mailto:msalihgul@karabuk.edu.tr)  
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0589-7510>

<sup>4</sup> Kardemir, [eneskilincarslan@gmail.com](mailto:eneskilincarslan@gmail.com)  
ORCID: <https://orcid.org/0009-0003-9268-4074>

### MAKALE BİLGİLERİ

#### Makale Geçmişi:

Geliş 26 Nisan 2026  
Revizyon 1 Haziran 2026  
Kabul 29 Haziran 2026  
Online 28 Temmuz 2026

#### Anahtar Kelimeler:

*Kemik Tozu, Polimer Kompozitler,  
Mekanik Performans, Tribolojik  
Performans*

### ÖZ

Kemik tozu, polimer matrisli kompozitlerde kullanılan sürdürülebilir ve atık kökenli bir takviye malzemesidir. Kompozit üretimi öncesinde kemik tozuna uygulanan kalsinasyon işlemi; organik fazın uzaklaştırılması, mineral içeriğin artırılması ve arayüzey özelliklerinin iyileştirilmesi açısından kritik öneme sahiptir. Bu çalışmada, 500 °C'de 1 saat ve 900 °C'de 2 saat süreyle ısıtılma tabi tutulmuş kemik tozunun epoksi matrisli kompozitlerin mekanik ve tribolojik performansına etkisi araştırılmıştır. Mekanik performans sertlik, çekme ve yorulma testleri ile değerlendirilmiş; kırılma yüzeyleri SEM analizi ile incelenmiştir. Tribolojik performans ise 10 N ve 20 N yükler ile 40 mm/s ve 55 mm/s hızlarda gerçekleştirilen aşınma testleri sonucunda sürtünme katsayısı ve ağırlık kaybı üzerinden belirlenmiştir. Sonuçlar, kemik tozu takviyesinin kompozitlerde mekanik ve tribolojik performansını iyileştirdiğini göstermiştir. Ancak kalsinasyon işlemi uygulanmamış numunelerde topaklanma ve mikro boşluklar sebebiyle çekme ve yorulma dayanımında azalma meydana gelmiştir. Özellikle 900 °C'de kalsine edilmiş kemik tozu içeren kompozitlerde daha homojen bir mikroyapı elde edilmiş, çekme ve yorulma performansı iyileşmiş ve aşınma direnci belirgin şekilde artmıştır.

### ARTICLE INFO

#### Article history:

Received 26 April 2026  
Received in revised form 1 June 2026  
Accepted 29 June 2026  
Available online 28 July 2026

#### Keywords:

*Bone Powder, Polymer Composites,  
Mechanical Performance,  
Tribological Performance.*

### ABSTRACT

Bone powder is a sustainable and waste-derived reinforcement material used in polymer matrix composites. The calcination process applied to bone powder before composite production is critical for removing the organic phase, increasing mineral content, and improving interfacial properties. In this study, the effect of bone powder heat-treated at 500 °C for 1 hour and 900 °C for 2 hours on the mechanical and tribological performance of epoxy matrix composites was investigated. Mechanical performance was evaluated using hardness, tensile, and fatigue tests; fracture surfaces were examined by SEM. Tribological performance was determined from friction coefficients and weight loss in wear tests performed at 10 N and 20 N loads, with speeds of 40 mm/s and 55 mm/s. The results showed that bone powder reinforcement improved the mechanical and tribological performance of the composites. However, in samples without calcination, a decrease in tensile and fatigue strength occurred due to agglomeration and micro-voids. Particularly in composites containing bone powder calcined at 900 °C, a more homogeneous microstructure was obtained, tensile and fatigue performance improved, and wear resistance increased significantly.

Doi: 10.24012/dumf.1937969

\* Sorumlu Yazar

## Giriş

Polimer kompozit malzemelerin üretiminde sürdürülebilirlik, biyo-bozunabilir, atık, geri dönüştürülmüş ve doğal takviye elemanlarının kullanımı ile sağlanmaktadır. Bu doğrultuda kompozit üretiminde genellikle sentetik polimerlerin yerine biyo-bozunabilir polimerlerin kullanımı teşvik edilmektedir. Ancak biyo-bozunur polimer malzemelerin kullanım ömrü, düşük mekanik ve termal dayanımları sebebiyle kısıtlı olmaktadır. Dolayısıyla, işlevini gerçekleştiremeyen bu malzemeler kullanım ömrünü tamamlamadan atık formuna dönüşmektedir [1], [2]. Bunun yerine sentetik polimerlere doğal takviyelerin eklenmesi ile elde edilen kompozit malzemeler, mekanik dayanım açısından daha olumlu sonuç vermektedir. Literatürde kompozit malzeme üretiminde, yumurta kabuğu, midye kabuğu, balık kılıcı, ceviz ve fındık kabuğu gibi hayvansal ve bitkisel kaynaklı doğal takviyeler yaygın bir şekilde araştırılmıştır [3], [4], [5], [6], [7]. Şahin vd. (2020) midye kabuğu tozu takviyeli polifenilen sülfid matrisli kompozit malzemelerin mekanik ve tribolojik özelliklerini incelemişlerdir. Çalışmaları sonucunda midye kabuğu takviyesinin, PPS'nin elastik modülünü, mukavemetini, sertliğini ve aşınma direncini artırdığını tespit etmişlerdir [8]. Kamalbabu vd. (2014), mürekkep balığı kemiği tozu takviyeli epoksi matrisli kompozit üretmişlerdir. Üretilen kompozitlerin mekanik ve morfolojik özelliklerini incelemişlerdir. Çalışmalarında, parçacık boyutunun azalması ile kompozitlerde daha iyi dağılımın sağlandığı ve mekanik dayanımın arttığını tespit etmişlerdir [9]. Leong (2016), yumurta kabuğu tozu takviyeli polipropilen matrisli kompozitlerin mekanik ve termal özelliklerini incelemiştir. Tavuk yumurtası kabuğu tozunun kompozit numunelerde termal kararlılığının artışına, kompozitlerin kristalinite değerlerinin düşüşüne ve çekme mukavemetinin artışına katkı sağlamıştır [10].

Doğal bir takviye malzemesi olan kemik tozu, son yıllarda oldukça dikkat çekmektedir. Kemik tozu, yapısında organik ve inorganik bileşenler bulunduran bir malzemedir. Kolajen, yağlar ve proteinler organik bileşenleri oluştururken, kalsiyum fosfat, kalsiyum karbonat, hidroksiapatit ve magnezyum da inorganik bileşenleri meydana getirir [11]. Yapısında bulunan kalsiyum fosfat, kalsiyum karbonat ve magnezyum malzemenin sertliğini artırarak mekanik ve tribolojik dayanımın artırılmasında önemli rol oynar. Ayrıca kemik tozunun takviye olarak kullanılması malzemenin biyo-bozunabilirlik seviyesinin artırılmasına ve atık olan bir malzemenin kompozit malzeme üretiminde değerlendirilmesine katkı sağlamaktadır [12]. Kemik tozu uygulaması literatürde genel olarak biyomedikal uygulamalarda kullanılmak üzere araştırılmaktadır [13]. Kemik tozunun yanı sıra kalsine edilmiş kemik tozu (kemik külü) da takviye bileşeni olarak kullanılabilir alternatif bir malzemedir. Kemik tozunun külleştirilmesi esnasında kemiğin yapısında bulunan organik bileşenler yanmakta, geriye yalnızca inorganik bileşenler kalmaktadır. İçerisinde bulunan suyun tamamen buharlaşması, organik bileşenlerin yanması, mineral yapının değişmesi ve kalsiyum oksit gibi yeni bileşiklerin ortaya çıkması kemiğin yapısının sertleşmesine ve mekanik özelliklerin gelişmesine katkı sağlamaktadır. Asuke vd. (2012), kemik tozu ve kemik külü takviyeli polipropilen matrisli kompozit malzemelerin mikro yapısı ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Takviye oranı %5 ile %25 arasında değişmiş, kompozitlerin mikro yapıları SEM/EDX yöntemi ile incelenmiştir. Elde ettikleri sonuçlara

göre %25 kemik külü takviyesinin sertlik, çekme dayanımı, basma dayanımı ve eğilme dayanımında en iyi sonucu verdiği bildirilmiştir [14]. Başka bir çalışmada, Asuke vd (2014), uygulanan yükün aşınma davranışı üzerindeki etkisini incelemek amacıyla sığır kemiği külü takviyeli polipropilen kompozitlerini üretmişlerdir. Karbonize kemik partiküllerinin matris sertliğini artırarak yük taşıma kapasitesini yükselttiği ve ara yüzey bağını iyileştirerek partikül kopmasını azalttığı; böylece polipropilen matris kompozitlerin aşınma direncini artırdığı sonucuna ulaşılmıştır [4]. Adewole ve Oladele (2015), sığır kemiği külünün polyester matris kompozitlerde takviye elemanı olarak kullanılabilirliğini ve partikül boyut dağılımının mekanik özellikler üzerindeki etkisini incelemek amacıyla sığır kemiği külü (75 µm, 106 µm ve 300 µm) takviyeli polyester kompozitleri üretmişlerdir. Çalışma sonucunda sığır kemiği külü ilavesinin polyester matrisin mekanik özelliklerini iyileştirdiği belirlenmiştir. En yüksek çekme dayanımı 300 µm partikül boyutunda, en yüksek eğilme dayanımı 75 µm ince partikül boyutunda elde edilmiştir. Sertlik açısından en iyi sonuç 106 µm partikül boyutunda elde edilmiş olup, SEM görüntüleri partiküllerin matris içinde homojen dağıldığını ve iyi ara yüzey bağlanması sağlandığını göstermiştir [15].

Bu çalışmada doğal ve atık bir malzeme olan kemik tozunun epoksi matrisi ile kompozit malzemeler üretilmiş, kimyasal (FTIR ve XRD), morfolojik (SEM ve EDX) ve mekanik (eğmeli yorulma, çekme ve sertlik) karakterizasyonlar gerçekleştirilmiştir. Bu doğrultuda, bu çalışmada üretilen kompozit malzemeler iki farklı yük (10 N ve 20 N) ve iki farklı hız (40 mm/sn ve 55 mm/sn) koşulları altında ball-on-flat aşınma cihazında tribolojik deneylere tabi tutulmuştur. Deneyler sonucunda sürtünme katsayısı ve ağırlık kaybı verileri elde edilmiştir. Ayrıca aşınma izi üzerinden SEM ve EDX analizi gerçekleştirilerek ortaya çıkan aşınma mekanizmaları yorumlanmıştır. Çalışma kapsamında elde edilen tüm sayısal ve görsel sonuçlar literatür ile karşılaştırılarak gelecek çalışmalara yön vermesi amacıyla tartışılmıştır.

## Materyal ve Metot

Bu çalışmada, kemik tozu ve kemik külü kullanılarak epoksi esaslı kompozit malzemelerin üretilmesi ve bu malzemelerin kimyasal, mekanik, termal, morfolojik ve tribolojik özelliklerinin kapsamlı biçimde incelenmesi amaçlanmıştır (Şekil 1). Bu doğrultuda, epoksi matrisine üç farklı karakterde kemik tozu takviyesi eklenmiştir. Takviye malzemeleri ilk olarak belirli bir tane boyutu aralığını elde etmek amacıyla 125 µm boyutlu eleme işleminden geçirilmiş, ardından kontrollü bir kalsinasyon işlemi uygulanmıştır. Kalsinasyon işlemi 500°C sıcaklıkta 1 saat bekleme ve 900°C sıcaklıkta 2 saat bekleme şeklinde uygulanmıştır. Hazırlanan kemik tozları, epoksi matrisine %15 oranında ilave edilerek kompozit numuneler elde edilmiştir. Üretilen numuneler kimyasal, mekanik ve morfolojik analizlerle kapsamlı bir şekilde karakterize edilmiş ardından tribolojik performans deneyleri gerçekleştirilmiştir. Deneylerde farklı yük ve kayma hız koşullarında meydana gelen sürtünme katsayısı ve ağırlık kaybı değerleri hesaplanmıştır. Ayrıca aşınma yüzeyleri SEM ve EDX analizleriyle detaylı olarak incelenmiş, kompozitlerin aşınma mekanizmaları tartışılmıştır.



Şekil 1. Deneysel metodoloji.

### Kalsinasyon İşlemi

Bu çalışmada kullanılan sığır kemiği tozu ticari olarak temin edilmiştir. Kompozit üretiminde istenen partikül dağılımını sağlamak amacıyla malzeme önce 125 µm açıklığa sahip analiz eleklerinden geçirilerek homojen bir tane boyutu elde edilmiştir. Eleme sonrasında kemik tozları, kalsinasyon işlemi için iki farklı ısıtma ve bekleme parametreleri ile ısıtılma tabi tutulmuştur. İlk aşamada tozlar 5 °C/dk ısıtma hızında 500 °C'de 1 saat, ikinci aşamada ise 5 °C/dk ısıtma hızında 900 °C'de 2 saat süreyle ısıtılma işlemi uygulanmıştır. Her iki işlem sonunda malzemeler kül fırını içerisinde kendi halinde soğutulmuştur. Bu çalışmada uygulanan 500 °C ve 900 °C kalsinasyon sıcaklıkları, literatürde kemik tozu, kemik külü ve doğal kaynaklı hidroksiapatit esaslı malzemeler için kullanılan ısıtılma koşulları dikkate alınarak belirlenmiştir [16], [17]. Bu süreç sonunda üç farklı takviye grubu elde edilmiştir:

- KT: Isıl işleme tabi tutulmamış ham kemik tozu
- KT\_500: 500 °C'de 1 saat kalsine edilmiş kemik tozu
- KT\_900: 900 °C'de 2 saat kalsine edilmiş kemik tozu

Bu üç toz grubu, sonraki aşamada kompozit üretimi için kullanılmaya hazır hale getirilmiştir.

### Kompozit Malzeme Üretimi

Bu çalışmada matris fazı olarak EPOKSIMAX marka epoksi reçine, takviye fazı olarak ise KT, KT\_500 ve KT\_900 olarak isimlendirilen kemik tozları kullanılmıştır. Daha önce gerçekleştirilmiş çalışma sonuçları ve literatür taraması değerlendirilmiş olup, mikro partikül takviyeli kompozit malzemelerde %15'in altındaki oranlarda sertlik ve tribolojik performans üzerindeki iyileşmelerin sınırlı kaldığı, daha yüksek oranlarda ise partikül aglomerasyonu ve mikro boşluk oluşumlarının arttığı gözlemlenmiştir [4], [14], [18], [19], [20], [21]. Bu nedenle, bu çalışma kapsamında mekanik ve tribolojik performans iyileştirilmesi ile kompozit yapının

homojenliği birlikte değerlendirilerek %15 takviye oranı tercih edilmiştir. Bununla birlikte bu çalışmanın temel amacı kemik tozuna uygulanan kalsinasyon işleminin kompozitlerin mekanik ve tribolojik performansı üzerindeki etkisini ortaya koymaktır. Bu doğrultuda takviye oranı sabit tutulmuş, farklı takviye oranlarına ait sonuçlar irdelenmemiş ve yalnızca kalsinasyon sıcaklığının etkileri incelenmiştir.

Epoksi matrisinin hazırlanmasında epoksi/sertleştirici oranı 2:1 olacak şekilde ayarlanmıştır. Belirlenen oranlarda epoksi, sertleştirici ve kemik tozu karıştırılarak kompozit karışımları hazırlanmıştır. Karıştırma işlemi 5 dakika süreyle mekanik karıştırıcı ile gerçekleştirilmiş ve karışım içinde topaklanma veya hava boşluğu oluşmasını engellemek amacıyla numuneler kısa süreli titreşim işlemine tabi tutulmuştur. Bu çalışmada karıştırma süresi ayrı bir değişken olarak incelenmemiş, tüm numune gruplarında aynı üretim koşulları uygulanmıştır. Homojenleşen karışım, silikon kalıplara dökülerek 48 saat boyunca oda sıcaklığında kürlendikten sonra kompozitler kalıptan çıkarılmıştır (Şekil 2). Üretilen numune türleri ve bileşimleri Tablo 1'de özetlenmiştir.

### Kimyasal ve Morfolojik Karakterizasyon İşlemleri

Bu çalışmada kemik tozlarının kimyasal bileşimini ve yapısal değişimini değerlendirmek amacıyla Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektrometre (FTIR) analizi uygulanmıştır. FTIR ölçümleri Bruker Alpha FTIR Spektrometre ve Mikroskobu kullanılarak gerçekleştirilmiş ve ısıtılma işlemi sonrası ortaya çıkan fonksiyonel grup değişimleri incelenmiştir. Kemik tozlarının epoksi matrisine takviye edilmeden önce faz yapısını ve kristalografik değişimlerini incelemek amacıyla X-ışını kırınımı (XRD) analizi uygulanmıştır. Tozların morfolojik özellikleri, kompozitlerin kesit yapıları ve tribolojik testler sonucunda oluşan aşınma izleri, Carl Zeiss Ultra Plus Gemini FESEM model taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile detaylı olarak görüntülenmiştir. Ayrıca elementel bileşimi değerlendirmek üzere EDX analizi yapılmıştır. Bu karakterizasyonlar sonucunda, farklı sıcaklıklarda kalsinasyon işlemine tabi tutulmuş kemik tozlarının morfolojik ve kimyasal yapılarındaki değişimler

ortaya konmuş; kompozit yapılar içinde takviye parçacıklarının dağılımı ile aşınma yüzeylerinde gelişen mekanizmalar karşılaştırmalı olarak değerlendirilmiştir.

Tablo 1. Kompozit numuneler ve içerikleri

| Numune | İçeriği     |
|--------|-------------|
| EP     | %100 Epoksi |

|             |                                                               |
|-------------|---------------------------------------------------------------|
| EP + KT     | %85 Epoksi + %15 Isıl işlemsiz kemik tozu                     |
| EP + KT_500 | %85 Epoksi + %15 (500 °C / 1 saat) Kalsine edilmiş kemik tozu |
| EP + KT_900 | %85 Epoksi + %15 (900 °C / 2 saat) Kalsine edilmiş kemik tozu |



Şekil 2. Kompozit numunelerinin üretim aşamaları

### Mekanik Karakterizasyon İşlemleri

Kompozitlerin mekanik performansını değerlendirmek amacıyla çekme testi ve Shore D sertlik ölçümleri uygulanmıştır. Çekme deneyleri, ISO 527-2 standardına uygun olarak Shimadzu marka çekme cihazında, 5 mm/dk çekme hızında gerçekleştirilmiştir. ISO 527-2 tip 5A standardına göre hazırlanan çekme numuneleri 70 mm uzunluğa, 12 mm genişliğe ve 2 mm kalınlığa sahiptir. Deneyler sonucunda her numune için gerilme–gerinim eğrileri elde edilmiş ve mekanik özellikler bu eğriler üzerinden hesaplanmıştır. Her bir kompozit türü için üç tekrar yapılmış, sonuçlar ortalama değerler üzerinden raporlanmıştır. Sertlik ölçümleri ise ASTM D2240 standardına uygun olarak Loyka marka DJ01D model Shore D sertlik cihazı kullanılarak yapılmış olup, her numune için beş tekrar gerçekleştirilmiştir. Elde edilen ölçümler istatistiksel olarak değerlendirilerek ortalama sertlik değerleri hesaplanmıştır.

Kompozit malzemelerin yorulma davranışını incelemek ve karşılaştırmak üzere, eğmeli yorulma test cihazında yorulma deneyleri gerçekleştirilmiştir. Deneylerde 70 mm uzunluğa, 12 mm genişliğe ve 2 mm kalınlığa sahip numuneler kullanılmıştır. Numuneler, biri sabit biri hareketli olan iki çene arasına sabitlenmiş ve 5 Hz sabit frekans şartlarında tekrarlı eğme hareketine maruz bırakılmıştır. Test numune kırılana kadar devam etmiş, numunenin dayanabildiği maksimum çevrim sayısı kaydedilmiştir. Bu testler her numune için 5 kere tekrarlanmış ve ortalama çevrim sayısı elde edilmiştir. Tüm numuneler için eğilme genliği değeri 1 mm olarak belirlenmiş, bu değere karşılık gelen çevrim sayıları karşılaştırılarak yorumlanmıştır.

### Tribolojik Performans Deneyleri

Kompozit malzemelerin tribolojik performansını belirlemek amacıyla ASTM G133 standardı esas alınarak doğrusal ileri–geri hareketli ball-on-flat aşınma deneyleri gerçekleştirilmiştir. Deneylerde aşındırıcı olarak 6 mm çapına sahip AISI 52100 bilya tercih edilmiştir. Aşınma

deneyleri iki farklı yük (10 N ve 20 N) ve iki farklı kayma hızı (40 mm/sn ve 55 mm/sn) parametrelerinde gerçekleştirilmiştir. Strok uzunluğu 10 mm, toplam kayma mesafesi ise 150 m olarak belirlenmiştir. Testler sonunda her numune için sürtünme katsayısı değerleri kaydedilmiştir. Deney öncesinde ve sonrasında numunelerin ağırlıkları 0.1 mg hassasiyete sahip hassas terazi ile ölçülmüş ve ağırlık kaybına bağlı aşınma miktarı hesaplanmıştır. Aşınma yüzeylerinde meydana gelen hasar türlerini değerlendirmek amacıyla, test sonrası oluşan aşınma izleri SEM analizi ile detaylı olarak incelenmiştir. Bu analizlerden elde edilen bulgular doğrultusunda kompozitlerde gelişen aşınma mekanizmaları karşılaştırmalı olarak yorumlanmıştır.

## Sonuçlar ve Tartışma

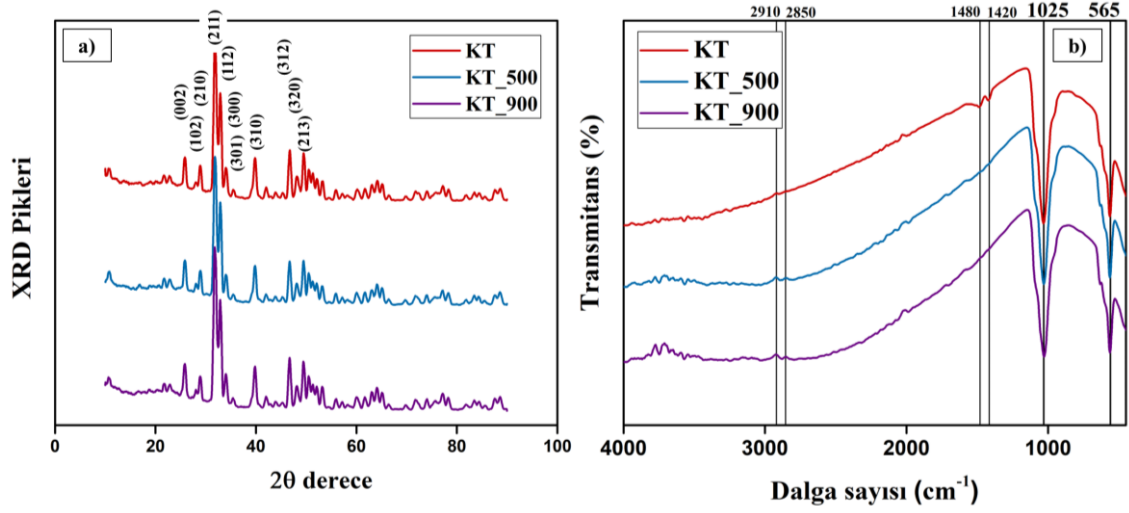
### Kimyasal ve Morfolojik Karakterizasyon Sonuçları

Kemik tozuna kalsinasyon işleminin (500 °C / 1 saat ve 900°C / 2 saat) uygulanmasının ardından kimyasal ve morfolojik değişimleri incelemek adına XRD, FTIR, SEM ve EDX-Mapping analizi gerçekleştirilmiştir. XRD analiz sonuçları Şekil 3a'da, FTIR sonuçları ise Şekil 3b'de verilmiştir. XRD analiz sonuçlarına göre, ısı işlem öncesi ve sonrası KT, KT\_500 ve KT\_900 numunelerinde  $2\theta \approx 31.8^\circ$ ,  $32.3^\circ$  ve  $32.9^\circ$  civarında gözlenen pikler sırasıyla hidroksiapatit fazına ait (211), (112) ve (300) kristal düzlemleriyle uyumludur. Bunun yanında  $2\theta \approx 25.9^\circ$  (002),  $46.7^\circ$  (222) ve  $49.5^\circ$  (213) civarındaki pikler de hidroksiapatit yapısını desteklemektedir. Ayrıca  $2\theta \approx 29.4^\circ$  bölgesinde gözlenen pik kalsit ( $\text{CaCO}_3$ ) fazı ile ilişkilendirilirken,  $39.9^\circ$  civarındaki kırınım bölgesi literatürde kalsit fazıyla birlikte değerlendirilebilmekle birlikte hidroksiapatit fazına ait (310) düzlemiyle de örtüşmektedir. Kalsinasyon sonrasında pik konumlarında belirgin bir kayma veya yeni baskın bir kırınım piki oluşmaması, uygulanan ısı işlemin hidroksiapatit esaslı ana kristal fazı değiştirmediğini göstermektedir. XRD desenlerinin genel olarak benzer kalması, kemik tozunun baskın inorganik fazının kalsinasyon sonrasında da korunduğunu ortaya koymaktadır. Bu nedenle kalsinasyon işlemi, yeni bir kristal faz oluşumundan çok organik bileşenlerin uzaklaştırılması ve mevcut mineral yapının korunması ile ilişkilendirilmiştir.  $31.78^\circ$  (211),  $32.266^\circ$  (112) ve  $32.951^\circ$  (300) düzlemlerine ait güçlü kırınım pikleri, kemik tozu içerisindeki hidroksiapatit esaslı apatit fazının altıgen kristal yapısıyla uyumludur [12], [16], [17]. KT, KT\_500 ve KT\_900 tozlarına ait FTIR spektrumları Şekil 3b'de, belirlenen karakteristik bantlar ise Tablo 2'de verilmiştir. FTIR analiz sonuçları incelendiğinde ise ısı işlem sonrası bazı piklerin şiddetinin arttığı, bazı piklerin ise kaybolduğu görülmektedir. 2850-2910  $\text{cm}^{-1}$  bölgesinde ısı işlemle birlikte geçirgenliğin arttığı görülmektedir. Bu bölge  $-\text{CH}_2 / -\text{CH}_3$  gerilmesine karşılık gelmekte ve ısı işlemle birlikte KT içerisindeki organik kalıntıların azaldığını göstermektedir [22], [23]. 1024  $\text{cm}^{-1}$  bölgesindeki pik C-O gerilmesine karşılık gelmektedir [24]. Ayrıca kemiğin yapısında bulunan fosfat sebebiyle 1024 ve 560  $\text{cm}^{-1}$  noktalarında  $\text{PO}_4$  titreşim pikleri meydana gelmiştir [23], [25], [26]. Elde edilen FTIR analizi sonuçları literatür ile uyumludur.

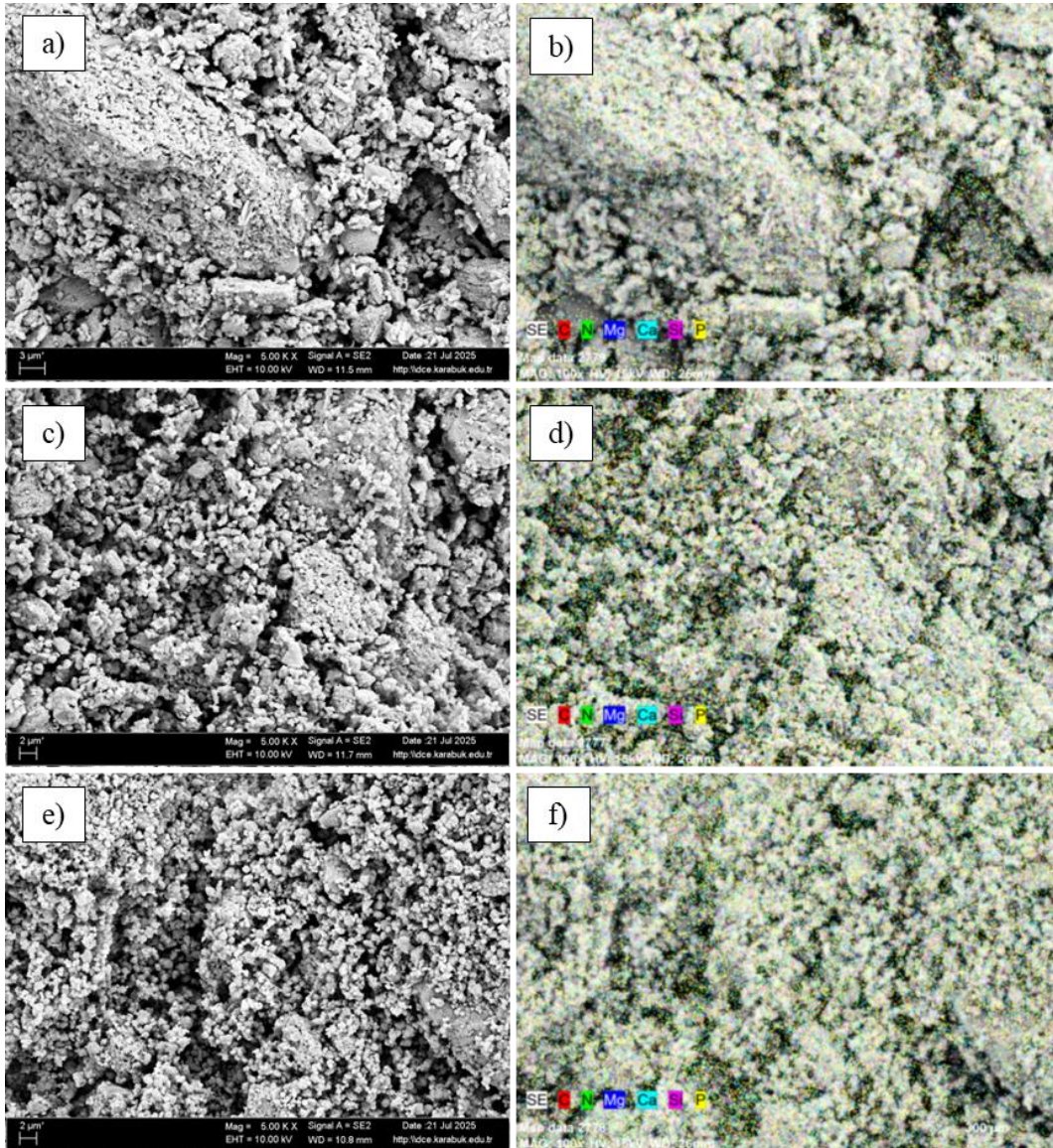
Tablo 2. FTIR analizinde elde edilen pikler ve referansları.

| Gözlenen Pikler ( $\text{cm}^{-1}$ ) | Titreşim Modu                           | Referans               |
|--------------------------------------|-----------------------------------------|------------------------|
| 565                                  | $\text{PO}_4 - \nu_4$ titreşimi         | [12], [23], [25], [26] |
| 1025                                 | C-O gerilmesi                           | [24]                   |
|                                      | $\text{PO}_4 - \nu_3$ titreşimi         | [12], [25], [26]       |
| 1420- 1480                           | $\text{CO}_3^{2-} /$ karbonat bantları  | [12], [22], [23]       |
| 2850- 2910                           | $-\text{CH}_2 / -\text{CH}_3$ gerilmesi | [22], [23]             |

Isıl işlem öncesi ve sonrası KT tozlarının morfolojik yapısını ve elementel dağılımını incelemek amacıyla SEM ve EDX-Mapping analizi gerçekleştirilmiştir. Elde edilen görüntüler Şekil 4'te verilmiştir. Şekil 4a ve 4b'de ısı işlem görmemiş KT tozuna ait SEM ve EDX-Mapping görüntüleri bulunmaktadır. Şekil 4a incelendiğinde tozların düzensiz, köşeli ve heterojen bir yapıya sahip olduğu görülmektedir. Ayrıca tozların büyük parçacıklar halinde topaklandığı görülmektedir. Buna sebep olarak organik kalıntıların varlığı gösterilebilir. Kemikteki organik ve inorganik fazlarının birlikte olması, tozların daha düzensiz ve topaklanmış gözükmesine sebep olmaktadır. EDX-Mapping analizinde elde edilen Ca ve P elementleri kemik yapısının inorganik (mineral) fazını temsil ederken, C ve N elementleri organik bileşenleri, Mg ve Si elementleri ise biyolojik kemikte bulunan iz elementleri göstermektedir. Şekil 4b incelendiğinde, KT tozu üzerinde Ca ve P elementlerinin homojen bir şekilde dağılmadığı görülmektedir. Bu da organik ve inorganik fazların iç içe olduğunu göstermektedir. Şekil 4c ve 4d'de KT\_500 tozuna ait SEM ve EDX-Mapping analiz sonuçları görülmektedir. Şekil 4c incelendiğinde tozların daha kompakt bir yapıya sahip olduğu, daha belirgin, granüler ve homojen bir yapının ortaya çıktığı görülmektedir. Burada ısı işlem ile birlikte organik fazın uzaklaştığı ve partiküllerin daha net sınırlar kazanmaya başladığı söylenebilir. Şekil 4d incelendiğinde ise Ca ve P elementlerin daha yoğun ve homojen bir dağılım gösterdiği anlaşılmaktadır. Bu da tozlar üzerindeki organik kalıntıların azaldığını göstermektedir. Şekil 4e ve 4f'de KT\_900 tozuna ait SEM ve EDX-Mapping görüntüleri bulunmaktadır. Şekil 4e incelendiğinde, toz taneciklerinin daha belirgin ve dairesel yapıda olduğu açıkça görülmektedir. Taneciklerin birbirlerinden net bir şekilde ayrılmış olduğu, daha granüler ve sert yapıda olduğu anlaşılmaktadır. Bu görüntü, organik fazın çok büyük bir kısmının ortamdan uzaklaştığını ve kristallenmenin arttığını göstermektedir. Şekil 4f incelendiğinde de Ca ve P elementlerinin yoğunluğunun oldukça arttığı, tamamen homojen bir şekilde dağıldığı açıkça görülmektedir. Dolayısıyla, ısı işlem ile birlikte KT tozunda organik fazın uzaklaştığı, mineral fazın baskınlaştığı, kristallenmenin arttığı ve partikül yapılarının daha dairesel ve belirgin bir form kazandığı elde edilen XRD, FTIR, SEM ve EDX-Mapping verileri ile doğrulanmaktadır.



Şekil 3. KT, KT\_500 ve KT\_900 tozlarına ait XRD ve FTIR analiz sonuçları.



Şekil 4. KT tozlarının SEM (a, c, e) ve EDX-Mapping (b, d, f) görüntüleri.

## Mekanik Karakterizasyon Sonuçları

### Sertlik Ölçümü Sonuçları

Kompozit numunelerin sertlik ölçümü Shore D ölçüm metoduna göre gerçekleştirilmiştir. Saf epoksi (EP) numunesinin sertlik değeri 81.80 olarak ölçülmüştür (Şekil 5a). Kemik tozu (KT) ilavesiyle birlikte tüm kompozit numunelerde sertlik değerlerinde belirgin bir artış gözlenmiştir ve EP + KT numunesinde sertlik 88.75'e yükselmiştir. Bu artış, kemik tozunun içerdiği sert inorganik fazların matrisin deformasyona karşı direncini artırmasıyla ilişkilendirilebilir [27], [28]. Kalsine edilmiş kemik tozu kullanılan EP + KT\_500 ve EP + KT\_900 numunelerinde sertlik değerleri sırasıyla 89.12 ve 89.90 olarak ölçülmüş, en yüksek sertlik EP + KT\_900 numunesinde elde edilmiştir (Şekil 5a). Isıl işlem sırasında kemik yapısındaki organik bileşenlerin uzaklaşması ve mineral faz oranının artması, takviye partiküllerinin rijitliğini artırarak kompozit sertliğine olumlu katkı sağlamıştır. Benzer şekilde, literatürde kemik tozu ve kemik külü takviyeli polimer kompozitlerde ısıtma işlemi veya küleştirme sonrası sertlik artışı rapor edilmiştir [14], [29]. Kompozit numunelere ait sertlik, çekme dayanımı ve kopma uzaması değerleri Tablo 3'te verilmiştir. Elde edilen sonuçlar, atık ve doğal kaynaklı takviye katkıların uygun şekilde işlenmesi durumunda epoksi matrisli kompozitlerin sertlik değerlerinin önemli ölçüde geliştirilebileceğini göstermektedir.

### Çekme Deneyi Sonuçları

Tablo 3. Numunelerin sertlik ve çekme deneyi sonuçları.

| Malzeme     | Sertlik<br>(Shore D) | Çekme<br>Dayanımı<br>(MPa) | Kopma<br>Uzaması<br>(%) |
|-------------|----------------------|----------------------------|-------------------------|
| EP          | 81.80                | 37.73                      | 4.20                    |
| EP + KT     | 88.75                | 30.89                      | 1.32                    |
| EP + KT_500 | 89.12                | 37.20                      | 1.71                    |
| EP + KT_900 | 89.90                | 39.09                      | 1.80                    |

Kompozit malzemelere ait çekme dayanımı ve kopma uzaması değerleri Tablo 3'te, gerilim–gerinim eğrileri ise Şekil 5b'de verilmiştir. EP numunesinin çekme dayanımı 37.73 MPa ve kopma uzaması %4.20 olarak ölçülmüştür. EP numunesi, gerilim – gerinim eğrilerinde daha sünek bir davranış sergileyerek daha yüksek uzama değerlerine ulaşmıştır. Kemik tozu ilavesiyle birlikte EP + KT numunesinde çekme dayanımı 30.89 MPa değerine düşerken kopma uzaması %1.32'ye gerilemiştir. Bu durum, takviye ilavesiyle malzemenin daha gevrek bir davranış göstermesi ve takviye – matris arayüzünde gerilme yığılmalarının oluşmasıyla ilişkilendirilebilir. Benzer şekilde, literatürde doğal ve atık takviyeli epoksi ve termoplastik kompozitlerde dolgu ilavesi sonrası kopma uzamasında belirgin azalmalar rapor edilmiştir [18], [30]. Isıl işlem uygulanmış kemik tozu kullanılan EP + KT\_500 ve EP + KT\_900 numunelerinde çekme dayanımı sırasıyla 37.20 MPa ve 39.09 MPa olarak ölçülmüştür. Özellikle EP + KT\_900 numunesi, saf epoksiye kıyasla daha yüksek çekme dayanımı sergilemiştir. Bununla

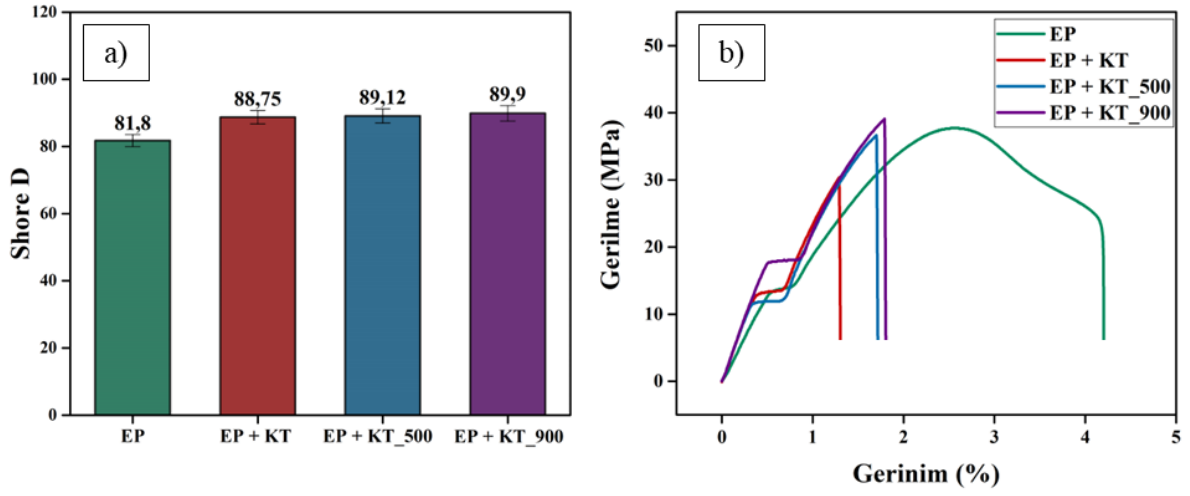
birlikte, her iki numunede de kopma uzaması değerleri (%1.71–1.80) EP'ye göre düşük kalmıştır. Bu sonuçlar, ısıtma işlemin çekme dayanımını iyileştirdiğini ancak kompozitlerin genel olarak daha rijit ve sınırlı sünekliğe sahip olduğunu göstermektedir. Literatürde yer alan benzer çalışmalarda, partikül takviyeli kompozit malzemelerde çekme performanslarının yalnızca takviye malzemesine değil, takviye oranına, partiküllerin matris içerisindeki dağılımına ve takviye – matris arayüzünün niteliğine de bağlı olduğu belirtilmektedir. Homojen partikül dağılımı ve güçlü ara yüzey bağlanması yük aktarımını iyileştirirken, aglomerasyon mekanik performansı olumsuz olarak etkileyebilmektedir [31], [32]. Bu durumda, EP + KT\_900 numunesinde elde edilen daha yüksek çekme dayanımı sonucu, kalsinasyon işlemi sonrasında partikül dağılımının ve takviye – matris ara yüzeyinin iyileşmesiyle ilişkilendirilebilir.

Kompozit malzemelerin kırılma sonrası yüzey yapısını görüntülemek amacıyla kesit alanından SEM analizi gerçekleştirilmiştir (Şekil 6). Kompozit kesit alanı 300x ve 1000x yakınlaştırma oranı ile incelenmiş, partiküllerin dağılımı, yüzeyin morfolojik yapısı değerlendirilmiştir. Şekil 6a ve 6b EP + KT kompozitine ait SEM görüntülerini vermektedir. Bu görüntüler incelendiğinde, kırılma yüzeyinin daha pürüzlü ve düzensiz bir yapıya sahip olduğu görülmektedir. Bu düzensiz yüzey KT partiküllerinin bazı bölgelerde toplanmaya, bazı bölgelerde ise boşluklara sebep olması ile açıklanabilir. Bu durum takviye/matris arasındaki ıslanmanın iyi olmadığını ve kompozit mikroyapısının her noktada aynı kaliteye sahip olmadığını göstermektedir.

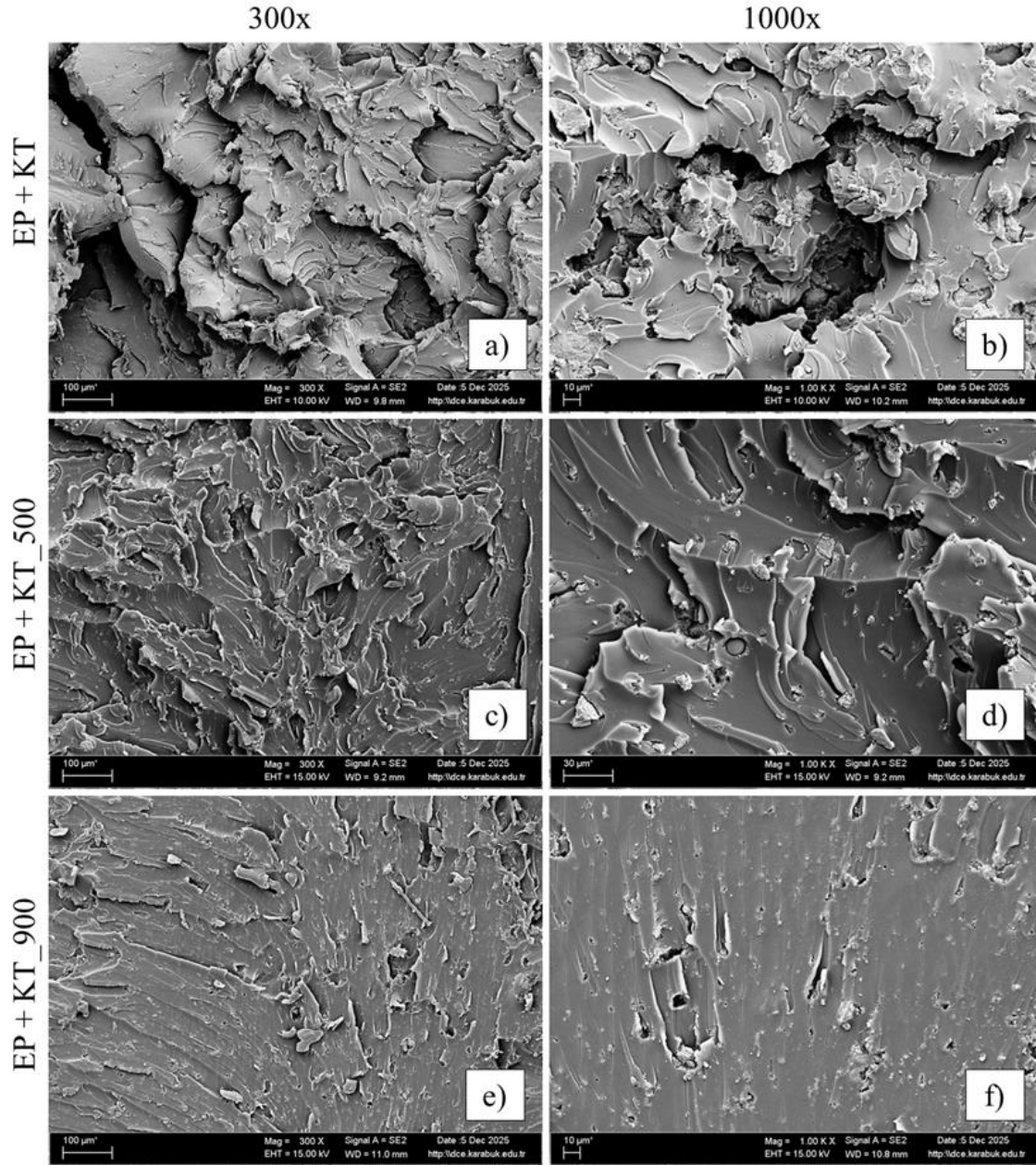
Şekil 6c ve 6d EP + KT\_500 kompozitine ait SEM görüntülerini vermektedir. Bu görüntüler incelendiğinde kırılma yüzeyinin daha düzenli ve homojen bir dağılıma sahip olduğu görülmektedir. Yüzeydeki boşluk ve aglomerasyon miktarının azaldığı, bu sayede matris bileşeninin takviye partiküllerini daha iyi ıslattığı görülmektedir. Isıl işlemle birlikte KT partiküllerinin içeriğindeki organik kalıntıların azalması, tozu daha mineral karakterli bir yapıya dönüştürmüştür. Bu da KT partiküllerinin matris içerisindeki tutunmasını artırmıştır.

Şekil 6e ve 6f EP + KT\_900 kompozitine ait SEM görüntülerini vermektedir. Bu görüntüler incelendiğinde, en düzenli ve homojen dağılıma sahip kompozit yüzeyinin KT\_900 tozu ile elde edildiği anlaşılmaktadır. En düşük boşluk ve aglomerasyon oluşumu bu yüzeyde gözlemlenmektedir. Yüzeyin daha kompakt, takviye parçacıklarının matris içerisinde daha homojen bir şekilde dağılmış ve gömülmüş durumda olduğu açıkça görülmektedir. 900° C'de 2 saatlik ısıtma işlemi ile birlikte KT içerisinde bulunan organik kalıntıların çok büyük bir kısmı uzaklaşmış, kristalleşme artmış ve tozlar mineral karaktere sahip olmuştur. Bu durum, tozların sertliğinin artmasına, partikül yapılarının daha dairesel ve belirgin bir form kazanmasına sebep olmuştur. Bu da matrisin, takviye partiküllerini daha etkin bir şekilde ıslatmasına ve daha kararlı bir dağılımın gerçekleşmesine katkı sağlamıştır. Elde edilen SEM görüntüleri, çekme ve sertlik sonuçları ile de doğrudan örtüşmektedir. Kalsinasyon işlemi uygulanmamış KT partikülleri, kompozit malzeme içerisinde boşluk ve aglomerasyonun meydana gelmesine sebep olmuştur. Malzemenin mikroyapısında boşluk ve aglomerasyonun

meydana gelmesi kompozit içerisinde gerilme yığılmalarına ve malzeme içerisinde zayıf bölgelerin meydana gelmesine sebep olmaktadır. Kompozit malzeme içerisinde homojen bir dağılımın elde edilmesi ise malzemenin yük taşıma kapasitesini artırmakta ve mekanik yükler altında daha kararlı davranmasını sağlamaktadır.



Şekil 5. Kompozit numunelerin sertlik (a) ve çekme (b) deney grafikleri.



Şekil 6. Kompozit numunelerin kırılma yüzeyi SEM görüntüsü.

### Yorulma Deneyi Sonuçları

Bu çalışmada gerçekleştirilen eğmeli yorulma deneyleri, kompozitlerin S-N eğrisini oluşturmak veya yorulma ömrünü belirlemek amacıyla gerçekleştirilmemiştir. Buradaki amaç, kompozitlerin mekanik davranışlarını sabit bir yükleme koşulu altında karşılaştırmalı olarak değerlendirmektir. Bu doğrultuda, tüm numuneler için eğilme genliği 1 mm olarak belirlenmiş ve deney parametreleri tüm numuneler için sabit tutulmuştur. Deneyler numune kopana kadar devam etmiş ve her numuneden 5 tekrarlı olacak şekilde gerçekleştirilmiştir. Elde edilen çevrim sayısı verilerinin ortalaması alınarak Tablo 4 oluşturulmuştur. Bu doğrultuda kompozit malzemelerin sabit bir deformasyon genliği altında gösterdiği göreceli dayanım performansı yorumlanmıştır.

Tablo 4. 1 mm sabit eğilme genliği ile elde edilen maksimum çevrim sayısı.

| Malzeme     | Eğilme Genliği | Çevrim Sayısı |
|-------------|----------------|---------------|
| EP          | 1 mm           | 368.927       |
| EP + KT     | 1 mm           | 180.413       |
| EP +KT_500  | 1 mm           | 295.253       |
| EP + KT_900 | 1 mm           | 326.816       |

Elde edilen çevrim sayıları sırasıyla EP malzemesi için 368.927, EP + KT kompoziti için 180.413, EP +KT\_500 kompoziti için 295.253, EP + KT\_900 kompoziti için ise 326.816 şeklinde bulunmuştur. Buna göre en yüksek çevrim sayısını veren malzeme saf EP iken, kompozitlerde en yüksek yorulma dayanımını veren malzeme EP + KT\_900 olmuştur. EP malzemesine KT tozu ile takviye uygulaması, malzemede sertlik ve rijitliği artırırken yorulma dayanımının düşmesi ile

sonuçlanmıştır. Takviyesiz, saf EP malzemesinin homojen yapısı matrisin her noktada sürekliliğini korumasını sağlamaktadır. Bu durum malzeme iç yapısında gerilim birikiminin ve çatlak başlama bölgelerinin oluşumunu engellemiştir. Kompozitlerde ise matris ve takviye partikülleri arasındaki uyumsuzluklar, malzeme iç yapısındaki mikro boşluklar ve süreksizlikler malzeme içerisinde gerilim yığılmasına sebep olmuştur. Bu da malzeme içerisinde çatlak başlatma ve ilerleme davranışını artırmıştır. Malzeme içerisinde topaklanma ve boşlukların en çok meydana geldiği EP + KT kompozitinde yorulma dayanımının diğer kompozitlere oranla oldukça düşmüş olması bu durumun bir sonucudur. Elde edilen bu veriler sertlik ve çekme sonuçlarıyla uyumludur. S.E. Kültürel, kalsit dolgu polipropilen matrisli kompozit malzemelerin yorulma davranışını incelediği çalışmada, düşük frekans ve gerilme genliği değerlerinde malzemede mekanik yorulma hasarının meydana geldiğini ifade etmiştir. Bu hasar tipinde malzeme içerisinde bulunan çatlakların tekrarlı yüklemeye sonucunda ilerleyerek kritik bir büyüklüğe ulaştığını ve bunun sonunda da malzemenin iki parçaya bölünerek kırılmaya uğradığını ifade etmiştir [33].

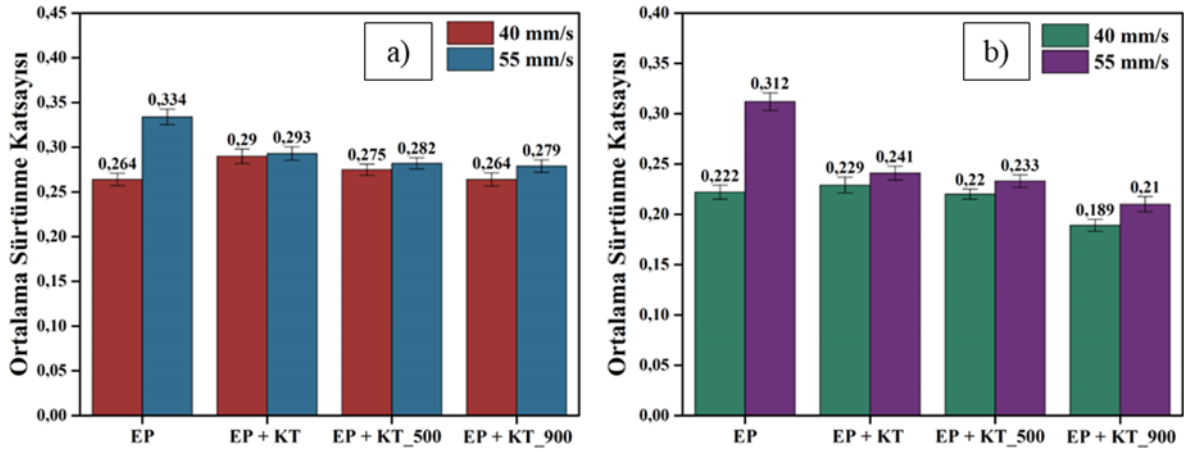
### Tribolojik Karakterizasyon Sonuçları

Şekil 7’te farklı yük ve hız koşullarında elde edilen ortalama sürtünme katsayısı değerleri verilmiştir. 20 N yük altındaki deney sonuçları (Şekil 7a) incelendiğinde, saf epoksi numunesinde ortalama sürtünme katsayısı değeri 40 mm/s hızda 0.264, 55 mm/s hızda ise 0.334 olarak belirlenmiştir. Kemik tozu takviyesinin (EP + KT) eklenmesiyle bu değerler 0.29 ve 0.293 seviyelerine gerilemiştir. Isıl işlem görmüş kemik tozu içeren numunelerde ise daha belirgin düşüşler gözlenmiştir. EP + KT\_500 numunesinin ortalama sürtünme katsayısı değerleri 40 mm/s’de 0.275, 55 mm/s’de 0.282, EP + KT\_900 numunesinin ortalama sürtünme katsayısı değerleri ise sırasıyla 0.264 ve 0.279 olarak belirlenmiştir.

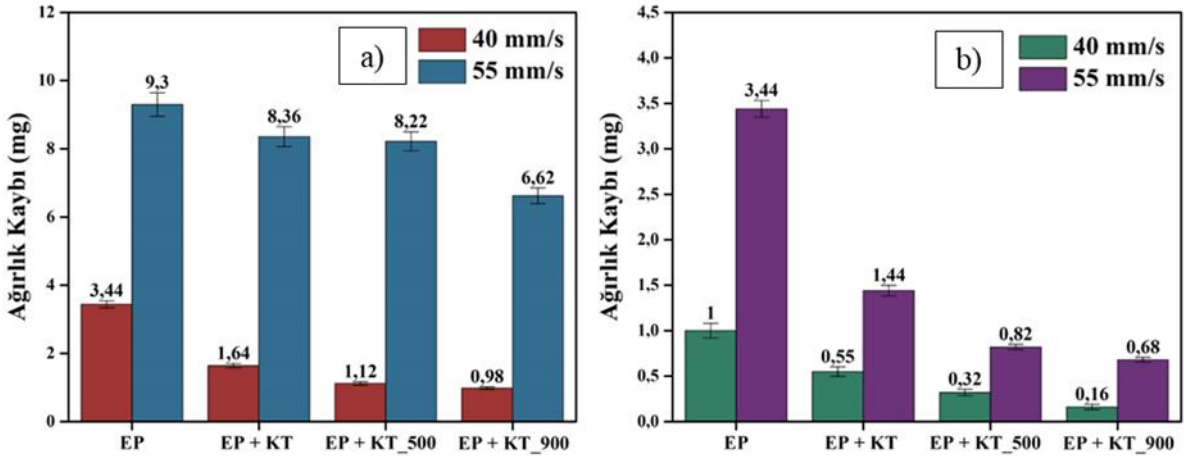
10 N yük altındaki sonuçlar (Şekil 7b) incelendiğinde benzer şekilde sürtünme katsayısının takviye ilavesiyle azaldığı yönündedir. Saf epoksinin ortalama sürtünme katsayısı değeri 40 mm/s’de 0.222, 55 mm/s’de 0.312 iken, kemik külü içeren EP + KT\_900 numunesinde bu değerler sırasıyla 0.189 ve 0.21 olarak belirlenmiştir. Bu sonuçlar, takviye malzemesinin özellikle düşük yük koşullarında sürtünmeyi daha kararlı hâle getirdiğini göstermektedir. Elde edilen sonuçlar, literatürdeki benzer doğal takviye çalışmalarıyla da uyumludur. Asuke vd. [14] kemik külü takviyeli polipropilen kompozitlerde %25 takviye oranında aşınma direncinin maksimuma ulaştığını belirtmiştir. Kamalbabu vd. [9] gerçekleştirdikleri çalışmada, mürekkep balığı kemiği tozu takviyeli epoksi kompozitlerde partikül boyutunun azalmasıyla dağılımın homojenleştiğini ve aşınma direncinin arttığını belirtmiştir. Ayrıca, düşük yük

koşullarında temas basıncının sınırlı kalması, yüzey deformasyonunu ve yüzeyden partikül kopmasını azaltmaktadır. Bu durum, kalsine edilmiş kemik tozu partiküllerinin yük taşıyıcı etkisinin korunmasına ve aşındırıcı bilya ile epoksi matris arasındaki doğrudan temasın sınırlandırılmasına katkı sağladığını göstermektedir. Yükün artmasıyla birlikte temas basıncı ve kayma gerilmeleri yükselmekte ve bununla beraber matris deformasyonu, partikül kopmaları ve üçüncü cisim abrasif aşınma eğilimleri belirgin hale gelmektedir. Bu durum, oluşabilecek transfer filminin sürekliliğini ve takviyenin sürtünme davranışı üzerindeki olumlu etkisini sınırlandırabilmektedir. Elde edilen sonuçlar, literatürde düşük yük koşullarında sürtünme katsayısının azaldığını gösteren benzer çalışmalarla uyumludur [31], [34].

Şekil 8’de, aşınma sonrası elde edilen ağırlık kaybı değerleri verilmiştir. 20 N yük altındaki deney sonuçları (Şekil 8a) incelendiğinde, saf epoksi numunesinin 40 mm/s hızda 3.44 mg, 55 mm/s hızda ise 9.3 mg ağırlık kaybı gösterdiği belirlenmiştir. Kemik tozu takviyesi (EP + KT) ile bu değerler sırasıyla 1.64 mg ve 8.36 mg’a gerilemiştir. EP + KT\_500 numunesinde ağırlık kayıpları 1.12 mg ve 8.22 mg, EP + KT\_900 numunesinde ise 0.98 mg ve 6.62 mg olarak ölçülmüştür. 10 N yük altındaki sonuçlar da (Şekil 8b) 20 N yük altındaki sonuçlarla benzerlik göstermektedir. Saf epoksinin ağırlık kaybı 40 mm/s hızda 1 mg, 55 mm/s hızda 3.44 mg olarak belirlenmiştir. Kemik tozu takviyeli numunelerde bu değerler sırasıyla EP + KT numunesi için 0.55 mg ve 1.44 mg, EP + KT\_500 numunesi için 0.32 mg ve 0.82 mg ve EP + KT\_900 numunesi için 0.16 mg ve 0.68 mg olarak belirlenmiştir. Bu bulgular, hız artışının tüm numunelerde aşınmayı artırdığını, ancak takviye ilavesiyle bu artışın belirgin biçimde sınırlanabildiğini ortaya koymaktadır. Bu durum, sürtünme sırasında artan sıcaklığın matrisin lokal yumuşamasına ve takviye – matris bağlarının zayıflamasına neden olmasıyla açıklanabilir. Ancak kalsine edilmiş (500 °C ve 900 °C) kemik tozu içeren numunelerde, takviye yapısında oluşan sert inorganik/mineral fazlar bu olumsuz etkiyi önemli ölçüde dengelemektedir. Bu fazlar, aşınma yüzeyinde yük taşıyıcı bölgeler oluşturarak aşınma izlerinin derinliğini sınırlamaktadır [30], [35], [36]. Benzer şekilde, literatürde Ca – Mg – P esaslı seramik fazların tribolojik temas sırasında yüzey sertliğini artırarak aşınma oranını düşürdüğü ve yüksek sıcaklıklarda dahi tribolojik kararlılığı koruduğu bildirilmektedir [37]. Bu mekanizma, bu çalışmada özellikle EP + KT\_900 numunesinde gözlenen düşük ağırlık kaybı değerleriyle örtüşmektedir.



Şekil 7. Ortalama sürtünme katsayısı verileri a) 20 N yük altında, b) 10 N yük altında.



Şekil 8. Ağırlık kaybı verileri a) 20 N yük altında, b) 10 N yük altında.

Aşınma sonrası elde edilen yüzeylerin morfolojik yapısını ve yüzeyde meydana gelen aşınma mekanizmalarını değerlendirmek amacıyla aşınma izi üzerinden 100x ve 500x yakınlaştırma oranıyla SEM analizi gerçekleştirilmiştir (Şekil 9). Şekil 9a ve 9b, saf epoksiye ait aşınma izini göstermektedir. Bu görüntüler incelendiğinde, oldukça pürüzlü bir yüzeyin meydana geldiği görülmektedir. Yüzeyde düzensiz ve koparak ilerleyen bir aşınma izinin meydana geldiği, iz üzerinde derin çatlakların ve yarıkların bulunduğu görülmektedir. Epoksi, düşük sertliğe ve düşük yük taşıma kapasitesine sahiptir. Karşı yüzeyle teması sonucunda yüksek oranda plastik deformasyon meydana gelmektedir. Tekrarlı yükler altında mikro çatlak oluşumu meydana gelmekte, çatlak ilerlemesi sonucunda da çukur ve kopmalar meydana gelmektedir. Bununla birlikte aşındırıcı malzemenin (AISI 52100 çelik bilya) yüksek sertliği, temas noktasında lokal sıcaklık artışına ve matrisin yüzeyden koparak parça transferinin gerçekleşmesine neden olmuştur. Yüzeydeki düzensiz yırtılmalar, epoksi yüzeyinden kopan parçacıkların çelik yüzeye yapışıp tekrar ayrılması sonucunda meydana gelmektedir [37].

Şekil 9c ve 9d EP + KT kompozitine ait aşınma izinin SEM görüntülerini göstermektedir. Bu görüntüler incelendiğinde yüzey morfolojisinin saf epoksiye göre daha düzgün, daha az derin yarıklar içeren ve daha kontrollü aşınma izleri

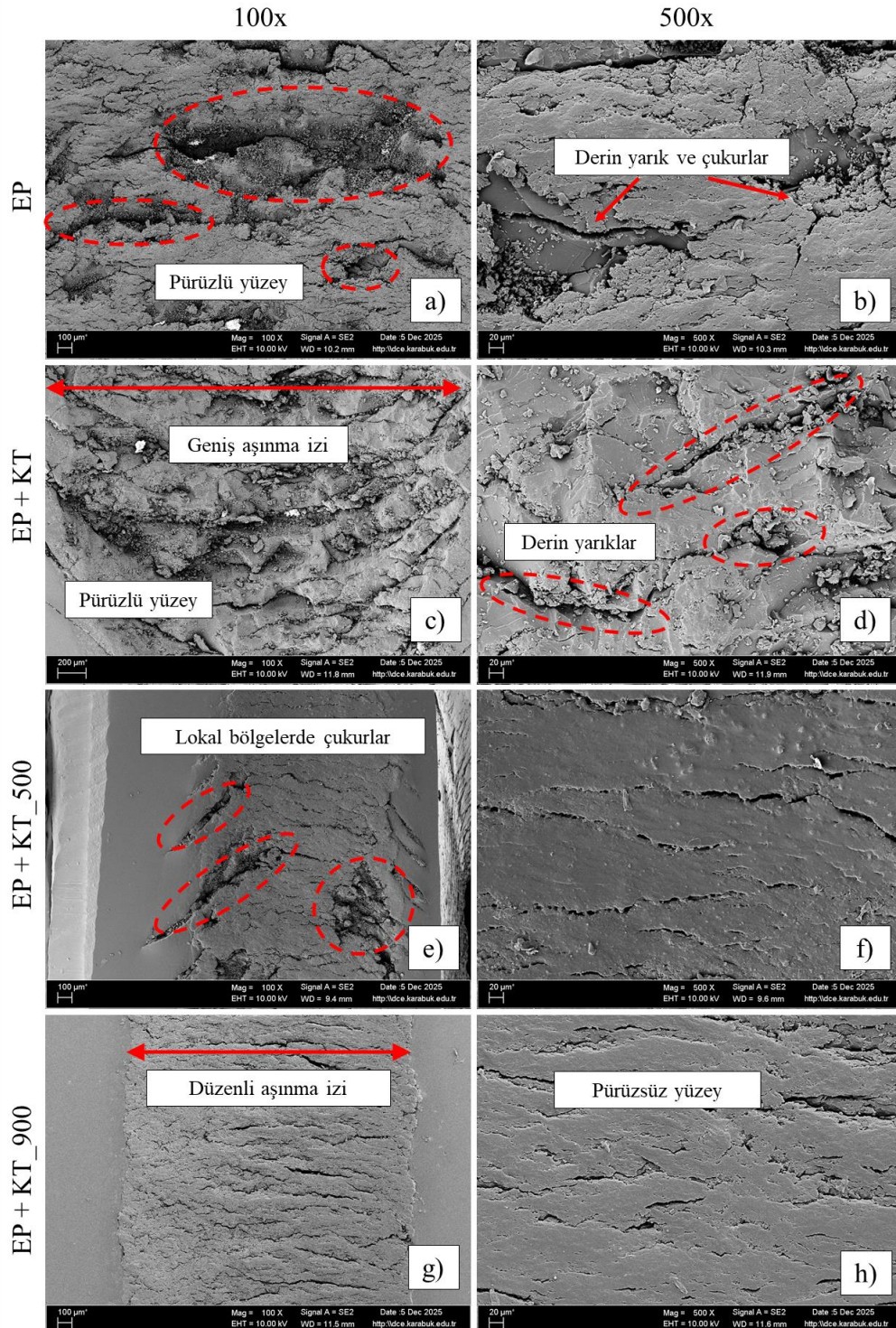
sergilediği görülmektedir. Bu durum, kemik tozu partiküllerinin sürtünme sırasında yük taşıma kapasitesini artırarak plastik deformasyonu kısıtladığını ve daha kontrollü bir abrasif aşınma davranışı sağladığını göstermektedir [38]. Ancak bu aşınma yüzeyinde de yer yer parçacık kopması ve derin yarıklar meydana gelmiştir. Isıl işlem uygulanmamış KT partikülleri, epoksi içerisinde homojen bir dağılım gösteremediği için malzeme iç yapısında boşluk ve aglomerasyon oluşumuna sebep olmuştur. Bu durum malzemenin içerisinde gerilme yığılmalarının meydana gelmesine ve malzeme içerisinde zayıf bölgelerin oluşmasına sebep olmuştur. Aşınma esnasında malzemenin kopan parçacıklar aşındırıcı gibi davranarak malzemenin daha fazla aşınmasına sebep olmuştur.

Şekil 9e ve 9f EP + KT\_500 kompozitine ait aşınma izinin SEM görüntülerini vermektedir. Bu görüntüler incelendiğinde, EP ve EP + KT malzemelerine göre aşınma oranının azaldığı fakat yer yer lokal çukurların oluştuğunu görülmektedir. Bu kompozit malzemede meydana gelen aşınma izi daha dar ve düzenli bir görünüme sahiptir. Kalsinasyon işlemi ile birlikte partikül yapısının daha dairesel, belirgin bir yapıya sahip olması ve malzemenin sertliğinin artması kompozit malzemenin tribolojik performansının artmasına katkı sağlamıştır. Isıl işlemle birlikte kemik tozu partiküllerinin oluşturduğu sert

inorganik/mineral fazlar, matris içerisinde yük taşıyıcı bölgeler meydana getirmiştir. Bu bölgeler, sürtünme sırasında matris deformasyonunu sınırlamış ve karşı yüzeye doğrudan teması azaltarak daha kararlı bir aşınma davranışı sağlamıştır [19], [39].

Şekil 9g ve 9h'de EP + KT 900 kompozitine ait aşınma izinin SEM görüntüleri verilmiştir. Görüntüler incelendiğinde aşınma izinin diğer numunelere göre oldukça düzenli ve pürüzsüz bir yüzeye sahip olduğu görülmektedir. Aşınma esnasında sığ ve düzenli mikro-izlerin oluştuğu görülmektedir. Derin yarık ve çukur oluşumunun oldukça azaldığı net bir şekilde gözlemlenmektedir. 900 °C sıcaklıkta

2 saatlik ısıtım işlem sonrasında KT partiküllerinin kristallığı ve mineral saflığı artmış, morfolojik yapısı gelişmiştir. Kütleştirme işlemi ile birlikte KT partiküllerinde meydana gelen sert ve inorganik fazlar, karşı yüzeye doğrudan teması azaltmış, aşınma izlerinin derinliğini sınırlamış ve kararlı bir sürtünme davranışı sağlamıştır. Bu doğrultuda matris içerisinde homojen bir dağılım elde edilmiştir. Bu durum malzemenin hem mekanik hem de tribolojik performansına katkı sağlamıştır. EP + KT 900 kompozitinde elde edilen bu iyileşme, dolgu-matris arayüzünün güçlenmesi ve parçacık kopmasının engellenmesiyle ilişkilendirilebilir [40].



Şekil 9. Kompozitlerin aşınma yüzeyi SEM görüntüleri.

## Sonuçlar

Bu çalışma kapsamında, sığır kemik tozuna uygulanan kalsinasyon işleminin polimer kompozit malzemelerin kimyasal, mekanik, morfolojik ve tribolojik özellikleri üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Bu doğrultuda sığır kemiği partikülleri iki farklı sıcaklık ve bekleme süresi parametreleri altında kalsinasyon işlemine tabi tutulmuştur. Isıl işlem görmemiş kemik tozu ve kalsine edilmiş kemik tozları epoksi matrisi ile karıştırılarak döküm yöntemi ile kompozit numuneler elde edilmiştir. Bu numunelere sertlik ölçümü, çekme deneyi, yorulma deneyi ve aşınma testi gerçekleştirilmiştir. Deney ve analizler sonucu elde edilen veriler sayısal ve görsel olarak ele alınmış ve tartışılmıştır. Elde edilen sonuçlar aşağıda verilmektedir:

1. EP numunesinin sertlik değeri 81.80 olarak ölçülürken, KT ilavesiyle sertlik yaklaşık %8.5 artarak 88.75'e yükselmiştir. EP + KT\_500 ve EP + KT\_900 numunelerinde sertlik sırasıyla yaklaşık %9 ve %10 oranında artmış, en yüksek değer EP + KT\_900 numunesinde elde edilmiştir.
2. EP numunesinin çekme dayanımı 37.73 MPa ve kopma uzaması %4.20 olarak belirlenirken, KT ilavesi dayanımı yaklaşık %18 azaltarak 30.89 MPa değerine, kopma uzamasını ise yaklaşık %69 düşürerek %1.32'ye getirmiştir. EP + KT\_500 numunesi EP numunesine yakın değer gösterirken, EP + KT\_900 numunesi yaklaşık %3.6 daha yüksek dayanım (39.09 MPa) sergilemiştir.
3. SEM analizleri, ısıl işlem uygulanmamış KT içeren kompozitte belirgin boşluklar ve aglomerasyonlar oluştuğunu ve arayüzey uyumunun zayıf olduğunu göstermiştir. KT\_500 ve KT\_900 takviyesi içeren numunelerde ise daha homojen, kompakt ve iyi ıslanmış bir mikroyapı elde edilmiş, boşluk ve topaklanmalar önemli ölçüde azalmıştır.
4. Yorulma testlerinde en yüksek çevrim sayısı EP numunesinde (368.927) elde edilirken, KT ilavesi çevrim sayısını yaklaşık %51 azaltarak 180.413'e düşürmüştür. Kalsinasyon işlemi uygulanmış KT içeren kompozitlerde yorulma dayanımı belirgin şekilde iyileşmiştir. EP + KT\_500 ve EP + KT\_900 numunelerinde çevrim sayıları sırasıyla 295.253 ve 326.816 olarak belirlenmiş, kompozitler arasında en yüksek değer EP + KT\_900 numunesinde elde edilmiştir.
5. Aşınma testlerinde 20 N yük altında KT ilavesi sürtünme katsayısını genel olarak azaltmış, özellikle EP + KT\_900 numunesinde değerler saf epoksiye göre yaklaşık %16'ya varan oranda düşmüştür. 10 N yük altında bu iyileşme daha belirgin hale gelerek EP + KT\_900 numunesinde sürtünme katsayısı 40 mm/s'de yaklaşık %15, 55 mm/s'de ise yaklaşık %33 oranında azalmıştır.
6. Aşınma testlerinde hız artışı tüm numunelerde ağırlık kaybını artırmıştır; ancak kemik tozu ilavesi bu artışı belirgin şekilde sınırlandırmıştır. 20 N yük altında EP + KT\_900 numunesinde ağırlık kaybı, saf epoksiye göre 40 mm/s'de yaklaşık %72, 55 mm/s'de ise yaklaşık %29 azalmıştır. Benzer şekilde 10 N yük altında en düşük ağırlık kaybı EP

+ KT\_900 numunesinde elde edilmiş ve saf epoksiye kıyasla 40 mm/s'de yaklaşık %84, 55 mm/s'de yaklaşık %80 oranında iyileşme sağlanmıştır.

7. Aşınma yüzeyi SEM analizleri, EP numunesinin derin çatlaklar, yarıklar ve yoğun plastik deformasyon içeren düzensiz bir aşınma mekanizması sergilediğini göstermiştir. KT ilavesiyle yüzey daha kontrollü hale gelmiş olsa da ısıl işlem uygulanmamış numunede aglomerasyon ve parçacık kopmaları nedeniyle lokal hasarlar gözlenmiştir. KT\_500 ve KT\_900 takviyesi içeren kompozitlerde ise daha düzenli, sıg ve paralel aşınma izleri oluşmuş; derin yarık ve çukur oluşumu belirgin şekilde azalmıştır.
8. Bu çalışmada uygulanan 500 °C sıcaklık, kemik tozu yapısındaki nemin uzaklaştırıldığı ve organik bileşenlerin önemli ölçüde bozunmaya başladığı ara bir kalsinasyon basamağı olarak değerlendirilmiştir. Buna karşılık 900 °C'de gerçekleştirilen kalsinasyon, organik fazın büyük ölçüde uzaklaşması ve mineral fazın baskın hale gelmesi açısından daha etkili olmuştur. Bu nedenle 500 °C'de gerçekleştirilen işlem tam kalsinasyon için yeterli bir sıcaklık olarak değil, kısmi ısıl bozunma ve ara yapısal dönüşüm basamağı olarak ele alınmıştır. XRD sonuçlarında hidroksiapatit esaslı ana yapının korunması, FTIR analizinde organik gruplara ait bant şiddetlerinin zayıflaması ve SEM/EDX sonuçlarında Ca-P dağılımının daha homojen hale gelmesi kalsinasyon sıcaklığının artmasıyla kemik tozunun yapısal olarak daha kararlı bir takviye fazına dönüştüğünü desteklemektedir.

## Etik kurul onayı ve çıkar çatışması beyanı

Hazırlanan makalede etik kurul izni alınmasına gerek yoktur. Hazırlanan makalede herhangi bir kişi/kurum ile çıkar çatışması bulunmamaktadır.

## Teşekkür ve destek beyanı

Bu çalışma TÜBİTAK 2209-A Üniversite Öğrencileri Araştırma Projeleri Destekleme Programı, 1919B012401588 numaralı proje kapsamında desteklenmiştir. Sağlanan destek için teşekkür ederiz.

## Kaynaklar

- [1] S. Frackowiak, J. Ludwiczak, and K. Leluk, "Man-Made and Natural Fibres as a Reinforcement in Fully Biodegradable Polymer Composites: A Concise Study," *Journal of Polymers and the Environment*, vol. 26, no. 12, pp. 4360–4368, 2018, doi: 10.1007/s10924-018-1301-9.
- [2] S. Z. Rogovina, "Biodegradable polymer composites based on synthetic and natural polymers of various classes," *Polymer Science - Series C*, vol. 58, no. 1, pp. 62–73, 2016, doi:

10.1134/S1811238216010100.

2004, doi: 10.3363/prb1992.17.0\_21.

- [3] F. O. Edoziuno, R. O. Akaluzia, B. U. Odoni, and S. Edibo, "Experimental study on tribological (dry sliding wear) behaviour of polyester matrix hybrid composite reinforced with particulate wood charcoal and periwinkle shell," *Journal of King Saud University - Engineering Sciences*, no. xxxx, 2020, doi: 10.1016/j.jksues.2020.05.007.
- [4] F. Asuke, M. Abdulwahab, V. S. Aigbodion, O. S. I. Fayomi, and O. Aponbiede, "Effect of load on the wear behaviour of polypropylene/carbonized bone ash particulate composite," *Egyptian Journal of Basic and Applied Sciences*, vol. 1, no. 1, pp. 67–70, 2014, doi: 10.1016/j.ejbas.2014.02.002.
- [5] Y. Feng *et al.*, "Preparation and Characterization of Polypropylene Carbonate Bio-Filler (Eggshell Powder) Composite Films," *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, vol. 19, no. 7, pp. 637–647, 2014, doi: 10.1080/1023666X.2014.953747.
- [6] S. Şişmanoğlu, "Termoplastik Poliüretan Matrisli Ekokompozitlerin Hazırlanması Ve Karakterizasyonu," Karabük Üniversitesi, 2020.
- [7] A. E. Şahin, "Eko Kompozitlerin Üretimi ve Karakterizasyonu," Kocaeli Üniversitesi, 2019.
- [8] A. E. Sahin, B. Cetin, and T. Sinmazcelik, "Effect of mussel shell reinforcement on mechanical and tribological behavior of polyphenylene sulfide composites," *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 2020, doi: 10.1177/0892705720930787.
- [9] P. Kamalbabu and G. C. M. Kumar, "Effects of Particle Size on Tensile Properties of Marine Coral Reinforced Polymer Composites," *Procedia Materials Science*, vol. 5, pp. 802–808, 2014, doi: 10.1016/j.mspro.2014.07.331.
- [10] Chai Chun Leong and A, "development polypropylene (pp)-modified chicken eggshell composites," Faculty of Engineering and Green Technology Universiti Tunku Abdul Rahman, 2016.
- [11] C. Ohtsuki, T. Kawai, and M. Kamitakahara, "control of hydroxyapatite deposition on organic polymer under biomimicking condition," *Phosphorus Research Bulletin*, vol. 17, pp. 21–28, 2004, doi: 10.3363/prb1992.17.0\_21.
- [12] S. Şişmanoğlu, A. M. M. Sager, M. Yurderi, Ü. Tayfun, and Y. Kanbur, "Effect of Synergistic Compatibilizers for Surface Problem Solution of Cow Bone Powder and Hydroxyapatite Filled Biodegradable Polybutylene Succinate Composites," *Polymer Composites*, vol. 46, no. 13, pp. 12594–12610, Sep. 2025, doi: 10.1002/pc.70165.
- [13] O. IO and B. M. Isola, "Development of Bone Particulate Reinforced Epoxy Composite For Biomedical Application," *Journal of Applied Biotechnology & Bioengineering*, vol. 1, no. 1, 2016, doi: 10.15406/jabb.2016.01.00006.
- [14] F. Asuke *et al.*, "Effects of bone particle on the properties and microstructure of polypropylene/bone ash particulate composites," *Results in Physics*, vol. 2, pp. 135–141, 2012, doi: 10.1016/j.rinp.2012.09.001.
- [15] T. Adewole, "Effect of Cow Bone Ash Particle Size Distribution on the Mechanical Properties of Cow Bone Ash-Reinforced Polyester Composites," *Chemistry and Materials Research*, vol. 7, no. 3, pp. 40–47, 2015.
- [16] D. Touareb *et al.*, "Influence of calcination temperature on equine bone hydroxyapatite structure and lead adsorption efficiency," *Scientific Reports*, vol. 15, no. 1, p. 33990, Sep. 2025, doi: 10.1038/s41598-025-11961-4.
- [17] M. A. Irfa'i *et al.*, "Calcination-based direct extraction of hydroxyapatite from bovine bone waste," *Environmental Technology*, vol. 45, no. 28, pp. 6249–6261, Dec. 2024, doi: 10.1080/09593330.2024.2330478.
- [18] E. Kilincarslan, S. Kabave Kilincarslan, M. S. Gul, M. H. Cetin, and A. E. Erdogdu, "From waste to performance: The role of industrial by-products and 2D nanofillers in reinforcing sustainable polymer composites," *Tribology International*, vol. 212, p. 110997, Dec. 2025, doi: 10.1016/J.TRIBOINT.2025.110997.
- [19] S. Kabave Kilincarslan, M. H. Cetin, Y. Kanbur, S. Sismanoglu, and R. Polat, "Investigation of the effect of surface modification types on the tribological performance of cow bone powder reinforced polymer materials," *Polymer*

- Composites*, vol. 44, no. 12, pp. 8403–8430, Dec. 2023, doi: 10.1002/pc.27707.
- [20] D. Das, S. Mukhopadhyay, and H. Kaur, "Optimization of fiber composition in natural fiber-reinforced composites using a simplex lattice design," *Journal of Composite Materials*, vol. 46, no. 26, pp. 3311–3319, Dec. 2012, doi: 10.1177/0021998312437801.
- [21] H. Ku, H. Wang, N. Pattarachaiyakop, and M. Trada, "A review on the tensile properties of natural fiber reinforced polymer composites," *Composites Part B: Engineering*, vol. 42, no. 4, pp. 856–873, 2011, doi: 10.1016/j.compositesb.2011.01.010.
- [22] R. T. Conley, *Infrared Spectroscopy: Life and Biomedical Sciences*. Allyn and Bacon, Boston, 2012.
- [23] C. de C. A. Lopes, P. H. J. O. Limirio, V. R. Novais, and P. Dechichi, "Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) application chemical characterization of enamel, dentin and bone," *Applied Spectroscopy Reviews*, vol. 53, no. 9, pp. 747–769, 2018, doi: 10.1080/05704928.2018.1431923.
- [24] E. Erdik, *Organik Kimyada Spektroskopik Yöntemler*, 1st ed. Gazi Kitabevi, 1998.
- [25] C. A. M. France, N. Sugiyama, and E. Aguayo, "Establishing a preservation index for bone, dentin, and enamel bioapatite mineral using ATR-FTIR," *Journal of Archaeological Science: Reports*, vol. 33, no. August, p. 102551, 2020, doi: 10.1016/j.jasrep.2020.102551.
- [26] M. Pedrosa, F. Curate, L. A. E. Batista de Carvalho, M. P. M. Marques, and M. T. Ferreira, "Beyond metrics and morphology: the potential of FTIR-ATR and chemometrics to estimate age-at-death in human bone," *International Journal of Legal Medicine*, vol. 134, no. 5, pp. 1905–1914, 2020, doi: 10.1007/s00414-020-02310-3.
- [27] A. Mahanty and D. Shikha, "Microstructural, mechanical and biocompatibility investigation of metal-polymer-doped hydroxyapatite," *Journal of Materials Research*, vol. 39, no. 7, pp. 1128–1138, Apr. 2024, doi: 10.1557/s43578-024-01297-6.
- [28] M.-H. Hong, J. H. Lee, H. S. Jung, H. Shin, and H. Shin, "Biom mineralization of bone tissue: calcium phosphate-based inorganics in collagen fibrillar organic matrices," *Biomaterials Research*, vol. 26, no. 1, Sep. 2022, doi: 10.1186/s40824-022-00288-0.
- [29] S. Hussain and K. Sabiruddin, "Effect of heat treatment on the synthesis of hydroxyapatite from Indian clam seashell by hydrothermal method," *Ceramics International*, vol. 47, no. 21, pp. 29660–29669, Nov. 2021, doi: 10.1016/j.ceramint.2021.07.137.
- [30] R. Mohammed, I. A. Badruddin, A. S. Shaik, S. Kamangar, and A. A. Khan, "Experimental Investigation on Mechanical Characterization of Epoxy-E-Glass Fiber-Particulate Reinforced Hybrid Composites," *ACS Omega*, vol. 9, no. 23, pp. 24761–24773, Jun. 2024, doi: 10.1021/acsomega.4c01365.
- [31] H. Gürbüz, İ. H. Akcan, Ş. Baday, and M. E. Demir, "Investigation of Drilling Performances, Tribological and Mechanical Behaviors of GFRC Filled with B4C and Gr," *Arabian Journal for Science and Engineering*, vol. 50, no. 12, pp. 9167–9184, Jun. 2025, doi: 10.1007/s13369-024-09392-w.
- [32] M. E. Demir and R. K. Ergün, "Mechanical and wear performance of Al-, mica-, SiO<sub>2</sub>-filled glass fiber-reinforced composites and prediction of wear properties with artificial neural networks," *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part E: Journal of Process Mechanical Engineering*, vol. 240, no. 2, pp. 1243–1257, Apr. 2026, doi: 10.1177/09544089241307840.
- [33] S. E. Kültür, "Kalsit Dolgulu Polipropilenin Yorulma Davranışının İncelenmesi," İstanbul Teknik Üniversitesi, 2005.
- [34] M. E. Demir, "The effect of filler type (tungsten carbide, zinc oxide) and content on the mechanical and wear behavior of jute/flax reinforced epoxy hybrid composites: Experimental and artificial neural network analysis," *Polymer Composites*, vol. 46, no. 9, pp. 8700–8719, Jun. 2025, doi: 10.1002/pc.29879.
- [35] A. A. A. Mansour, Z. A. Al-Ramadhan, and R. A. Abdulrazaq, "Mechanical and Physical Properties of PMMA Reinforced HA-MgO Nano-Composite," *Journal of Physics: Conference Series*, vol. 1795, no. 1, p. 012039, Mar. 2021, doi: 10.1088/1742-

6596/1795/1/012039.

- [36] D. U. Tulyaganov, K. Dimitriadis, S. Agathopoulos, and H. R. Fernandes, "Glasses and glass-ceramics in the CaO–MgO–SiO<sub>2</sub> system: Diopside containing compositions - A brief review," *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 612, p. 122351, Jul. 2023, doi: 10.1016/j.jnoncrysol.2023.122351.
- [37] S. Köse, F. Ulus, and S. H. Yetgin, "The effect of modified waste fish bone on mechanical and tribological properties of epoxy composites," *Journal of Molecular Structure*, vol. 1326, p. 141084, Apr. 2025, doi: 10.1016/j.molstruc.2024.141084.
- [38] S. Deshpande and T. Rangaswamy, "Sliding Wear Characteristics of Bone Powder Filled Hybrid Fiber Reinforced Epoxy Composites," *IOSR Journal of Mechanical and Civil Engineering (IOSR-JMCE)* e-ISSN, vol. 13, no. 1, pp. 68–78, 2016, doi: 10.9790/1684-13116878.
- [39] M. B. Abdullahi, B. Abdulkareem, A. A. Alabi, and M. S. H., "Experimental Investigation of Coir and Cowbone Reinforced Polymer Composites for Tricycle Brake Pad Application," *the Iraqi Journal for Mechanical and Materials Engineering*, vol. 24, no. 1, pp. 118–127, 2025, doi: 10.32852/s03gtg27.
- [40] R. Abdulwahab, B. D. Ikotun, A. A. Raheem, E. A. Adetoro, R. Salihu, and O. A. Oribamisi, "Effects of cow bone ash as a partial replacement of cement in the production of concrete," *Journal of Building Pathology and Rehabilitation*, vol. 10, no. 2, p. 112, Dec. 2025, doi: 10.1007/s41024-025-00627-3.