

Cilt 3 Sayı 1 Haziran 2022  
Volume 3 Number 1 June 2022

ISSN: 2717-8811(Online)

**JOURNAL**

**Materials  
and  
Mechatronics:A**

2022  
JMM  
A

# **JOURNAL**

**Materials**

**and**

**Mechatronics: A**

**e-ISSN: 2717-8811**

**Cilt: 3 Sayı: 1 Haziran 2022**

**Volume:3 Number:1 June 2022**

**2022**

# JOURNAL of MATERIALS and MECHATRONICS:A

<b>Editör Kurulu / Editorial Board</b>		
Yusuf KAYALI (Editor-in-Chief)	ykayali@aku.edu.tr	Afyon Kocatepe University, TURKEY
Şükrü TALAŞ (Section Editor)	stalas@aku.edu.tr	Afyon Kocatepe University, TURKEY
Ali GÜNEN (Section Editor)	ali.gunen@iste.edu.tr	İskenderun Teknik University, TURKEY
Aysel BUYUKSAĞIŞ (Section Editor)	absagis@aku.edu.tr	Afyon Kocatepe University, TURKEY
Fatih AKSOY (Section Editor)	faksoy@aku.edu.tr	Afyon Kocatepe University, TURKEY
İsmail YABANOVA (Section Editor)	iyabanova@aku.edu.tr	Afyon Kocatepe University, TURKEY
Said Mahmut ÇINAR (Section Editor)	smcinar@aku.edu.tr	Afyon Kocatepe University, TURKEY
Mahmud YALÇIN (Layout Editor)	mcyalcin@aku.edu.tr	Afyon Kocatepe University, TURKEY

<b>Danışma Kurulu / Advisory Board</b>	
Dr. Adem KURT	Gazi University, TURKEY
Dr. Adnan MAQBOOL	Institute of Space Technology, PAKISTAN
Dr. Ali Sabea HAMMOOD	University of Kufa, IRAQ
Dr. Anas Al ATTIEH	German University of Jordan, JORDAN
Dr. Anne Schuzl BEENKEN	South Westphalia University of Applied Sciences, GERMANY
Dr. Aytekin HİTİT	Afyon Kocatepe University, TURKEY
Dr. Aytaç Uğur YERDEN	Gedik University, TURKEY
Dr. Dursun ÖZYÜREK	Karabük University, TURKEY
Dr. Erdoğan KANCA	İskenderun Teknik University, TURKEY
Dr. Fatih Onur HOCAOĞLU	Afyon Kocatepe University, TURKEY
Dr. Hazizan Md AKİL	Sains Malaysia University, MALAYSIA
Dr. Kubilay ASLANTAŞ	Afyon Kocatepe University, TURKEY
Dr. Michał KULKA	Poznan University of Technology, POLAND
Dr. M. Serhat BAŞPINAR	Afyon Kocatepe University, TURKEY
Dr. Metin ÖZGÜL	Afyon Kocatepe University, TURKEY
Dr. Mourad KEDDAM	University of Science and Technology Houari Boumediene, ALGERIA
Dr. Oğuz ARSLAN	Bilecik Seyh Edebali University, TURKEY
Dr. Ramazan KAÇAR	Karabük University, TURKEY
Dr. Selçuk AKTÜRK	Muğla University, TURKEY
Dr. Süleyman GÜNDÜZ	Karabük University, TURKEY
Dr. Shabana SHEIK	University of Pune, Department of Physics, INDIA
Dr. Sumanjit SINGH	Senior Audi Engineer, GERMANY
Dr. Yılmaz YALÇIN	Afyon Kocatepe University, TURKEY

<b>Yayımcı / Publisher</b>	
Yusuf KAYALI	ykayali@aku.edu.tr

# JOURNAL of MATERIALS and MECHATRONICS:A

İçindekiler/Contents	Sayfa/Page
<b>Araştırma Makalesi (Research Article)</b>  Performance Comparison of PID and NARX Neural Network for Attitude Control of A Quadcopter UAV  Bir Quadcopter İHA'nın Tutum Kontrolü için PID ve NARX Sinir Ağının Performansının Karşılaştırılması  Karakaya, E.Ş., Gören, A.	1-19
<b>Araştırma Makalesi (Research Article)</b>  Elektro Kıvılcım Biriktirme Yöntemi ile WC'nin Paslanmaz Çelik Üzerine Kaplanması için Bir Mekatronik Sistem Tasarımı  A Mechatronic System Design for The Coating of WC on Stainless Steel Using Electro Spark Deposition Method  Gökçe, B., Çelik, E. H.	20-32
<b>Araştırma Makalesi (Research Article)</b>  Etilen Vinil Asetat (EVM) ve Etilen Propilen Dien (EPDM) Karışımlarına Eklene Huntit/Hidromanyezit'in Etkilerinin İncelenmesi  Investigation of The Effects of Huntite/Hydromagnesite Added to Ethylene Vinyl Acetate (EVM) and Ethylene Propylene Diene (EPDM) Mixtures  Erbek Cömez, E., Öztürk, S.	33-49
<b>Araştırma Makalesi (Research Article)</b>  MQTT Trafikinde DoS Saldırılarının Makine Öğrenmesi ile Sınıflandırılması ve Modelin SHAP ile Yorumlanması  Classification of DoS Attacks in MQTT Network with Machine Learning and Interpretation of The Model with SHAP  Kelle, A.C., Yüce, H.	50-62
<b>Araştırma Makalesi (Research Article)</b>  Göçük Altında Kalanların Tespiti için Biyonik Yılan Robot Tasarımı  Bionic Snake Robot Design for Detection of Survivors under The Debris  Çetin, G., Aksakal, E., Taşkın, S.	63-78



# JOURNAL of MATERIALS and MECHATRONICS:A

İçindekiler/Contents	Sayfa/Page
<b>Araştırma Makalesi (Research Article)</b> Meta-Sezgisel Algoritmalara Dayalı Retinal Damar Bölütleme Retinal Vessel Segmentation Based on Meta-Heuristic Algorithms Çetinkaya, M.B., Taşkiran, K.	79-90
<b>Araştırma Makalesi (Research Article)</b> Investigation of Mechanical and Microstructural Properties of Polyolefin Rubber and Glass Beads Filled Polypropylene Composites Cam Bilya ve Termoplastik Poliolefin Elastomer Katkılı Polipropilen Kompozitlerin Mekanik ve Mikroyapı Özelliklerinin İncelenmesi Ünal, H., Ermiş, K., Demirtaş, Ş.	91-105
<b>Araştırma Makalesi (Research Article)</b> Techno-Economic Analysis of A Lead-Acid Battery-Supported Fuel Cell for A Stand-Alone Residential House in Turkey Türkiye de Müstakil Bir Konut İçin Kurşun-Asit Pil Destekli Yakıt Pilinin Tekno-Ekonomik Analizi Aktaş, M., Doğan, R.	106-116
<b>Araştırma Makalesi (Research Article)</b> Halloysit Nanotüp Katkısının Al-GFRO Tek Bindirmeli Yapıştırma Bağlantısında Kayma Dayanımına Etkisi Effect of Halloysite Nanotube Additive on Shear Strength in Al-GFRP Single Lap Adhesive Joint Özbek, Ö., Çakır, M.V., Doğan, N.F.	117-128
<b>Araştırma Makalesi (Research Article)</b> Reactive Sintering of Boron Carbide Based Ceramics by SPS Bor Karbür Tabanlı Seramiklerin Reaktif Spark Plazma Sinterleme ile Üretimi Biçer, H.	129-136

Araştırma Makalesi / Research Article

Performance Comparison of PID and NARX Neural Network for Attitude Control of a Quadcopter UAV

Şahin Ekmel KARAKAYA<sup>1\*</sup>, Aytaç GÖREN<sup>2,3</sup>

<sup>1</sup> Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Mekatronik Mühendisliği Anabilim Dalı, İzmir, Türkiye,  
ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-0545-5499>, [ekmel.karakaya@ogr.deu.edu.tr](mailto:ekmel.karakaya@ogr.deu.edu.tr)

<sup>2</sup> Dokuz Eylül Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, İzmir, Türkiye,  
ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-7954-1816>, [aytac.goren@deu.edu.tr](mailto:aytac.goren@deu.edu.tr)

<sup>3</sup> Laboratory of Innovative Technologies, Picardie Jules Verne University, Amiens, France,  
ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-7954-1816>, [aytac.goren@u-picardie.fr](mailto:aytac.goren@u-picardie.fr)

Geliş/ Recieved: 17.10.2021;

Kabul / Accepted: 29.12.2021

**ABSTRACT:** In this study, two different types of controllers have been designed and tested for altitude and motion control of an autonomous quadrotor to compare the control performance under the influence of parametric uncertainty and disturbances. The first controller is a proportional-integral-derivative (PID) controller which is a conventional linear controller. The closed-loop PID algorithms calculate the results of the system by using the error values that consist of the difference between the sensor values measured by the closed-loop feedback method and the reference inputs. The second method that has been used is artificial neural network (ANN) algorithms, which provide both advantages and convenience in defining and controlling linear systems and non-linear systems with the closed-loop feedback method used in PID. The most important feature of the ANN algorithms is their high performance as a result of training with different input values. Therefore, the ANN control system has been trained with the input data used with Gaussian noise and the desired target data. A dynamic time series non-linear autoregressive with Exogenous input (NARX) neural network has been chosen as an ANN controller because of the time-delayed backpropagation learning performance. In this study, PID, and NARX NN control algorithms to control the maneuvers and altitude of the quadcopter and the mathematical model have been designed on Matlab Simulink. Motion control performances of the PID and NARX controllers are tested on the model. The design was tested on a real-time simulation environment with a one-millisecond fixed-step size. This paper proposes an alternative approach to control attitude and altitude on a quadcopter with the NARX NN algorithm.

**Keywords:** Attitude and altitude control, Quadcopter, Proportional-integrator-derivative, Non-linear autoregressive with external (Exogenous) input artificial neural networks, Gaussian noise.

\*Sorumlu yazar / Corresponding author: [ekmel.karakaya@ogr.deu.edu.tr](mailto:ekmel.karakaya@ogr.deu.edu.tr)

Bu makaleye atıf yapmak için / To cite this article

Karakaya, Ş. E., Gören, A. (2022). Performance Comparison of PID and NARX Neural Network for Attitude Control of a Quadcopter UAV. Journal of Materials and Mechatronics: A (JournalMM), 3(1), 1-19.

## 1. INTRODUCTION

The Newton-Euler equations and the Euler-Lagrange equations are the most common methods for aerial vehicles to build a mathematical model (Yoon et al., 2016; Paiva et al., 2016; Teppo Luukkonen, 2011; Wang et al., 2016; Hamidi et al., 2019; Nguyen et al., 2021; Muliadi and Kusumoputro, 2018; Praveen and Pillai, 2016; Cedro and Wieczorkowski, 2019; Razmi and Afshinfar, 2019). In addition, there is a study in the literature on dynamic system modeling of the quadcopter with dynamic time series non-linear autoregressive with Exogenous input (NARX) neural network (NN) (EIDakrory and Tawfik, 2016).

In the attitude and position controls of quadcopters, linear and non-linear system control is performed with optimal control, adaptive control, robust control, sliding control, proportional-integral-derivative (PID) control, artificial intelligence control methods (Zulu and John, 2014). Control systems need healthy and reliable position and behavior information generated by sensors to give reliable outcomes (Akin et al., 2021). The most widely used control system in quadcopters is the PID control system because of its easy implementation and adjustment (Cedro and Wieczorkowski, 2019; Praveen and Pillai, 2016; Muliadi and Kusumoputro, 2018; Wang et al., 2016; Yoon et al., 2016; Paiva et al., 2016; Luukkonen, 2011). In addition, there are studies of sliding control (Razmi and Afshinfar, 2019), fuzzy logic control (Hamidi et al., 2019), and dynamic PID coefficients update with direct inverse control (DIC) for attitude and altitude control (Muliadi and Kusumoputro, 2018) in the literature.

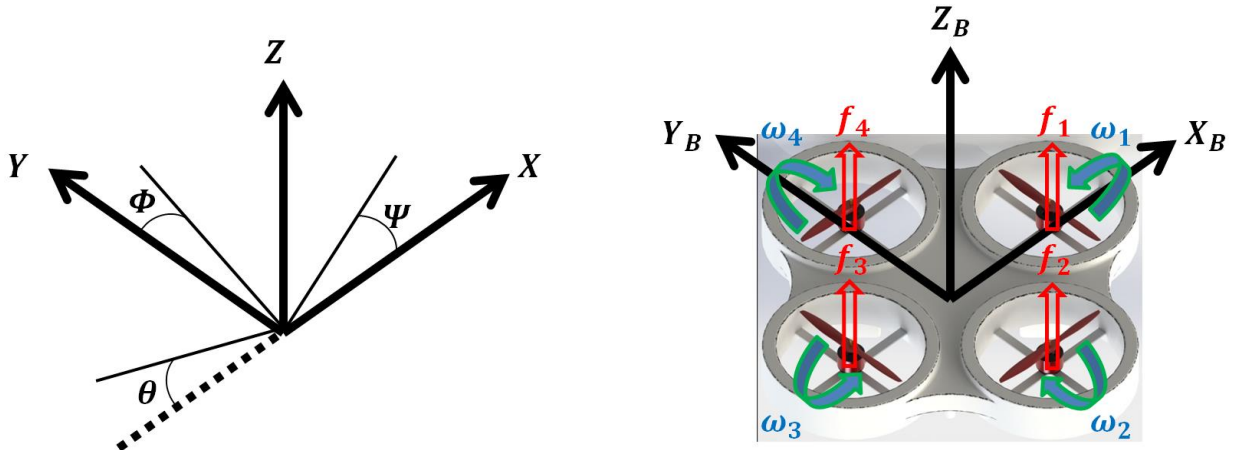
The quadcopter model is a non-linear dynamic system. Therefore, the non-linear system analysis feature of ANN algorithms will be advantageous in controlling the attitude and altitude of the quadcopter. The adaptive control performance of the NARX neural network, non-linear autoregressive moving average (NARMA-L2), and feedforward neural network (FFNN) structures from ANN algorithms on non-linear dynamic systems perform similar to each other (Hamidi et al., 2020). Conversely, NARX ANN has been used to predict future loads to increase performance for short-term forecasting of electric loads (Buitrago and Asfour, 2017). The NARX NN algorithm is one of the most promising methods to make predictions about the upcoming data to reach the optimal solution. Additionally, the NARX NN algorithm predicts the next value by checking the regressed previous values of the output signal and previous values of an exogenous input signal. The NARX NN algorithm can be used on many applications such as predictor, non-linear filtering, non-linear dynamic system modeling (Anonymous, 2021). ANN performance increases with random and different training data. The Gaussian noise time series are used to produce different training inputs for the NARX NN. In the literature, there are studies on the performance of neural network regression algorithms with Gaussian noise on ANN (Hagiwara et al., 2001) and non-linear dynamic system modeling with Gaussian process NARX (Tadej et al., 2021). Also, the Levenberg-Marquardt algorithm is used to train feedforward networks with increased performance results (Hagan and Menhaj, 1994). The planned attitude and altitude maneuvers have been diversified with smooth sinusoidal inputs and step inputs to observe the overshoot and steady-state responses of the system (Luukkonen, 2011; Yoon et al., 2016; Wang et al., 2016; Hamidi et al., 2019; Nguyen et al., 2021; Hamidi et al., 2020; Razmi and Afshinfar, 2019). Therefore, sinusoidal wave, sawtooth wave, and square wave have been used in this study.

This paper focused on the creation of the simulation environment and control algorithms were designed with the help of Simmechanics and mathematical models. PID control algorithms were found by the experimental Ziegler-Nichols method. NARX NN control was chosen because of its multi-step prediction feature in closed-loop and open-loop systems. Therefore, NARX NN to give

high performance, neural network training was realized by giving sinusoidal, sawtooth, square inputs, and Gaussian noise sequence input data. The trained NARX NN and PID controls of model roll, pitch, yaw, and altitude are tested on a real-time Matlab Simulink environment to compare their performances.

## 2. MODELLING

The mathematical model of roll, pitch, yaw, and  $x, y, z$  displacements of the quadcopter has been generated with the Newton-Euler and Euler-Lagrange equations. In the aerospace industry, inertial frame and body frame have been used to define the motions of the vehicle. Accordingly, these frames have been used to define the attitude and altitude of the quadcopter. The position vector is defined with  $\xi = [x \ y \ z]^T$ , roll, pitch, yaw equations defined with  $\eta = [\phi \ \theta \ \psi]^T$  on the inertial frame. The linear velocity is defined with  $Y = [u \ v \ w]^T$ , the angular velocity defined with  $\Omega = [p \ q \ r]^T$  on the body frame. The velocity of the quadcopter is shown in Equation 1, with the relation of rotational matrix Equation 4. Correspondingly the angular velocity of the quadcopter is shown in Equation 2, with the relation of angular velocity transformation matrix Equation 3. Therefore, inertial and body frames are shown in Figure 1. (Nguyen et al., 2021; Luukkonen, 2011; Hamidi et al., 2019; Wang et al., 2016; Razmi and Afshinfar, 2019; Paiva et al., 2016; Cedro and Wiczorkowski, 2019; Muliadi and Kusumoputro, 2018).



**Figure 1.** The inertial and body frames of the quadcopter

$$\dot{\xi} = RY \quad (1)$$

$$\dot{\eta} = J\Omega \quad (2)$$

$$J = \begin{bmatrix} 1 & 0 & -\sin\theta \\ 0 & \cos\phi & \sin\phi\cos\theta \\ 0 & -\sin\phi & \cos\phi\cos\theta \end{bmatrix} \quad (3)$$

$$R = \begin{bmatrix} \cos\theta\cos\psi & \cos\psi\sin\theta\sin\phi - \sin\psi\cos\phi & \cos\psi\sin\theta\cos\phi + \sin\psi\sin\phi \\ \cos\theta\sin\psi & \sin\psi\sin\theta\sin\phi + \cos\psi\cos\phi & \sin\psi\sin\theta\cos\phi - \cos\psi\sin\phi \\ -\sin\theta & \cos\theta\sin\phi & \cos\theta\cos\phi \end{bmatrix} \quad (4)$$

The lifting force and moments are defined in Equation 5 and Equation 6 where the  $k_f$  is the force constant, and  $k_m$  is the moment constant. In these equations, the effect of wing area has been selected as a constant. The total thrust and torque equations have been derived with the help of

Equation 5 and Equation 6 to achieve the roll, pitch, yaw, and altitude motions. As can be seen, the altitude maneuver is shown in Equation 7, the roll maneuver is shown in Equation 8, the pitch maneuver is shown in Equation 9, and the yaw maneuver is shown in Equation 10. (Nguyen et al., 2021; Luukkonen, 2011; Hamidi et al., 2019; Wang et al., 2016; Razmi and Afshinfar, 2019; Paiva et al., 2016; Cedro and Wiczorkowski, 2019; Muliadi and Kusumoputro, 2018).

$$f_i = k_f \omega_i^2 \quad (5)$$

$$\tau_i = k_m \omega_i^2 \quad (6)$$

$$T = k_f [\omega_1^2 + \omega_2^2 + \omega_3^2 + \omega_4^2] \quad (7)$$

$$\tau_\phi = lk_f [(\omega_2^2 + \omega_3^2) - (\omega_1^2 + \omega_4^2)] \quad (8)$$

$$\tau_\theta = lk_f [(\omega_1^2 + \omega_2^2) - (\omega_3^2 + \omega_4^2)] \quad (9)$$

$$\tau_\psi = k_m [(\omega_1^2 + \omega_3^2) - (\omega_2^2 + \omega_4^2)] \quad (10)$$

The rotational motion equations have been derived with the help of the Newton-Euler method. Two assumptions are made to simplify the equations. The first one is the symmetric quadrotor design and the second one is the center of the body frame intersecting with the center of gravity. Since these assumptions have been made diagonal inertia matrix of the quadcopter is shown in Equation 12. The rotational accelerations have been obtained with the help of Equation 11 and expressed in Equation 13 where roll acceleration is shown in Equation 14, pitch acceleration is shown in Equation 14, and yaw acceleration is shown in Equation 16. (Nguyen et al., 2021; Luukkonen, 2011; Hamidi et al., 2019; Wang et al., 2016; Razmi and Afshinfar, 2019; Paiva et al., 2016; Cedro and Wiczorkowski, 2019; Muliadi and Kusumoputro, 2018).

$$\begin{bmatrix} \tau_\phi \\ \tau_\theta \\ \tau_\psi \end{bmatrix} = I \ddot{n} + \times I \dot{n} \quad (11)$$

$$I = \begin{bmatrix} I_{xx} & 0 & 0 \\ 0 & I_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & I_{zz} \end{bmatrix} \quad (12)$$

$$\begin{bmatrix} \tau_\phi \\ \tau_\theta \\ \tau_\psi \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} I_{xx} \ddot{\phi} \\ I_{yy} \ddot{\theta} \\ I_{zz} \ddot{\psi} \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \dot{\theta} I_{zz} \dot{\psi} - \dot{\psi} I_{yy} \dot{\theta} \\ \dot{\psi} I_{xx} \dot{\phi} - \dot{\phi} I_{zz} \dot{\psi} \\ \dot{\phi} I_{yy} \dot{\theta} - \dot{\theta} I_{xx} \dot{\phi} \end{bmatrix} \quad (13)$$

$$\ddot{\phi} = \frac{\tau_\phi}{I_{xx}} + \frac{I_{yy}}{I_{xx}} \dot{\theta} \dot{\psi} - \frac{I_{zz}}{I_{xx}} \dot{\theta} \dot{\psi} \quad (14)$$

$$\ddot{\theta} = \frac{\tau_\theta}{I_{yy}} + \frac{I_{zz}}{I_{yy}} \dot{\psi} \dot{\phi} - \frac{I_{xx}}{I_{yy}} \dot{\psi} \dot{\phi} \quad (15)$$

$$\ddot{\psi} = \frac{\tau_\psi}{I_{zz}} + \frac{I_{xx}}{I_{zz}} \dot{\phi} \dot{\theta} - \frac{I_{yy}}{I_{zz}} \dot{\phi} \dot{\theta} \quad (16)$$

The translational motion equations are derived with the help of the Newton-Euler method and Newton's Second Law. Therefore  $F = m \cdot a$  transformation of the quadcopter is shown in Equation 17. The  $x, y, z$  dimensional accelerations are shown in Equation 18, Equation 19, and Equation 20. (Nguyen et al., 2021; Luukkonen, 2011; Hamidi et al., 2019; Wang et al., 2016; Razmi and Afshinfar, 2019; Paiva et al., 2016; Cedro and Wiczorkowski, 2019; Muliadi and Kusumoputro, 2018).

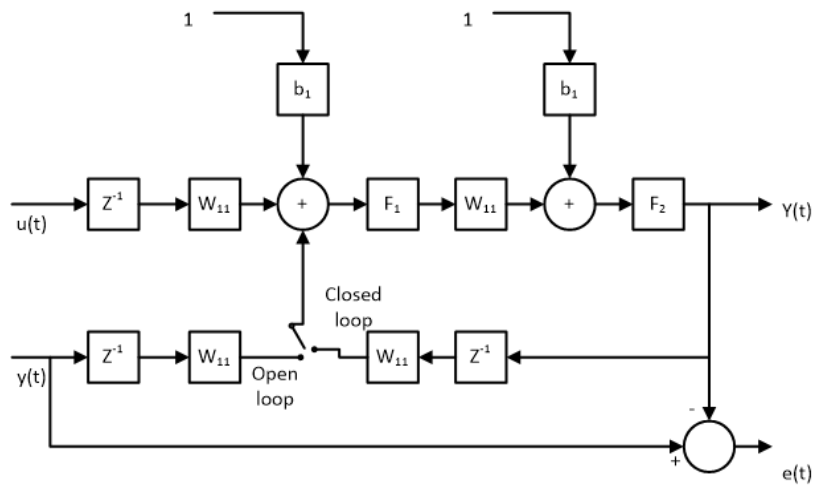
$$m\ddot{\xi} = \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ mg \end{bmatrix} + R \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ -T \end{bmatrix} \quad (17)$$

$$\ddot{x} = \frac{-T}{m} (\sin\phi\sin\psi + \cos\phi\cos\psi\sin\theta) \quad (18)$$

$$\ddot{y} = \frac{-T}{m} (\cos\phi\sin\psi\sin\theta - \cos\psi\sin\phi) \quad (19)$$

$$\ddot{z} = g - \frac{T}{m} (\cos\phi\cos\theta) \quad (20)$$

The attitude and altitude of the quadcopter have been controlled with the help of the PID algorithm, and NARX NN algorithm. The subtraction of sensor value from reference input has been used to generate the error value ( $E_s$ ) for the attitude and altitude maneuvers. These error values of the attitude and altitude have been used with the generic PID algorithm Equation 21, and the generic trained NARX NN algorithm Equation 22. The abbreviations used in Equation 21 and Equation 22 are  $P$  is the proportional coefficient,  $I$  is the integral coefficient,  $D$  is the derivative coefficient,  $N$  is the filter coefficient,  $y(t)$  is the predict time series of NARX NN,  $x(t)$  is the input time series of the NARX NN,  $d$  is the past values of the  $y(t)$ . NARX NN algorithm has been trained with Levenberg-Marquardt algorithm that shown in Equation 23. It follows that the training algorithm uses the Hessian matrix with Newton's method where  $J^T$  is the transpose of the Jacobian matrix,  $J$  is the Jacobian matrix,  $I$  is the identity matrix,  $\mu$  is the editible variable,  $e$  is all errors, and  $x$  is the weight and bias variables. Levenberg-Marquardt algorithm decreases  $\mu$  after each successful step and increased only with tentative step in order to increase performance at each iteration of the algorithm. NARX NN architecture is shown in Figure 2. (Buitrago and Asfour, 2017; Hagan and Menhaj, 1994; Anonymous, 2021).



**Figure 2.** The NARX NN architecture. (Buitrago and Asfour, 2017)

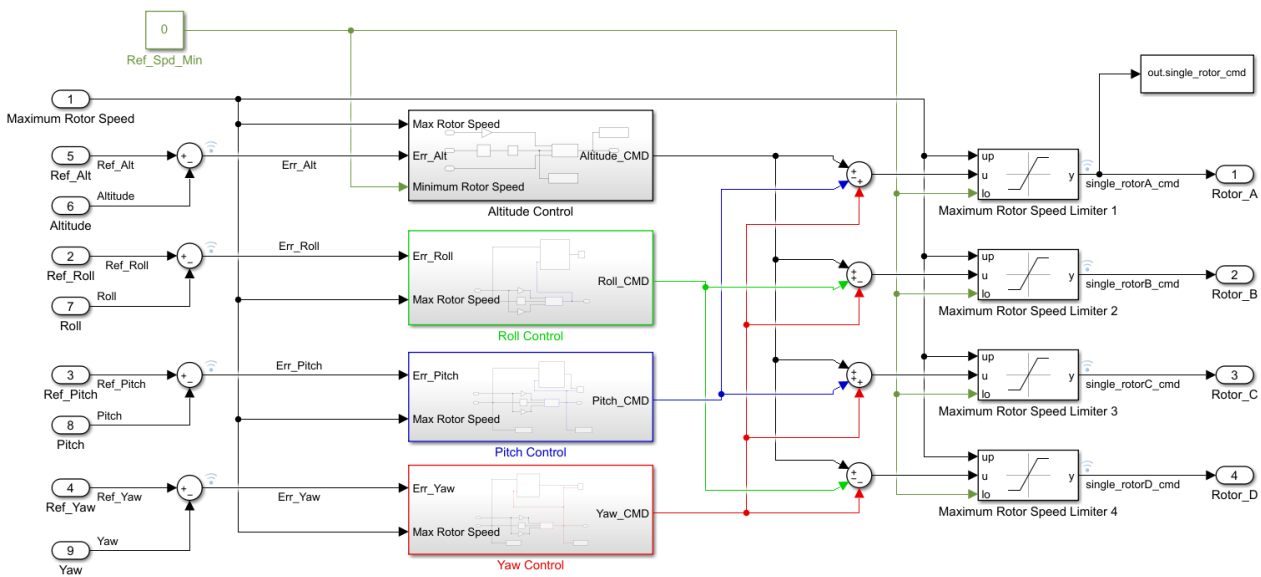
$$PID_s = E_s P + E_s I \frac{1}{s} + E_s D \frac{N}{1 + N \frac{1}{s}} \quad (21)$$

$$y(t) = f(x(t-1), \dots, x(t-d), y(t-1), \dots, y(t-d)) \quad (22)$$

$$\Delta x = x_{k+1} - x_k = [J^T J + \mu I]^{-1} J^T e \quad (23)$$

### 3. METHODOLOGY

In this study, a closed-loop feedback system has been used in the control methodology. The subtraction of sensor value from reference input has been used to generate the error value  $E_s$  for the attitude and altitude maneuvers. These error values of the attitude and altitude have been used with the generic PID algorithm is shown in Equation 21, and the generic NARX NN algorithm is shown in Equation 22. The reference inputs and sensor outputs are meters for altitude, and degree for roll, pitch, and yaw. The outputs of the PIDs are summarized with the help of Equation 7, Equation 8, Equation 9, and Equation 10 to generate desired rotor commands. However, the trained NARX NN algorithm is replaced with the control blocks. The control system for the attitude and altitude of the quadcopter is shown in Figure 3.



**Figure 3.** The control command generation for each rotor scheme for attitude and altitude of the quadcopter

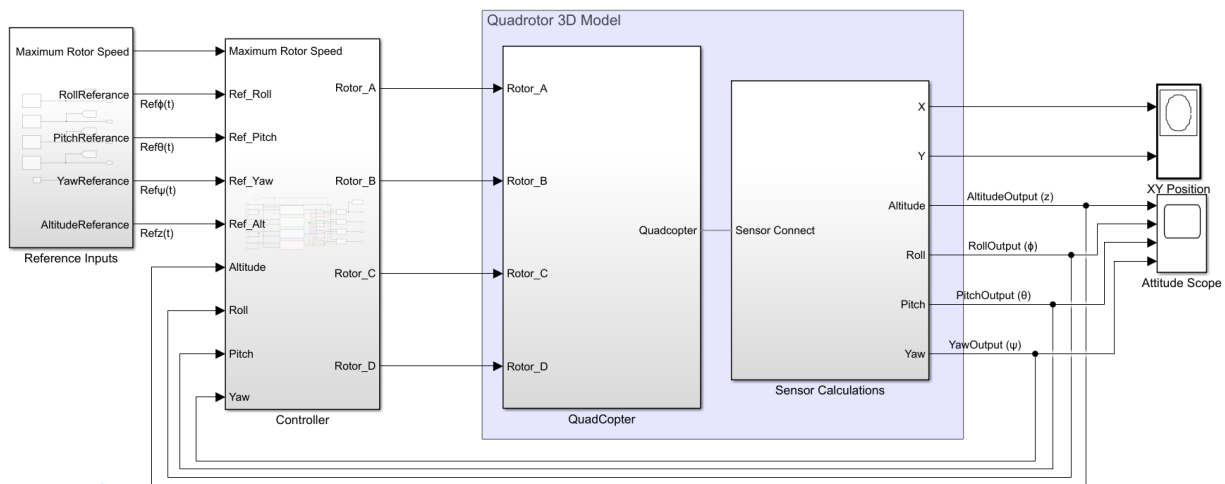
### 4. SIMULATION

The simulation of the quadcopter has been modeled on the Matlab Simulink with the help of the Simscape blocks. The quadcopter model has been designed with four main subsystems that are shown in Figure 4. The reference inputs have been generated with the signal builder in the Reference Inputs block for the altitude in meters, and the attitude maneuvers in degree. The error values for the altitude and attitude have been calculated with the subtraction reference input from sensor outputs. Moreover, the four-rotor commands have been generated with PID or NARX NN control algorithms that have been supplied with the calculated error values in the Controller block. The dynamic and mathematical model of the voltage source, H-Bridge, rotors, propellers, and the body-frame of the 3D quadcopter model have been designed under the QuadCopter block. The properties of mass and construction of quadcopter have been calculated with the help of Solidworks. The distance between the quadcopter and the motors “ $l$ ” has been used to define the angular velocities and resultant forces acting on the rotors shown in Figure 1. The quadcopter design has been designed counterpoised dimensional axis. Since the relation of quadcopter and altitude, and maneuvers are shown in Equation 14,15,16,18,19,20. The total quadcopter mass “ $m$ ”, and mass moment of inertia about  $x, y, z$  axis “ $I_{xx}, I_{yy}, I_{zz}$ ” has been used on Quadcopter block with SimMechanics blocks to create a mathematical model of the quadcopter. The quaternions, the world-frame, sensor values of the

attitude and altitude have been calculated under the Sensor Calculations block. The gravitational acceleration  $g$  has been used on the World frame in the Sensor Calculations subsystem to make a relation between environment and quadcopter. Solidworks have been used to design the 3D model of the quadcopter and calculate the weight and inertias. The design parameters are shown in Table 1.

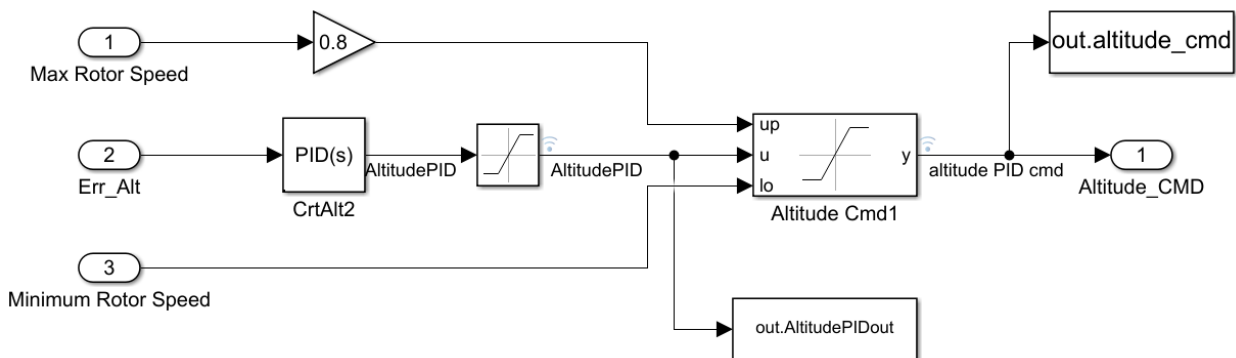
**Table 1.** The design parameters

Name	Symbol	Value	Name	Symbol	Value
Total Mass	$m$	2.822 kg	Mass moment of inertia about $x$ -axis	$I_{xx}$	1.93 kgm <sup>2</sup>
Gravity	$g$	9.81 ms <sup>-2</sup>	Mass moment of inertia about $y$ -axis	$I_{yy}$	1.96 kgm <sup>2</sup>
Distance between the quadcopter center and the motors	$l$	0.282 m	Mass moment of inertia about $z$ -axis	$I_{zz}$	0.27 kgm <sup>2</sup>



**Figure 4.** The control command generation for each rotor scheme for attitude and altitude of the quadcopter

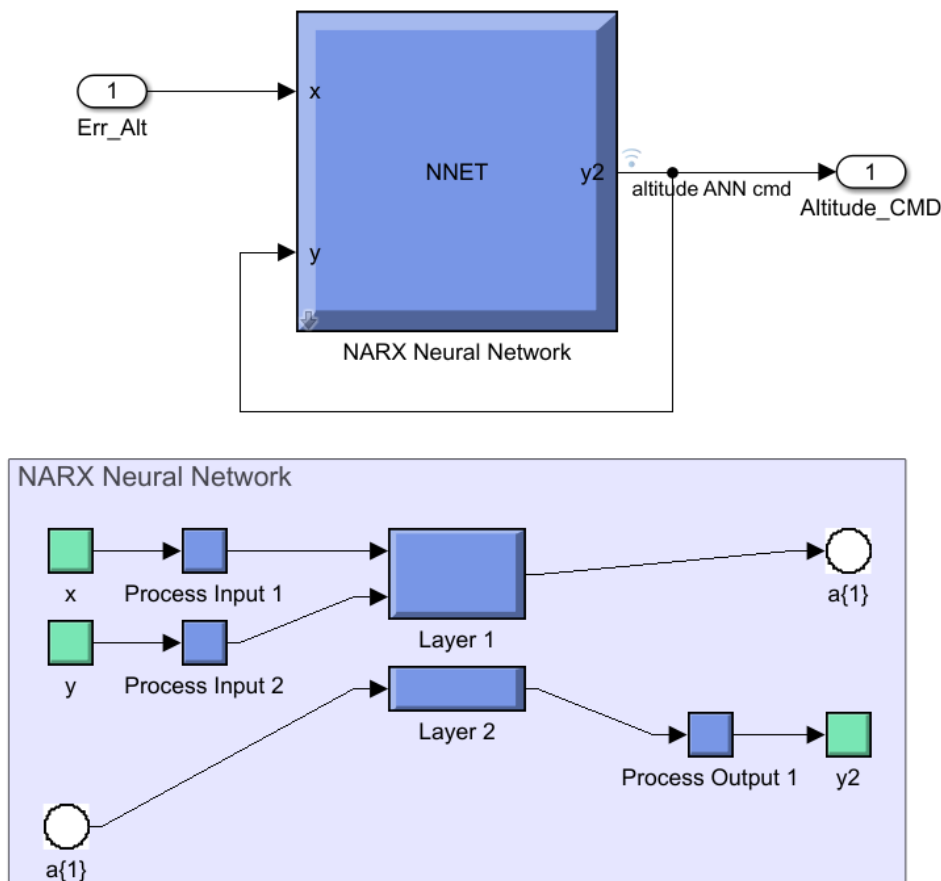
The attitude and altitude commands have been calculated inside the controller block. The altitude command has been limited with 0.8 of the maximum total rotor speed. Correspondingly, roll, pitch, and yaw maneuvers are limited with 0.1 of the maximum total rotor speed. The PID controller has been used to set overshoot between %5-9 range and to set steady-state response between 6 seconds. Therefore, the PID controller coefficients have been found with the Ziegler- Nichols method. As described, the general PID control scheme is shown in Figure 5.



**Figure 5.** The schematic model of the PID control algorithm

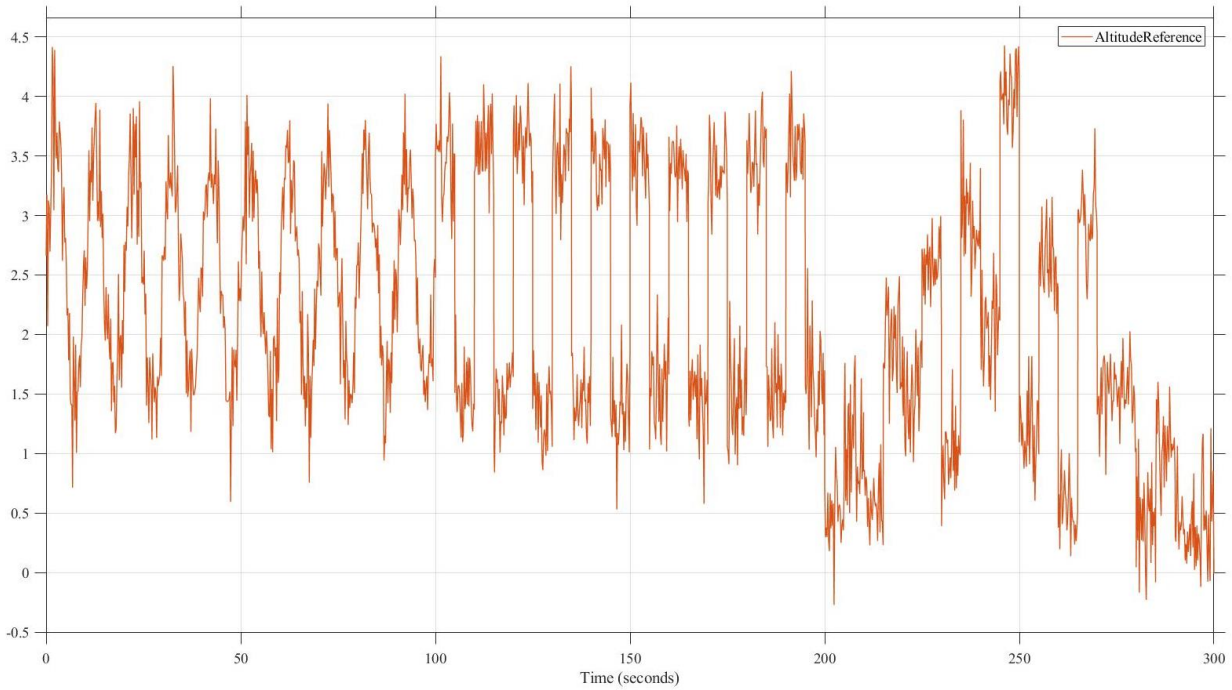


The NARX NN algorithm has been used instead of the PID block and the saturation block. The schematic model of the NARX NN control is shown in Figure 6. The NARX neural network structure has trained with the sinusoidal wave, square wave, and Gaussian noise reference inputs and altitude commands as a target. A total of 300000 data has been used to train the network with the Levenberg-Marquardt algorithm. The altitude reference inputs that have been used to train the neural network are shown in Figure 7. The neural network with 25 neurons was trained for the altitude movement command. Likewise, the yaw maneuver has trained with the sinusoidal wave, square wave, sawtooth wave, and Gaussian noise reference inputs. The yaw reference inputs used to train NARX neural network is shown in Figure 8. The NARX neural network with 43 neurons has trained for the yaw maneuver command. Similarly, the roll and pitch maneuvers have been trained with the sinusoidal wave, square wave, sawtooth wave, and Gaussian noise reference inputs. The roll and pitch maneuver reference inputs used to train NARX neural network are shown in Figure 9. The NARX neural network with 64 neurons has been trained for the roll and pitch maneuver commands.



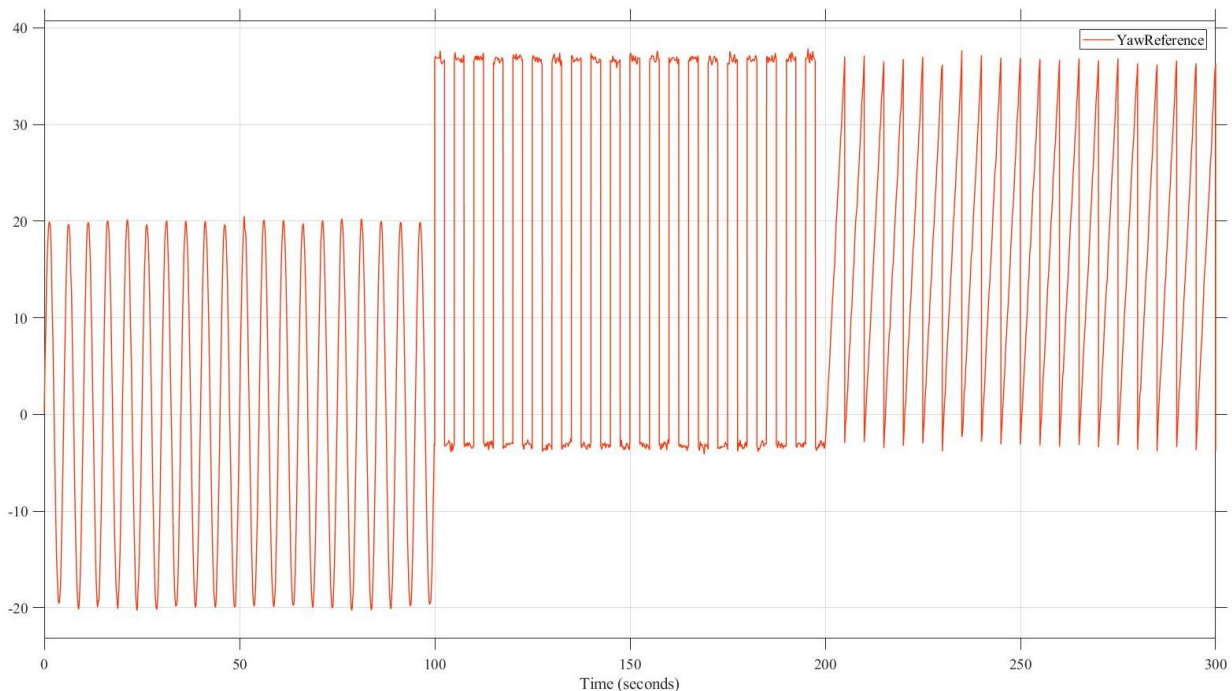
**Figure 6.** The schematic model of the NARX neural network

The altitude reference input has been set in three different signal types with Gaussian noise. The sine wave has been used between 0-100 seconds which is generated with 0.1 Hz frequency, 2.5 meters offset, and 1-meter amplitude. The square wave has been used between 100-200 seconds which is generated with the same frequency, offset, and amplitude. The random step input has been used between 200-300 seconds which is generated with 0.5 meters to 3 meters amplitude variation for 5 seconds. The random Gaussian noise sequence has been used between 0-300 seconds which is generated with 1 Hz frequency, 0.5 mean amplitude. The resultant inputs are shown in Figure 7.



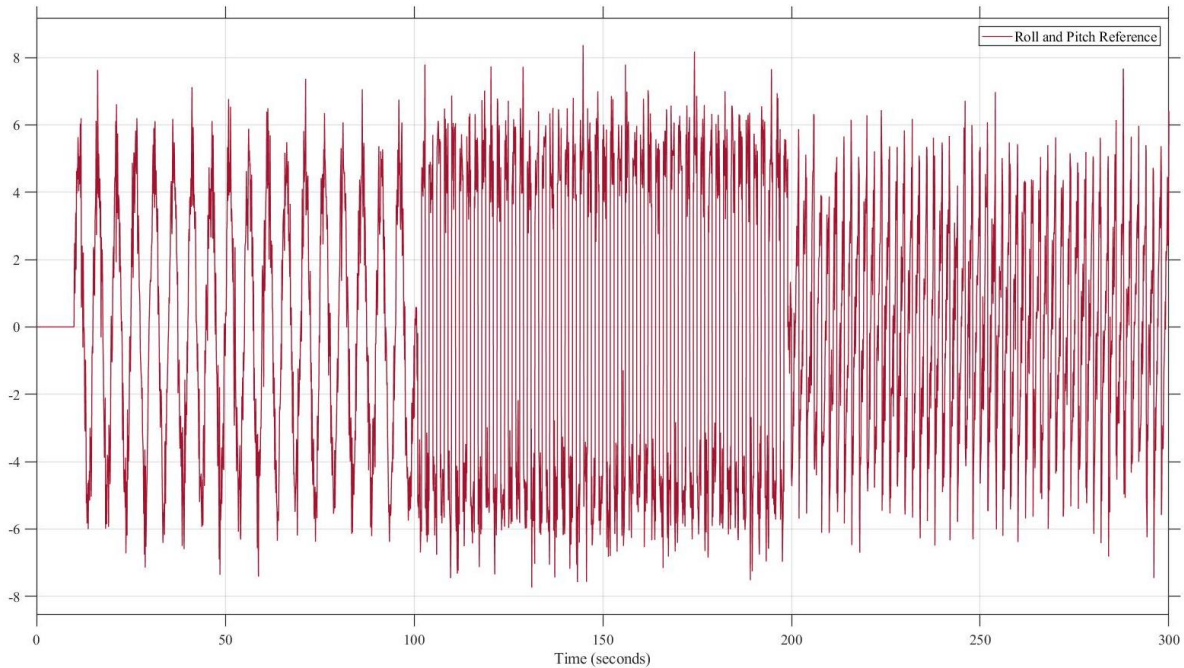
**Figure 7.** Altitude reference inputs used to train NARX neural network

The yaw reference input has been set in three different signal types with Gaussian noise. The sine wave has been used between 0-100 seconds which is generated with 0.5 Hz frequency with 20-degree amplitude. The square wave has been used between 100-200 seconds which is generated with 0.5 Hz frequency, 20-degree offset, and 20-degree amplitude. The sawtooth wave has been used between 200-300 seconds which is generated with the same frequency, offset, and amplitude of the square wave. The random Gaussian noise sequence has been used between 0-300 seconds which is generated with 1 Hz frequency, 0.5 mean amplitude. The resultant inputs for the yaw maneuver are shown in Figure 8.



**Figure 8.** Yaw reference inputs used to train NARX neural network

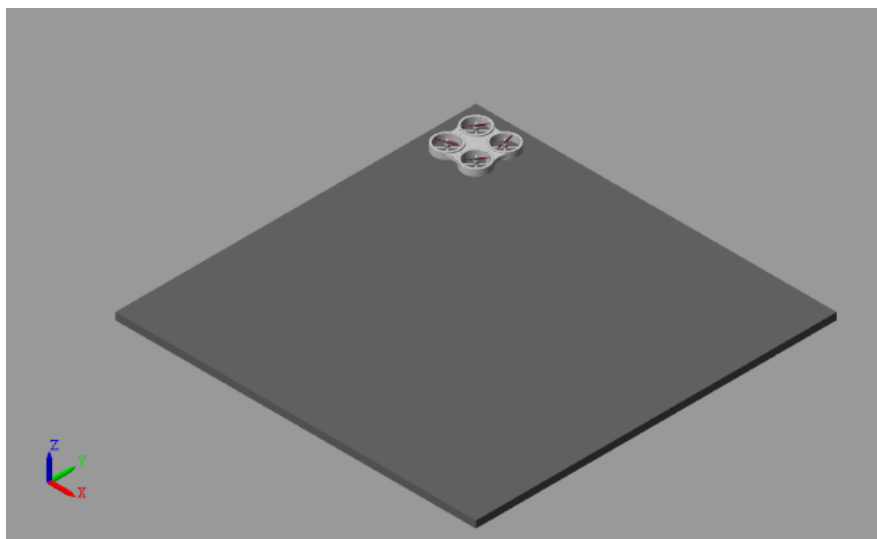
The roll and pitch reference inputs have been set in three different signal types with Gaussian noise. The sine wave between 0-100 seconds, the square wave between 100-200 seconds, and the sawtooth wave between 200-300 seconds have been generated with 0.5 Hz frequency and 5-degree amplitude. The random Gaussian noise sequence has been used between 0-300 seconds which is generated with 1 Hz frequency, 0.5 mean amplitude. The resultant inputs for the roll and pitch maneuvers are shown in Figure 9.



**Figure 9.** Pitch and roll reference inputs used to train NARX neural network

## 5. RESULTS AND DISCUSSION

The verification process of the model has been assisted with a 3-D simulation to improve the visualization of roll, pitch, yaw, and altitude maneuvers. The visual simulation has been run with the Simulink Mechanics Explorer application. The Simulink 3-D simulation environment is shown in Figure 10.



**Figure 10.** Matlab Mechanics Explorer simulation environment for the designed quadcopter.

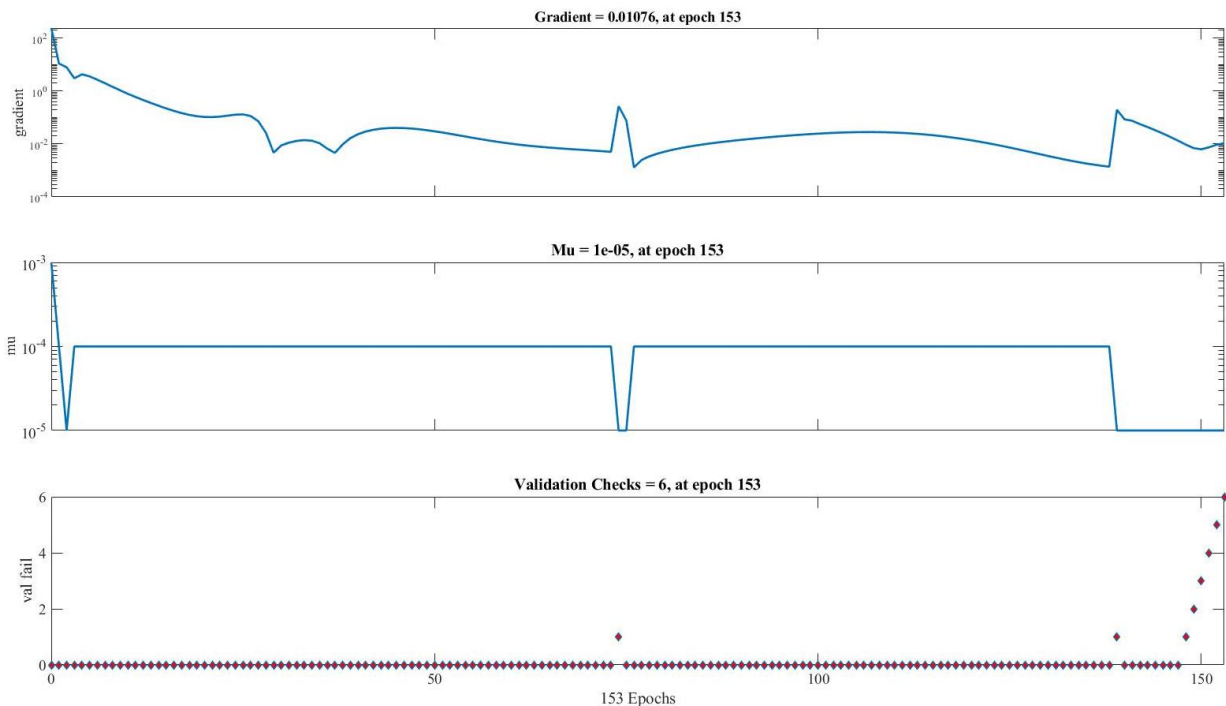
The PID coefficients of the attitude and altitude maneuvers have been tuned with the Ziegler-Nichols method. The altitude, roll, and pitch PID coefficients have been set with classic Ziegler-Nichols coefficients shown in Equation 23 for the linearized quadcopter. The continuous oscillation has been found by assigning proportional gain to the system. The ultimate gain ( $K_u$ ) has been set 80 for altitude and 3.8 for roll and pitch maneuvers. The oscillation period ( $T_u$ ) has been found 1.83 for altitude and 0.92 for roll and pitch maneuvers. On the other hand, the yaw maneuver has been set with proportional gain. The results of the PID coefficients are shown in Table 2.

$$[K_p, K_i, K_d] = [0.6K_u, 1.2 \frac{K_u}{T_u}, 0.075K_u T_u] \quad (23)$$

**Table 2.** The PID coefficients for roll, pitch, yaw, altitude maneuvers

Maneuvers	Proportional (P)	Integral (I)	Derivative (D)	Filter Coefficient (N)
Altitude	48	52.459	10.98	100
Roll	2.28	4.9565	0.2622	100
Pitch	2.28	4.9565	0.2622	100
Yaw	6	0	0	250

The NARX NN algorithms have been trained with the Levenberg-Marquardt method in the Matlab Neural Network toolbox. The training inputs have been randomized with the help of random Gaussian numbers. The Gaussian number has been generated with 0.5 deviations on a 1 Hz frequency. The training state of attitude and altitude maneuvers with epoch numbers, Gradient, Mu, and Validation checks are shown in Figure 11 for altitude maneuver, Figure 12 for yaw maneuver, Figure 13 for pitch and roll maneuvers. As a result of training with the Levenberg-Marquardt method, the regression placement process results are shown in Figure 14 for altitude maneuver, Figure 15 for yaw maneuver, Figure 16 for pitch and roll maneuvers.



**Figure 11.** The training state data from ANN altitude training

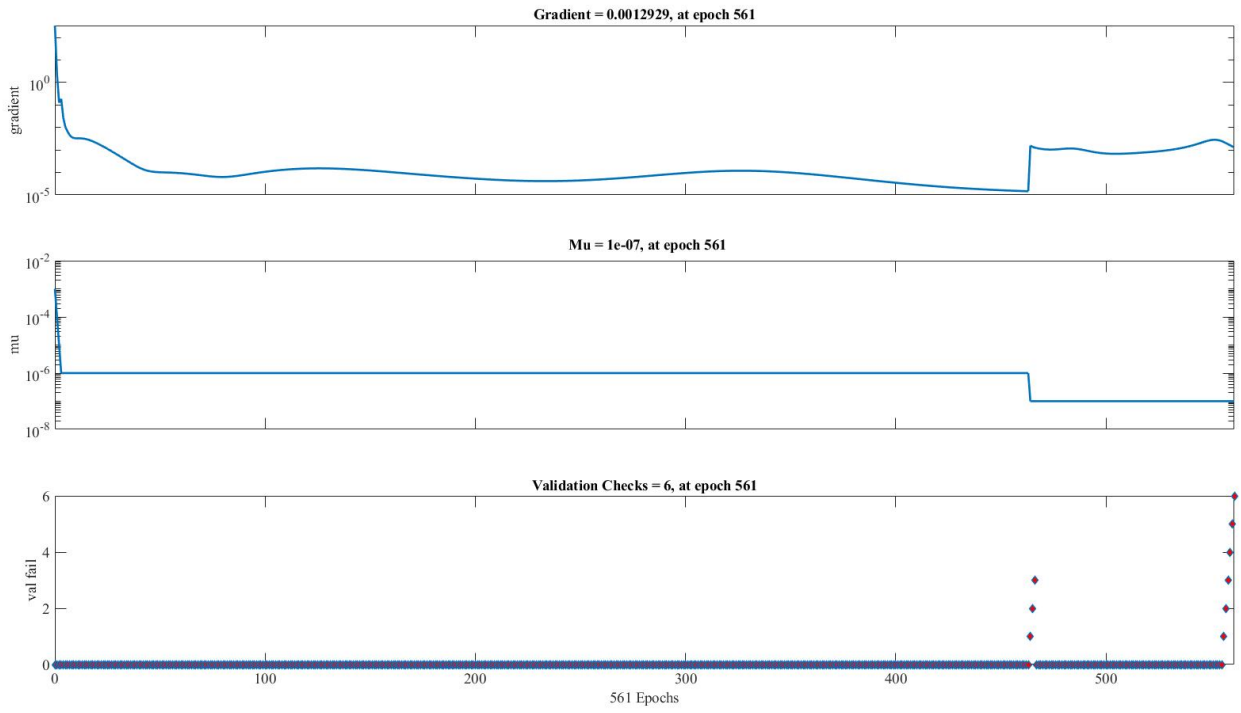


Figure 12. The training state data from ANN yaw training

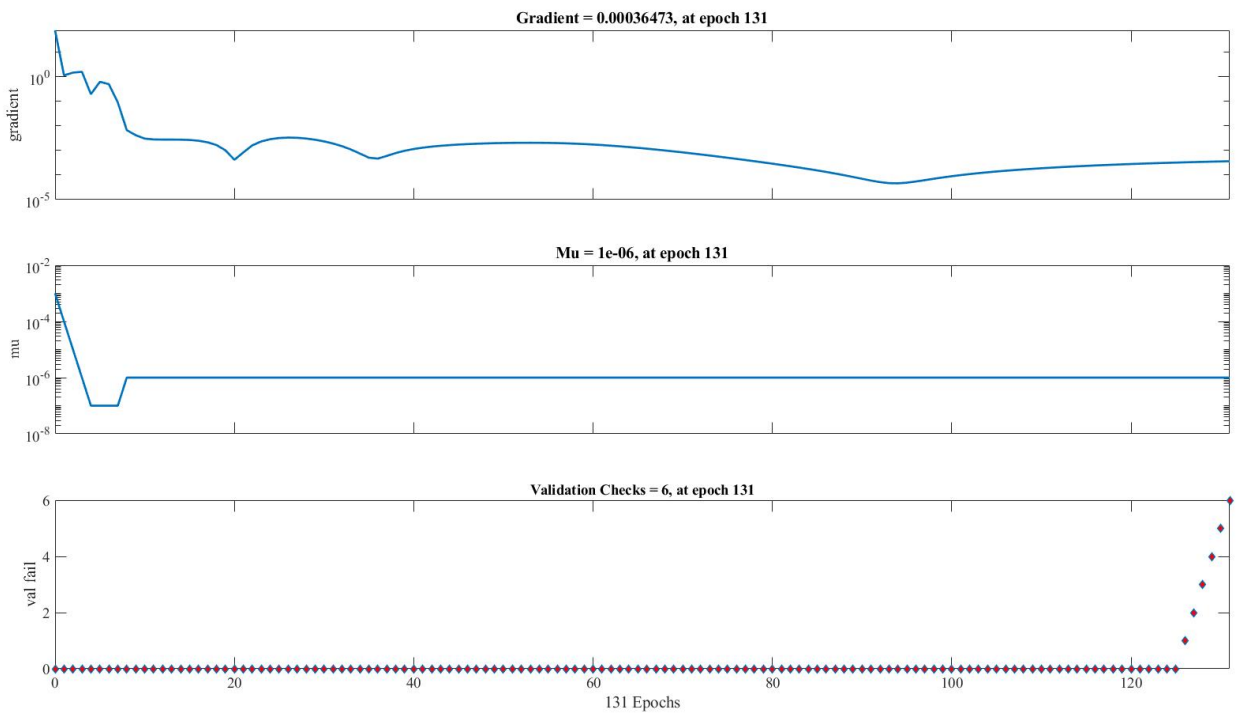


Figure 13. The training state data from ANN pitch and roll training



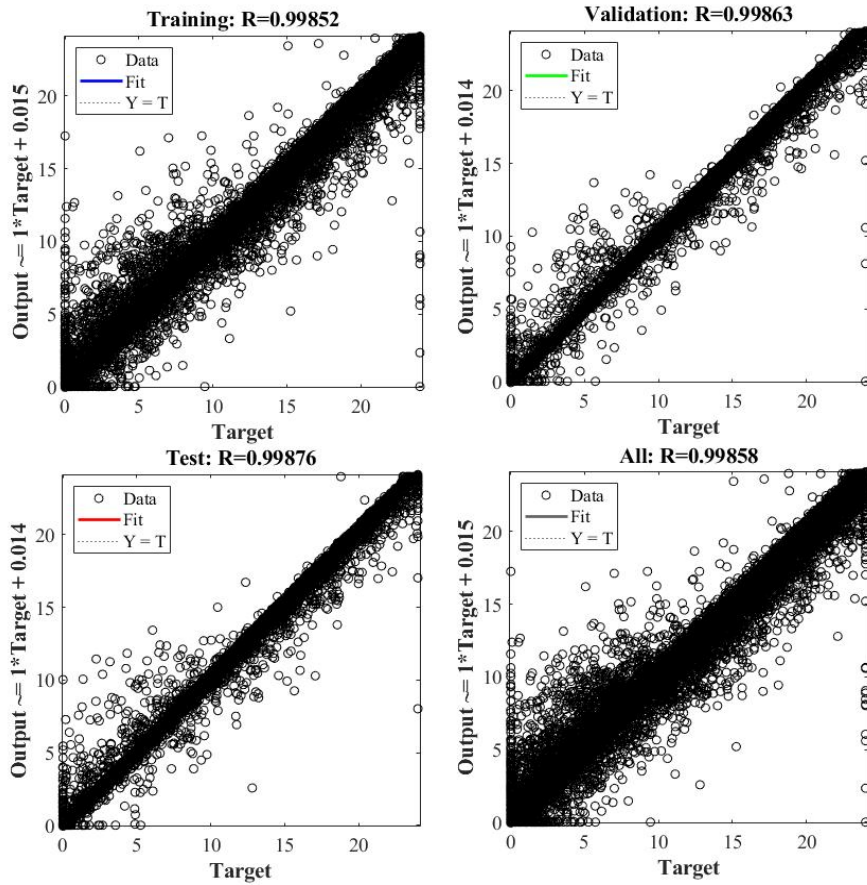


Figure 14. Regression results from ANN altitude training

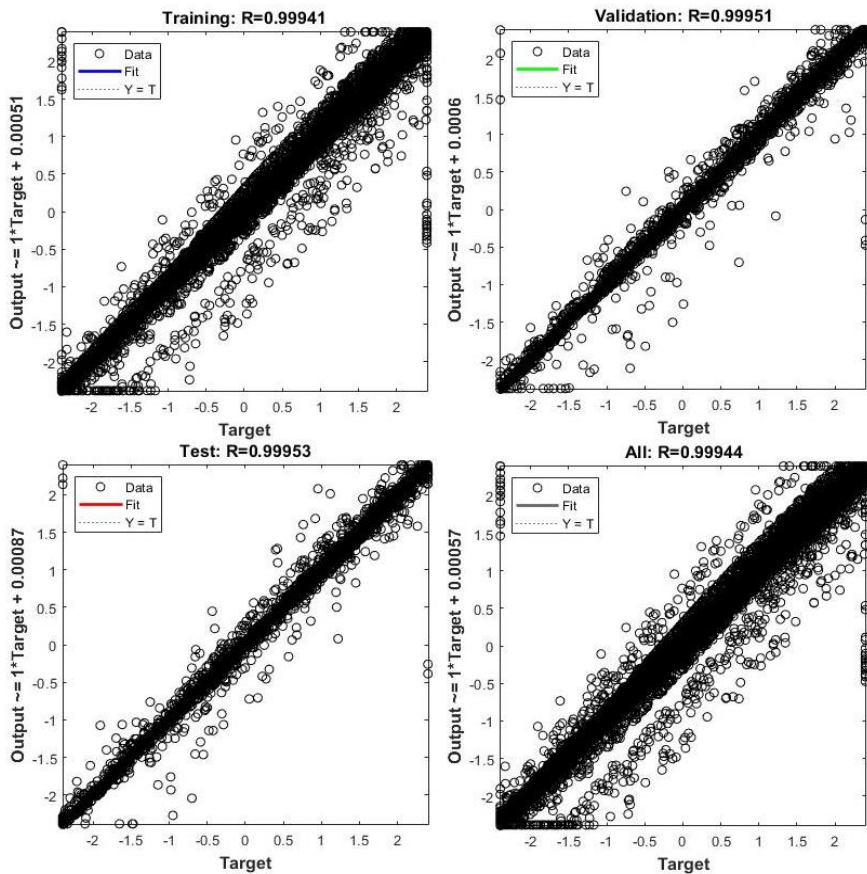
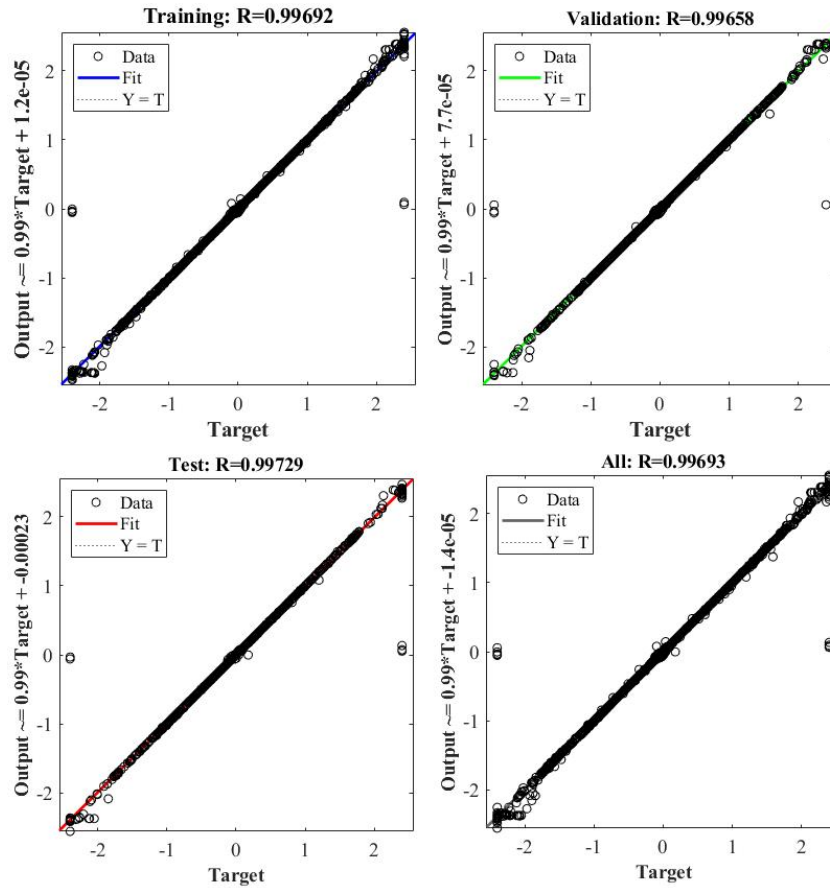


Figure 15. Regression results from ANN yaw training

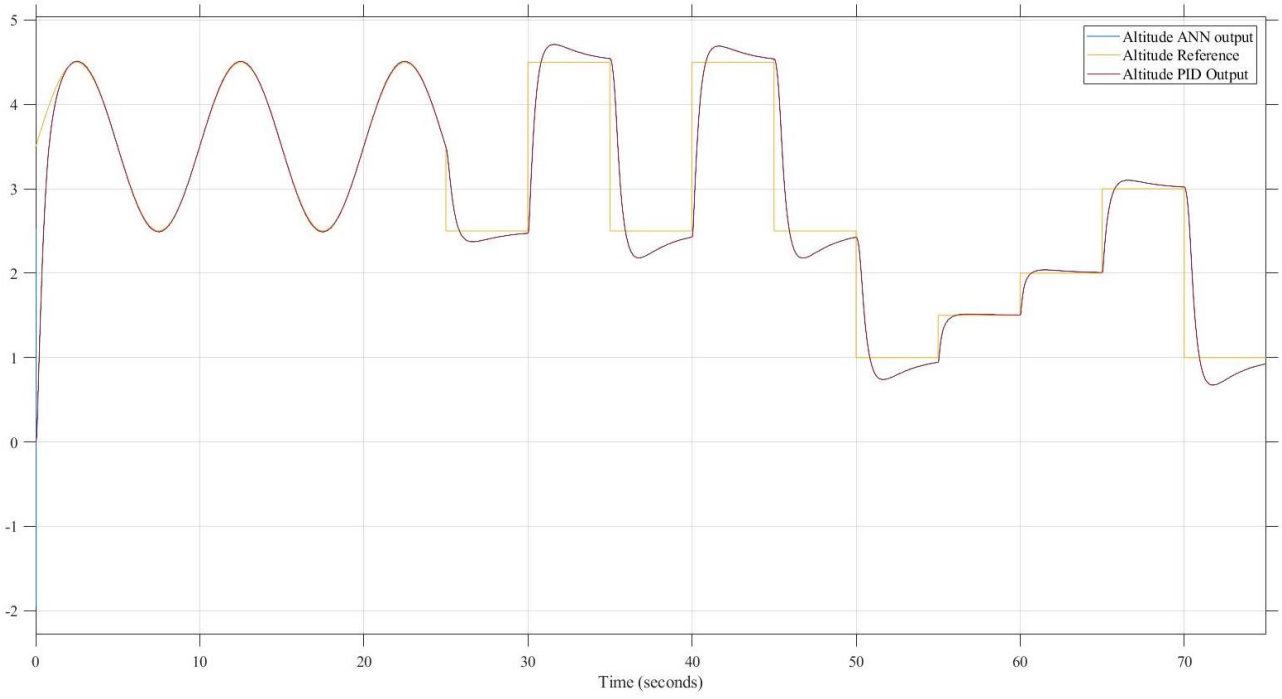


**Figure 16.** Regression results from ANN pitch and roll training

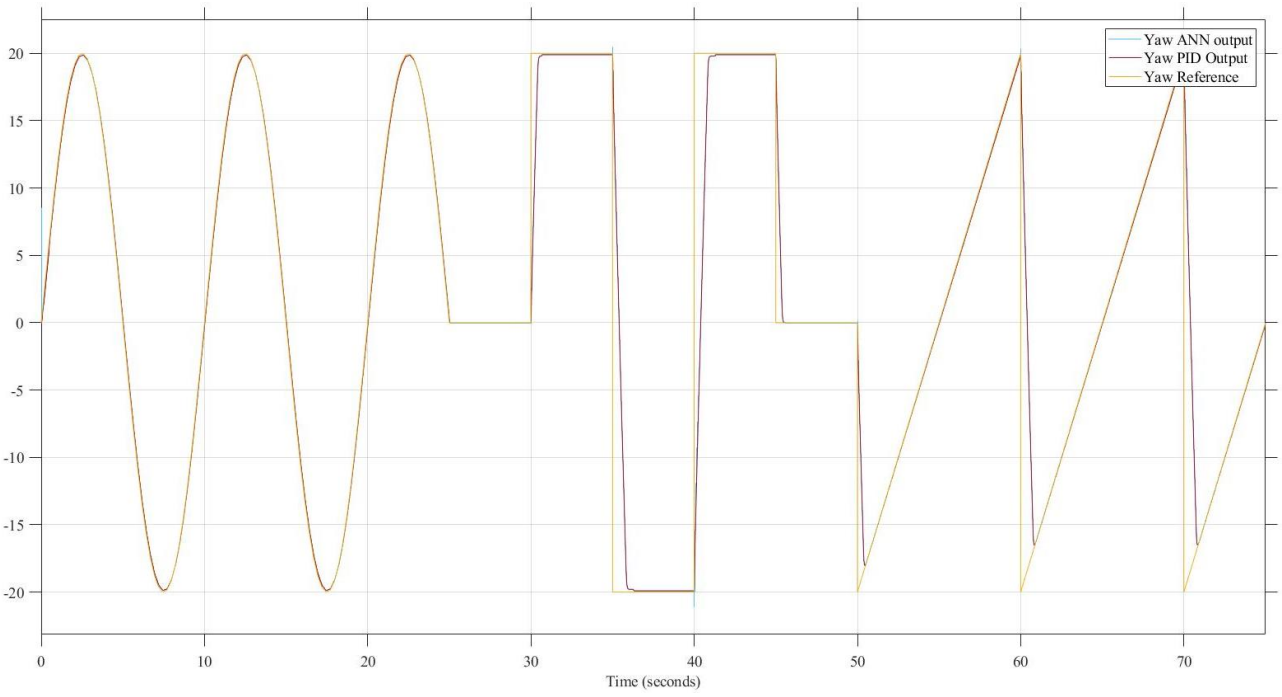
The PID and NARX NN algorithms have been designed and tested in five steps on the proposed quadcopter model shown in Figure 4. First, the mathematical model, environmental variables, and sensors have been designed. Second, the PID coefficients for each maneuver have been found with the Ziegler-Nichols method. Third, reference inputs that are shown in Figures 7,8,9, and desired outputs of the system have been generated with the help of the results of the PID algorithm for each maneuver. Fourth, the NARX NN algorithms for each maneuver have been trained by the Levenberg-Marquardt algorithm. Fifth, the Mean Square Error (MSE) and Root Mean Square Error (RMSE) have been calculated with both control algorithms for each maneuver. The results of PID control and NARX NN algorithms are compared under the sinusoidal wave, square wave, and sawtooth wave inputs without the Gaussian noise. The corresponding comparison of PID, NARX NN, and reference inputs are shown in Figure 17 for altitude maneuver, Figure 18 for yaw maneuver, Figure 19 for roll and pitch maneuvers. The performance comparison between the PID and NARX NN has been calculated with MSE and RMSE. The performance results are shown in Table 3.

**Table 3.** The performance results of attitude and altitude maneuvers

Error Type	Altitude (meter)	Roll (degree)	Pitch (degree)	Yaw (degree)
Mean Square Error (MSE) of NARX NN	0.137947	0.00277577	0.0264322	0.00512254
Root Mean Square Error (RMSE) of NARX NN	0.98523	0.996921	0.976153	0.999408
Mean Square Error (MSE) of PID Results	0.138773	0.01183	0.02668	0.01498
Root Mean Square Error (RMSE) PID Results	1.0273	0.99741	0.99954	0.99165

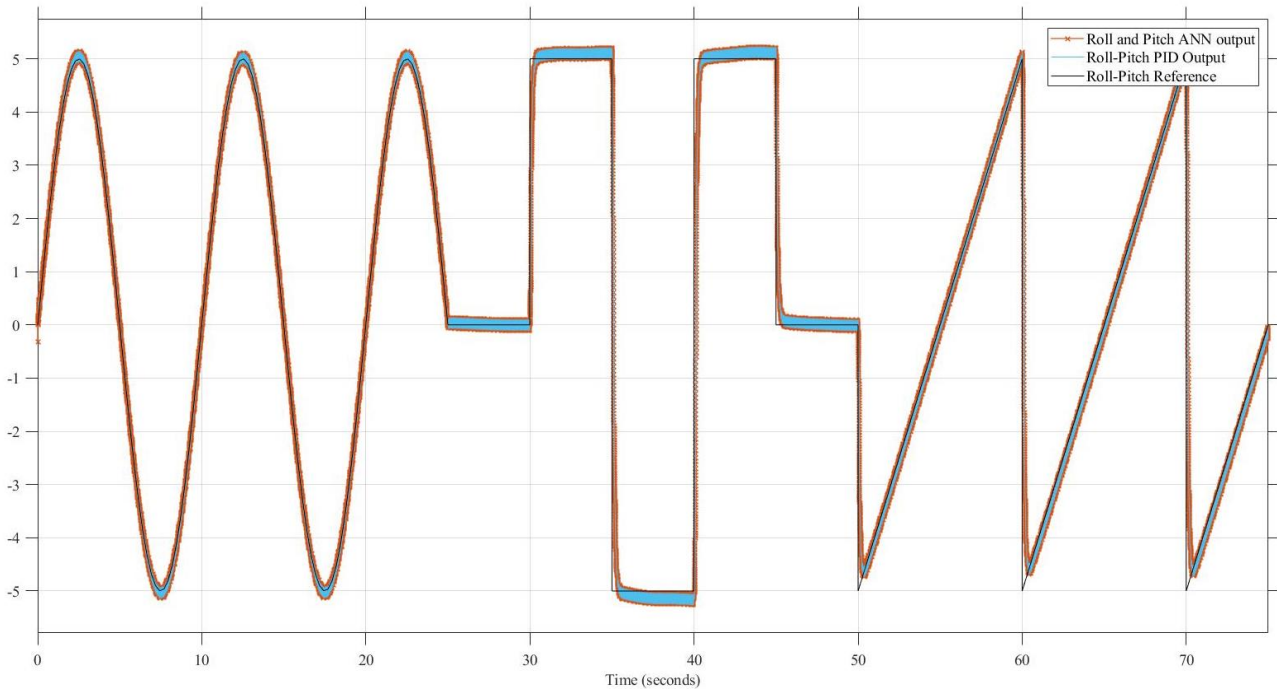


**Figure 17.** The comparison of the reference inputs, PID output, and ANN output for altitude



**Figure 18.** The comparison of the reference inputs, PID output, and ANN output for yaw





**Figure 19.** The comparison of the reference inputs, PID output, and ANN output for roll and pitch

## 6. CONCLUSION

This paper has been introduced the mathematical model of the quadcopter, and PID, NARX NN controller designs for the attitude and altitude maneuvers. Due to the non-linear analysis benefits of the NARX neural network algorithm, the trained data give similar results like the PID with a small amount of difference on RMSE and MSE errors. The NARX NN algorithm has performed better than the PID algorithm on controlling the attitude and altitude of the quadcopter. To clarify the results, the RMSE and MSE methods have been used. It follows that the altitude maneuver control by the NARX NN algorithm has given 0.98523 RMSE and 0.137947 MSE error where the PID algorithm 1.0273 RMSE and 0.138773 MSE error. Moreover, the roll maneuver control by the NARX NN algorithm has given 0.996921 RMSE and 0.00277577 error where the PID algorithm 0.99741 RMSE and 0.01183 MSE error. Likewise, the pitch maneuver control by the NARX NN algorithm has given 0.976153 RMSE and 0.0264322 MSE error where the PID algorithm 0.99954 RMSE and 0.02668 MSE error. However, the error values have given almost the same results on yaw maneuver control by NARX NN, and PID algorithm. The yaw maneuver control by the NARX NN algorithm has given 0.999404 RMSE and 0.00512254 error where the PID algorithm 0.99165 RMSE and 0.01498 MSE error. The most important criterion here is the multiplicity of training data used and training with different possibilities of inputs. In this way, the desired response can be obtained from the system under unexpected conditions. In real flights, when an accident or an undesired movement occurs, the response requested by the system can re-train the trained system with the data recorded during the flight to prevent future accidents.

## 7. CONFLICT OF INTEREST

Authors approve that to the best of their knowledge, there is not any conflict of interest or common interest with an institution/organization or a person that may affect the review process of the paper.

## 8. AUTHOR CONTRIBUTION

Şahin Ekmel KARAKAYA and Aytaç GÖREN contributed determining the concept and design process of the research and research management, data analysis and interpretation of the results, critical analysis of the intellectual content. Besides, Şahin Ekmel KARAKAYA contributed data collection, preparation of the manuscript, and final approval and full responsibility.

## 9. NOMENCLATURE

- ANN = Artificial Neural Network
- DIC = Direct Inverse Control
- FFNN = Feedforward Neural Network
- MSE = Mean Square Error
- NN = Neural Network
- NARMA-L2 = Non-linear Autoregressive Moving Average
- NARX = Non-linear Autoregressive with Exogenous Input
- PID = Proportional, Integral, Derivative
- RMSE = Root Mean Square Error
- UAV = Unmanned Aerial Vehicle
- $x = x$  Position
- $y = y$  Position
- $z = z$  Position
- $\Phi$  = Roll Angle
- $\Theta$  = Pitch Angle
- $\Psi$  = Yaw Angle
- $u$  = Linear Velocity on  $x$ -Axis
- $v$  = Linear Velocity on  $y$ -Axis
- $w$  = Linear Velocity on  $z$ -Axis
- $p$  = Angular Velocity around  $x$ -Axis
- $q$  = Angular Velocity around  $y$ -Axis
- $r$  = Angular Velocity around  $z$ -Axis
- $k_f$  = Force Constant
- $k_m$  = Moment Constant
- $I_{xx}$  = Mass Moment of Inertia About  $x$ -axis
- $I_{yy}$  = Mass Moment of Inertia About  $y$ -axis
- $I_{zz}$  = Mass Moment of Inertia About  $z$ -axis
- $f_i$  = Lifting Force
- $\tau_i$  = Lifting Moment
- $T$  = Altitude Maneuver Force
- $\tau_\phi$  = Roll Maneuver Force
- $\tau_\theta$  = Pitch Maneuver Force
- $\tau_\psi$  = Yaw Maneuver Force
- $l$  = Distance Between the Quadcopter Center and the Motors

- $\omega_n$  = Angular Velocity of nth Rotor
- $m$  = Total Mass of Quadcopter
- $g$  = Gravitational Force
- $E_s$  = Error Value
- $N$  = Filter Coefficient
- $K_u$  = Ultimate Gain
- $T_u$  = Oscillation Period
- $F$  = Force
- $a$  = Acceleration

## 10. REFERENCES

- Akın M., Gören A., Rachid A., Implementation of Sensor Filters and Altitude Estimation of Unmanned Aerial Vehicle using Kalman Filter. *Journal of Mechatronics and Robotics* 5, 8-17, 2021.
- Anonymous, 2021, Mathworks Documentation, <https://www.mathworks.com/help/>.
- Buitrago J., Asfour S., Short-Term Forecasting of Electric Loads Using Nonlinear Autoregressive Artificial Neural Networks with Exogenous Vector Inputs. *Energies* 10(1):40, 1-25, 2017.
- Cedro L., Wiczorkowski K., Optimizing PID controller gains to model the performance of a quadcopter. *Transportation Research Procedia* 40, 156-169, 2019.
- El Dakrory A. M., Tawfik M., Identifying the Attitude of Dynamic Systems using Neural Network, 2016 International Workshop on Recent Advances in Robotics and Sensor Technology for Humanitarian Demining and Counter-IEDs (RST), 1-4, 2016.
- Hagan M., Menhaj M., Training Feedforward Networks with the Marquardt Algorithm, *IEEE Transactions on neural networks* 5(6), 989-993, 1994.
- Hagiwara K., Hayasaka T., Toda N., Usui S., Kuno K., Upper bound of the expected training error of neural network regression for a Gaussian noise sequence. *Neural Networks* 14(10), 1419-1429, 2001.
- Hamidi K. E., Mjahed M., Kari A. E., Ayad H., Adaptive Control Using Neural Networks and Approximate Models for Nonlinear Dynamic Systems. *Modelling and Simulation in Engineering* 2020:8642915, 1-13, 2020.
- Hamidi K. E., Mjaded M., Kari A. E., Ayad H., Neural Network and Fuzzy-logic-based Self-tuning PID Control for Quadcopter Path Tracking. *Studies in Informatics and Control* 28(4), 401-412, 2019.
- Krivec T., Papa G., Kocijan J., Simulation of variational Gaussian process NARX models with GPGPU. *ISA Transactions* 109, 141-151, 2021.
- Luukkonen T., Modelling and control of quadcopter, Independent research project in applied mathematics Espoo, 1-26, 2011.
- Muliadi J., Kusumoputro B., Neural Network Control System of UAV Altitude Dynamics and Its Comparison with the PID Control System. *Journal of Advanced Transportation* 2018: 3823201, 1-18, 2018.
- Nguyen N.P., Mung N.X., Thanh H.L.N.N., Huynh T.T., Lam N.T., Hong S.K., Adaptive Sliding Mode Control for Attitude and Altitude System of a Quadcopter UAV via Neural Network, *IEEE Access* Volume: 9, 40076-40085, 2021.

- Paiva E., Soto J., Salinas J., Ipanaque W., Modeling, Simulation and Implementation of a modified PID Controller for stabilizing a Quadcopter, 2016 IEEE International Conference on Automatica (ICA-ACCA), 1-6, 2016.
- Praveen V., Pillai A. S., Modeling and Simulation of Quadcopter using PID Controller, IJCTA 9(15), 7151-7158, 2016.
- Razmi H., Afshinfar S., Neural network-based adaptive sliding mode control design for position and attitude control of a quadrotor UAV. Aerospace Science and Technology 91, 12-27, 2019.
- Wang P., Man Z., Cao Z., Zheng J., Dynamics Modelling and Linear Control of Quadcopter, International Conference on Advanced Mechatronic Systems 2016, 498-503, 2016.
- Yoon G.Y., Yamamoto A., Lim H.O., Mechanism and Neural Network Based on PID Control of Quadcopter, 16th International Conference on Control, Automation and Systems (ICCAS 2016), 19-24, 2016.
- Zulu A., John S., A review of control algorithms for autonomous quadrotors. Open Journal of Applied Sciences 4, 547-556, 2014.

Araştırma Makalesi / Research Article

Elektro Kıvılcım Biriktirme Yöntemi ile WC'nin Paslanmaz Çelik Üzerine Kaplanması İçin  
Bir Mekatronik Sistem Tasarımı

Barış GÖKÇE<sup>1\*</sup>, Hasan Esat ÇELİK<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Necmettin Erbakan Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Mekatronik Mühendisliği Bölümü, Konya, Türkiye,  
ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0001-6141-7625>, [barisgokce@hotmail.com](mailto:barisgokce@hotmail.com)

<sup>2</sup> Necmettin Erbakan Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Mekatronik Mühendisliği Bölümü, Konya, Türkiye,  
ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-5194-4779>, [hasanesata6@gmail.com](mailto:hasanesata6@gmail.com)

Geliş/ Received: 14.07.2021;

Kabul / Accepted: 11.01.2022

**ÖZET:** Günümüzde Elektro Kıvılcım Biriktirme (EKB) sistemleri ile yapılan uygulamaların otomotiv, kimya, uzay, tıp, gıda ve askeri alanlardaki kullanımı giderek artmaktadır. Bununla birlikte EKB ile kaplama işlemleri manuel olarak yapılmakta ve bunun için el kuvveti ve becerisi kullanılmaktadır. Bu sebeple, kaplama sistemlerinin otomatik olarak yapılabilmesi için kontrol teknolojisi ekipmanları ile donatılması ve çeşitli yardımcı sistemlerle birlikte kullanılmasının gerekliliği ortaya çıkmaktadır. Bu çalışmada, Elektro Kıvılcım Biriktirme yöntemi kullanılarak paslanmaz çelik üzerine otomatik kaplama yapmak için çok eksenli bir Mekatronik sistem tasarımı uygulanmıştır. Ayrıca bu sistem için iki farklı yardımcı tasarım belirlenerek üretilmiştir. Bunlar; Z ekseninde yay geri beslemeli kaplama sistemi ve ağırlık dengesi kontrollü kuvvet ölçüm geri besleme sistemleridir. Geliştirilen sistemde AISI 304 paslanmaz çelik yüzeyine volfram karbür (WC) kaplaması gerçekleştirilmiştir. Paslanmaz çeliğin kaplanması sırasında bilgisayar kontrollü olarak 100 µF, 80V ve 80 Hz olarak belirlenen parametrede, P:50, I:1.2, D:0,6 PID değerlerinde üç farklı kaplama deseninde otomatik kaplama işlemi gerçekleştirmiştir. Çalışma sonucunda ağırlık-denge analizleri ile mikro ve makro yapı analizleri yapılmıştır. Çalışmalar sonucunda paslanmaz çelik yüzeyinde istenilen 100 gram ağırlık kuvvet hassasiyetinde kaplamanın otomatik olarak yapıldığı gözlemlenmiştir. Manuel kaplamaya göre sürekli zamanda daha fazla kaplama işleminin otomatik olarak yapıldığı ve birim zamanda daha fazla verim sağlandığı sonucuna varılmıştır.

**Anahtar Kelimeler:** Elektro Kıvılcım Biriktirme, Kaplama, Paslanmaz Çelik, Volfram Karbür (WC).

\*Sorumlu yazar / Corresponding author: [barisgokce@hotmail.com](mailto:barisgokce@hotmail.com)

Bu makaleye atıf yapmak için /To cite this article

Gökçe, B., Çelik, H. E. (2022). Elektro Kıvılcım Biriktirme Yöntemi ile WC'nin Paslanmaz Çelik Üzerine Kaplanması İçin Bir Mekatronik Sistem Tasarımı. Journal of Materials and Mechatronics: A (JournalMM), 3(1), 20-32.

## A Mechatronic System Design for The Coating of WC on Stainless Steel Using Electro Spark Deposition Method

**ABSTRACT:** Today, Electro Spark Deposition (ESD) systems are increasingly used in automotive, textile, chemistry, space, medicine, food and military fields. However, ESD coating processes are performed manually by hand force. For this reason, it is necessary to equip the coating systems with control technology equipment and to be used with various auxiliary systems in order to make the coating systems automatically. In this study, a multi-axis mechatronic system design has been applied in order to make automatic coating on stainless steel by using Electro Spark Deposition method. In addition, two different auxiliary designs were determined and produced for this system. These; Spring loaded coating system and weight balance-controlled force measurement feedback systems in the Z axis. In the developed system, WC coating was applied to the surface of AISI 304 stainless steel. During the coating of stainless steel, computer controlled automatic coating process was carried out in three different coating patterns at P: 50, I:1.2, D: 0.6 PID values at the parameter determined as 100  $\mu$ F, 80V and 80 Hz. At the end of the study, weight-balance analysis, micro and macro structure analysis were made. As a result of the studies, it has been observed that the stainless-steel surfaces are successfully coated with the desired 100-gram weight strength sensitivity. It is concluded that more coating processes are performed automatically in continuous time compared to manual coating and more efficiency is obtained per unit time.

**Keywords:** Electro Spark Deposition, Coating, Stainless Steel, Wolfram Carbide (WC).

### 1. GİRİŞ

Günümüzde endüstrinin her alanında geniş bir şekilde kullanılan çelik ve türevlerinin korozyon ve aşınma gibi temel sorunlara karşı korunması her zaman üzerinde çalışılan bir konu olmuştur. Bunun dışında çelik veya benzer metallere kullanıldığı yere göre temel mekanik özelliklerini iyileştirmek ve bununla birlikte başka özellikler de kazandırmak için çelik ve diğer metaller üzerine ESD yoluyla kaplamalar yıllardır yapılmış ve yapılmaya da devam edilmektedir (Korkmaz, 2008; Felix, 2018). Elektro Kıvılcım yöntemi ile ilgili çalışmaların önemli bir kısmı Rusya'da gerçekleştirilmiştir. Rusya kaynaklı akademik çalışmaların birçoğunda ESD kaplama yönteminin aşınan makine parçaları (türbin bıçakları, torna takımları, miller, kalıplar, matkap uçları gibi) üzerinde uygulandığı ve söz konusu parçaların tamir, servis ve ticari kullanım ömürlerinin artırılması konusunda başarılı ve yaygın bir yöntem olduğu belirtilmiştir (Coşkun, 2019). Demir esaslı malzeme yüzeylerinin nikel veya bakır elektrot ile malzeme yüzeyi kaplandığında sertliğinin arttığı tespit edilmiştir (Johnson ve Sheldon, 1986). Kıvılcım atlama sırasındaki malzeme transfer yönteminin birçok özelliği tanımlanmış ve bununla birlikte plaka kalınlıklarına göre enerji transfer üzerine çalışmalar yapılmıştır (Perju ve ark., 2014). 1943 yılında EKB yöntemi ile metalik araç yüzeyleri kaplanarak ilk çalışmaları gerçekleştirilmiş ve böylece EKB yöntemini geliştirmeye başlamıştır (Korkmaz, 2008). Daha sonra bu yöntem karbon ve metalik alaşımlarda ve toz metalürjisinde kullanılarak geliştirilmiştir (Młynarczyk ve ark., 2018; Vizureanu ve ark., 2018; Topalã ve ark., 2010)

Zamanla yıpranmaya maruz kalan makine elamanlarının yüzeylerinin iyileştirilmesi ve bu sayede makine elamanlarının çalışma ömürlerinin uzatılması araştırmaları yapılmıştır. Bu yöntem aşınmaya maruz kalan birçok parçanın ömrünü arttırmak için kullanılan bir yöntem haline gelmiş ve EKB en önemli yöntemlerden biri olmuştur (Johnson ve Sheldon, 1986). Bu kaplama türünün karbonlu çelikler, paslanmaz çelikler ve alaşımlı çelikler gibi farklı çeliklere uygulandığı çalışmalar bulunmaktadır (Jiao, 2016; Jiao ve ark., 2018; Felix, 2018; Syed, 2010). EKB yöntemi genel olarak

bilinmesine ve kullanılmasına rağmen diğer batılı ülkelerde önemi daha sonra anlaşılmıştır. ABD’de 1974’te Johnson, nükleer reaktör uygulamalarının desteklenmesiyle başarılı EKB deneyleri gerçekleştirmiştir. Ancak bu kaplamaların tamamen kabul edilebilir hale gelmeden önce daha fazla gelişmeye ihtiyaç duyduğunu belirtmiştir (Johnson ve Sheldon, 1986). Farklı amaçlar için EKB ile kaplanmış sert faz çeliklerinin lazer ile işlenmesi ve karakterizasyon ile ilgili çalışmalar yapılmıştır (Bozkurt, 2019). Otomatik kontrol ve EKB sisteminin birlikte kullanılması ile kaplama sisteminin sistem veriminin dört kata kadar arttığı tespit edilmiştir (Korkmaz, 2008; Liu ve ark., 2005). Ancak elektrot kalınlıkları, alt malzeme, elektro malzemesi ve parametreler bu verimliliği de farklı olarak etkilemektedir. Bu yüzden her otomatik kontrol sürecinin ayrı olarak düşünülmesi gerekmektedir (Syed, 2010). Bununla birlikte kaplama parametrelerinin kaplama üzerinde etkisi özellikle kütle transferine etkisi oldukça önemlidir (Tang, 2009; Lešnjak ve Tušek 2002, Galinov ve Luban 1996). Bu parametreler dikkate alınarak farklı simülasyon çalışmalarının da yapıldığı literatür çalışmaları bulunmaktadır (Huang ve ark., 2016).

EKB kaplama yönteminde insan eli ile kaplama çok yoğun olarak kullanılmaktadır. Buda işçilik maliyetini arttırmakta ve bazen kalitede sürdürülebilirliği sağlayamamaktadır. Bu sebeple bu çalışmada özellikle insan odaklı olan bu kaplama yöntemine alternatif olarak otomatik kaplama için farklı bir kontrol yaklaşımı önerilmiştir. Literatürdeki önceki çalışmalarda farklı tipte yük geri beslemeli çalışmalar varken bu çalışmada yay geri beslemeleri ve yük kontrollü bir yaklaşım geliştirilmiştir.

## 2. MATERYAL VE YÖNTEM

Bu çalışmada EKB yöntemi ile malzeme üzerine otomatik kaplama yapabilmek için çok eksenli bir otomatik sistem geliştirmesi yapılmıştır. Bu sistemin geliştirilmesi için temel materyaller ve yöntemler şunlardır;

1. Üç eksen CNC tip bir kartezyen robot sistemi mekanik ekipmanlar,
2. X ve Y eksenleri için NEMA34 adım (step) motor ve sürücüleri,
3. Z Eksen için enkoder geri beslemeli redüktörlü DC motor,
4. HUYS Üniversal ESD kaplama güç kaynağı,
5. Dört adet yük hücresi,
6. STM32 Mikro denetleyici,
7. UART Haberleşme arabirim kartı,
8. X ve Y Eksenleri için MACH3 kontrol kartı ve yazılımı,
9. Sistem tanımlama araç kutusu,
10. Kapalı çevrim PID kontrol algoritması,
11. 3 mm çapında volfram karbür (WC) elektrot,
12. AISI 304 paslanmaz sac.

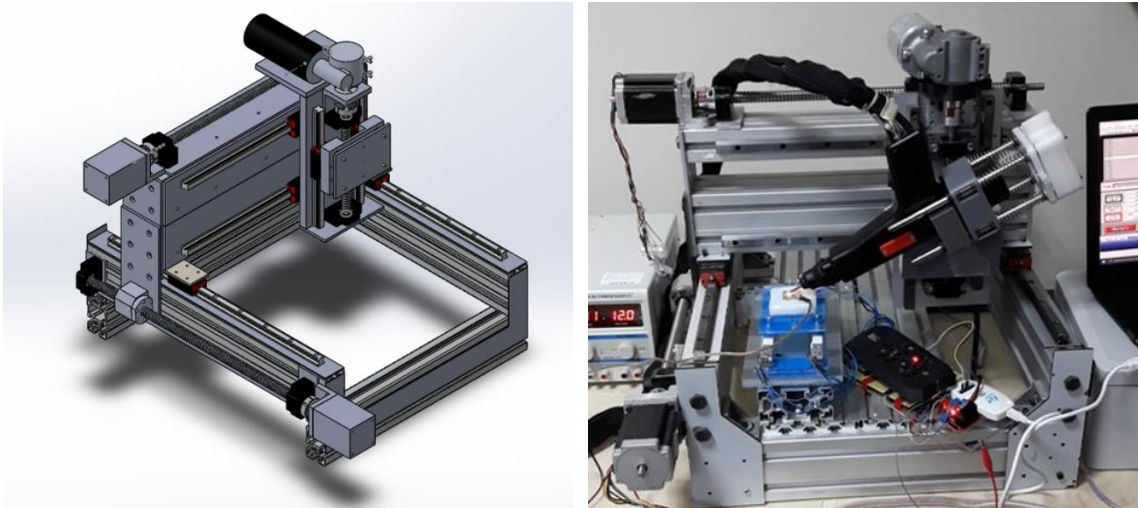
Burada özellikle WC, içerisinde %5-20 oranında kobalt bulunan, çelik üzerine uygulanabilen ve piyasada oldukça kolay bulunabilen bir karbür malzemedir. Paslanmaz çelikler ise özellikle tahıl aktarma ve taşıma sektöründe kullanılan çeliklerdir ve çok hızlı aşınmaktadır. Bu sebeple bu çalışmada elektrot olarak WC ve altlık malzeme olarak paslanmaz çelik seçilmiştir. Temel robot türlerinin ve kontrol kinematiğinin bilinmesi doğru robot kontrolü için gereklidir. Endüstride farklı tür robotlar ile farklı uygulamalar bulunmaktadır (Bingül ve Küçük, 2020; Shah, 2016; Karaca, 2020).

Bu çalışmada ana ve yan taşıyıcılar için 45×90 sigma profil ve 90×90 sigma profil, üç adet tahrik mili, üç adet vidalı mil somunu ve somun gövdesi, üç adet kaplin ve altı adet vidalı uç mil yatakları kullanılmıştır. X, Y ve Z eksenleri doğrultusunda hareket etmesi için dört adet doğrusal kızak rayı ve altı adet kızak kullanılmıştır. Kaplama baskı kuvveti ölçme ve yaylı kuvvet dengeleme sistem tasarımı, çok eksenli otomatik sisteme entegre edilmiştir. Tasarlanan sistemin kinematik analizleri yapılmış ve sistemde gönderilen giriş sinyali karşılığında ağırlık sensörlerinden gelen ağırlık verileri ile sistem modeli tanımlanmıştır. Sistem bu modeller doğrultusunda 100 gramlık ağırlık-kuvvet düzeyinde DC motor ve ağırlık sensörü arasında kaplanan yüzey dengelenmiştir. Ağırlık dengesi sağlanan sistem belirlenen kaplama parametresinde kaplama işlemi yapılarak sistem tamamlanmıştır. Şekil 1’de çalışma kapsamında geliştirilen sistemin genel görüntüsü verilmiştir.



Şekil 1. Geliştirilen sistemin genel görüntüsü

Bu sistem için yaylı dengeleme sistemi, ağırlık ölçme sistemi, veri toplama ve kontrol devresi tasarımı ve imalatı gerçekleştirilmiştir. Bu sayede AISI 304 paslanmaz çelik yüzeylerinde istenilen kuvvet dengesinde kaplama işlemi yapabilen çok eksenli bir yardımcı sistem geliştirilmiştir. Şekil 2’de bu sistemin üç boyutlu tasarımı ve tasarıma uygun üretimin tamamlanmış hali verilmiştir.



Şekil 2. Geliştirilen sistemin üç boyutlu tasarımı ve üretimi

Sistemde kullanılan yaylı dengeleme sistemi kaplama tabancası için tasarlanmıştır. Zeminde oluşabilecek kaplama hataları en aza indirilmiştir. Ayrıca uç işlevcinin zeminle paralellliğini bozmayacak şekilde kaplama yapması sağlanmıştır. Bu sayede kaplama tabancası bulunduğu yerdeki duruş pozisyonun koruyarak istenilen kaplanan yüzeyi noktasında kuvvet dengesi oluşturulmuştur.

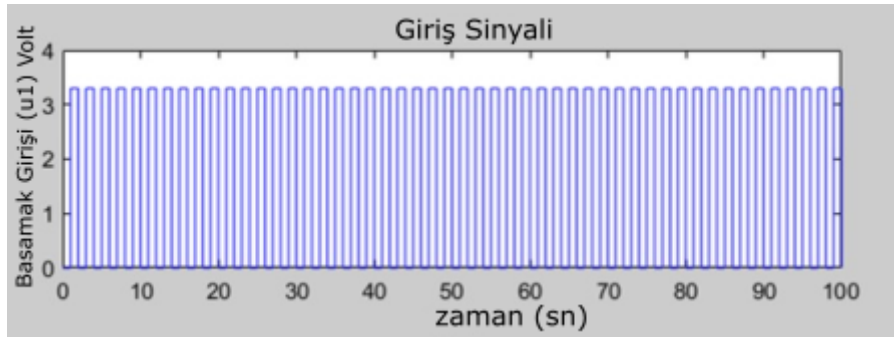


Bu yaylı sistemin farklı yüzeylerde de kullanılarak dengeleme özelliği yapabileceği keşfedilmiştir. Ayrıca bu sistem geliştirmeye açık olup farklı uygulamalarda kullanılabilir niteliktedir.

### 2.1 Tasarım için Kullanılan Gerçek Zamanlı Veriler

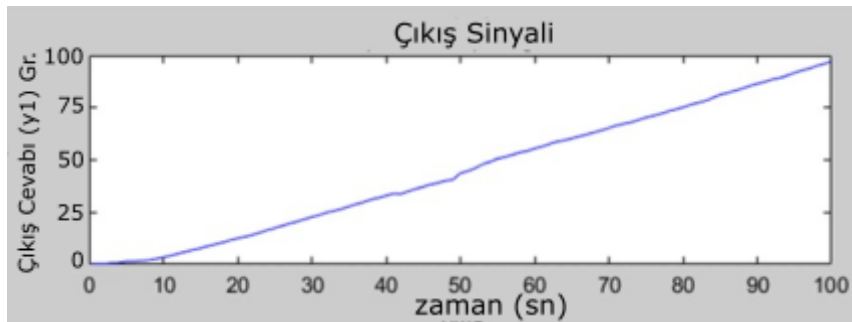
Sistem modeli tasarlamak için bazı verilerin olması gerekmektedir. Bunlar bu tasarlanan sistem için mikroişlemciden DC motora gelen sinyal verisi ve ağırlık sensörlerinin zamanla ölçülen verilerdir. Sistem belli bir süre çalıştırılmış ve verileri kayıt altına alınmıştır. Bu veriler sistem çalışırken çeşitli yazılım ve ara yüzlerden işlenerek belirlenmiştir. Bu veriler sistem tasarımı için Giriş (input) ve Kuvvet olarak belirlenmiştir.

Sinyallerin zamanla değişen kuvvet değeri gözlenmiştir. Sisteme uygulanan kuvvete karşılık gelen sinyal (3.3V) ve geçen zamana göre değişimi Şekil 3'te gösterilmektedir. Burada görüldüğü gibi başlangıç sinyali mikroişlemciden gelen giriş sinyal olarak değerlendirilmiştir. Sistem gerçek zamanlı verilere göre ölçülmüş ve sistem giriş sinyali veriye göre yapılandırılmıştır.



Şekil 3. Sistem basamak giriş sinyali (Volt)

Şekil 4'te giriş sinyaline göre zamanla değişen kuvvet değerlerine karşılık gösterilmiştir. Şekil 3'te u1 giriş sinyali (darbeli 3.3V) ve Şekil 4'te ise y1 çıkış (kuvvet) verisi gösterilmektedir. Burada çıkış cevabı olarak maksimum 100 gr referans alınmıştır.



Şekil 4. Sistem çıkış cevabının zamanla değişimi gösterilmiştir

Giriş ve çıkış verileri simülasyon yazılım ortamında sistem tanımlama araç kurusu kullanılarak bir transfer fonksiyon modeli seçilmiş ve sistemin pay (zeros) ve paydaları (poles) kutuplar ve sıfırlar olarak belirlenmiştir. Burada pay birinci (1.) dereceden payda ise ikinci (2.) dereceden olarak belirlenmiştir. Kutup-(sıfır) sayısı belirlendikten sonra transfer fonksiyonu tahmin etme işlemi yapılmıştır.

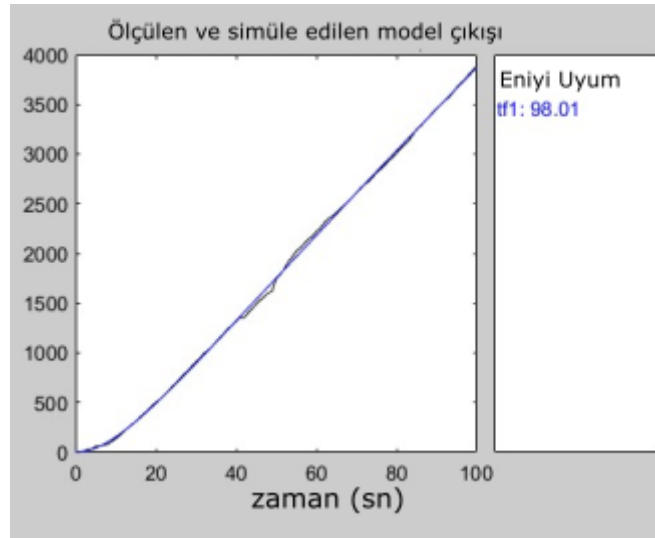
Çizelge 1'de yapılan tahminleme işlemi sonuçları görülmektedir. Bu tahmin sonuçları için çalışma alanında bulunan giriş ve çıkış sinyallerine karşılıklı örnekleyerek kıyaslamaktadır.

Kıyaslamadan transfer fonksiyon modeli oluşturmak için kutuplar (poles) ve sıfır (zero) değerleri girilmiş ve sonucunda Çizelge 1’de gösterilen tahmini sonuç oranı %98.01 olarak elde edilmiştir. Tahmin sonucunda transfer fonksiyon modeli verisi gerçek zamanlı veriye benzerlik-uyum oranının yüksek olduğu görülmektedir.

Çizelge 1. Transfer fonksiyon tahmin verisi

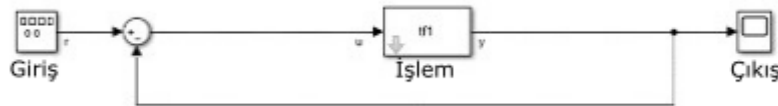
Birinci Dereceden İyileştirme Normu					
İterasyon	Maliyet	Adım	Optimallik	Beklenen	Gerçekleşen
0	569.152	-	9.18E+03	7.16E-05	-
1	568.909	0.848	1.74E+03	7.16E-05	0.0426
2	568.907	0.0267	34.6	4.87E-07	0.000293

Şekil 5’de verilerin uyumluluk sonuçları karşılaştırıldığı sonuç grafiği gösterilmektedir. Burada ölçülen ve simüle edilen veri arasındaki uyum %98,01 olduğu görülmektedir. Böylece elde edilen transfer fonksiyonu gerçek sistem üzerinde uygulanabilmektedir.



Şekil 5. Transfer fonksiyon sonucunun ölçülen veriyle kıyaslanması

Sistem mimarisi belirlendikten sonra veriler sistem tasarım modelinde (Şekil 6) işlenir ve transfer fonksiyonu çıkartılır. Şekil 7’de çıkarılan bu transfer fonksiyonu (tf1) gösterilmektedir. Burada “tf1” kontrol sisteminde transfer fonksiyonu temsil etmektedir. Kontrol sistemi, kapalı çevrim olarak oluşturulmuştur.



Şekil 6. Veriler ile tasarlanan sistemin model gösterimi

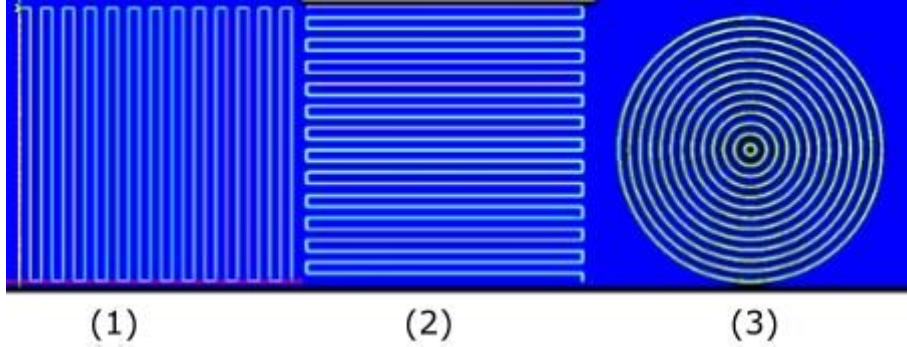
Simülasyon süreçlerinde kapalı kutu sistemi olarak belirlenen sistem tanımlama araç kutusunda “u1” giriş sinyali olarak girilmiş ve “y1” çıkış sinyali alınmıştır. Bu sinyaller sayesinde sistem tanımlama araç kutusunda kestirim yoluyla transfer fonksiyon verisi oluşturulmuştur. Burada

oluşturulan veriler kontrol sistem tasarımı tarafından transfer fonksiyon tespiti için kullanılmıştır. Tasarlanan sistemin transfer fonksiyonu eşitlik 1’de verilmiştir.

$$\frac{0.29938s + 2.73304002}{s^2 + 0.100878s + 0.00009475362} \quad (1)$$

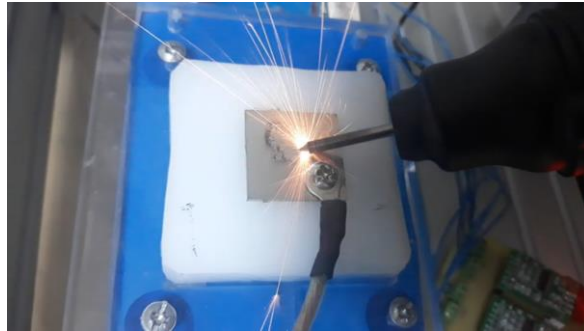
## 2.2 Kaplama Çalışması

Sistemde kaplanan her bir metal 30×30×1 mm boyutlarında ve 10×10 mm alanda AISI 304 paslanmaz çelik yüzeyindeki biriken maddenin yüzey kalitesini, kaplanan madde özelliklerini incelemek için üç farklı kaplama deseninde, kapasitans 100 µF, voltaj 80 V ve frekans 80 Hz. olarak belirlenen parametrede, PID değerleri P:50, I:2, D:0,6 olarak belirlenmiştir. Kaplamada zemine uygulanan 100 gramlık ağırlık denge kontrolü ve PID değerleri STM32F103 mikrodenetleyici ile kontrol edilmiştir. Kaplama sisteminin yüzey kaplama desenleri X ve Y eksenindeki hareketi ile Mach3 arayüzü ile kontrol edilmiştir. Kaplama desenleri sırasıyla Şekil 7’de gösterilmektedir. Kaplama desenleri, 10×10 mm alanda kaplama yapacak şekilde belirlenmiştir. Şekil 7(1)’deki kaplama deseni No:1 olarak belirlenmiştir, (2)’deki kaplama deseni No:2 ve (3)’deki kaplama deseni ise No:3 olarak belirlenmiştir. Bu desenler kullanılarak kaplama işlemini gerçekleştirmek amacıyla X ve Y eksenleri için Mach3 ara yüzü için hazır işlem kodları oluşturulmuştur. Kuvvet dengeleyen yaylı sistemin ve kaplama işleminin gerçekleştiren kaplama tabancasının açısı 60° olarak belirlenmiştir.



Şekil 7. Kaplama desenleri sırasıyla No:1, No:2 ve No:3 kaplama deseni

Kaplama işlemi geliştirilen üç eksenli sistem aracılığıyla otomatik olarak gerçekleştirilmiştir. Şekil 8’de belirlenen parametreler ile yapılan kaplama işlemi sırasında alınmış bir görsel verilmiştir.



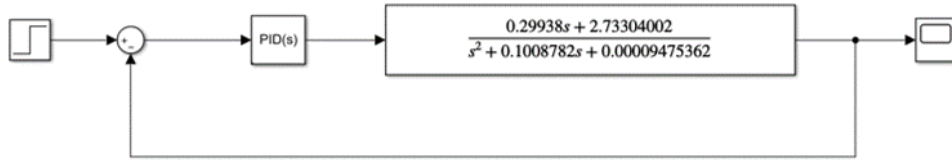
Şekil 8. Belirlenen parametreler ile yapılan otomatik kaplama işlemi

### 3. BULGULAR VE TARTIŞMA

Bu çalışmada EKB yöntemi ile paslanmaz çelik üzerine WC'ü 100 gram dengede otomatik kaplama için bir Mekatronik sistemi geliştirilmiştir. Çok eksenli kuvvet geri beslemeli bir sistem tasarlanmış ve kontrolü gerçekleştirilmiştir. Tasarım için birçok farklı model konseptleri incelenmiş ve değerlendirilmiştir. Farklı birçok sistemin araştırılmasıyla çalışmanın kapsamına uygun hareket ve kontrol modelleri tasarlanmış ve üretilmiştir. Bu tasarımlar ve geliştirmeler, Z eksenli yaylı kaplama sistemi, ağırlık sensörü kontrolü için ağırlık ölçüm sistemi, aksel tahrik sistemleri, veri toplama ve işleme sistemleri ve STM32F103 mikro denetleyici sistemidir. Üç eksenli sistemin Z ekseninde bulunan uç işlevcisine Kanada Huys endüstrisinden elde edilen EKB kaplama cihazı el uygulayıcısı entegre edilmiştir. Geliştirilen bu sistemle otomatik olarak paslanmaz çelik yüzeylere WC malzemesi kaplanmıştır.

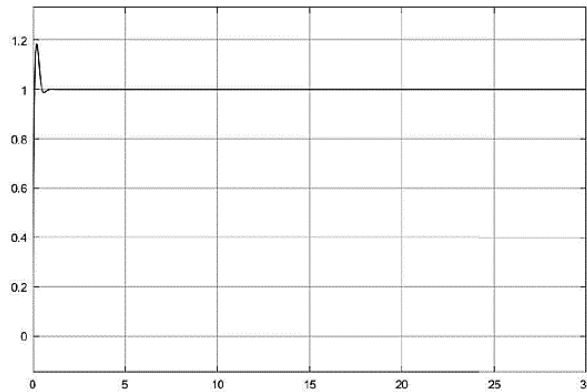
#### 3.1. Sistem için PID Katsayılarının Belirlenmesi

Tasarlanan sistemde kaplama işleminin kaplanan malzeme üzerindeki 100 gram ağırlıkta dengelemesi amacıyla sistemin çalışma durumuna göre PID değerleri belirlenmiştir. Şekil 9'da tasarlanan sistem için belirlenen PID değerleri P için 50, I için 1.2 ve D için ise 0.6 olarak belirlenmiştir.



Şekil 9. 100 gram ağırlıkta sistemin dengelenmesi için oluşturulan sistem modeli

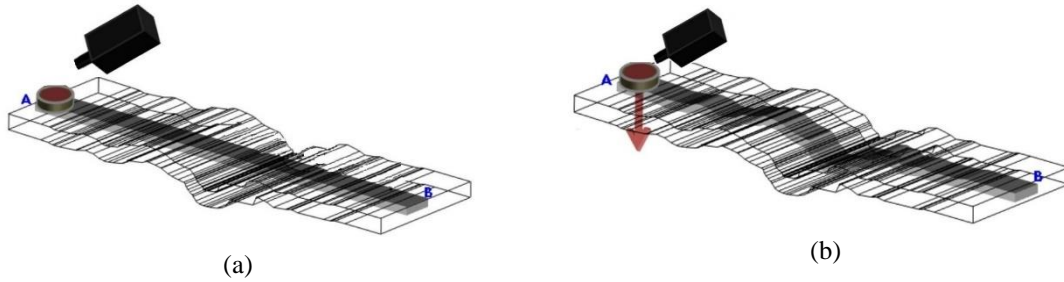
Buna göre sistemde kullanılan PID değerleri sistemin çalışması için optimum değerler P değeri 50 olarak belirlenmiştir. I değeri 1.2 ve D değeri ise 0.6 olarak belirlenmiştir. Filtre katsayısı varsayılan değer olan  $N = 100$  alınmıştır. Elde edilen veriler doğrultusunda tasarlanan sistemin PID değerinin sistem üzerindeki etkisi şekil 10'da görülmektedir. Grafikte sistemin PID sonrası adım yanıtını (step response) incelendiğinde ani bir taşma ile çok kısa sürede oturduğu görülmektedir. Bu yöntem ideal PID katsayılarının bulunmasında yardımcı olmuştur. Biçimsel olarak bir sistemin kararlılığı ve optimum duruma ulaşma yeteneği hakkında bilgi vermiştir. Veriler doğrultusunda kullanılarak sistem kontrolü yapılmıştır. Sonuçta sistem yazılımında kullanılan PID değerler  $P=50$ ,  $I=1.2$  ve  $D=0.6$  olarak belirlenmiştir.



Şekil 10. Tasarlanan sistemin adım cevabı (Step response)

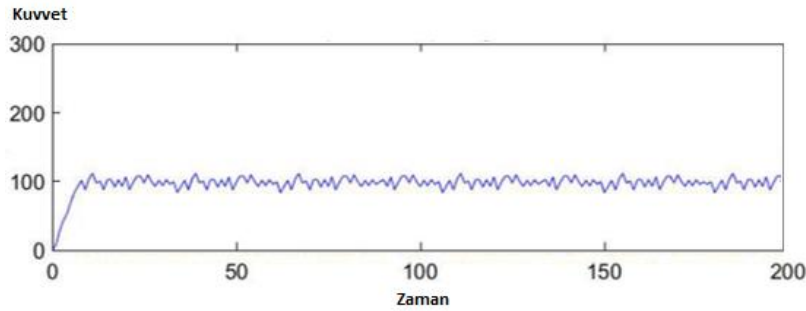
### 3.2 Kuvvet Algılaması ve PID Kontrollü Sonrasındaki Sistem Davranışları

EKB elektrotunun aralıklı ve lokal temasını sağlamak için bazı küçük kuvvetler gerekmektedir. X ve Y eksenlerinin hareketi için G-kodu verileri ile  $30 \times 30 \times 1$  mm AISI 304 paslanmaz çelik zemin üzerinde kaplama yapmak için A ve B noktaları arasındaki doğrusal mesafede hareket sağlanmıştır. Uygulanan aşırı kuvvet elektrotun kısa devre yapmasına ve ark sürecinin kesilmesine, az kuvvet ise kaplamanın istenilen özellikleri karşılamamasına sebep olmaktadır. Şekil 11 (a)'da sistemin kuvvet geri beslemeli ve PID kontrollü olmadan çalışma simülasyonu gösterilmiştir. Şekil 11 (b)'de ise kaplama zemin yüzeyine bakmaksızın belirlenen bir hat üzerinde kuvvet dengesi olmadan kaplama işlemini gerçekleştirmiştir. Bu kaplamanın bazı yerlerinde istenilen özellikte kaplama olmamasına neden olmaktadır. Bu nedenle zemine uygulanan kuvvetin algılanması ve bu yüke göre sistemin kontrol edilmesini gerekli hale gelmiştir.



Şekil 11. Sistemin Kuvvet geri beslemesiz (a) ve kuvvet geri beslemeli (b) ve PID kontrollü çalışma sistemi

Şekil 12'de sistemin kararlılığı incelenmiş ve referans değerleri olan 100 gram kuvvet ile istenilen değerde kaplanan paslanmaz çelik yüzeyinde dengelemiştir. Buradaki dengede sensörlerden okunan gram değeri, yardımcı yaylı dengeleme sistemi ve belirlenen PID değerlerinde 100 gramda dengelenmesi sağlanmıştır. İstenilen referans değerinde kuvvet uygulaması için bekledikten sonra kaplama sistemi çalıştırılmıştır. Yani sistem dengesi 0 gramdan 100 grama geldikten sonra kaplama işlemi başlatılmaktadır. PID ve yaylı sistem sayesinde yüzeyde kaplama işlemi gerçekleştirilirken tüm kaplanan yüzeylere ortalama olarak eşit miktarda ve belirlenen sabit yük değerinde kaplama işleminin gerçekleştirildiği görülmektedir.

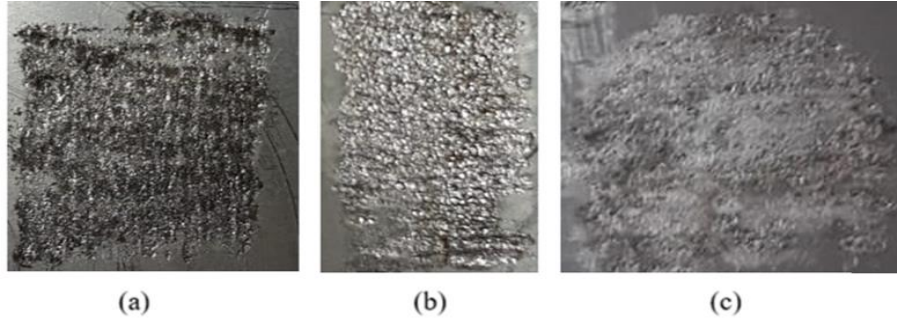


Şekil 12. PID sonrası 100 gr'da kaplamanın zemine uyguladığı kuvvetin zamanla değişimi

### 3.3. Kaplama Kalınlık Analizi

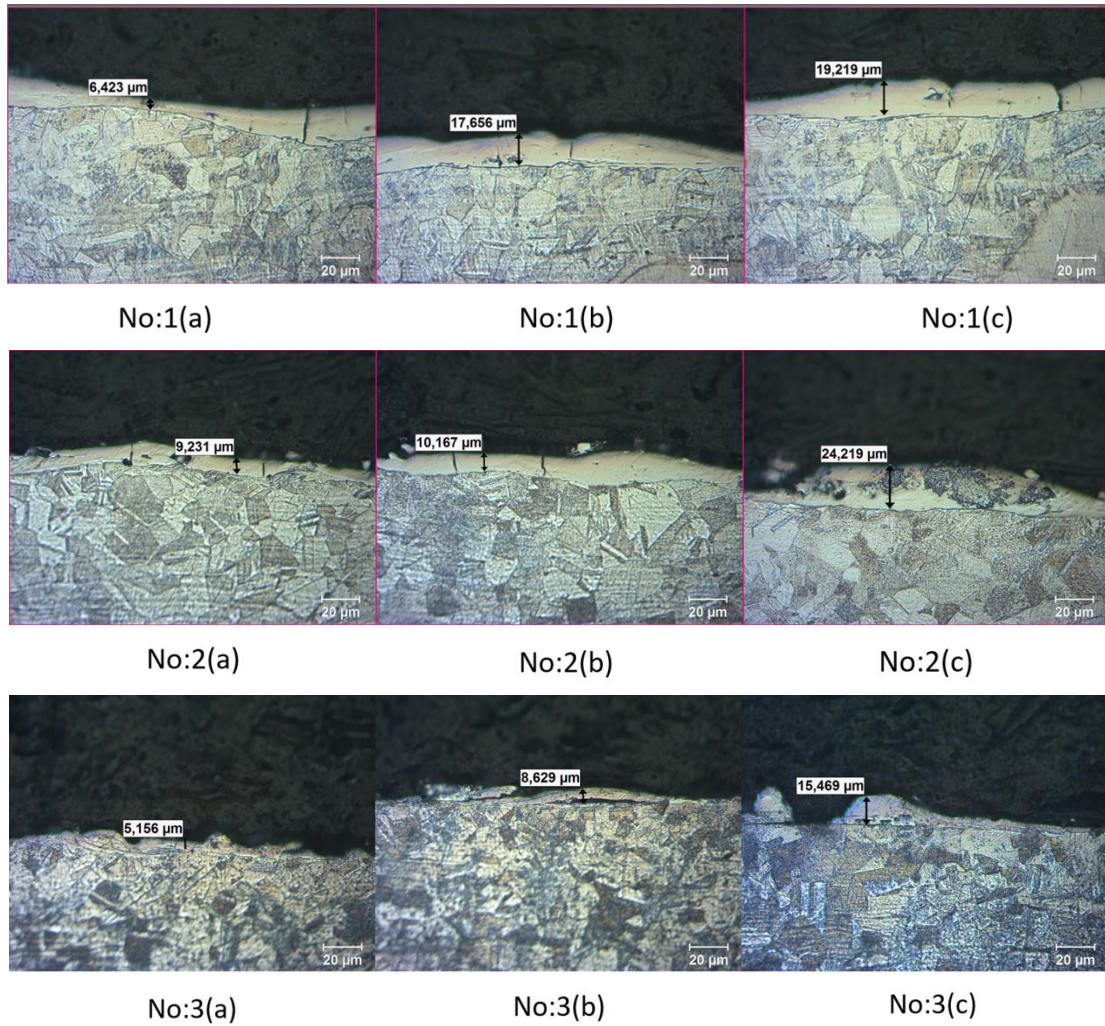
Lazer kesme yöntemi ile  $30 \times 30 \times 1$  mm ebatlarında kesilmiş olan AISI 304 numune kuponlar üzerine yaklaşık  $10 \times 10$  mm alana volfram karbür (WC) kaplanmıştır. Otomatik olarak yüzeye uygulanan 100 gramlık kuvvet dengesinde, üç farklı kaplama deseni ve kapasitans  $100 \mu\text{F}$ , voltaj 80 V ve frekans 80 Hz olarak belirlenmiştir. Şekil 13(a), kaplama deseni (Şekil 7) no:1, (b)'de desen No:2, (c)'deki ise No:3'e göre makro kaplama görüntüleri verilmiştir.





Şekil 13. Kaplamaların makro görüntüleri

Kesilen numunelerin mikro yapısı incelenmeden önce dağlama yapılmıştır. Dağlama işlemi %65'lik nitrik asit ile %35'lik klorik asitli ortamda 15 saniye sürede yapılmıştır. 500x büyütmede ölçülen, WC kaplanan numunelerin mikro yapı kalınlık kıyası, Çizelge 3'teki verilere göre ortalaması alınarak kıyaslanmıştır. WC ile kaplanan AISI 304 paslanmaz çelik numuneler daha sonra kesilerek mikro yapısı incelenmiştir. Kaplanan numunelerin kaplama analizlerinde 500x büyütmede ölçülen mikro yapı kalınlıkları Şekil 14 No:1(a)(b)(c) 1 numaralı kaplama desenine ait 3 farklı bölgeden alınan resimlerdir, No:2(a)(b)(c) 2 numaralı kaplama desenine ait 3 farklı bölgeden alınan resimlerdir ve No:3(a)(b)(c) ise 3 numaralı kaplama desenine ait 3 farklı bölgeden alınan resimlerdir.



Şekil 14. No:1, No:2 ve No:3, sırası ile 1, 2 ve 3 nolu desenlere ile kaplama numunenin mikro yapı görüntüsü

Şekil 14’te verilen mikro yapı özellikleri ve tüm kaplama kalınlıkları karşılaştırılması çizelge 2’de gösterilmiştir. Hem grafikte hem de tabloya bakıldığında No:1 ve No:2 ile belirtilen örüntülerin otomatik kaplama sistemi ile daha fazla kalınlık performansı sergilediği görülmektedir. Mikro yapı görüntülerinde de anlaşıldığı gibi No:3 ile belirtilen örüntünün kaplamanın kalınlık ve altlık malzeme ile birleşme konusunda zayıf kaldığı görülmektedir.

**Çizelge 2.** Desen numarasına göre mikro yapı özellikleri

Numune Kaplama Deseni	Kaplama Kalınlığı a (µm)	Kaplama Kalınlığı b (µm)	Kaplama Kalınlığı c (µm)	Kaplama Kalınlığı Ortalama (µm)	Kaplanan Malzeme	Kaplama Elektrodu
No:1	6.423	17.656	19.219	14.4326	AISI 304	WC
No:2	9.231	10.167	24.219	14.539	AISI 304	WC
No:3	5.156	8.629	15.469	9.7513	AISI 304	WC

Literatüre bakıldığında son yıllarda Wang (2020) ve arkadaşlarının hazır bir dik işlem CNC üzerinde benzer bir çalışma yaptıkları görülmüştür. Wang (2020) ve arkadaşları altlık malzeme olarak 2A12 alüminyum malzeme kullanmışlar ve yük geri beslemeli bir sistem kullanmamışlardır. Alüminyum üzerinde CoCuFeNiCr elektrot kullanmışlardır. Burada elektro manyetik kuvvet ile titreşim hareketi verilerek baskı kuvveti uygulanmıştır. Yapılan bu çalışma literatür ile karşılaştırıldığında öncelikli olarak elektrot ve altlık malzeme farkları bulunmaktadır ki bunlar tamamen farklı karakteristikler sergilemektedir. Baskı kuvvetleri için kullanılan yöntemleri tamamen farklıdır ve bu çalışmada maliyet ve uygulama etkin bir yöntem tercih edilmiştir. Bu çalışmada ölçeklenebilir bir CNC yapısı tasarlanmış ve üretilmiştir, oysa literatürde hazır CNC sistemlere entegrasyon yapılmıştır buda yapılan işlemin laboratuvar ortamında kalmasını sağlamaktadır.

#### 4. SONUÇ

Geliştirilen sistemde ağırlık ölçme sisteminde zeminde istenilen kuvvet dengesini oluşturmak amacıyla kontrol devresi yapılmıştır. Bu devre kaplama işlemi yapılırken AISI 304 paslanmaz çelik zeminde 100 gram kuvvetle kaplama işlemi yapılabilmesi için ağırlık faktörünü kontrol etmiştir. Ayrıca bu devre sayesinde sistemden gerçek zamanlı veriler toplanmış, sistem testleri yapılmıştır. Kaplama sisteminin çalışması için optimum PID değerleri tespit edilmiştir. Bunun sonucunda sistemin PID değerleri P:50, I:1.2, D:0,6 olarak belirlenmiştir. Bunun yanında kaplama kalınlığı için desenin son derece önemli olduğu görülmüştür. Bu parametreler doğrultusunda elde edilen sonuçlar şunlardır;

1. AISI 304 Paslanmaz çelik yüzeyde uygulanan kuvvet dengesi istenilen ağırlıkta belirlenebilmektedir.
2. Geliştirilen bu sistemde 100 gramlık ağırlık dengesinin daha verimli kaplama yaptığı gözlemlenmiştir.
3. 100 gramdan az kuvvet dengesinde yüzeydeki kaplama kalitesi bozulmaktadır.
4. 100 gramdan fazla kuvvet dengesi ise kaplamanın verimli bir şekilde oluşumuna engel olmaktadır.

Bu çalışmada gözlemlenen en önemli noktalardan biri ise yük ölçme sensörlerinin kaplama metalinin altında olmasıdır. Bu durum geniş ve ağır parçalar için sorun olabilme ihtimalini barındırmaktadır. Bu durumu minimize etmek için ağırlık ölçme sistemini zemine montajlamak yerine kaplama tabancasının üzerine monte etmek daha uygun olduğu düşünülmektedir. Bu sayede gerçek zamanlı veri sonuçları daha verimli kayıt altına alınarak sistemin kontrolcü tasarımı ve PID değerleri optimum değere ulaşabilecektir.

## 5. TEŞEKKÜR

Verdiği desteklerden dolayı Necmettin Erbakan Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Mekatronik Mühendisliği Anabilim dalına ve HUYS Industries (Kanada) firmasında teşekkürlerimizi sunarız.

## 6. ÇIKAR ÇATIŞMASI

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

## 7. YAZAR KATKISI

Barış GÖKÇE ve Hasan Esat ÇELİK çalışmanın kavramsal ve tasarım süreçlerinin belirlenmesi ve yönetimi, veri toplama, veri analizi ve yorumlama, makale taslağının oluşturulması, fikrinsel içeriğin eleştirel incelenmesine katkı sağlamışlardır ve Barış GÖKÇE son onay ve tam sorumluluk kısmında da katkıda bulunmuştur.

## 8. KAYNAKLAR

- Bingül Z., Küçük S., Robot Kinematiği, Umuttepe Yayınları, 4. Baskı, Kocaeli, 2017.
- Bozkurt A., ESD ile Sert Faz Kaplanmış Titanyum Alaşımlarının ve Çeliklerin Lazer ile İşlenmesi ve Karakterizasyonu, Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi (Basılmış), 2019.
- Coşkun A., Elektro kıvılcım yöntemi ile yapılan balistik amaçlı kaplamaların test edilmesi ve karakterizasyonu, Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi (Basılmış), 2019.
- Felix L.M., The effect of Electro Spark Deposition on the microstructure and mechanical properties of IN718, University of Waterloo, Master Thesis, 2018.
- Galinov I.V., Luban R.B., Mass transfer trends during electro spark alloying. Surface and Coatings Technology 79(1-3), 9-18, 1996.
- Huang H., Liu C., Guo S., Simulation Study of Electro Spark Deposition on Die Steel. 4th International Conference on Mechanical Materials and Manufacturing Engineering, Wuhan, China, October 15-16, 2016, pp: 728-731.
- Jiao Z., Peterkin S., Felix L., Liang R., Oliveira J. P., Schell N., Zhou Y., Surface Modification of 304 Stainless Steel by Electro-Spark Deposition. Journal of Materials Engineering and Performance 27(9), 4799-4809, 2018.
- Jiao Z., Surface Modification of Stainless Steel by Electro-Spark Deposition, University of Waterloo, Master Thesis, 2016.



- Johnson R.N., Sheldon, G.L., Advances in the electrospark deposition coating process. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 4(6), 2740-2746, 1986.
- Karaca M.M., Endüstriyel Amaçlı Küresel Robot Kolu ve Tutucunun Tasarımı ve Kontrolü. Necmettin Erbakan Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, Konya 2020.
- Korkmaz K., Elektrosparak Biriktirme Yöntemiyle Mikro Alaşımli Çeliklerin Volfram Karbür ile Kaplanması. Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Mühendislik ve Fen Bilimleri, Doktora Tezi (Basılı), 2008.
- Lešnjak A., Tušek J., Processes and properties of deposits in electrospark deposition. *Science and Technology of Welding and Joining* 7(6), 391-396, 2002.
- Liu J., Wang R., Qian Y., The formation of a single-pulse electrospark deposition spot. *Surface and Coatings Technology* 200(7), 2433-2437, 2005.
- Młynarczyk P., Spadło S., Bartos' J., Selected properties of electro-spark deposition on carbon steel using the Alloy 400 electrodes. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 461, 012055, 2018.
- Perju M. C., Vizureanu P., Nejneru C., The study of energy transfer on thin layers achieved by electro-spark deposition with TiC electrode, *Proceedings of the Scientific Conference AFASES; Vol. 1*, p79, 2014.
- Syed M., Automation of Electrospark Deposition of TiCp/Ni on RSW Copper Electrodes, University of Waterloo, Master Thesis, 2010.
- Topală P., Slătineanu L., Dodun O., Coteață M., Pinzaru N., Electrospark deposition by using powder materials. *Materials and Manufacturing Processes* 25(9), 932-938, 2010.
- Vizureanu P., Perju M. C., Achiței D. C., Nejneru C., Advanced Electro-Spark Deposition Process on Metallic Alloys. *Advanced Surface Engineering Research, Section II*, InTechOpen Open Access Publishing, 2018.
- Shah B. C., Nagal D. D., Sharma D. S., Coordinate Systems for Industrial Robots. *International Journal for Technological Research in Engineering* 2347-4718, 2016.
- Wang X. R., Wang Z. Q., Lin T. S., He P., Wang R. J., Bao M. Y., Preparation of complex surface coatings based on electrospark computer integrated deposition system. *Assembly Automation* 40(2), 165-173, 2020.

**Araştırma Makalesi / Research Article**

**Etilen Vinil Asetat (EVM) ve Etilen Propilen Dien (EPDM) Karışımlarına Eklenen  
Huntit/Hidromanyezit'in Etkilerinin İncelenmesi**

Ezgi ERBEK CÖMEZ<sup>1\*</sup>, Selda ÖZTÜRK<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Haksan Otomotiv Mamulleri Sanayi ve Ticaret A.Ş., Bursa, Türkiye,

ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0001-6283-6960>, [ezgi.erbek@haksanotomotiv.com](mailto:ezgi.erbek@haksanotomotiv.com)

<sup>2</sup> Haksan Otomotiv Mamulleri Sanayi ve Ticaret A.Ş., Bursa, Türkiye

ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-4719-790X>, [selda.ozturk@haksanotomotiv.com](mailto:selda.ozturk@haksanotomotiv.com)

**Geliş/ Received:** 25.10.2021;

**Kabul / Accepted:** 02.03.2022

**ÖZET:** Kauçuk parçalar günümüzde birçok sektörde gerek fonksiyonel özellikleri gerekse üretim kolaylıklarından dolayı tercih edilen malzemelerdir. Geniş bir kullanım alanına sahip olan bu kauçuk parçaların özellikleri de birbirinden farklıdır. Her kauçuğun kendine ait bazı avantaj ve dezavantajları vardır. Bu yüzden değişik uygulama yollarına başvurulmaktadır. Bunlardan bir tanesi kauçuğun dezavantajlarını azaltmak veya tamamen ortadan kaldırmak için polimerin karıştırılması veya polimerlere katkı maddesi ilavesi yapılmasıdır. Bu çalışmada Etilen Propilen Dien (EPDM) kauçuğunun zayıf yönlerinden yanma eğilimini azaltmak ve test yağlarına olan dayanımını arttırmak için Etilen Vinil Asetat (EVM) kopolimeri ile EPDM kauçuğu belirli oranlarda karıştırılmıştır. Bu karışımlara alev dayanıklılığını arttırmak için farklı miktarlarda Huntit ( $Mg_3Ca(CO_3)_4$ ) ile Hidromanyezit ( $Mg_5(CO_3)_4(OH)_2 \cdot 4H_2O$ ) birleşimi (HMCC) eklenmiştir. Oluşan karışımların reolojik ölçümleri yapılmış, viskozite, sertlik, kopma mukavemeti, uzama, % modülüs, yoğunluk, kül tayini, yatayda yanma testi, aromatik sıvılarda şişme testi ve FTIR analizleri yapılmıştır. Yapılan çalışmalarda EVM'nin EPDM ile karışması EPDM reçeteleri üzerinde viskoziteyi düşürücü etkisi olduğu bulunmuştur. Ayrıca karışım hamurlarının mekanik özelliklerinde kısmen iyileşme görülmüştür. Yatay düzlemde yapılan yanma testinde EVM'nin EPDM'e direkt katkısı gözlemlenmemiştir. Buna karşın reçete içeriğindeki HMCC miktarının artmasıyla yatay yanmaya karşı gösterilen direncin arttığı görülmüştür. Test sıvılarındaki şişme analizleri için IRM 901 ve IRM 903 yağları baz alınmıştır. Bu sıvılarda yapılan yaşlandırma sonrası şişme ölçümlerinde yağlara karşı dirençsiz olan EPDM kauçuğu üzerinde EVM'nin olumlu etkisi fark edilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** EPDM, EVM, Huntit, Hidromanyezit, Polimer karışımları.

\*Sorumlu yazar / Corresponding author: [ezgi.erbek@haksanotomotiv.com](mailto:ezgi.erbek@haksanotomotiv.com)

[Bu makaleye atıf yapmak için / To cite this article](#)

Erbek Cömez, E., Öztürk, S. (2022). Etilen Vinil Asetat (EVM) ve Etilen Propilen Dien (EPDM) Karışımlarına Eklenen Huntit/Hidromanyezit'in Etkilerinin İncelenmesi. Journal of Materials and Mechatronics: A (JournalMM), 3(1), 33-49.

## Investigation of the Effects of Huntite/Hydromagnesite Added to Ethylene Vinyl Acetate (EVM) and Ethylene Propylene Diene (EPDM) Mixtures

**ABSTRACT:** The rubber parts are preferred materials in many sectors today due to their functional properties and easy production process. The properties of these rubber parts, which have a wide usage area, are also different from each other. Each rubber has its own advantages and disadvantages. That's why, different application methods are used. One of them is mixing the polymer or adding additives to the polymers in order to reduce or completely eliminate the disadvantages of rubber. In this study, Ethylene Vinyl Acetate (EVM) copolymer and EPDM rubber were mixed in certain proportions in order to reduce the burning tendency of the weak aspects of Ethylene Propylene Diene (EPDM) rubber and to increase its resistance to test oils. Different amounts of Huntite ( $Mg_3Ca(CO_3)_4$ ) and Hydromagnesite ( $Mg_5(CO_3)_4(OH)_2 \cdot 4H_2O$ ) combination (HMCC) were added to these mixtures to increase flame resistance. The rheological measurements of the resulting mixture, viscosity, hardness, tensile strength, elongation, % modulus, density, ash determination, horizontal burning test and swelling test in aromatic liquids and FTIR analysis were made. It has been found in studies that because of mixing EVM and EPDM, EVM has a viscosity-lowering effect on EPDM. In addition, a partial improvement was observed in the mechanical properties of the mixing compounds. On the other hand, it was observed that the resistance to horizontal burning increased with the increase in the amount of HMCC in the recipe. IRM 901 and IRM 903 oils are based on swelling analyzes in test fluids. In the swelling measurements made after aging in these liquids, the positive effect of EVM on EPDM rubber, which is not resistant to oils, was noticed.

**Keywords:** EPDM, EVM, Huntite, Hydromagnesite, Polymer blends.

### 1. GİRİŞ

Kauçuk, ilk olarak Güney Amerikalıların Hevea Brasiliensis ağacının lateksinden ayakkabı imalatı için kullanılmıştır. Daha sonra Kristof Kolomb'un Amerikayı keşfiyle kauçuğun Avrupa'ya yolculuğu başlamıştır. Yapışkanlığı ve sıcaklık değişiminde ürün yapısındaki dalgalanmadan dolayı performansı zayıf olan kauçuk, Avrupa'da sadece kayış imalatında kullanılmaya başlamıştır. 1839 yılında Charles Goodyear kauçuğu geniş bir sıcaklık aralığında özelliklerini koruyabilen elastik bir malzeme haline getiren vulkanizasyonu keşfetmiştir (Kalle ve ark., 2007). Kauçuklarda vulkanizasyonun keşfiyle kauçuk parçalar hayatımızda büyük öneme sahip hale gelmiştir. Bu durum farklı olayların gelişmesine de sebep olmuştur. Doğal olarak ağaçtan elde edilen kauçuğun yanında laboratuvar ortamında ihtiyaçlar doğrultusunda geliştirilen kauçuklar da hayatımıza girmiştir. Günümüzde otomotiv, beyaz eşya, inşaat gibi sektörlerde kauçuk malzemelerin kullanımı yaygın hale gelmiştir. Geniş bir sektör aralığında kullanılan bu kauçuklar farklı ihtiyaçlara göre farklı türlerde kullanılabilir. Etilen Propilen Dien Monomer olarak adlandırılan EPDM kauçuğu da en çok kullanılan kauçuk tiplerindedir (Winspear, 1958). Etilen-propilen kauçukları çoğunlukla Ziegler-Natta tipi katalizörler ile çözelti polimerizasyonu ile üretilmektedir (Kalle ve ark., 2007). EPDM elastomerlerin ozon ve hava direnci, ısı direnci, düşük sıkıştırma seti, düşük sıcaklık esnekliği, yüksek kopma ve yırtılma mukavemeti, aşınma direnci gibi benzersiz özellikleri ve diğer kauçuklara kıyasla nispeten büyük miktarlarda dolgu maddesi kabul etme yeteneği ve fiziksel özellikleri, bu elastomer için geniş bir uygulama yelpazesine fayda sağlamaktadır (Winspear, 1958). Ayrıca EPDM kauçuk alev altında yanma davranışı göstermesine karşın alev geciktirme özellikleri iyileştirilebilir düzeydedir (Kalle ve ark., 2007). Bununla birlikte EPDM kauçuğunun bazı dezavantajları da vardır.

Bunların en başında yağ ve yakıtlara dayanımının düşük olmasıdır. EPDM elastomerlerinin moleküler yapısı, diğer polar olmayan hidrokarbonlarınkine benzerdir, dolayısıyla bu tür yağlara ve çözücülere karşı dirençleri genellikle "zayıf" olarak derecelendirilebilmektedir (Winspear, 1958). Sektörde kullanılan diğer bir polimer çeşidi de Etilen Vinil Asetat kopolimeridir (EVM). Etilen-Vinil Asetat elastomeri, etilen ve vinil asetatin bir kopolimeri olup kauçuğun özellikleri vinil asetat içeriğine bağlıdır. EVM yüksek ozon, ısı, ışık direnci, düşük aşınma özellikleri, son derecede iyi su ve yağ direnci, alevlenmeye karşı dayanıklılığı yüksek olan bir polimerdir. Buna karşın zayıf yırtılma direnci, düşük elastikiyeti vardır ve organik çözücülere karşı dayanımı zayıftır (Kalle ve ark., 2007). Bu yüzden tek başına kullanımı çok yaygın değildir. Daha çok kablolarda ve bazı tıbbi ürünlerde kullanılmaktadır.

Her tip kauçuğun avantajlarının yanında dezavantajları da mevcuttur. Polimer karışımları da bu noktada devreye girmektedir. Polimerlerin karıştırılması, yapısal farklılıkları bulunan polimerlerin tek başlarına özelliklerinin yeterli gelmediği durumlarda iki veya daha fazla sayıda polimerin özel yöntemlerle homojen hale getirilmesi olarak tanımlanabilmektedir (Palabıyık, 2003). Harmanlama işlemi herhangi bir kimyasal reaksiyona uğramadan yalnızca polimerlerin mekanik yolla karıştırılması işlemidir. Harmanlama ile polimerin kullanımından beklenen değerlere (daha az maliyet, kuvvetli mekanik değerler, alev dayanıklılık gibi) ulaşılması hedeflenmektedir. Diğer bir iyileştirme prosesi de karışım reçetelerine farklı katkı maddelerinin katılmasıdır. Bu katkı maddelerinden birisi yanma geciktiricilerdir. Yanma geciktiriciler yapılarına göre birçok sınıfa ayrılmaktadır. Huntit ve hidromanyezit karışımı (HMCC) de yanma geciktirici sınıfındadır. HMCC'nin çalışması 220°C'de termal ayrışmaya başlamasıyla içeriğindeki suyun serbest kalması, yaklaşık 330°C'de CO<sub>2</sub> açığa çıkması ve 560°C'de HMCC partiküllerinin kompozitlerin yüzeyinde birikmesiyle kararlı bir kömür tabakası oluşma prensibine dayanmaktadır. Bu şekilde alevin yayılmasına engel olunmaktadır (Coman ve ark., 2019). Literatürde huntit ve hidromanyezitin alev geciktirici olarak kullanıldığı çalışmalarda genellikle ahşap kompozitler (Atay, 2021), pamuklu kumaş (Camlıbel ve Topcu, 2020), polietilen tereftalat (Baştürk ve ark., 2016) ve polipropilen (Atay ve Engin, 2019) vb. malzemeler için kullanılmıştır. Kauçuk olarak sadece EVA ile yapılan bir çalışma mevcuttur (Witkowski ve ark., 2012).

EPDM ve EPDM içeren polimer karışımlarına yanma geciktirici malzemelerin etkisi ile ilgili literatürde çalışmalar bulunmaktadır. Etilen vinil asetat kopolimeri ile EPDM kauçuğunun karışım reçetelerine alüminyum trioksit (ATH) eklenmesiyle kompozitlerin termal dayanımları ve yanma davranışları incelenmiştir. Yapılan çalışma sonrasında Etilen vinil asetatin kauçuk kompozitlerin alev direncini etkilemediği görülmüştür. Buna karşın ATH ilavesinin yanma direncini arttırdığı görülmüştür. Reçete içeriğindeki EPDM miktarının artırılmasıyla soğuğa karşı direncin de arttığı sonucuna varılmıştır. Ayrıca tetrahidrofuran solventinde yapılan şişme deneyinde artan ATH içeriğinin kompozitin şişmesinin azalmasını, solvent direncinin artmasını sağlamıştır (Lee ve ark., 2016).

Bir başka çalışmada EPDM ile CR (Kloropren) kauçuğu karışımları incelenmiştir. Bu çalışmada EPDM ile CR kauçuğu karışım reçetesine grafit tozu, organik montmorillonit ve magnezyum nitratın karışımının alev geciktiriciliği üzerine etkisi araştırılmıştır. Çalışma sonucunda grafit tozu ve organik montmorillonit kombinasyonlarının yanmayı önemli ölçüde geciktirdiği, bu kombinasyona üçüncü birim magnezyum nitratın eklenmesiyle daha iyi yanmazlık sergilendiği sonucuna varılmıştır (Ding ve ark., 2017).

Yanma davranışlarının incelenmesi için yapılan başka bir uygulamada EPDM; parafin, nano yapıli magnezyum hidroksit (nano-MH), kırmızı fosfor (RP) ile karıştırılmıştır. SEM ve DSC

sonuçları, nano-MH ve RP ilavesinin EPDM/parafin üç boyutlu ağ yapıları üzerinde belirgin bir olumsuz etkisinin olmadığını göstermiştir. TGA eğrileri, nano-MH karışımlarının termal stabilitenin güçlendirilmesine yol açtığını, 700°C'de kömür artıklarının miktarını arttırdığını ve böylece alev geciktirme performansını iyileştirdiğini göstermiştir (Song ve ark., 2010).

EPDM polimeri üzerinde HMCC dolgusunun etkisinin araştırıldığı bir çalışmaya literatürde rastlanmamıştır. EPDM ile EVM'nin karıştırılmasıyla da ilgili literatürde az sayıda çalışma bulunmaktadır. Bu çalışmalardan biri polimer malzemelerin düşük sıcaklıktaki vibrasyon özelliklerini geliştirmeyi amaçlamıştır. Butil kauçuk, EPDM ve Etilen vinil asetat kopolimeri karışımlarına kalsiyum karbonatın ilavesiyle dinamik özelliklerindeki değişimler incelenmiştir. Dinamik testler ve elektron mikroskopuyla yapılan analizler sonucunda seçilen polimerlerin düşük sıcaklık çalışmaları için uygun olduğu ve ilave edilen kalsiyum karbonatın karışımın titreşim sönümlenme özelliklerini arttırdığı görülmüştür (Yurkin ve ark., 2018). Diğer bir çalışmada EVM/EPDM'nin alev geciktirici modifikasyonuna triazin kömür oluşturuucu madde (CFA) ve amonyum polifosfat (APP) ile birleştirilen şişen alev geciktirici (IFR) uygulanmıştır. APP-CFA'nın kompozitin alev geciktirici performansı üzerindeki etkisi incelenmiştir. Sonuçlar, APP-CFA'nın EVM/EPDM'nin alev geciktirici performansını etkin bir şekilde geliştirdiğini göstermiştir (Ma ve ark., 2021). EVM'nin yağlara karşı dayanımının iyi bilinir olmasına rağmen, literatürde EPDM ile yapılan karışımlarında otomotiv sektörü test yağlarından IRM 901 ve IRM 903 yağlarından yapılmış net bir çalışmaya rastlanmamıştır. Bu çalışmada EPDM, EVM polimerleri ile 1:1 oranında karıştırılıp, bu karışıma farklı oranlarda HMCC dolgu malzemesi ilave edilmiştir. Oluşan kompozitlerin alev geciktirici, yağlarda şişme ve diğer mekanik özelliklerinin değişiminin incelenmesi amaçlanmıştır.

## 2. MATERYAL VE YÖNTEM

### 2.1 Hammaddeler

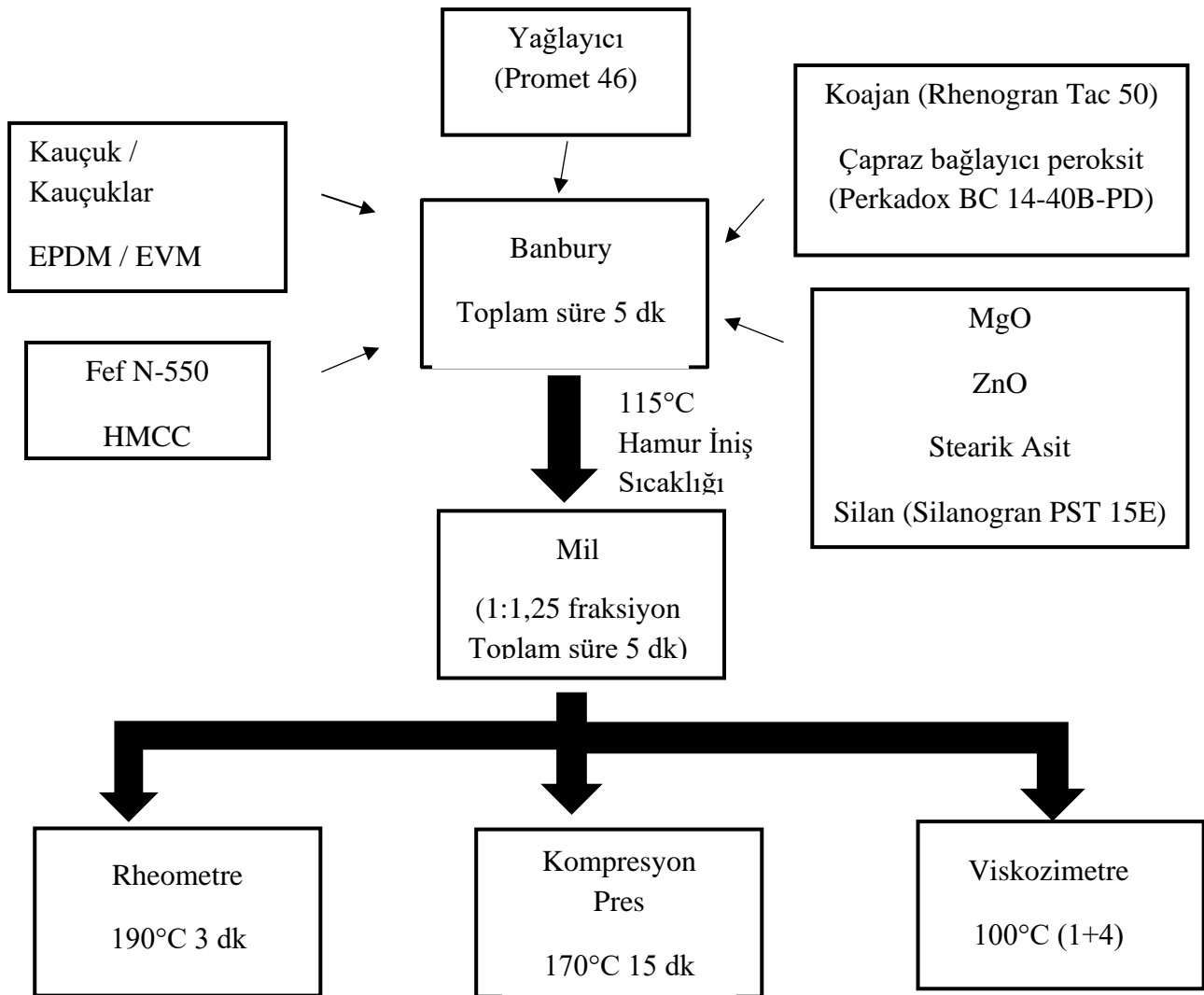
Çalışmada polimer olarak EPDM ve EVM malzemeler kullanıldı. EPDM (Etilen Propilen Dien Monomer) kauçuğu için Dutral 4038 kauçuğu kullanıldı. Dutral 4038 kauçuğu Eni Versalis'ten tedarik edildi. EVM (Etilen Vinil Asetat Kopolimer) Arlanxeo firmasından tedarik edildi. Takviye edici dolgu olarak Orion firmasından alınan karbon siyahı Fef N-550 kullanıldı. Yanma ve özelliklerini incelemek için LKAB minerals firmasından alınan (HMCC) Huntit ve hidromanyezit karışımı kullanıldı. Aktivatör grubundan Aktif çinko (ZnO) Melos firmasından, Stearin (Stearik Asit) Werba Chemical'dan, Magnezyum oksit (MgO) Akdeniz Mineralden, silan grubundan Silanogran-PST 15E Kettlitz firmasından, Proses yağlayıcısı olarak Promet 46 (parafinik yağ) Petrol Ofisi firmasından tedarik edildi. Vulkanizasyon işlemi için koajan olarak RheinChemie firmasından Rhenogran Tac 50 (%50 trialil siyanürat %50 elastomer bağlayıcı ve dağıtıcı) ve çapraz bağlayıcı peroksit olarak Nouryon firmasından tedarik edilen Perkadox BC 14-40B-PD (Di(tert-butilperoksiizopropil) benzen) kullanıldı. Çizelge 1'de karışım reçeteleri belirtilmiştir. Deneme reçeteleri polimer cinsine, per hundred rubber (phr) miktarına ve içeriğindeki HMCC kullanım phr miktarına göre adlandırıldı. EPDM "EP", EVM "EV" olarak kısaltıldı. Başlarındaki sayı phr miktarlarını vermekte 1, 2, 3 uzantıları reçete içeriğindeki HMCC miktarına göre adlandırıldı. Örneğin 100 phr EPDM, 20 phr HMCC 100EP-1 olarak adlandırıldı.

### 2.2 Karışımın Hazırlanması

Bu çalışmada EPDM 100 phr, EVM 100 phr ve EPDM/EVM polimer karışımları (50-50 phr) olarak çalışmalar yapıldı. Bu polimer grupları içerisine farklı oranlarda HMCC dolgusu katıldı. Karışımlar 3L laboratuvar tipi banbury ve mil (Werner Pfeedener-Almanya) makinelerinde yapıldı.

Banbury'e ilk önce polimer grupları atıldı. Polimerin parçalanması için 30 sn karışıma devam edildi. Ardından karbon siyahı (FefN-550) ve HMCC eklenip hemen ardından kimyasal grubu (ZnO, Stearik Asit, MgO, silan) ilave edilip tozların polimerle karışması için 30 sn daha karışıma devam edildi. Üstüne proses yağlayıcısı ilave edildi. Bu şekilde karışım 4 dk daha karıştırıldı. Oluşan kauçuk hamuruna 105 °C de koajan (Rhenogran Tac 50) ve çapraz bağlayıcı peroksit (Perkadox BC 14-40B-PD) eklenerek 115 °C de hamur karışımı banburyden indirildi. Banburyden inen hamur daha homojen bir karışım elde etmek amacı ile 1:1,25 fraksiyonlu milde 5 dk boyunca karıştırıldı. Tüm karışımlar ISO 2393 normuna göre hazırlandı. Nihai hamur karışımlarından testlerin yapılabilmesi için kompresyon üretim metodu ile 2 ve 6 mm kalınlığında test plakaları 170°C 15 dk vulkanizasyon parametrelerinde üretildi.

Şekil 1'de hamur karışımı ve test plakası üretim şeması yer almaktadır.



Şekil 1. Hamur karışımının ve test plakalarının hazırlanması

**Çizelge 1.** EPDM, EPDM/EVM polimer karışımı, EVM reçeteleri

İçindekiler (phr)	100EP- 1	100EP- 2	100EP- 3	50EP50EV- 1	50EP50EV- 2	50EP50EV- 3	100EV- 1	100EV- 2	100EV- 3
EPDM	100	100	100	50	50	50	-	-	-
EVM	-	-	-	50	50	50	100	100	100
Fef N-550	40	40	40	40	40	40	40	40	40
HMCC	20	50	80	20	50	80	20	50	80
MgO	3	3	3	3	3	3	3	3	3
ZnO	2	2	2	2	2	2	2	2	2
Stearik Asit	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Silan	3	3	3	3	3	3	3	3	3
Yağlayıcı	20	20	20	20	20	20	20	20	20
Koajan	2.8	2.8	2.8	2.8	2.8	2.8	2.8	2.8	2.8
Çapraz bağlayıcı peroksit	8	8	8	8	8	8	8	8	8

### 2.3 Reolojik, Mekanik Özellikler, Yapısal Analizler

Tüm hamurlar için reolojik ölçümler Alpha MDR 2000 (USA) cihazında 190 °C 3 dk için yapıldı. Hamurların pişme davranışları incelendi<sup>2</sup>. Pişme karakteristiği indeksi Eşitlik.1'e göre kür oranı endeks'i (CRI) ts2 (scorch zamanı) ve t90 (optimum pişme süresi) kullanılarak hesaplandı.

$$CRI = 100/(t90 - ts2) \quad (1)$$

Viskozite değerleri Ektron (Malezya) Mooney Viskozimetre cihazında 100°C de (1+4) kriterlerinde yapıldı<sup>2</sup>. Mekanik ve şişme ölçümleri için hamur numuneleri DIN ISO 23529'a göre hazırlandı. Mekanik testlerden sertlik testi DIN ISO 7619-1'e göre yapıldı. Sertlik testi için Zwick Roell (Almanya) Shoremetre cihazı kullanıldı. Kopma mukavemeti, kopma anındaki uzama, %50 ve %100 modülüs testi DIN 53504 şartnamesine göre S2 dambıl numunesine göre Zwick Roell Z010 cihazında yapıldı. Yoğunluk testi TS 2781 şartnamesine göre Precisia (İsviçre) cihazında yapıldı. Karışımdaki inorganik madde miktarının tayini için TS 336 ISO 247 şartnamesine göre Nuve (Türkiye) marka ısı kademeli kül fırınında 950°C 5 saat boyunca kül testi yapıldı<sup>1</sup>. Yanma özelliklerini karşılaştırmak için yatay yanma testleri yapıldı. Testler Devotrans (Türkiye) test cihazında yapıldı. Yatay yanma için ASTM D635 şartnamesi baz alındı<sup>2</sup>. Şişme davranışlarını karşılaştırmak için ISO 1817 şartnamesine göre Memmert (Almanya) marka hava akış sistemli etüvde IRM 903 ve IRM 901 yağlarında 100°C'de 24 saat boyunca yaşlandırma yapıp, sertlik değişimleri ve hacim değişimleri incelendi. ASTM D471-06 normuna uygun IRM 903 ve IRM 901 yağları testlerde kullanıldı<sup>1</sup>. Yapısal analizler için FTIR (Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi) analizi yapılmıştır. FTIR analizi için Shimadzu (Japonya) marka cihaz kullanılıp ATR (Zayıflatılmış toplam yansıma) yöntemiyle ölçümler yapılmıştır<sup>2</sup>.

<sup>1</sup> Sertlik testi, kopma mukavemeti, kopma anındaki uzama, %50 ve %100 modülüs testi, yoğunluk testi, inorganik madde miktarı tayini, şişme davranışlarının hesaplanması testleri için her numuneden üçer adet tekrar yapılmış ve ortalama değerleri hesaplanmıştır.

<sup>2</sup> Reolojik ölçümler, viskozite değerleri, yanma testleri ve FTIR analizleri için her numuneden bir adet tekrar yapılmıştır.



### 3. BULGULAR VE TARTIŞMA

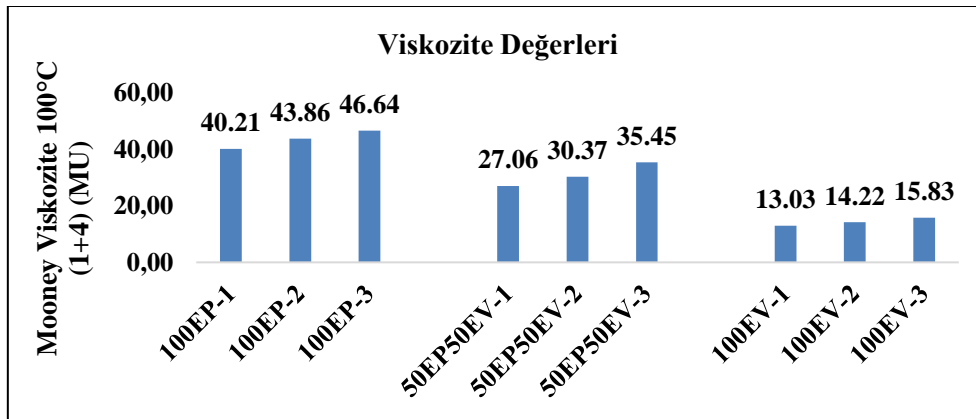
#### 3.1. Pişme ve Akış Karakteristikleri

Hamurların vulkanizasyon özellikleri ML (minimum tork), MH (maximum tork), ts2, t90 rheometre test cihazında incelenmiş, CRI hesaplanmış Çizelge 2’de sonuçlar belirtilmiştir. Her grup (100EP,50EP50EV,100EV) kendi içinde incelendiğinde hamur içeriğindeki HMCC miktarı arttığında ML ve MH değerlerinin yükseldiği görülmüştür. ts2 ve t90 zamanları içinse grupların kendi hamurları arasında çok büyük fark olmadığı görülmüştür. 100 phr EVM içeren hamurların pişme sürelerinin uzadığı, parçaların daha geç sürede pişmeye başlayıp, pişmeyi sonlandırdığı görülmüştür. En yüksek CRI değerleri 100 phr EVM içeren hamurlarda çıkmıştır. Gruplar kendi içlerinde değerlendirildiklerinde CRI değerleri reçete içerisinde HMCC miktarı arttıkça düşmüştür.

Hamurların viskozite değerlerine de bakılmıştır. En düşük viskozite değerleri 100 phr EVM içeren hamurlarda, biraz daha yüksek değerler EPDM/EVM polimer karışım hamurlarında, en yüksek değerler ise 100 phr EPDM içeren hamurlarda çıkmıştır. Bu durum EPDM ile EVA karışımında yapılan çalışmalar ile örtüşmektedir. Kablo endüstrisi için yapılan EPDM-EVA karışımı çalışmasında reçete içindeki EVA yerine EPDM kullanımının artmasıyla karışımın viskozitesinin sistematik bir şekilde arttığı görülmüştür (Sarıbatur, 2019). Gruplar içerisinde ise reçete içerisindeki HMCC miktarı arttıkça viskozite değeri artmaktadır. Şekil 2’de viskozite değerleri görülmektedir.

**Çizelge 2.** Hamurların Pişme Karakteristikleri

Rheometre Kriterleri	100EP-1	100EP-2	100EP-3	50EP50EV-1	50EP50EV-2	50EP50EV-3	100EV-1	100EV-2	100EV-3
ML (Ib-m)	0.96	1.09	1.25	0.78	0.88	1	0.11	0.15	0.19
MH (Ib-m)	21.99	24.01	26	14.19	18.53	22.88	7.62	10.72	12.67
ts2 (mm:ss)	00:24	00:23	00:23	00:31	0:27	00:26	00:44	00:37	00:35
t90 (mm:ss)	02:02	02:04	02:05	02:08	2:05	02:04	2:13	02:10	02:10
CRI	61.24	59.42	58.82	61.84	61.24	61.23	67.43	64.52	63.17



**Şekil 2.** Hamurların viskozite değerleri

Reolojik ölçümlerde 100 phr EPDM hamurlarının maximum ve minimum tork değerlerinin 100 phr EVM hamurlarına göre daha yüksek görülmesi viskozite ölçümleri ile örtüşmüştür. Bu iki ölçümün birbiriyle paralel çıkması EVM ham polimerinin EPDM ham polimerine kıyasla daha düşük viskoziteye sahip olmasından kaynaklanmıştır. Viskozitenin düşük olmasından dolayı karışımların akışları daha kolay olduğundan, rheometrede tork değerleri dolayısıyla daha düşük gelmiştir. EPDM/EVM polimer karışım hamurlarında da bu sebepten dolayı bir düşüş görülmüştür. Bu düşüş

polimer karışımlarının proses için akış kolaylığı sağladığı sonucuna varmamızı sağlayabilir. Buna karşın hamurların içerisindeki dolgu miktarının artmasıyla çekilen tork değerlerinde artış viskozitedeki artış ile doğrulanmıştır. Bu durum reçete içine katılan HMCC'nin akış yönüne ters etki yarattığı ve karışımın akışını zorlaştırdığı sonucuna varılmasını sağlamıştır. Reçete içerisine katılan dolgu miktarının artmasıyla CRI değerlerinde düşüşün nedeni ise HMCC'nin karışımın pişmelerine olumsuz etki yaratmasından kaynaklanabilmektedir.

### 3.2 Mekanik Özellikler

#### 3.2.1 Sertlik, kopma mukavemeti, %50 ve %100 modülüs, uzama

Hamurların sertlikleri incelendiğinde 100 phr EPDM ve EPDM/EVM polimer karışımı hamurlarında benzer sertlikler görülmüştür. Buna karşın 100 phr EVM hamurlarında sertlikler diğer gruplara göre epey düşüktür. Bunun sebebinin EVM malzemesinin kendisine ait düşük viskozitesinden dolayı olduğu söylenebilir. Çok düşük viskoziteye sahip EVM hamurun sertliğine de olumsuz yönde etki yapmıştır denilebilir. Tüm hamurlar için reçete içeriğindeki HMCC miktarının artmasıyla sertlikler yükselmiştir. Bu durum kullanılan HMCC dolgusunun karışıma, kauçuk karışımlarında kullanılan karbon siyahları, silikalar gibi aktif dolguların sertlik artışına yarattığı etkiye benzer bir etki yarattığını gösterebilir. Varılan bu sonuca benzer bir çalışma termoplastik elastomer (TPE) malzemeler üzerine yapılmıştır. Yapılan çalışmada TPE malzemeye silika ve kalsit ilave edilerek sertlikleri incelenmiş ve dolgu miktarı arttıkça sertliklerin arttığı, silikanın kalsite göre sertliği arttırmada daha etkili olduğu görülmüştür (Karakaya, 2007).

Kopma mukavemetleri incelendiğinde en yüksek mukavemet 100EV-1 reçetesinde, en düşük mukavemet değeri ise 100EV-3 reçetesinde çıkmıştır. 100 phr EVM hamurlarında HMCC miktarının artmasıyla kopma mukavemeti bariz bir şekilde azalmıştır, buna karşın EPDM/EVM polimer karışımı hamurlarında da düşüş yaşanmasına rağmen çok radikal bir düşüş yaşanmamıştır. 100 phr EPDM hamurlarında HMCC miktarının artırılmasıyla ufak seviyelerde kopma mukavemeti artış göstermiştir fakat bu farklılık çok büyük değildir. Bunun sebebi artırılan HMCC malzemesinin EPDM kauçuğu ile daha uyumlu olması dolayısı ile olabilir. EPDM ham kauçuğunun dolgu alma kapasitesinin EVM ham polimerine göre daha üstün olduğu sonucuna varılabilir.

EVM ham polimeri esnek bir malzemedir ve katıldığı reçetelere esneklik kazandırmaktadır. EPDM, EVM'ye göre daha rijit yapıdadır. Bu durum hamurların uzama sonuçlarında da görülmüştür. En iyi uzama değeri 100EV-1 reçetesinde, en kötü uzama değeri 100EP-1 reçetesinde çıkmıştır. EPDM/EVM polimer karışımı hamurlarında uzamalar 100 phr EPDM hamurlarına göre çok daha iyi çıkmıştır. Buradan da ham EVM'nin ham EPDM polimerinin esnekliğini arttırdığı söylenebilir. Reçete içerisindeki HMCC miktarının artırılması ile EPDM/EVM polimer karışımı hamurlarında ve 100 phr EVM hamurlarında uzama miktarlarının düşmesinin sebebi reçete içerisindeki toplam phr oranında EVM ham polimer miktarının düşmesi olabilir. Buna karşın 100 phr EPDM hamurlarında uzama HMCC artmasıyla artmıştır. Bu da hamur içerisindeki rijit malzeme olan ham EPDM polimerinin azalması ve karışımın daha esnek hale geçmesi kaynaklı olabilir.

%50 ve %100 modülüs değerleri tüm hamurlar için reçete içerisindeki HMCC miktarının artırılmasıyla belirgin bir şekilde artmıştır. Bunun sebebi de HMCC dolgusunun düşük uzama değerlerinde malzemeye kuvvet katmasından kaynaklanabilmektedir. En düşük modülüs değerleri 100EV-1 reçetesinde, en kuvvetli modülüs değerleri 50EP50EV-3 reçetesinde çıkmıştır.

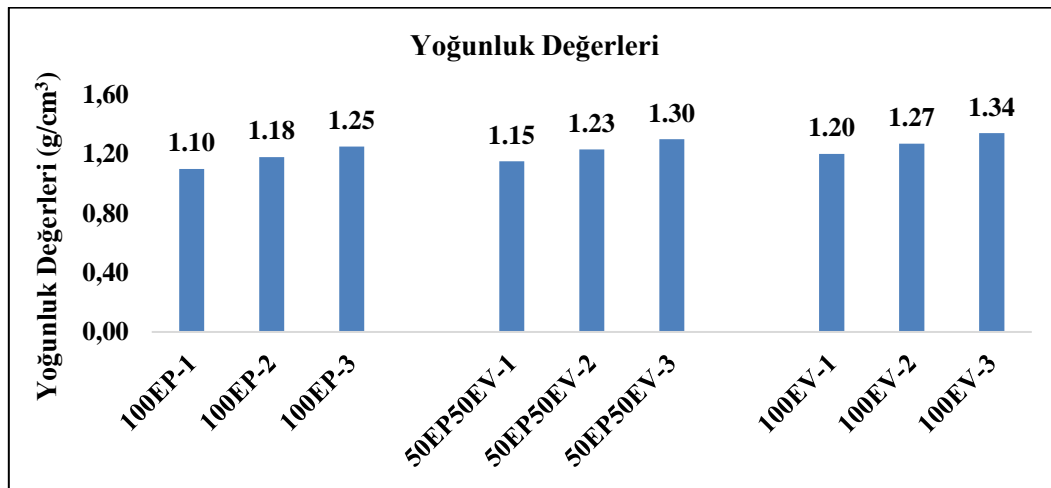
Sertlik, kopma mukavemeti, %50 ve %100 modülüs ve uzama değerleri Çizelge 3'te belirtilmiştir.

**Çizelge 3** Hamurların sertlik, kopma mukavemeti, %50 ve %100 modülüs ve uzama değerleri

Numune	100EP-1	100EP-2	100EP-3	50EP50EV-1	50EP50EV-2	50EP50EV-3	100EV-1	100EV-2	100EV-3
Sertlik (Sh-A)	68±0.6	71±0.6	75±0.6	67±0.6	71±0.6	75±0.6	58±0.6	64±0.6	70±0.6
Kopma Muk. (MPa)	9.3±0.2	9.4±0.4	9.6±0.4	11.2±0.4	10.7±0.3	9.8±0.3	11.7±0,1	9.6±0.3	8.2±0.3
%50Mod. (MPa)	1.8±0.3	2±0.2	2.3±0.1	1.7±0.1	2.1±0.1	2.6±0.2	1.2±0.1	1.5±0.4	1.9±0.2
%100Mod. (MPa)	3.2±0.2	3.2±0.2	3.4±0.2	2.9±0.3	3.6±0.1	4.1±0.1	2.2±0.3	2.6±0.2	3.1±0.2
Uzama (%)	212±7.2	230±7.1	254±8.9	352±6.6	297±8	285±7.3	415±5	349±7.2	307±3.6

### 3.2.2 Yoğunluk

Aynı miktar HMCC oranlarına sahip hamurlar karşılaştırıldığında 100 phr EVM hamurlarının yoğunluğunun daha yüksek olduğu görülmüştür. Ayrıca karışım içerisindeki HMCC miktarının artmasıyla doğru orantılı olarak yoğunlukta da artış yaşanmıştır. Reçete içerisindeki dolgu miktarının artışının yoğunluk üzerindeki etkisini gösteren çalışmalar literatürde mevcuttur. Cam küre, kalsiyum karbonat ve talk dolgu malzemelerinin polipropilen'e katılmasıyla, katılma oranına bağlı olarak yoğunlukta artış yaşandığı görülmüştür (Kansu, 2005). Şekil 3'te dolgu miktarının artmasıyla yoğunlukta artış belirtilmiştir. Tüm sonuçlar için standart sapma 0.006 dır.

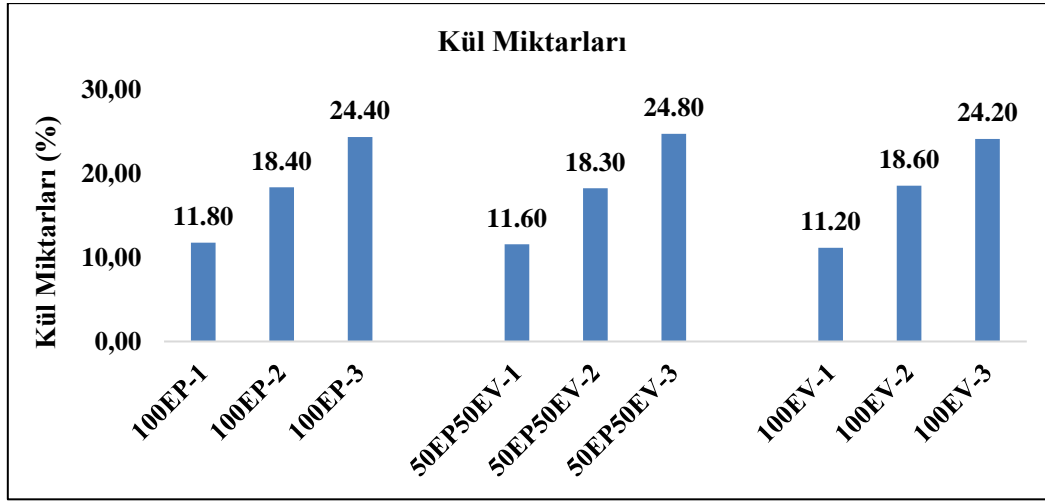


Şekil 3. Karışımların yoğunluk değerleri

EVM ham polimerin yoğunluğu EPDM ham polimere göre daha yüksektir. Bu da hamur reçetelerine etki etmiştir. Hamur içerisine katılan HMCC dolgusunun yoğunluğu ham kauçuktan yüksek olduğu için karışıma katıldığında karışımın yoğunluğunu arttırmıştır.

### 3.2.3. Kül

Tüm gruplarda kül miktarları (inorganik madde) benzer oranlarda çıkmıştır. Her grup içerisinde HMCC miktarının artmasıyla kül miktarlarında da artış olduğu gözlemlenmiştir. HMCC malzemesinin polimer karışımlarına katılmasının kül miktarına etkisi literatürde rastlanmamıştır fakat reçete içerisindeki farklı dolgu çeşitlerinin miktarının arttırılmasının kül miktarına etkisini gösteren çalışmalara rastlanmıştır. Cam küre, kalsiyum karbonat ve talk dolgu malzemelerinin polipropilen'e katılmasıyla, katılma oranına bağlı olarak kül miktarında artış yaşandığı görülmüştür (Kansu, 2005). Şekil 4'te inorganik madde miktarındaki artış belirtilmiştir. Tüm sonuçlar için standart sapma 0.2 ile 0.3 arasında değişmektedir.



Şekil 4. Karışımların kül değerleri

Tüm hamurların kül miktarları kullanılan HMCC miktarlarıyla kıyaslandığında benzerdir çünkü kül testi 950°C de yapılmaktadır ve reçete içerisinde petrol ürünleri bu sıcaklıkta yanmaktadır. Reçete içerisinde sadece yanmayan inorganik maddeler kalmaktadır. HMCC aynı zamanda yanma geciktirici bir malzeme olduğundan reçete içerisindeki miktarı arttıkça kül miktarı da artmıştır.

### 3.2.4 Yatay yanma

Tüm hamurlar 100 mm/dk ASTM D635 şartname kriteri için başarılıdır. Reçete içeriğindeki HMCC miktarının artırılmasıyla yanma davranışlarında olumlu sonuçlar alınmıştır. HMCC miktarının artmasıyla 100EP-3, 50EP50EV-3 ve 100EV-3 hamurları neredeyse yanmaz duruma gelmiştir. Çizelge 4’te tüm karışımların yanma davranışları belirtilmiştir.

Çizelge 4. Karışımların yanma davranışları

Numune	100EP-1	100EP-2	100EP-3	50EP50EV-1	50EP50EV-2	50EP50EV-3	100EV-1	100EV-2	100EV-3
Yatay Yanma (mm/dk)	16.1	10.66	25 mm çizgisini geçmiyor	15.9	14.9	25 mm çizgisini geçmiyor	18.4	11.8	25 mm çizgisini geçmiyor

EVM yanma direnci olan bir polimerdir fakat EPDM ile karıştırıldığında EPDM’in yanma davranışını iyileştirecek bir farklılık görülmemiştir. Bunun sebebi kullanılan EPDM türü ve EVM türü kaynaklı olabilmektedir. EVM içerisindeki vinil asetat miktarı ve EPDM içerisindeki etilen-propilen oranı ve molekül ağırlığı bu iki polimer karışımı için uygun seçilmemiş olabilir. Yine de hamurlar kendi içerisinde incelendiğinde HMCC miktarının artırılmasıyla yanma davranışlarında iyileşmeler yaşandığı görülmüştür. Reçete içerisindeki HMCC miktarının artırılmasıyla yanmanın gecikmesi durumu daha önce yapılan çalışmalarla da örtüşmektedir. PVC polimerine ilave edilen huntit ve hidromanyezit karışımının kompozitin alev gecikme davranışını iyileştirdiği görülmüştür (Coman ve ark., 2019). EVA ile huntit ve hidromanyezit karışımını ile de denemeler yapılmıştır. Yapılan bir çalışmada alüminyum hidroksit, magnezyum hidroksit, kalsiyum karbonat gibi alev geciktiricilerle huntit ve hidromanyezit karışımı karşılaştırılmıştır. Çalışmada huntit ve hidromanyezit karışımının diğer alev geciktiriciler gibi hem sınırlayıcı oksijen indeksi testinde hem de koni kalorimetresinde yanmazlık üzerine olumlu etkisi olduğu görülmüştür (Witkowski ve ark., 2012). Polietilen tereftalat (PET) üzerine yapılmış çalışmalara da rastlanmaktadır. PET üzerine huntit ve hidromanyezit karışımının eklenmesiyle PET’in termal davranışları incelenmiştir. Elde edilen

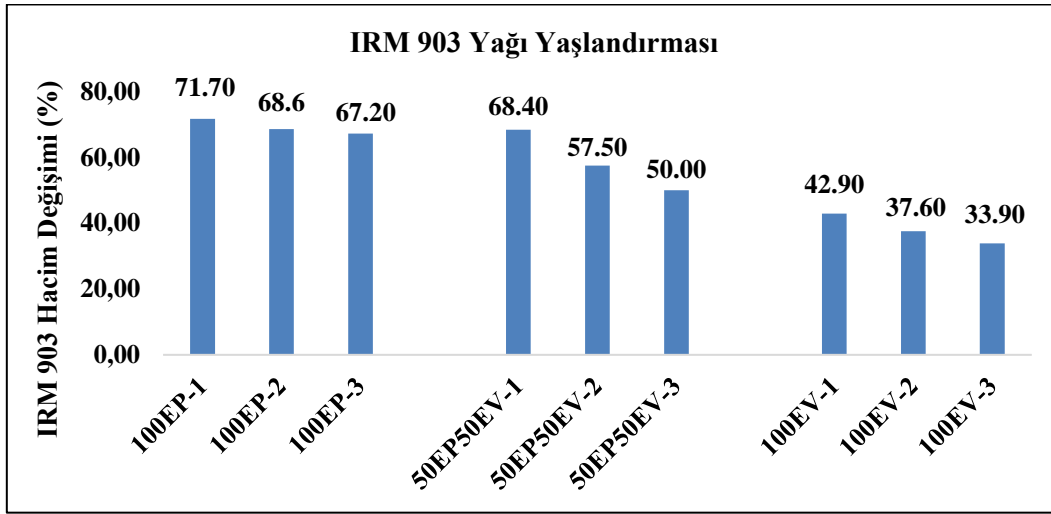
sonuçlara göre huntit ve hidromanyezit karışımının polimer malzemelerde yanma geciktirici dolgu maddeleri olarak hareket etme konusunda büyük bir potansiyele sahip olduğu sonucuna varılmıştır (Baştürk ve ark., 2016). Polipropilen (PP) üzerinde de huntit ve hidromanyezit karışımının yanmazlık etkileri incelenmiştir. Huntit ve hidromanyezit karışımının cam elyaflarla beraber PP içerisine katılmasının PP ana yapısındaki mekanik ve yanma eğilimlerine etkisi incelenmiştir. Çalışmanın sonucunda cam elyaf ve huntit ve hidromanyezit karışımının malzemenin mekanik ve yanma özelliklerinin iyileştirmesinde faydalı bir yolu olduğu sonucuna varılmıştır (Atay ve Engin, 2019). Ahşap kompozitler üzerinde de huntit ve hidromanyezit karışımı yanma eğilimlerinin incelenmesi için çalışmalar yapılmıştır. Yapılan yanma testleri sonucunda huntit ve hidromanyezit içeren ahşap kompozitlerin yangına karşı direnç kazandığı sonucuna varılmıştır (Atay, 2021). Huntit ve hidromanyezit karışımı farklı alanlarda da denenmiştir. Tekstil sektöründe kumaşların yanma davranışlarının incelenmesinde bu karışımın denendiği çalışmalara rastlanmaktadır. Bunlardan biri pamuklu kumaşların huntit ve hidromanyezit karışımı içeren silan bazlı nanosoller ile kaplanması üzerine yapılmıştır. Yapılan çalışmanın sonucunda huntit ve hidromanyezit karışımının pamuklu kumaşlar üzerinde de yanma davranışını iyileştirdiği gözlemlenmiştir (Camlıbel ve Topcu, 2020).

### 3.2.5. Şişme özellikleri

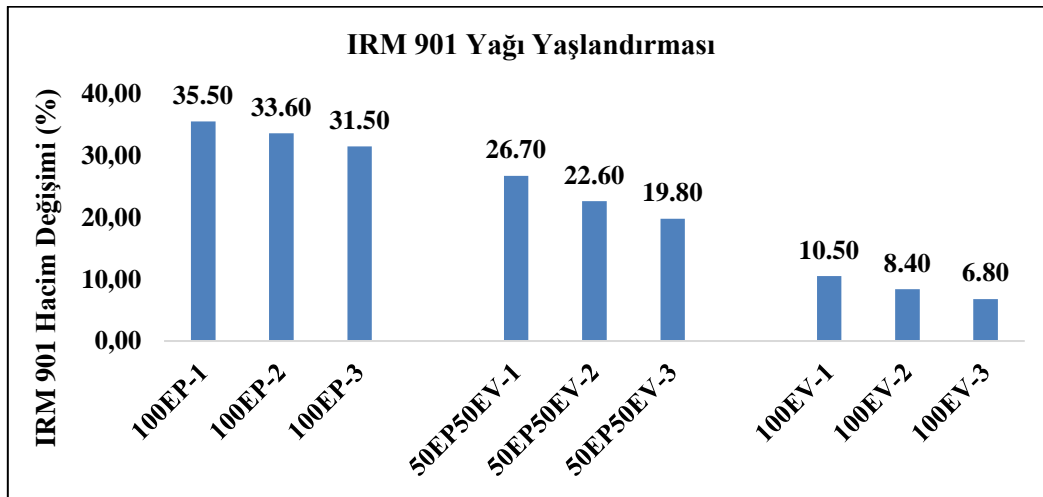
IRM 903 ve IRM 901 yağlarında şişme ile hacim değişimi incelemesi yapılmış IRM 903 yağındaki şişmelerin IRM 901 yağına kıyasla daha fazla olduğu görülmüştür. EPDM hamurlarında her iki yağ içinde şişme testinde hacim değişimi yüksek çıkmıştır. EPDM kauçuğunun yağ direncinin çok düşük olmasından dolayı bu sonucun çıkması olağandır. 100 phr EVM hamurlarında şişmelerin 100 phr EPDM hamurlarına göre daha az olduğu görülmüştür. Bu durum EVM polimerinin EPDM polimerine göre yağ dayanımlarının daha kuvvetli olmasından kaynaklanmaktadır. EVM hamurlarında özellikle IRM 901 yağında hacim değişimi oldukça düşük çıkmıştır. EPDM/EVM polimer karışımı hamurlarında hacim değişimleri 100 phr EVM hamurlarında olduğu kadar düşük olmamakla beraber 100 phr EPDM hamurlarına göre daha uygun çıkmıştır. Karışım reçetelerindeki yağ direncindeki iyileşme ile EVM polimerinin EPDM polimerinin yağ direncini arttırdığı sonucuna varılabilir. Reçete içerisindeki HMCC miktarının arttırılmasıyla hacim artışında bariz bir düşüş görülmüş ve şişmeler azalmıştır. Bunun sebebi reçete içerisinde yağdan etkilenen kısmın polimer olduğu ve şişen polimerin reçete içerisindeki toplam miktarının dolgunun artmasıyla azalmasının, hamurların hacim değişimini olumlu etkilediği şeklinde açıklanabilir.

Hacim değişimlerinin yanında sertlik değişimleri incelendiğinde IRM 903 yağında yapılan yaşlandırma sonrasında belirgin bir değişimin olmadığı görülmüştür. Karışım içerisindeki HMCC miktarının arttırılması da sertlik değişimine radikal bir etki yaratmamıştır. IRM 901 yağında yapılan yaşlandırmalar sonrası sertlik değişimi 100 phr EVM hamurlarında daha az çıkmıştır. IRM 903 ve IRM 901 yağında yaşlandırma sonrasında sertlik değişimleri HMCC miktarının artmasıyla beraber artmıştır. Bu durum yaşlandırma öncesinde de baz hamurlarda çıkan durumla paraleldir. Burada da HMCC dolgusunun aktif bir dolgu etkisi yarattığı düşünülebilir. Literatürde daha önce yapılan çalışmalarda tetrahidrofuranda yapılan şişme deneylerinde yanma geciktirici ATH malzemesinin belirtilen solvent içinde EPDM polimerinin şişmesini azalttığını gösteren çalışma bulunmaktadır (Lee ve ark., 2016). Literatürde EPDM ile EVA karışımının IRM 902 yağı içinde yaşlandırma testlerine de rastlanmıştır. Farklı vinil asetat (VA) içeriklerinde EVA polimeri ile EPDM karıştırılmış, orta ve yüksek VA oranlarında EPDM oranının arttırılması ile elastomerik özelliklerin baskın hale gelmesi sonucu dolayısı ile şişme eğilimi arttığı görülmüştür (Sarıbatur, 2019).

Şekil 5'te IRM 903 yağında hacim değişimleri, Şekil 6'da IRM 901 yağında hacim değişimleri, Çizelge 5'te IRM 903 ve IRM 901 yağında sertlik değişimleri gösterilmiştir. Hacim değişimleri için tüm sonuçların standart sapması 0.3 ile 0.6 arasında değişmektedir.



Şekil 5. IRM 903 yağında hacim değişimi



Şekil 6. IRM 901 yağında hacim değişimi

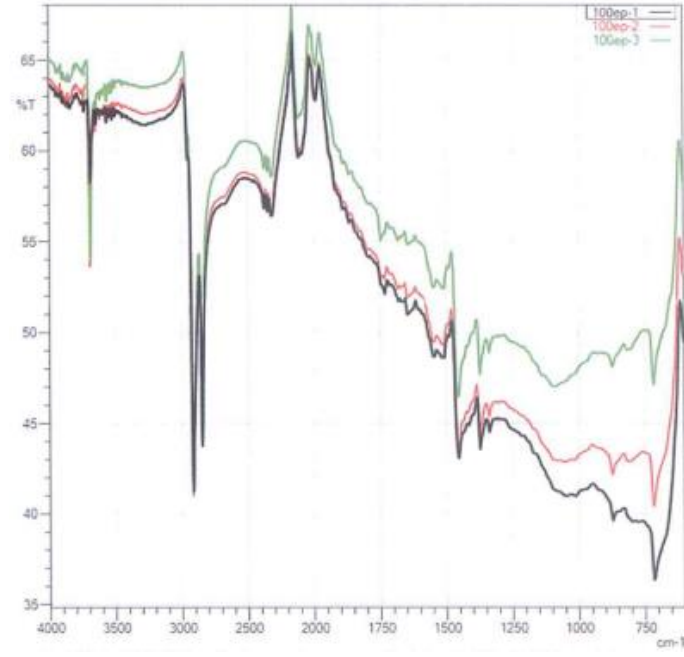
Çizelge 5. IRM 903 ve IRM 901 yaşlandırması sertlik değişimi

Numune	100EP-1	100EP-2	100EP-3	50EP50EV-1	50EP50EV-2	50EP50EV-3	100EV-1	100EV-2	100EV-3
IRM 903 (Sh-A)	-25±1.5	-27±2.1	-28±2.1	-26±1.5	-25±1.2	-25±1.5	-20±1.2	-22±2.0	-22±2.1
IRM 901 (Sh-A)	-17±2.1	-17±1.2	-18±1.5	-16±1.2	-16±1.5	-17±2.5	-8±1.7	-10±2.1	-10±1.5

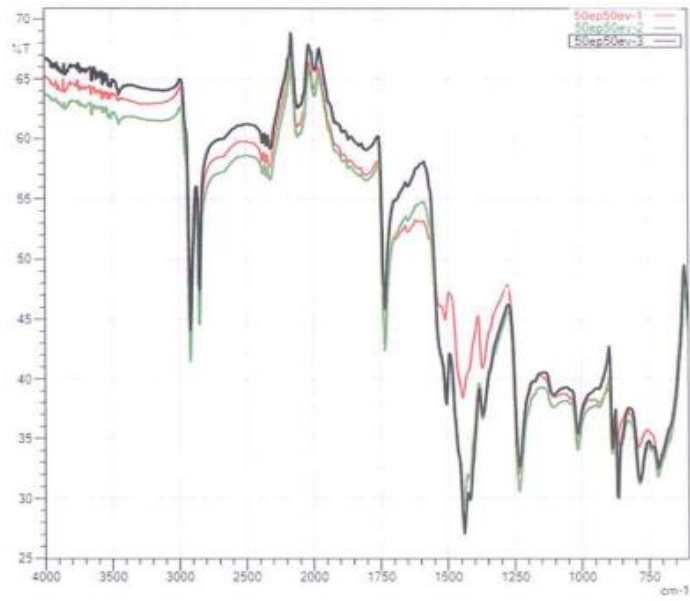
### 3.3 Yapısal Analizler

#### 3.3.1 FTIR analizi

Çalışmanın yapısal incelemesinin yapılması için tüm karışımlara FTIR analizi yapılmıştır. Analizin görüntüleri Şekil 7, Şekil 8, Şekil 9'da belirtilmiştir.

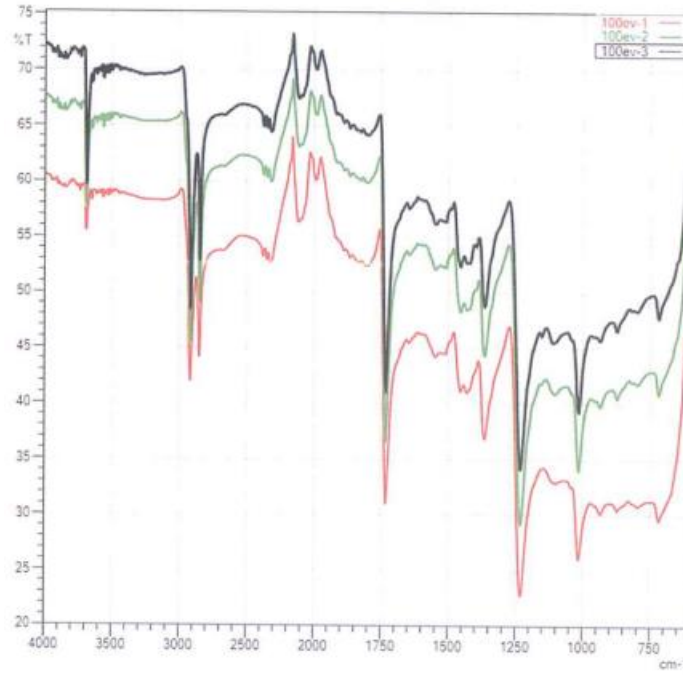


Şekil 7. 100EP-1, 100EP-2 ve 100EP-3 FTIR analiz görüntüsü



Şekil 8. 50EP50EV-1, 50EP50EV-2 ve 50EP50EV-3 FTIR analiz görüntüsü





Şekil 9. 100EV-1, 100EV-2 ve 100EV-3 FTIR Analiz Görüntüsü

Şekil 7, Şekil 8 ve Şekil 9’da FTIR görüntüleri verilmiştir.  $3691\text{ cm}^{-1}$  değeri (-OH) germe titreşimlerini belirtmektedir ve 100 phr EPDM ve 100 phr EVM karışımlarında görülmektedir. (-OH)’a ait olan pikler yüksek dalga sayısında bulunma eğilimindedirler ve hidrojen bağı oluşumu, pikleri daha düşük dalga sayısına kaydırmaktadır. İki polimerin karışımlarında ise (-OH) piklerine rastlanmamıştır.  $2916\text{ cm}^{-1}$  ile  $2850\text{ cm}^{-1}$  arası değerler (C-H)  $\text{CH}_2$  ve  $\text{CH}_3$  germe titreşimlerini,  $2322\text{ cm}^{-1}$  ile  $1990\text{ cm}^{-1}$  arasındaki değerler  $\text{C}\equiv\text{C}$  ile  $\text{C}\equiv\text{N}$  üçlü gerilmelerini belirtip her üç grupta bu gerilmeler bulunmaktadır. Asetat grubunun simetrik -C-O-C- gerilmesine bağlı olarak  $1014\text{ cm}^{-1}$ , asimetrik -C-O-C-C- gerilmesine bağlı olarak  $1234\text{ cm}^{-1}$  ile  $1230\text{ cm}^{-1}$  ve karbonil gerilmesine bağlı olarak (C=O asetat germe titreşimleri)  $1732\text{ cm}^{-1}$  değerlerine sadece EVM katkılı karışımlarda rastlanmaktadır (Chowdhury ve ark., 2016). EVM içindeki vinil asetat bu gerilmelerin oluşmasını sağlamaktadır.  $1458\text{ cm}^{-1}$  ile  $1438\text{ cm}^{-1}$  arası değerler (C-H)  $\text{CH}_2$  ve  $\text{CH}_3$  makaslama titreşimlerini,  $1373\text{ cm}^{-1}$  ile  $1365\text{ cm}^{-1}$  arasındaki değerler C-H germe titreşimlerini veya C-H makaslama titreşimlerini ifade etmektedir ve bu pikler tüm gruplarda rastlanmaktadır.  $887\text{ cm}^{-1}$  ile  $783\text{ cm}^{-1}$  arasındaki değerler C-H sallanma titreşimlerini ifade edip yüksek dalga boyundaki (-OH) germe titreşimlerin görülmediği EPDM/EVM polimer karışımlarında görülmektedir.  $717\text{ cm}^{-1}$  her grup için var olup  $(\text{CH}_2)_{n>4}$  kıvrılma titreşimlerini veya kristalliklerini belirtmektedir.

#### 4. SONUÇ

Bu çalışmada reolojik ölçümler incelenirken EPDM ile EVM polimerleri ile yapılan hamurlar arasında farklar olduğu görülmüştür. Maximum ve minimum tork değerleri en yüksek 100 phr EPDM hamurlarında çıkmıştır. Ayrıca reçete içerisindeki HMCC miktarının artmasıyla tork değerleri de artmıştır. Pişme sürelerine bakıldığında en uzun pişme süresi 100 phr EVM hamurlarında görülmüştür. Hamurların viskozitelerine bakıldığında en yüksek viskozitenin 100 phr EPDM hamurlarında daha sonra EPDM/EVM polimer karışım hamurlarında, en düşük 100 phr EVM hamurlarında olduğu görülmüştür. Reçete içerisinde HMCC miktarının artmasıyla viskozitede artış yaşanmıştır.

Hamurların mekanik özellikleri incelendiğinde 100 phr EPDM ve EPDM/EVM polimer karışım hamurlarında sertlikler yüksek iken 100 phr EVM hamurlarında daha düşük sertliklere rastlanmıştır. Buna rağmen en yüksek kopma mukavemeti ve uzama değeri 100EV-1 reçetesinde görülmüştür. EPDM/EVM polimer karışımlarına bakıldığında EVM'nin EPDM polimerinin kopma mukavemeti ve uzama değerlerini iyileştirdiği görülmüştür. Bununla birlikte %50 ve %100 modülüs değerleri EPDM/EVM polimer karışımı hamurlarında genel anlamda yüksek çıkmıştır ve reçete içerisindeki HMCC miktarının arttırılmasıyla en yüksek modülüs değeri 50EP50EV-3 reçetesinde görülmüştür. Yoğunluk ve kül değerleri reçete içerisindeki HMCC miktarının artmasıyla artmıştır.

Yanma davranışları incelendiğinde polimer değişikliği yatay yanma davranışlarında radikal bir etki yaratmadığı görülmüştür. Buna karşın reçete içeriğindeki HMCC miktarının arttırılmasıyla 100EP-3, 50EP50EV-3 ve 100EV-3 reçeteleri neredeyse yatay yanmada yanmaz duruma ulaşılmıştır.

IRM 903 ve IRM 901 yağlarında hacimsel şişmelere bakıldığında EVM hamurlarının yağdan en az etkilenen grup olduğu görülmektedir. 100 phr EPDM hamurları için aynı yorumu yapmak zordur. 100 phr EPDM hamurları belirtilen yağların içerisinde yüksek oranda şişme göstermiştir. EPDM/EVM polimer karışım hamurlarına bakıldığında şişme davranışlarının 100 phr EPDM hamurlarına göre bariz bir şekilde iyileştiği görülmüştür. Reçete içerisindeki HMCC miktarının arttırılmasıyla hacimsel artış da azalmıştır. IRM 903 yağında yaşlandırma sonrası sertlikler farklılık göstermezken IRM 901 için 100 phr EVM hamurlarının sertlik değişimleri en uygun çıkmıştır. EPDM/EVM polimer karışım hamurları için ise iki polimer karışımı sertlik değişimi üzerinde olumlu bir etki yaratmamıştır.

Özetle EPDM polimer içerisine EVM polimerinin eklenmesiyle uygun akış özelliklerinde, yüksek sertlik, kopma mukavemeti, uzama ve modülüs değerlerine sahip karışımlar elde edilebilmiştir. Ayrıca EPDM kauçuğun düşük yağ dayanımları EVM'nin eklenmesiyle kuvvetlendirilmiştir. Bununla birlikte hamurlara HMCC ilavesiyle hamurların yatay yanma davranışları iyileştirilmiştir.

Özellikle enjeksiyon üretimi ile üretilecek otomotiv ve beyaz eşya kauçuk parçaları için üstün özellikli karışımlar oluşturmak amacıyla bu çalışmada elde edilen bulgular kullanılabilir.

## 5. TEŞEKKÜR

Çalışmamızın deneysel kısmında bize sonsuz imkân sunan Haksan Otomotiv San. ve Tic. A.Ş. ye teşekkürü borç biliriz.

## 6. ÇIKAR ÇATIŞMASI

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

## 7. YAZAR KATKISI

Ezgi ERBEK CÖMEZ veri toplama ve makale taslağının oluşturulmasında, çalışmanın kavramsal ve tasarım süreçlerinin belirlenmesi ve yönetiminde, veri analizi ve yorumlamasında, son onay ve tam sorumluluk almada, Selda ÖZTÜRK fikirsel içeriğin eleştirel incelenmesinde, çalışmanın kavramsal ve tasarım süreçlerinin belirlenmesi ve yönetiminde, veri analizi ve yorumlamasında, son onay ve tam sorumlulukta makale katkısı sağlanmıştır.

## 8. KAYNAKLAR

- Atay H. Y., Novel eco-friendly flame retardant wood composites reinforced by huntite and hydromagnesite minerals. *Wood Material Science & Engineering*, DOI: 10.1080/17480272.2021.1923567, 2021.
- Atay H. Y., Engin B., Use of glass fibers and glass spheres to improve mechanical properties of huntite and hydromagnesite reinforced flame retardant composites. *Romanian Journal of Materials* 49 (4), 468-474, 2019.
- Baştürk E., Madakbaş S., Karadoğan B., Kahraman M. V., Preparation and thermal properties of polyethylene terephthalate/huntite–hydromagnesite composites. *Polymer Composites* 37(11), 3275-3279, 2016.
- Camlibel N. O., Topcu H., Flame retardant cotton fabric modified with silica nanosols containing huntite–hydromagnesite grafted with GPTMS and VTES. *The Journal of The Textile Institute* 112(7), 1129-1143, 2020.
- Chowdhury S. R., Sharma B. K., Mahanwar P., Sarma K. S., Vinyl acetate content and electron beam irradiation directed alteration of structure, morphology and associated properties of EVA/EPDM blends. *Journal of Applied Polymer Science* 133(21), 43468, 2016
- Coman A. E., Gabor A. R., Stoian S., Nicolae C. A., Raditoiu V., Gifu I. C., Hubca G., New Formulations of Flame-retardant Flexible Polyvinylchloride Composites. *Materiale Plastice*, 56(3), 568-577, 2019.
- Ding Z., Li Y., He M., Wang W., Wang C., The combination of expandable graphite, organic montmorillonite, and magnesium hydrate as fire-retardant additives for ethylene–propylene–diene monomer/chloroprene rubber foams. *Journal of Applied Polymer Science*, 134(23), 44929, 2017.
- Palabıyık İ., Poliamid6 (PA6) ve Yüksek Yoğunluklu Polietilenin (HDPE) Düzenleyici Katkılı ve Katkısız Karışımlarının Mekanik ve Tribolojik Özelliklerinin Deneysel İncelenmesi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans tezi (basılmış), 2000.
- Kalle H., Minna P., Hanna-Mari T., *Elastomeric Materials*, Leonardo Da Vinci, 2007.
- Kansu Y., Cam küre, CaCO<sub>3</sub> ve Talk Dolgulu Polipropilen Hibrit Kompozitlerin Mekanik ve Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi (basılmış), 2005.
- Karakaya N., Farklı Dolgu Maddelerinin Termoplastik Elastomer Malzemenin Mekanik ve Fiziksel Özelliklerine Etkisi, Kocaeli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi (basılmış), 2007.
- Lee Y. J., Lee S. B., Jung J. Y., Lee D. H., Cho, U. R., A study on composites of ethylene-vinyl acetate copolymer and ethylene-propylene-diene rubber with aluminum hydroxide as a fire retardant. *Elastomers and composites* 51(2), 93-98, 2016.
- Ma H., He J., Li X., Yang R, High thermal stability and low flammability for Ethylene-Vinyl acetate Monomer/Ethylene-Propylene-Diene Monomer by incorporating macromolecular charring agent. *Polymers for Advanced Technologies* 32(6), 2444-2451, 2021.
- Sarıbatur U. T., Kablo Endüstrisi için Aleve ve Yağa Karşı Dirençli Kauçuk Hamuru Geliştirilmesi, Kocaeli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans tezi (basılmış), 2019.
- Song G., Ma S., Tang G., Yin Z., Wang X., Preparation and characterization of flame retardant form-stable phase change materials composed by EPDM, paraffin and nano magnesium hydroxide. *Energy* 35(5), 2179-2183, 2010.
- Winspear GG (ed). *The Vanderbilt Rubber Handbook*, 06856(203):620, 1958.

- Witkowski A., Hollingbery L., Hull T. R., Fire Retardancy of Mineral Fillers in EVA Copolymers. *Fire and Polymers VI: New Advances in Flame Retardant Chemistry and Science*, 97-111, 2012.
- Yurkin Y. V., Mansurova I. A., Belozerov V. S., Zlobina A., Morphological and Dynamic Mechanical Analysis of Vibration Damping Composite Material Based on Different Elastomers. *Materiale Plastice*, 55(4), 469-473, 2018.

**Araştırma Makalesi / Research Article**

**MQTT Trafikinde DoS Saldırılarının Makine Öğrenmesi ile Sınıflandırılması ve Modelin SHAP ile Yorumlanması**

Ali Cihat KELLE<sup>1\*</sup>, Hüseyin YÜCE<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Marmara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Bilgi Güvenliği Mühendisliği, İstanbul, Türkiye,  
ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-7543-5717>, alicihatkelle@gmail.com

<sup>2</sup> Marmara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Siber Güvenlik Anabilim Dalı, İstanbul, Türkiye,  
ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0001-5525-7733>, huseyin@marmara.edu.tr

**Geliş/ Received:** 14.09.2021;

**Kabul / Accepted:** 14.03.2022

**ÖZET:** MQTT (Message Queuing Telemetry Transport), nesnelerin interneti için tasarlanmış, uygulama katmanında çalışan bir haberleşme protokolüdür. MQTT protokolünde sensörler, verileri sunucu ile paylaşırlar, sunucular konulara abone olan cihazlara bu verileri iletirler. Bu çalışmada, bir MQTT trafiğinden elde edilmiş, içinde saldırı trafiği bulunan ve oldukça yeni bir veri seti olan MQTTset içindeki hizmet reddi saldırıları (DoS) makine öğrenmesi ile sınıflandırılmıştır. Saldırının sınıflandırılmasında 3 farklı makine öğrenmesi algoritmasından faydalanılmıştır. En iyi sınıflandırmayı yapan makine öğrenmesi modeli üzerinde analizler yapılmıştır. Model üzerindeki araştırmamızın amacı, büyük boyutlu veriler ve karmaşık ağ paketleri üzerinden anlaşılabilir yorumlar çıkarmaktır. Oluşturulan modelin analizinde SHAP kullanılmıştır. SHAP, hesaplamalarında oyun teorisi yaklaşımını benimsemiştir ve basit anlamda bir oyuncunun oyuna katkısını ölçmektedir. SHAP ile hangi öznitelliklerin ve hangi verilerin hizmet reddi saldırısının sınıflandırılmasına ne yönde etki ettiği araştırılarak, oluşturulan makine öğrenmesi modelinden anlaşılabilir yorumlar çıkarılmıştır.

**Anahtar Kelimeler:** MQTT, MQTTset, XGBoost, SHAP, DoS.

\*Sorumlu yazar / Corresponding author: alicihatkelle@gmail.com

Bu makaleye atıf yapmak için / To cite this article

Kelle, A. C., Yüce, H. (2022). MQTT Trafikinde DoS Saldırılarının Makine Öğrenmesi ile Sınıflandırılması ve Modelin SHAP ile Yorumlanması. Journal of Materials and Mechatronics: A (JournalMM), 3(1), 50-62.

## Classification of DoS Attacks in MQTT Network with Machine Learning and Interpretation of The Model with SHAP

**ABSTRACT:** MQTT (Message Queuing Telemetry Transport) is an application layer communication protocol which designed for the Internet of Things. In the MQTT protocol, the sensors share the data with the server and the servers transmit this data to the devices that subscribe to the topics. In our study, denial-of-service attacks (DoS) in MQTTset, which is a relatively new data set obtained from an MQTT traffic and containing attack traffic, has been classified by machine learning. Three different algorithms of machine learning were used to classify the attack. Analyzes were made on the machine learning model that made the best classification. The purpose of our research on the model is to extract understandable interpretations from large data and complex network packets. SHAP was used in the analysis of the created model. SHAP takes the game theory approach in its calculations and simply measures a player's contribution to the game. By investigating which features and which data affect the classification of denial-of-service attack with SHAP, understandable comments were extracted from the created machine learning model.

**Keywords:** MQTT, MQTTset, XGBoost, SHAP, DoS.

### 1. GİRİŞ

Endüstri 4.0 ile birlikte yaygınlaşan nesnelerin internetinde teknolojik gelişim, uygulama katmanında kullanılan haberleşme protokolleri üzerinden gözlemlenebilmektedir. Sensör verilerinin işlenmek üzere iletilmesi bu protokoller üzerinden gerçekleşmektedir. Kullanım basitliği ve anlaşılması açısından MQTT (Message Queuing Telemetry Transport) protokolü diğer protokollere göre birçok artı yöne sahiptir ve kullanımı giderek yaygınlaşmaktadır. MQTT protokolünde sensörler, verileri sunucu ile paylaşırlar, sunucular konulara abone olan cihazlara bu verileri iletirler. MQTT protokolü küçük ev sistemlerinden akıllı şehir sistemlerine kadar büyük ve küçük ölçekte sistemler için kullanılabilir ve bu yüzden bilgi güvenliğinin sağlanması elzemdir.

Çalışmamızda MQTT protokolüne uygulanan hizmet reddi saldırısı makine öğrenmesi algoritmaları ile sınıflandırılmış ve sınıflandırma, makine öğrenmesi modeli üzerinden analiz edilerek, sonucun yorumlanabilir hale gelmesi sağlanmıştır. Makine öğrenmesi modelinde, MQTTset veri seti kullanılmıştır. MQTTset, MQTT ağı için özelleşmiş geniş kapsamlı güncel bir veri seti olmakla birlikte, içerisinde 5 farklı tipte saldırı trafiğini ve normal MQTT trafiğini bulundurmaktadır.

Trafiğin sınıflandırılmasında, en iyi sonuç XGBoost algoritması ile elde edilmiştir. XGBoost (eXtreme gradient boosting), karar ağacı temelli ve hesaplamalarında eğim artırma yöntemini kullanan yenilikçi bir makine öğrenmesi algoritmasıdır. XGBoost, yarışmalarda elde ettiği üstün başarılar ve hızlı işlem kabiliyeti sayesinde birçok veri bilimcinin dikkatini çekmiştir.

Makine öğrenmesi çalışmalarında yeni trend, modelin açıklanabilirliğinin araştırılmasıdır. Bir makine öğrenmesi modelinin, bir kelebeği böcek sınıfında değerlendirirken, kelebeğin bacak sayısını hangi oranda dikkate aldığı bilgisi modelin yorumlanabilirliğine bir örnektir. XGBoost ve MQTTset kullanılarak oluşturduğumuz model SHAP (SHapley Additive Explanations) ile analiz edilmiştir. SHAP, hesaplamalarında oyun teorisi yaklaşımını benimsemiştir ve basit anlamda bir oyuncunun oyuna katkısını ölçmektedir. SHAP ile özelliklerin ve verilerin sınıflandırmaya etkisi araştırılarak, oluşturulan makine öğrenmesi modelinden anlaşılabilir yorumlar çıkarılmıştır.

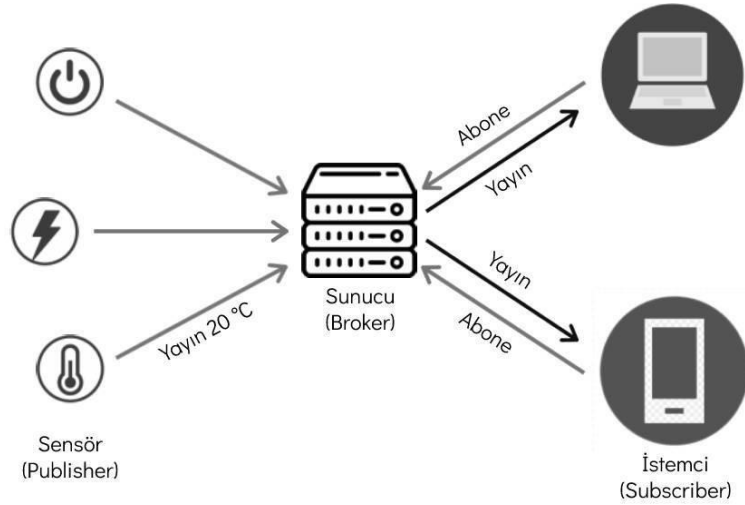
## 2. MATERYAL VE YÖNTEM

### 2.1 MQTT

MQTT, ağların ve cihazların birbiri ile haberleşmesini sağlayan açık kodlu bir mesajlaşma protokolüdür. MQTT, uygulama katmanında çalışan, nesnelerin interneti için uygulanabilir, ağ gereksinimleri düşük ve kurulumu kolay bir protokoldür. İlk olarak IBM tarafından 1999 yılında geliştirilmiş ve 2014 yılında OASIS tarafından standartlaştırılmıştır. Protokolün son versiyonu olan MQTT 5.0, OASIS tarafından 2019 yılında kabul edilmiştir.

MQTT protokolü, belli bir ağda farklı cihazlardan gelen mesajları bir merkezde toplamak ve bu mesajları ilgili cihazlara yönlendirmek üzere tasarlanmıştır (Özdoğan, 2020). MQTT sisteminde yayıncı (publisher), sunucu (broker) ve abone (subscriber) rolleri mevcuttur. Nesnelerin interneti için uygulanan bir MQTT protokolü düşünüldüğünde, sensörler yayıncı rolüne sahiptirler ve mesajları konular (topic) ile ilişkilendirerek, merkezi konumda yer alan sunucuya aktarmaktadırlar. MQTT sunucusu da gelen mesajları, ilgili konulara göre abonelere dağıtmaktadır. (Tantitharanukul ve ark., 2017).

MQTT gibi uygulama katmanında çalışan en yaygın protokoller: CoAP, HTTP, XMPP, DDS, AMQP, SMQTT, Restful protokolleridir (Saritha ve Sarasvathi, 2017). MQTT protokolü, diğer uygulama katmanı protokollere göre yaygın kullanım oranına sahiptir (Naik, 2017). MQTT protokolünün yaygın kullanım oranına sahip olmasında, basit ve hafif oluşu, işlem gücü gereksinimi ve ağ bant genişliğini minimal düzeyde tutması büyük rol oynamıştır (Nebbione ve Calzarossa, 2020).



Şekil 1. MQTT mimarisi ve mesajların iletimi

MQTT paketleri belli IP adresleri üzerinden, TCP kullanılarak iletilir. MQTT protokolü, kullanıcılara QoS0, QoS1 ve QoS2 olmak üzere 3 farklı hizmet kalitesi sunmaktadır. QoS0 seviyesinde bir mesaj, bir kez gönderilir ve mesajın karşıya ulaşıp ulaşmadığı kontrol edilmez. QoS1, bir mesajın en az bir kez teslim edildiğinin garanti edildiği hizmet kalite seviyesidir. Mesajın alıcıya iletilmiş olduğunu onay alınana kadar, mesaj gönderici tarafından saklanır. Zaman aşımına bağlı olarak, onay mesajı gönderici tarafına ulaşmadığında saklanan mesaj tekrar alıcıya gönderilir (Gündoğan ve ark., 2018). En yüksek hizmet kalitesi QoS2 seviyesindedir. Bu seviyede mesaj kaybının ve mesaj tekrarının önlenmesi amaçlanmıştır. Mesajın tek seferde alıcıya gönderilmesi ve bir kez alınması garanti edilir.



## 2.2 MQTTset

MQTTset veri seti, Kasım 2020'de araştırmacılara sunulmuştur ve MQTT 3.1.1 versiyonuna ait ağ trafiğinden elde edilmiş bilgileri içermektedir. Trafikte SSL/TLS gibi şifreleme teknikleri yer almamaktadır. MQTTset veri setinde, normal ağ trafiği ile birlikte çeşitli saldırılara ait ağ trafiği de yer almaktadır. Paylaşılan MQTTset makalesinde, daha önce yayınlanmış olan MQTT trafiğine ait başka veri setleri hakkında bilgiler verilmiş, bu veri setlerinin MQTTset kadar kapsamlı olmadığı anlatılmıştır (Vaccari ve ark., 2020). MQTTset oluşturulurken, IoT-Flock aracı kullanılmıştır. IoT-Flock, nesnelerin interneti için trafik oluşturmaya yarayan açık kaynak kodlu bir araçtır.

MQTTset, 2 odaya sahip akıllı bir ev sistemine ait senaryo için hazırlanmıştır ve toplamda 10 farklı sensöre ait 1 haftalık veriyi içermektedir. Bu sensörler: sıcaklık, ışık yoğunluğu, nem, gaz, hareket, duman, kapı açma/kapama ve fan durumu hakkında bilgi veren sensörlerdir. Saldırganın MQTT mimarisinde doğrudan sunucuya (broker) bağlı olduğu varsayılır (Vaccari ve ark., 2020). Veri setinde yer alan 5 farklı saldırı çeşidi: bruteforce, malformed data, flooding, slowite ve dos saldırılarıdır. Bu saldırılar oluşturulurken çeşitli araçlardan faydalanılmıştır. Saldırı verileri, normal MQTT trafiğine ait verilerle entegre edilerek veri seti oluşturulmuştur.

MQTTset veri setinde ham PCAP dosyalarından verilere ait özellikler çıkarılırken bazı elemeler yapılmıştır. En önemli değişiklikler: kimlik doğrulama, bağlantı süreleri, kaynak ve hedefe ait adreslerin silinmiş olmasıdır (Vaccari ve ark., 2020).

MQTTset içinde dengelenmemiş ve dengeli olmak üzere 2 farklı veri seti bulunmaktadır. Yazarların ilk oluşturdukları veri setinde saldırı trafiği, toplam trafiğin %1'i kadardır. Normal trafiğin sınıflandırmalar yapılırken sonucu domine ettiği düşünülerek, veri setinin dengelenmesi yazarlar tarafından uygun görülmüştür. Yeni veri setinde saldırı trafiğinin sayısı artırılarak dengeli bir veri seti oluşturulmak amaçlanmıştır. Dengelenmiş versiyonda saldırıların karakteristiğinin daha iyi anlaşılacağı düşünülmüştür. Çalışmamızda, trafiğin sınıflandırılması için yalnızca normal ve DoS saldırılarını içeren dengeli veri seti kullanılmıştır.

## 2.3 Makine Öğrenimi

Makine öğrenimi, belirlenen bir görevi yerine getirmek için tanımlanan verileri kullanarak, sonuç tahmin etme yöntemidir. Sonuç tahmin etme işlemi için çeşitli algoritmalarından faydalanılır. Algoritmalar üzerinde değişiklikler yapılmaz, öğrenme işlemi tamamen veriler üzerinden elde edilen bir kazanımdır. Çalışmamızda 3 farklı makine öğrenmesi algoritması ile veri seti üzerinde normal ve DoS trafiği sınıflandırılmıştır.

### 2.3.1 Naive Bayes

Naive Bayes algoritmasının işleyişi Bayes teoremine dayanmaktadır ve ismini de bir matematikçi olan Thomas Bayes'ten almaktadır. Naive Bayes algoritması sınıflandırma yaparken her özelliği birbirinden bağımsız olarak değerlendirir. Örneğin bir meyveyi sınıflandırırken, meyvenin rengi ve boyutları bir arada değerlendirilmez. Algoritmada her bir eleman için tüm durumların olasılıkları hesaplanır. Bu hesaplamalardan olasılığı en yüksek olan duruma göre sınıflandırma yapılır.

$$P(A|B) = \frac{P(B|A) * P(A)}{P(B)}$$

Şekil 2.'de yer alan formülde;

- $P(A|B) = B$  olayı gerçekleştiğinde A olayının gerçekleşme olasılığını
- $P(A) = A$  olayının gerçekleşme olasılığını
- $P(B|A) = A$  olayı gerçekleştiğinde B olayının gerçekleşme olasılığını
- $P(B) = B$  olayının gerçekleşme olasılığını temsil etmektedir.

Naive Bayes, olasılıksal hesaplamaya dayandığı için az veri ile elde edilen modellerden bile güzel sonuçlar elde edilebilmektedir. Basit bir formüle dayanıyor olmasından dolayı algoritma çok hızlı çalışmaktadır. Gaussian Naive Bayes, Multinomial Naive Bayes, Bernoulli Naive Bayes olmak üzere 3 çeşittir. Bu çalışmada sınıflandırmada yapılırken Gaussian Naive Bayes algoritması kullanılmıştır.

### 2.3.2 Gradient Boosting

Gradient Boosting algoritması, karar ağacı temelli bir algoritmadır. Karar ağaçlarının çalışma mantığının anlaşılması, Gradient Boosting hakkında fikir elde etme açısından önemlidir. Karar ağaçları, sınıflandırma ve regresyon tahminleri için yaygın kullanıma sahip yöntemlerden bir tanesidir. Kullanılan birçok yönteme göre, kolayca anlaşılabilir ve yorumlanabilir olması bu yöntemin sağladığı avantajlardandır. Karar ağacı, kök noktasından başlar, verileri yorumlayarak aşağıya doğru dallanmalar yapar ve yapraklar oluşturur.

Gradient Boosting, gradyan artırma yöntemi ile zayıf öğrencileri güçlü öğrenciye dönüştürme algoritmasıdır (Feng ve ark., 2018). Gradient Boosting algoritmasında oluşturulan her yeni karar ağacı, bir önceki ağaçta hesaplanan hataların en aza indirilmesi prensibine dayanır. Algoritmada ilk olarak oluşturulan karar ağacı ile bir tahmin elde edilir. Elde edilen tahmin ile hedef arasındaki fark hesaplanır. Her yeni iterasyonda, hesaplanan fark ile birlikte yeni bir ağaç oluşturulur. Sonuç olarak tahmin ile hedef arasındaki farkı sıfırlamak amaçlanır. Gradient Boosting algoritması hata oranını belli iterasyonlarla en aza indirmesiyle, yapay sinir ağlarına benzemektedir. Gradient Boosting'in yapay sinir ağlarına sağladığı en büyük avantaj ise açıklanabilirliğinin kolay olmasıdır.



Şekil 3. Karar ağacı algoritmalarının zaman içindeki gelişimi

### 2.3.3 XGBoost

XGBoost, ilk olarak 2016 yılında Tianqi Chen ve Carlos Guestrin tarafından makalesi yayınlanarak yenilikçi bir makine öğrenmesi algoritmasıdır. Yayınlanan makale, veri bilimciler tarafından ilgiyle karşılanmış, Kaggle yarışmalarında kullanımı gün geçtikçe artmıştır. XGBoost makalesinde yer alan

bilgiye göre, 2015 yılında 29 Kaggle yarışmasının 17 tanesi XGBoost ile kazanılmıştır (Chen ve Guestrin, 2016). XGBoost'un geliştirilmesi, veri bilimciler tarafından halen devam etmektedir ve Github'ta 500'den fazla katılımcısı, 5400'den fazla kod eklemesi bulunmaktadır.

XGBoost algoritması Gradient Boosting algoritmasının optimize edilmiş bir türüdür. Önceki versiyonlara göre sağladığı avantajları XGBoost kullanımının yaygınlaşmasındaki en önemli nedendir. XGBoost, ağacı oluştururken maksimum derinlik değerini kullanır. Oluşturulan ağaç aşağı yönde aşırı ilerleme gösterirse, budama gerçekleştirilir. Aşırı öğrenmenin önüne geçilir. Gradient Boosting algoritması, kayıp fonksiyonun hesaplanmasında birinci dereceden fonksiyon kullanırken, XGBoost bu hesaplamaları ikinci dereceden fonksiyonlar kullanarak gerçekleştirir. Paralel çalışma özelliği, diğer algoritmalara göre sonuca daha kısa sürede ulaşılmasını sağlar.

### 2.3.4 Makine öğrenmesi değerlendirme metrikleri

Veriler kullanılarak, birçok farklı makine öğrenmesi algoritması ile farklı modeller oluşturmak mümkündür. Oluşturulan modellerden hangisinin daha iyi sonuç vereceğini ölçmek için değerlendirme metriklerine ihtiyaç duyulmaktadır. Değerlendirme metrikleri modelden elde edilen tahminler ile gerçek sonuçları karşılaştırarak bize rakamsal sonuçlar vermektedirler. Bu çalışmada makine öğrenmesi modellerinin doğruluğu, 4 farklı değerlendirme metriği ile ölçülmüştür. Değerlendirme metriklerinin açıklanması, karışıklık matrisleri üzerinden anlatılmıştır.

Karışıklık matrisi, sınıflandırma yapan uygulamalarda, gerçek ve tahmin edilen değerleri bir tablo üzerinden kolayca kıyaslayabilmek için kullanılmaktadır.

Çizelge 1. Karışıklık matrisi örneği

		Tahmin	
		Pozitif	Negatif
Gerçek	Pozitif	Gerçek Pozitif	Yanlış Negatif
	Negatif	Yanlış Pozitif	Gerçek Negatif

Çizelge 1.'de yer alan matriste;

- Gerçek Pozitif (GP): Doğru olarak tahmin edilen, gerçekte de doğru olan değerler,
- Gerçek Negatif (GN): Yanlış olarak tahmin edilen, gerçekte de yanlış olan değerler,
- Yanlış Pozitif (YP): Doğru olarak tahmin edilen, gerçekte yanlış olan değerler,
- Yanlış Negatif (YN): Yanlış olarak tahmin edilen, gerçekte doğru olan değerleri ifade etmektedir.

#### 2.3.4.1 Doğruluk (Accuracy)

Doğru tahmin edilen değerlerin, tüm değerlere bölünmesi ile elde edilmektedir. Doğruluk değeri, 0 ile 1 arasındadır. Doğruluk değeri 1'e yaklaştıkça başarı artmaktadır.

$$\text{Doğruluk: } (GP + GN) / (GP + GN + FP + FN)$$

#### 2.3.4.2 Duyarlılık (Recall)

Doğru olarak tahmin etmemiz gereken değerlerin, ne kadarını doğru tahmin ettiğimizi belirtmektedir. Duyarlılık değeri, gerçekte doğru olan ve doğru olarak tahmin edilen değerlerin, tüm doğru değerlere bölünmesi ile elde edilmektedir.

$$\text{Duyarlılık: } GP / (GP + FN)$$

### 2.3.4.3 Kesinlik (Precision)

Doğru olarak tahmin ettiğimiz değerlerin, ne kadarının gerçekte doğru olduğunu göstermektedir. Kesinlik değeri, gerçekte doğru olan ve doğru olarak tahmin edilen değerlerin, doğru olarak tahmin edilen tüm değerlere bölünmesi ile elde edilmektedir.

$$\text{Kesinlik: } GP / (GP + FP)$$

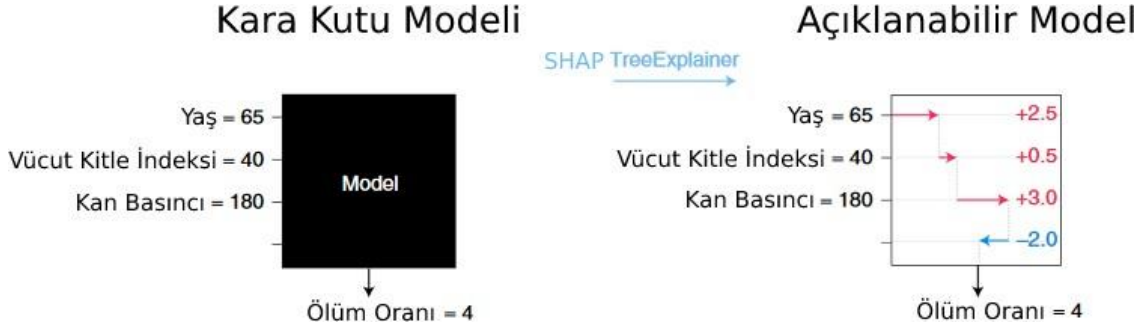
### 2.3.4.4 F1 Skoru (F1 Score)

F1 skoru, duyarlılık ve kesinlik değerlerinin harmonik ortalamasının hesaplanması ile elde edilmektedir. Her iki değerinde hesaplamaya katılarak dengeli bir değer elde edilmesi amaçlanmaktadır. Eşit dağılıma sahip olmayan veri setlerinde başarılı sonuçlar elde etmek için kullanılmaktadır.

$$\text{F1 Skoru: } 2 * \text{Kesinlik} * \text{Duyarlılık} / (\text{Kesinlik} + \text{Duyarlılık})$$

## 2.4 SHAP

Makine öğrenimi insan hayatını kolaylaştırma adına çok büyük gelişmeler gösterdi. Bu gelişime rağmen şirketler ve araştırmacılar algoritmaların bir kara kutu olması zorluğu ile karşılaşmaktadırlar. Kara kutu algoritmaları yoruma kapalıdır. Algoritmaya verilen bir girdiden, bir çıktı alınmakta fakat nedeni anlaşılamamaktadır. SHAP (SHapley Additive ExPlanations) ile makine öğrenmesi modelini kara kutu olmaktan çıkararak, yorumlanabilir bir hale getirmek mümkündür.



Şekil 4. Kara kutu modeli, açıklanabilir model

SHAP, makine öğrenmesi modelinin yorumlanmasında oyun teorisi yaklaşımını kullanır ve makalesi ilk olarak 2017 yılında, Lundberg and Lee tarafından yayınlanmıştır. SHAP, özelliklerin model oluşumuna katkısını ölçerken, Shapley değerlerini kullanır (Lundberg ve Lee, 2017). Shapley değeri, ilk olarak 1953 yılında Lloyd Shapley tarafından makalesi yayınlan ve her oyuncunun oyuna katkısını ölçmeye yarayan değerdir (Hausken ve Mohr, 2001). Veri setinde yer alan her bir değer için ayrı Shapley değeri hesaplanır. Her Shapley değeri, ilişkilendirildiği verinin tahminde yarattığı etkiyi belirtmektedir. Belli bir özelliğe ait tüm Shapley değerlerinin toplamı, o özelliğin tahmin için toplam katkısını belirtmektedir. SHAP kütüphanesi kullanılarak oluşturulan grafiklerde yer alan SHAP değerleri, Shapley değerlerinin toplamını temsil etmektedir.

### 3. BULGULAR VE TARTIŞMA

#### 3.1 Trafiğin sınıflandırılması

Normal ve DoS trafiği içeren dengeli veri setinde 3 farklı makine öğrenmesi algoritması ile sınıflandırma yapılmıştır. Algoritmalar üzerinde herhangi bir hiper parametre optimizasyonu yapılmamıştır. Sınıflandırmaya ait sonuçlar Çizelge 2’de aktarılmıştır.

**Çizelge 2.** Farklı algoritmalar ile trafiğin sınıflandırılmasında elde edilen sonuçlar

Algoritma	Doğruluk (Accuracy)	Duyarlılık (Recall)	Keskinlik (Precision)	F1 Skoru
Naive Bayes	0.951	0.998	0.946	0.948
Gradient Boosting	0.969	0.999	0.964	0.968
XGBoost	0.980	0.995	0.981	0.979

Karışıklık matrisi değerlerine bakarak, 3 algoritma için de, trafik tiplerine göre başarı oranı gözlemlenebilmektedir.

**Çizelge 3.** XGBoost ile yapılan sınıflandırmanın karışıklık matrisi üzerindeki sonuçları

		Tahmin	
		DoS	Normal
Gerçek	DoS	543,375	56,625
	Normal	14,560	2,985,440

**Çizelge 4.** Gradient Boosting ile yapılan sınıflandırmanın karışıklık matrisi üzerindeki sonuçları

		Tahmin	
		DoS	Normal
Gerçek	DoS	491,141	108,859
	Normal	1,112	2,998,888

**Çizelge 5.** Naive Bayes ile yapılan sınıflandırmanın karışıklık matrisi üzerindeki sonuçları

		Tahmin	
		DoS	Normal
Gerçek	DoS	430,275	169,725
	Normal	3,722	2,996,278

Eğitim verisinde yer alan 8.4 milyon trafiğin, 1.4 milyonu DoS saldırısına aittir. Eşit dağılım söz konusu olmadığından dolayı, algoritmaların başarılarını değerlendirirken F1 skorunu dikkate almak önemlidir. XGBoost, 4 farklı değerlendirme metriği dikkate alındığında 3 değerlendirme metriğinde en başarılı sonuçları vermiştir. Gradient Boosting algoritması, duyarlılık ölçümünde en başarılı algoritma olmuştur. Naive Bayes ile yapılan tahminlerde başarı oranı diğer algoritmalara göre düşüktür. Normal trafiğin doğru sınıflandırılmasında en iyi sonuç Gradient Boosting algoritmasına aittir. DoS trafiğinin doğru olarak sınıflandırılmasında ise en iyi sonucu XGBoost algoritması vermektedir.

Model analizi bölümünde, özneliklerin ve değerlerin tahmine etkisi araştırılacağı için, en başarılı algoritma ile oluşturulan modelin kullanılması doğru analiz için önem arz etmektedir. DoS verisinin toplam veri setindeki oranı az olmasına rağmen yüksek oranda doğru tahmin edilmiş olması ve metriklerdeki yüksek başarı oranından dolayı, model analizi, XGBoost ile elde edilen model üzerinde yapılmıştır.

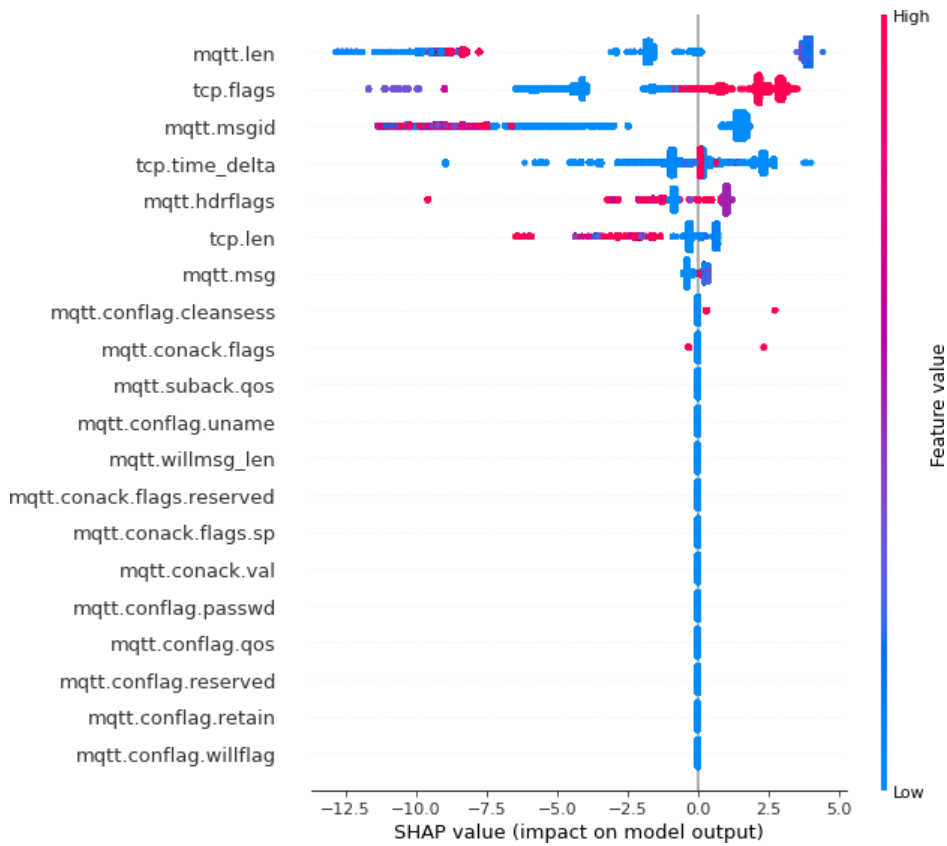
Model analizi adımından önce, başarı oranını artırmak amacıyla, XGBoost üzerinde hiper parametre optimizasyonu gerçekleştirilmiştir. XGBoost algoritmasında, ‘max\_depth’ parametresi

için '3', '6', '9' değerleri, 'learning\_rate' parametresi için de '0.1', '0.3', '0.6' değerleri denenmiştir. Bu parametrelerden en iyisi, 'max\_depth' için '6', 'learning\_rate' içinde '0.1' olarak hesaplanmıştır. Yeni parametreler ile oluşturulan yeni XGBoost modelinde 0.98 olarak hesaplanan doğruluk oranı değişmemiştir.

### 3.2 SHAP ile Model Analizi

Analiz için, en yüksek doğruluk oranına sahip XGBoost modeli seçilmiştir. Analiz adımı XGBoost sınıflandırılmasında elde edilen 0.98'lik doğruluk oranına sahip model kullanılmıştır.

SHAP grafikleri, model sonucuna etki eden tüm SHAP değerleri üzerinden oluşturulmaktadır. Veri setinde yer alan her hücreye ait bir SHAP değeri hesaplanmaktadır. Yapılan sınıflandırmaya olumsuz etkisi olan SHAP değerleri negatif işaretli, olumlu etkisi olan SHAP değerleri pozitif işaretlidir. SHAP özet grafiklerinde mavi renkler, veri değerinin küçük olduğu durumları, kırmızı renkler ise veri değerinin büyük olduğu durumları göstermektedir.

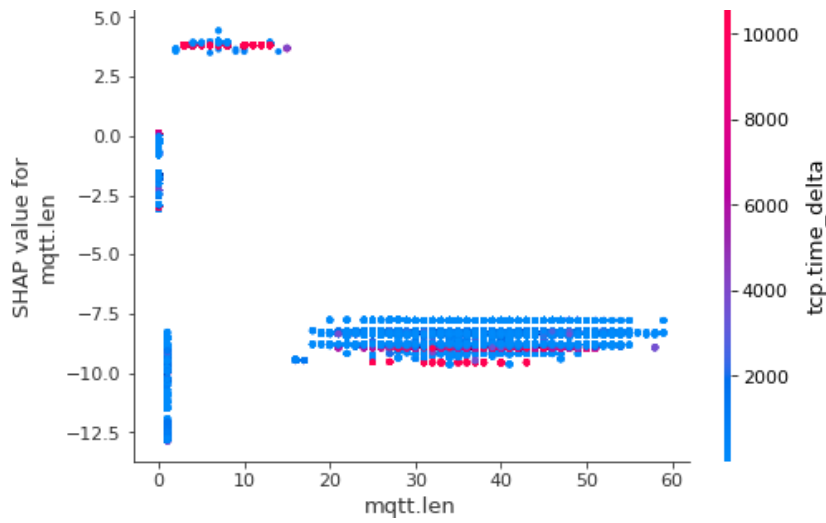


Şekil 5. Öznitelikler üzerinden, model için hesaplanan SHAP değerleri

SHAP grafiklerini doğru değerlendirmek modeli daha iyi analiz etmek açısından önemlidir. Şekil 5'teki grafikte, y ekseninde veri setinde yer alan öznitelikler belirtilmiştir. Bu öznitelikler önem sırasına göre yukarıdan aşağıya doğru sıralanmıştır. Grafiğe baktığımızda sınıflandırma yaptığımız model için en önemli öznitelik 'mqtt.len' olarak hesaplanmıştır. X ekseninde yer alan SHAP değerleri ise sınıflandırmaya pozitif ve negatif etkiyi temsil etmektedir. Grafik incelendiğinde 'mqtt.conack.flags' özelliğinin altında yer alan özelliklerin sınıflandırmaya hiçbir katkısı olmadığı gözlemlenmektedir. Renklerden yola çıkarak, grafik üzerinde yorumlar yapılabilmektedir. 'tcp.flags' özelliğine bağlı renkleri incelendiğinde, büyük 'tcp.flags' değerlerinin (kırmızı noktalar), sınıflandırmaya pozitif yönde etki ettiği, küçük değerlerin (mavi) ise sınıflandırmaya negatif yönde etki ettiği görülmektedir. Sınıflandırma için en önemli özellik olarak hesaplanan 'mqtt.len' değerleri

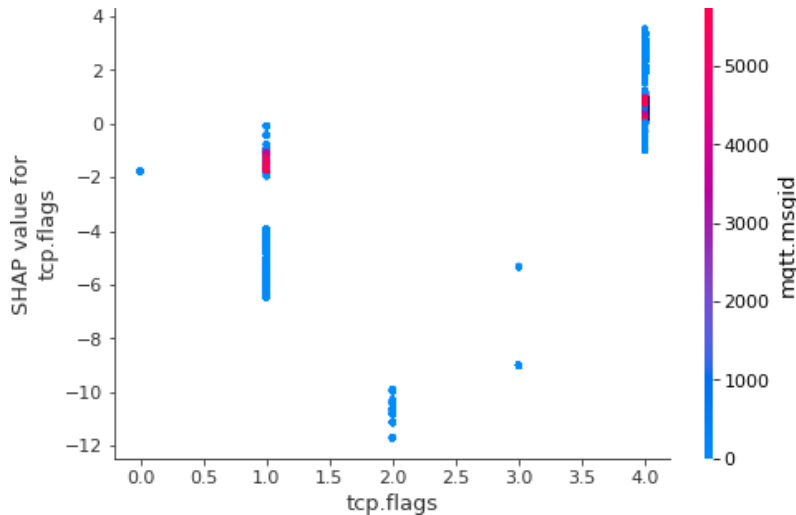
incelendiğinde sağ kısımda koyu mavi noktaların (düşük değerlerin), pozitif katkısından bahsetmek mümkündür.

SHAP özet grafikleri bize birçok noktada modeli yorumlama imkânı sunmaktadır, fakat hangi özellik değerlerinin sınıflandırmaya hangi etkide bulunduğu bilgisine SHAP bağlılık grafiklerinden ulaşılmaktadır. SHAP bağlılık grafiklerinde her bir nokta veri setindeki gerçek veriyi temsil etmektedir. Bağlılık grafiğinin amacı, bir özneliğe ait değerlerin model çıktısına yaptığı olumlu ve olumsuz katkıları gözlemlemektir. SHAP özet grafiğinde renkler veri değerindeki büyüklük ve küçüklüğü temsil ederken, bağlılık grafiğinde renkler sağ tarafta y ekseninde bulunan öznelik değerleri ile girilen etkileşimi ifade etmektedir. Sağ taraftaki y ekseninde bulunan öznelik, x ekseninde belirttiğimiz öznelik ile en çok etkileşime giren özneliği ifade etmektedir. Sağ kısımdaki öznelik SHAP tarafından otomatik olarak belirlenir. Özet grafiğinde sınıflandırmaya etkisi olan en önemli 4 öznelik için grafikler oluşturulmuştur.



Şekil 6. 'mqtt.len' değerlerinin sınıflandırmaya etkisi

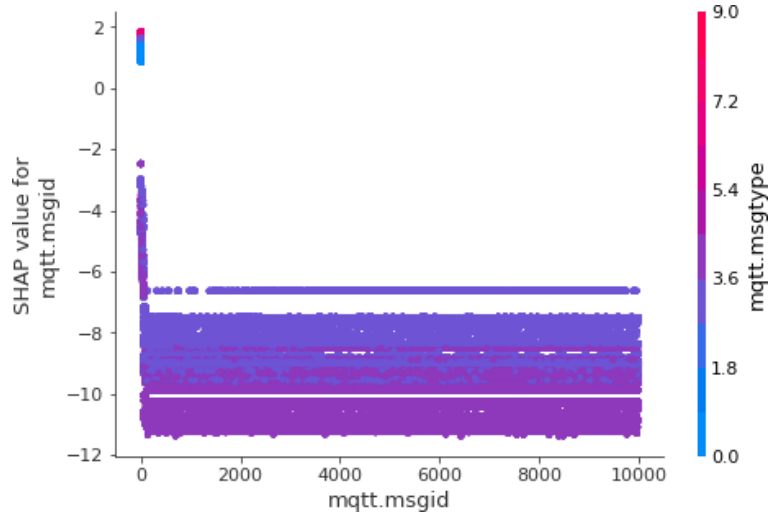
'mqtt.len' değerlerinin sınıflandırmaya etkisine baktığımızda, 1 ile 18 arasındaki değerlerin tamamının pozitif etkisinden bahsedilebilmektedir. 0 ve 1 değerleri ile 18-60 arası değerlerin tamamı negatif yönde etki etmişlerdir. Kırmızı noktalar sağ taraftaki değerler ile girilen yüksek etkileşimi ifade etmektedir. Mavi noktalar etkileşimin olmadığı verileri ifade etmektedir.



Şekil 7. 'tcp.flags' değerlerinin sınıflandırmaya etkisi

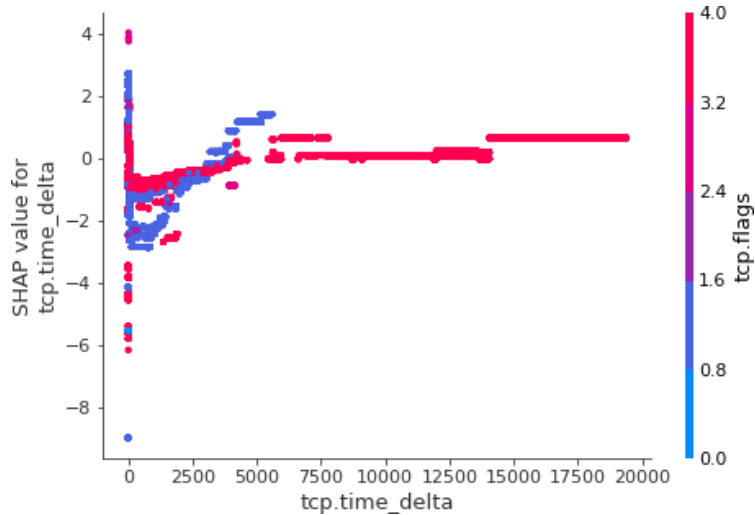


Özet grafiğinde ‘tcp.flags’ özelliğine ait değerler büyüdükçe modele pozitif katkı sağlandığı gözlemlenmiştir. Şekil 6’daki grafikte bu değerlerin 4 olduğu bilgisi elde edilmektedir.



Şekil 8. ‘mqt.msgid’ değerlerinin sınıflandırmaya etkisi

Sıfırdan farklı tüm ‘mqt.msgid’ değerleri modele negatif yönde etki etmiştir. 0 değerlerinin ise pozitif katkısı görülmektedir. Grafikler bize sadece veri tipleri için SHAP değerlerinin dağılımını göstermektedir. Örneğin ‘mqt.msgid’ değerinin 0 olduğu durumda pozitif etki vardır fakat bu durum kaç veri için geçerlidir bilinmemektedir. Veri setinde 0 olan verilerin frekansına ait bilgi çıkarımı yapılamamaktadır.



Şekil 9. ‘tcp.time\_delta’ değerlerinin sınıflandırmaya etkisi

Grafikte x eksenindeki değerler, XGBoost tarafından kategorik dönüşümler yapılan zaman değerleridir. Zaman bilgisi sayılarla ifade edilmiştir. Grafik incelendiğinde ‘tcp.time\_delta’ verilerinin ‘tcp.flags’ ile yüksek etkileşimde olduğu görülmektedir. 0-5000 arası değerlerin negatif etkilerinden bahsedilebilmektedir. 0 için hem pozitif hem negatif etki görülmektedir. 5000’den büyük değerlerin ‘tcp.flags’ ile etkileşimi yüksek olmasına rağmen etkileri sıfıra yakındır.

#### 4. SONUÇ

MQTTset veri seti kullanılarak, 3 farklı makine öğrenmesi algoritması ile normal ve DoS trafiği sınıflandırılmıştır. Oluşturulan modeller üzerinde, 4 farklı değerlendirme metriği ve karışıklık matrisi ile başarı oranları gözlemlenmiştir. DoS tespitinin sınıflandırılması, doğruluk, kesinlik ve F1 skoru metriklerinde en başarılı algoritma XGBoost algoritması olmuştur. Doğruluk, kesinlik ve F1 skorunda elde edilen başarı oranları 0.98 seviyesinde gözlemlenmiştir. SHAP analizi için gerekli model seçiminde bu yüzden XGBoost algoritması ile oluşturulan model kullanılmıştır.

SHAP ile model analizi yapıldığında elde edilen sonuçlara göre, makine öğrenmesi sınıflandırma yaparken 33 özelliğin sadece 7 tanesini kullanmıştır. Bu 7 özelliğin 5 tanesi önemli ölçüde sonuca etki etmiştir. Bu veriler, veri setinin küçültülmesi ve eğitim süresinin kısaltması için faydalı olacaktır.

XGBoost modelinde elde edilen karışıklık matrisi sonuçlarına göre, MQTT trafiğinde, makine öğrenmesi ile normal trafik %99, DoS trafiği ise %90 oranında doğru sınıflandırılmıştır. Veri setinde Normal trafiğin sayısı, Dos trafiğinin 5 katıdır. Bu durum makine öğrenmesi modelinin normal trafiği tespit etmek yönünde eğilmesine sebep olmuştur. DoS saldırısının sınıflandırılmasında en önemli özellikler 'mqtt.len', 'tcp.flags' ve 'mqtt.msgid' olmuştur. Sınıflandırmada zaman bilgisine 4.sırada önem verilmiştir. Veri setinde, belirtilen önemli 3 özneliğe ait değerlerin normal ve DoS için belirgin ayrımlar gösterdiği anlaşılmaktadır.

Analizler sonucunda, kompleks ağ verileri ile oluşturulan makine öğrenmesi modeli yorumlanabilir hale getirilmiştir. Uygulanılan yöntemler, modelin yorumlanması alışkanlığının kazanılması açısından önemlidir. Makine öğrenmesi modelini analiz etme ve açıklama üzerinde uygulanılan bu yenilikçi yöntemler, başka veri setleri ve uygulamalar üzerinde de denenebilir ve bu konuda veri bilimcilere yol göstererek doğru sonuçlar elde edilmesine yardımcı olabilir.

#### 5. ÇIKAR ÇATIŞMASI

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

#### 6. YAZAR KATKISI

Çalışmanın kavramsal ve tasarım süreçlerinin belirlenmesi, çalışmanın kavramsal ve tasarım süreçlerinin yönetimi, veri analizi ve yorumlama, makale taslağının oluşturulması ve fikirsel içeriğin eleştirel incelemesine her iki yazarda katkı sağlamıştır. Ayrıca Ali Cihat KELLE, veri toplama kısmına da katkı sağlamıştır.

#### 7. KAYNAKLAR

Chen T., Guestrin C., Xgboost: A scalable tree boosting system, In Proceedings of the 22nd ACM SIGKDD international conference on knowledge discovery and data mining, San Francisco California / USA, August 13-17, 2016, pp: 785-794.

Feng Z., Xu C., Tao D., Historical Gradient Boosting Machine. GCAI-2018: 4th Global Conference on Artificial Intelligence, Luxembourg City / Luxembourg, September 18-21, 2018.

- Gündoğan C., Kietzmann P., Lenders M., Petersen H., Schmidt T., Wählich M., NDN, CoAP, and MQTT: a comparative measurement study in the IoT, Proceedings of the 5th ACM Conference on Information-Centric Networking, Boston Massachusetts, September 21-23, 2018, pp: 159-171.
- Hausken K., Mohr M., The Value of a Player in n-Person Games. *Social Choice and Welfare* 18(3), 465-483, 2001.
- Lundberg S., Lee S., A Unified Approach to Interpreting Model Predictions, In Proceedings of the 31st International Conference on Neural Information Processing Systems (NIPS'17), Long Beach California / USA, December 4-9, 2017, pp: 4768-4777.
- Naik N., Choice of effective messaging protocols for IoT systems: MQTT, CoAP, AMQP and HTTP, 2017 IEEE International Systems Engineering Symposium (ISSE), Vienna / Austria, October 11-13, 2017, pp: 1-7.
- Nebbione G., Calzarossa M. C., Security of IoT Application Layer Protocols: Challenges and Findings. *Future Internet* 12(3), 55, 2020.
- Özdoğan E., Erdem A., Nesnelerin İnterneti İçin Hibrit Uygulama Katmanı Protokol Tasarımı. *Mühendislik Bilimleri ve Tasarım Dergisi* 8(1), 285-304, 2020.
- Saritha S., Sarasvathi V., A study on application layer protocols used in IoT, 2017 International Conference on Circuits, Controls, and Communications (CCUBE), Bangalore / India, December 15-16, 2017, pp: 155-159.
- Tantitharanukul N., Osathanunkul K., Hantrakul K., Pramokchon P., Khoenkaw P., MQTT-Topics Management System for sharing of Open Data. 2017 International Conference on Digital Arts, Media and Technology (ICDAMT), Chiang Mai / Thailand, March 1-4, 2017, pp: 62-65.
- Vaccari I., Chiola G., Aiello M., Mongelli M., Cambiaso E., MQTTset, A New Dataset for Machine Learning Techniques on MQTT. *Sensors*, 20(22), 6578, 2020.

Araştırma Makalesi / Research Article

Göçük Altında Kalanların Tespiti için Biyonik Yılan Robot Tasarımı

Gökhan ÇETİN<sup>1</sup>, Esra AKSAKAL<sup>2</sup>, Sezai TAŞKIN<sup>3\*</sup>

<sup>1</sup> Manisa Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Elektrik-Elektronik Mühendisliği Bölümü, Manisa, Türkiye,  
ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0001-7514-4349>, gokhancetin35@live.com

<sup>2</sup> Manisa Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Elektrik-Elektronik Mühendisliği Bölümü, Manisa, Türkiye,  
ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-2093-2089>, esraaksakaal@gmail.com

<sup>3</sup> Manisa Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Elektrik-Elektronik Mühendisliği Bölümü, Manisa, Türkiye,  
ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-2763-1625>, sezai.taskin@cbu.edu.tr

Geliş/ Received: 27.02.2022;

Kabul / Accepted: 01.04.2022

**ÖZET:** Bu çalışma, depremde çöken bir bina veya yanan bir bina gibi bir afet bölgesinde ulaşılması zor alanlara erişmek ve enkaz altında hayatta kalanları aramak için bir biyonik yılan robot tasarımı geliştirilmesi ve uygulama sonuçlarının analizi üzerinedir. Arama-kurtarma ekipleri, enkaz olaylarında yaygın olarak ortam dinleme ile birlikte eğitilmiş köpeklerle ses ve koku gibi ikazların tespitinde bulunarak enkaz altındaki canlıların konumlarını tespit etmeyi amaçlamaktadır. Ancak, çöken yapıların karmaşıklığı, molozda dar boşlukların bulunması, enkazda yeni çökmelerin meydana gelme olasılığı ve arama-kurtarma personelinin bu esnada maruz kaldığı stres vb. durumlar operasyonların başarılı şekilde gerçekleştirilmesini kısıtlayan önemli faktörler arasındadır. Kurtarma çalışmaları sırasında insan gücüne her daim ihtiyaç olmasına karşın enkazdaki canlıları tespit etmede canlıların duyuları algı duyarlılığı açısından yetersiz kalabilmekte ve dar alanlarda hareket kabiliyeti de sınırlı olmaktadır. İnsanlar tarafından girilmesi teknik olarak pek mümkün olmayan ya da daha tehlikeli olan enkazlar da otonom veya manuel olarak kontrol edilebilen sinüsoidal manevra kabiliyetine sahip, termal görüntü işleme ve gaz algılama özellikleriyle donatılmış 70 x 1170 x 80 mm boyutlarında bir biyonik yılan robot tasarımı ve prototip imalatı bu çalışmada sunulmuştur.

**Anahtar Kelimeler:** Deprem, Enkaz, Göçük, Arama-kurtarma, Biyonik yılan robot, Görüntü işleme.

\*Sorumlu yazar / Corresponding author: sezai.taskin@cbu.edu.tr

Bu makaleye atıf yapmak için / To cite this article

Çetin, G., Aksakal, E., Taşkın, S. (2022). Göçük Altında Kalanların Tespiti için Biyonik Yılan Robot Tasarımı. Journal of Materials and Mechatronics: A (JournalMM), 3(1), 63-78.

## Bionic Snake Robot Design for Detection of Survivors under the Debris

**ABSTRACT:** This study presents design and analysis of a bionic snake robot to access difficult-to-reach spaces in a disaster site, like a collapsed building in an earthquake or a building on fire, and search for survivors under the debris. Commonly, search and rescue teams try to detect the locations of survivors under the debris by detecting some signs of life such as smelling with trained dogs and environment listening with some technical devices. However, the complexity of the collapsed structures, the presence of new collapses possibility in the debris, and the stress to which the search and rescue personnel are exposed during this time are among the important factors that limit the successful execution of the operations. Although there is always a need for human support during rescue operations, it is seen that technological system support is required because human detection sensitivity is insufficient in detecting the survivors in the debris. In this study, the design and fabrication of a bionic snake robot, which is equipped with thermal image processing and gas detection, autonomous or manually controlled, and sized as 70 x 1170 x 80 is presented.

**Keywords:** Earthquake, Debris, Dent, Search and rescue, Bionic robot, Image processing.

### 1. GİRİŞ

Biyomimetik bilimi, insanların doğadaki çeşitli varlıkları taklit ederek bu varlıkların kendine has özelliklerini modellemesini sağlamasının yanı sıra mekanizmaya dönüştürmesine de aracılık eder. İnsanoğlu doğadaki canlıları fiziki, işlevsel ve davranışsal yönden inceleyerek ve onların problem çözme yeteneklerine odaklanarak bunları taklit etmek ve elde edilen çıktıları teknolojiye ve mühendislik problemlerine uyarlamakla yeni bilgiler elde etmekte ve farklı teknolojiler geliştirmektedir. Bu tanımdan da anlaşılacağı üzere biyomimetik bilimi yalnızca nihai ürüne ulaşma noktasına değil, nihai ürüne ulaşana kadar geçen sürece de odaklanır (Bar-Cohen, 2006). Günümüzde kullanılan pek çok mekanik araç biyomimetik bilimi sayesinde ortaya çıkmıştır. Örneğin, kırsal ve sıcak bölgelerde yaşamını sürdüren yusufluk böceğinin helikopterlerin tasarlanmasında büyük bir rol oynadığı bilinmektedir. Örümcekler, kuşlar, balinalar, çeşitli balıklar ile yüksek manevra kabiliyetiyle ön plana çıkan yılanlar biyomimetik biliminin çatısı altında incelenen varlıklardır. Günümüzde biyomimetik bilimi çerçevesinde yapılan çalışmalar sonucunda ortaya çıkan nihai ürünler savunma, güvenlik ve endüstri sektörlerinde henüz yeterli yaygınlık derecesine ulaşılmış olmasa da kısmen kullanılmaktadır. Ancak, afetlerde canlı varlıkları tespit ve kurtarma operasyonlarında halen çok önemli bir rol oynamasına rağmen biyomimetik tasarımlı ekipmanların kullanımı henüz oldukça sınırlı kalmaktadır.

Deprem, heyelan gibi yıkım kaynaklı afetlerde genellikle göçük altında kalanların tespiti için SearchCam® olarak adlandırılan enkaz altı görüntüleme ekipmanları kullanılmaktadır. Kullanılan diğer bir ekipman ise Delsar® olarak adlandırılan göçük altındaki düşük genlikli seslerin genliklerini yükselterek göçük üstündeki arama-kurtarma ekibine kolayca iletilebilmesine olanak tanımaktadır. Multiwarn II® adı verilen gaz ölçüm cihazı ise karbondioksit, metan, hidrojen sülfür ve oksijen gibi gazların ölçülmesini kızılötesi ışınlar ile sağlamaktadır (Anonim, 2022a). Ancak bu cihaz pek çok hidrokarbonun tespit edilmesine olanak sağlarken, canlıların stres anında salgılamış olduğu aseton gazının tespitine olanak sağlamamaktadır (Huo ve ark., 2011). Göçük altındaki canlıların tespiti için kullanılan en gelişmiş cihazlar ise tıbbi amaçlarla da kullanılan endoskopik görüntüleme cihazlarıdır. Bunlar, tıbbi amaçlarla kullanılanlar gibi esnek değil, genellikle sert yapıdadır. Bahsedilen tüm bu ticari ekipmanlar biyomimetik biliminin bir ürünü olmadığı gibi, ortamdaki dezavantajlardan

etkilenmeleriyle de bilinmektedir. Örneğin, görüntüleme araçları kendi kendine hareket etme ve yönelim hareketi yapma yeteneğine sahip değildir. Sağlıklı ve doğru bir veri aktarımı sağlayabilmek için göçük altında olan canlı varlığın da iş birliğine ihtiyaç duyulmaktadır. Ayrıca, ilgili araçları kullanan pek çok kişi göçük üzerinde çalışmaktadır. Bu durum, göçük altında yer alan afetzedeleri istenmeyen durumlara maruz bırakabilmektedir.

G. Miller ve ark. 1998 ile 1999 yılları arasında esnek, dar yerlerden geçme kabiliyetine sahip, S5© adında bir yılan benzeri robot üretimi gerçekleştirmiştir (Bar-Cohen, 2006). Bu çalışmanın ortaya çıkışı, ilk yılan benzeri robotu tasarlayan ve üreten S. Hirose'nin 1971 yılında yaptığı çalışmalardan ilham alınmasıyla gerçekleştirilmiştir. S. Hirose'nin üretimini gerçekleştirdiği bu yılan benzeri biyomimetik robot 20 eklemden oluşmaktaydı ve ACM III (Active Cord Mechanism) adını taşımaktaydı (Kılıçaslan, 2005). S. Hirose ve H. Yamada, yılan benzeri bir robotun dört farklı hareket türü ile hareket edebileceğini savunmuş ve bu hareket türlerine göre biyonomik yılan robotun basit kinematik hareket denklemlerini kurgulamışlardır (Hirose ve Yamada, 2009). Bu dört farklı hareket türü; (i) sürünme hareketi, (ii) doğrusal hareket, (iii) akordiyon hareket ve (iv) yanal harekettir. Ayrıca, biyonomik yılan robotların birçok eklem birbiriyle seri olarak bağlanmasıyla meydana geldiği, bunun sonucunda da eklem türlerine bağlı olarak beş ayrı robot türünün elde edilebildiği belirtilmiştir. Bunlar; aktif bükümlü eklemli, aktif bükümlü ve uzayan eklemli, aktif bükümlü ve aktif tekerlekli, pasif bükümlü ve aktif tekerlekli, aktif bükümlü ve aktif paletli robot türleridir. ACM III robotu, sinüsoidal hareket eden aktif bükümlü eklemli türünde bir biyonomik yılan olarak karşımıza çıkmaktadır.

Tokyo Teknoloji Enstitüsü ve Hibot tarafından geliştirilen ACM-R5H, bir yılan robot olup tehlikeli ortamlarda sualtı denetimleri ve arama-kurtarma görevleri gerçekleştirmek için tasarlanmıştır (Guizzo, 2013). Özellikle dar alan aramaları için tasarlanmış bir kurtarma robotu (Wang ve ark., 2019) tarafından önerilmiştir. Bu robot, son derece entegre bir tasarıma sahip olup kısmen sert yapıya sahip iki dairesel kavrayıcıdan, bir yumuşak eyleyiciden ve bir yumuşak eklemden oluşmaktadır. Kurtarma robotu pnömatik olarak tahrik edilmektedir. Ayrıca, 25°'lik eğimli bir boruya tırmanabilmektedir. Arama kurtarma robotunun deprem kalıntılarının çevresini gözlemlemesi ve hayatta kalanları bulması için kullanılan teleskopik üniversal mafsallı içeren bir iletim sistemi ise (Zhao ve ark., 2016) tarafından yapılan çalışmada sunulmaktadır. İsrail'deki Ben-Gurion Üniversitesi'nde, bağırsak yolunda emekleme yeteneğine sahip tırtıl böceğinin hareketlerinden esinlenilerek tasarlanan minyatür robot, tıpta kolonoskopi ve endoskopide anestezi ihtiyacını ortadan kaldırarak kanser taramasını kolaylaştırması amacıyla geliştirilmektedir (Firger, 2021). Case Western'de tasarlanan solucan robot ise esnek bir ağ kullanarak peristaltik hareket yoluyla hareket etmek için eklemli segmentlerden oluşan bir ağdan yapılmıştır (Anonim, 2022b). İsviçre Federal Teknoloji Enstitüsü'ndeki bilim insanları solucan şeklinde ve yüzeylere yapışmak için vakum gücü kullanan bir robot tasarımını sunmuşlardır (Wiltz, 2021). Emami Design tarafından tasarlanan Robo Worm isimli robot ise esnek bir tüp içine gömülü metal halkaların miknatıslanması şeklinde hareketini gerçekleştirmektedir (Anonim, 2022c). WormBot isimli robot ise solucan hareketini taklit etmektedir. Bir WormBot robotu, hayatta kalanları bulmanın yanı sıra bir iletişim kablosu, bir hava veya içme suyu tedarik hattı veya ağır kurtarma ekipmanına bağlı bir çekme halatı da sağlayabilmektedir (Firester, 2019). 2017 Meksika depreminde arama çalışmalarında robotik yılanlar kullanılmıştır (Hutson, 2021). Çalışkan ve Türkoğlu, 2013 tarafından yapılan çalışmada görüntü üzerinde yapılan diferansiyel hesaplamalar ile görüntünün içerdiği termal nesnelerin belirginleştirilmesi ve elde edilen yeni görüntü ile görüntüdeki gürültünün giderilmesi ve termal nesnenin vurgulanması gerçekleştirilmiştir.

Tüm bu bilgiler ışığında, arama-kurtarma etkinliklerinde aktif rol oynayabilecek ve yüksek manevra kabiliyetinin yanı sıra gaz, ses, görüntü algılama ve işleme olanaklarına sahip bir biyomimetik ürününün geliştirilme ihtiyacı olduğu görülmüştür. Biyomimetik robot deprem özelinde geliştirilmiş ise de yangın, heyelan, deprem dışı bina çökmeleri, doğalgaz ve LPG gibi gaz kaçağlarının bulunduğu bölgeler için de kullanılabilir özelliklere sahiptir. Afetzedelerin göçük altında bulunduğu bölgelere daha kısa sürede güvenli bir şekilde ulaşabilmek için insanların, diğer canlıların girmekte zorlanabileceği ve/veya girmesinin tehlikeli olabileceği alanlarda biyonomik yılan robotların kullanılması hem zaman kazanma hem de güvenlik açısından önemli avantajlar sağlayabilecektir. Biyonomik yılan robot kullanımının bir diğer avantajı ise, çökme riski bulunan bina kat blokları arasındaki tespit çalışmalarında göçük altında kalan canlıyı hafifliği sayesinde tehlikeye neden olmayacak olmasıdır. Biyonomik yılan robot, servo motorlara iletilen PWM sinyalleri ile sinüsoidal olarak sürüklenme hareketini gerçekleştirebilirken aynı zamanda gaz ve termal görüntüleyici modüllerinden gelen analog çıkış sinyallerini geliştirilen algoritmalar aracılığıyla durum izleme arayüzüne anlık olarak aktarmaktadır.

## 2. MATERYAL VE YÖNTEM

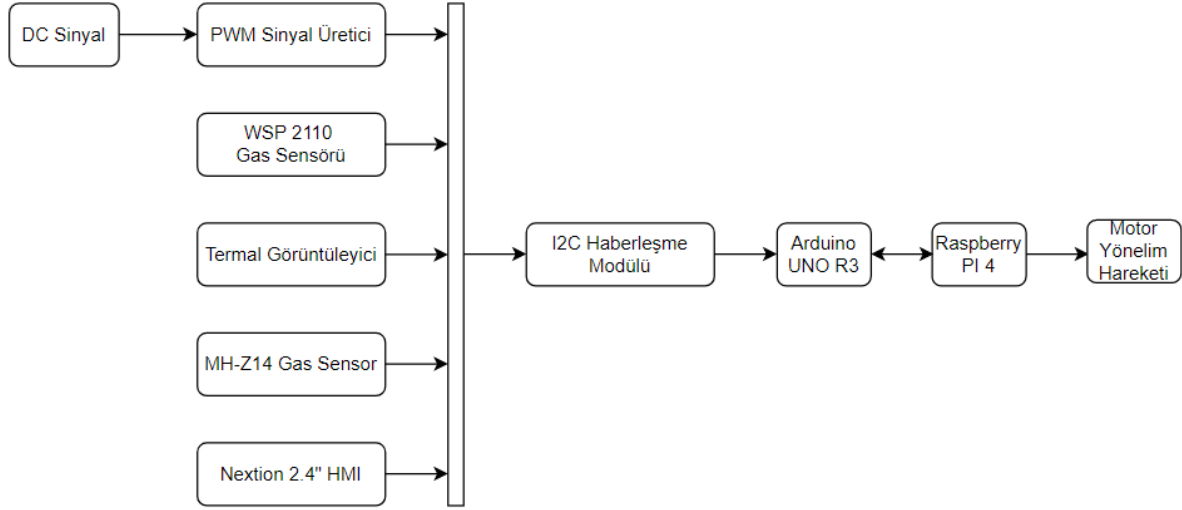
Prototip tasarımıda, Panasonic AMG8833 Grid-EYE® termal görüntüleyicisi kullanılmıştır. Algılama çözünürlüğü 8X8 piksel olup endüstriyel bir üründür. Algılama hızının oldukça yüksek olması ve yüksek kazançlı olması sebebiyle tercih edilmiştir. 3.3V DC gerilimle çalışan termal görüntüleyici 0-80 °C arasında sıcaklık değerlerini ölçebilmektedir. Bu sayede ortamdaki nesnelere, sıcaklık farklarını yakalayarak tespit etmektedir (Anonim, 2022d). Ayrıca hidrokarbon kökenli alkol, tolüen, benzen ve aseton gibi gazları tespit etmek için 5V gerilimle çalışan WSP2110 gaz algılayıcısı kullanılmıştır. WSP2110, 1-50 ppm aralığında gaz tespiti yapabilmektedir. Bu algılayıcı sayesinde stres anında canlıların salgıladığı aseton gazının tespiti mümkün olmaktadır (Anonim, 2022e). Biyonomik yılan robotun 120° açıyla hareketini gerçekleştiren ve 1.0787 Nm kavrama torku değerine sahip MG996R dijital metal dişli servo motor kullanılmıştır. Güç tüketimini azaltmak, yüksek tork elde etmek ve mikro denetleyicilerden gelen sinyallere karşı hızlı tepki süresi özellikleri bakımından dijital servo motor seçilmiştir (Anonim, 2022f). Bu motoru sürebilmek için NXP Semiconductors N.V. şirketinin üretimi PCA9685 devresi ile tasarlanmış 16 servo kanalına ve 12 bit PWM çıkışı bulunan bir sürücü kullanılmıştır. Bu sürücü esasında PC tabanlı bir LED sürücü olarak tasarlanmasına karşın PWM çıkışları ile servo motorları da sürebilmektedir (Anonim, 2022g). Tüm I/O sinyal bilgilerinin görüntülenmesi için Nextion HMI ekran kullanılmıştır.

Prototipte iki farklı mikro denetleyici türü kullanılmıştır. Ana kontrolör olarak Raspberry Pi 4 kullanılmış olup yardımcı kontrolör olarak Arduino UNO R3 kullanılmıştır. Termal görüntüleyici Raspberry Pi 4 ile kontrol edilirken, diğer tüm algılayıcılar Arduino UNO R3 ile kontrol edilmektedir. Raspberry Pi 4 ile Arduino UNO R3 mikro denetleyicileri USB arayüzü üzerinden seri port haberleşmesi aracılığıyla birbirleriyle iletişim kurmaktadır.

Servo motorların yönelim hareketini sağlıklı bir şekilde gerçekleştirebilmesi için termal görüntüleyici ve gaz algılayıcıların birlikte çalışmasının gerekliliği öngörülmüştür. Canlılar tarafından doğal yollarla üretilen aseton gazı ve yine canlıların yaşamsal etkinliklerini sürdürdükleri sürece açığa çıkan sıcaklık bu iki algılayıcı tarafından algılanabilmektedir. Termal görüntüleyici ile algılanan sıcaklık verileri frekans filtrelemeye dayalı görüntü işleme yöntemleri ile işlenerek 33.2-38.2° C sıcaklıkları görüldüğünde Raspberry Pi 4 üzerinde seçilen çıkışı aktif etmektedir. Bu çıkış, Arduino UNO R3 üzerinde bulunan motorun yönelim hareketini kontrol eden girişe bağlıdır. Bu



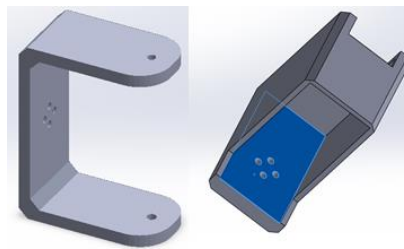
yüzden motor, kendisine bağlı olan servo eksenini belirtilen aralıklardaki sıcaklık değerleri görülen alana doğru yönelimini gerçekleştirdiğinde hareketini durdurmaktadır. Benzer şekilde, WSP2110 algılayıcısının algıladığı belirli bir miktar aseton gazıyla birlikte Arduino UNO R3 üzerinde bulunan motor yönelim hareketini durduran giriş lojik 1 olarak motor hareketini durdurmaktadır. Aseton gazı miktarı, seri port üzerinde okunan değerlerle kontrol edilmektedir. Otonom sistemin blok diyagramı Şekil 1’de gösterilmiştir.



Şekil 1. Otonom sistemin blok diyagramı

Şekil 1’de görüldüğü üzere, sisteme MH-Z14 gibi karbondioksit gazının algılanması için gerekli algılayıcı da eklenebilmektedir. Yine Şekil 1’de görüldüğü gibi, sistem PWM anahtarlaması, analog ve dijital sinyallerin bir arada çalışabilmesi üzerine kurgulanmıştır. Bu prototipte gaz ve termal görüntü kontrolleri yapılırken, servo motor 30° açı hassasiyeti ile yönelim hareketinde bulunmaktadır. Başka bir deyişle, 30° bir alan taraması gerçekleştirilirken istenen gaz yoğunluk değeri ve/veya termal sıcaklık değeri elde edilirse motor yönelim hareketini durdurmaktadır.

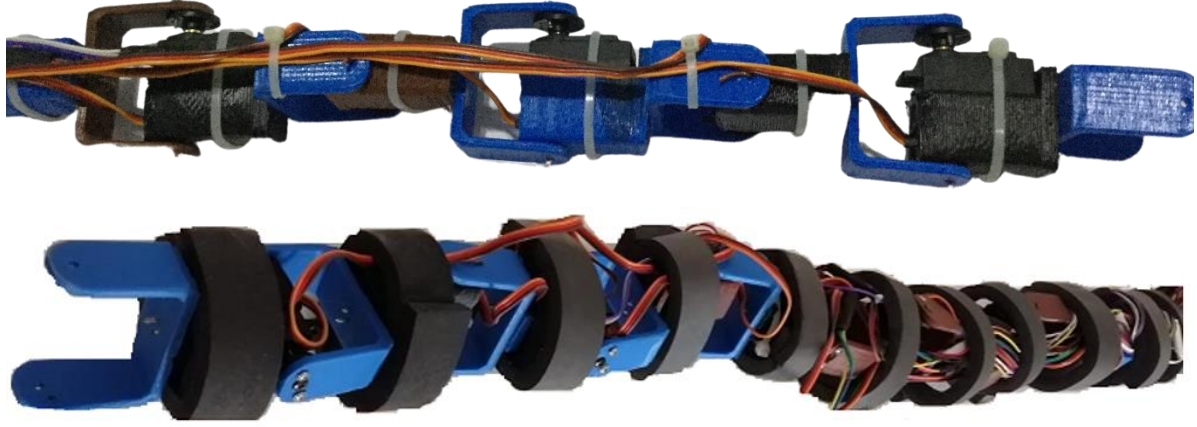
MG996R tek eksenli bir servo motor olarak tasarlanmıştır. Literatürde yer alan biyonik yılan robot tasarımları incelendiğinde çoğunluğunun 2 eksenli motorlarla tasarlandığı görülmektedir. Prototip tasarlanırken maliyeti düşürmek için bu konuda bir yenilik geliştirilmiştir. MG996R tek eksenli olmasına rağmen yapılan uç işlevci tasarımıyla birlikte motorun iki eksenliymiş gibi davranması sağlanmıştır. Biyonik yılan robotun eksenlerinin birbirine montajlanabilmesi için motor sabitleme bloğu tasarlanmıştır. Motor eksenini uç işlevci ve motor sabitleme bloğunun katı cisim görünümü Şekil 2’de gösterilmiştir.



Şekil 2. Katı nesne görünümleri, motor uç işlevci ve motor sabitleme bloğu

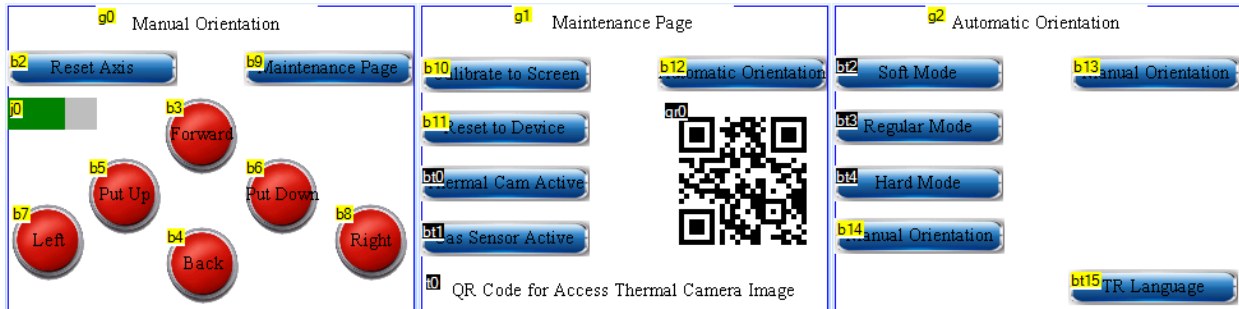
Mekanik tasarım yapılırken, motor gücü kayıplarını minimum yapmak için uzuvların et kalınlığının optimum seviyede olmasına özen gösterilmiştir. Mekanik tasarımlar, 3B yazıcı

aracılığıyla Poliaktik Asit (PLA) malzeme ile basılmıştır. Modüler yapıda bulunan uzuvlar vidalanarak birbirlerine montajlanmıştır. Montaj tamamlandıktan sonra, biyonomik yılan robotun hareket düzlemini daha iyi kavrayabilmesi için tüm motor sabitleme blokları etilen propilen dien monomer (EPDM) adı verilen sıcaklık, toz ve tahrip edici pek çok kimyasala dayanıklı materyalden yapılmış kauçukla kaplanmıştır.



Şekil 3. Biyonomik yılan robot prototipinin görünümü

Prototipte, otonom veya manuel kontrol seçimi için Nextion HMI ekran kullanılmıştır. Ekran editörü aracılığı ile sayfa tasarımları oluşturulmuştur. Sayfalara dair görüntüler Şekil 4’te verilmiştir.

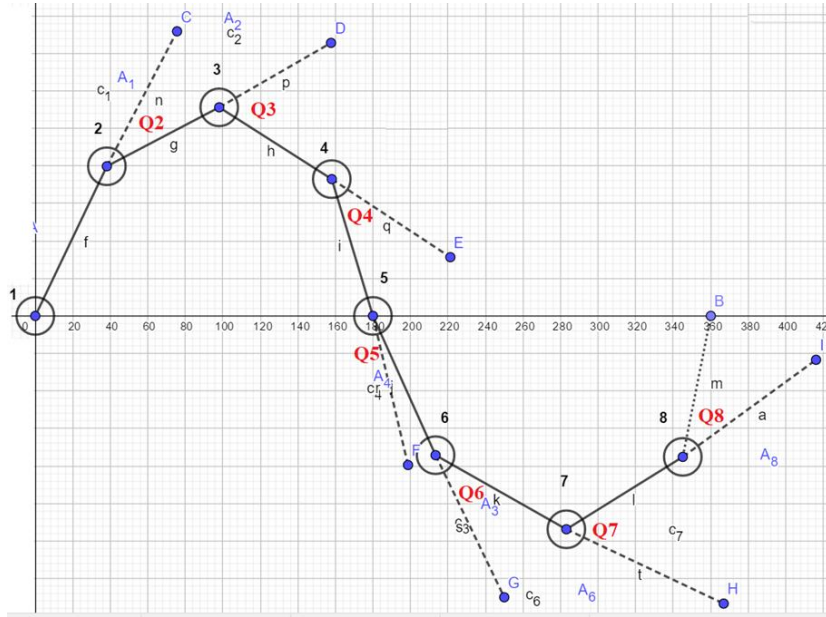


Şekil 4. HMI ekranı sayfa görüntüleri

Robotun kinematik yapısının modellenmesi ve simülasyonları için Matlab®/Simulink® kullanılmıştır. Deneysel çalışmalarda, yapılan hesaplamaların ve benzetimlerin gerçek sisteme yansıtılması yöntemi benimsenmiştir. Canlı bir yılanın mekanik hareket özellikleri incelendiğinde, hareketlerinin arazi koşullarına göre değişiklik göstermemesi için statik ve kararlı bir yapıda olduğu görülmektedir. 2B hareketlerde sürtünme kuvveti, 3B hareketlerde ise kütle merkezi yılan için büyük önem arz etmektedir. Hareket algoritması oluşturulurken öncelikle yanıl hareket tarzı baz alınmıştır. Çünkü bu hareket tarzı, yılanların en çok tercih ettiği hareket tarzıdır. Biyonomik yılan robotta bulunan eklemlerin hareket algoritması için gerekli açılar, kinematik hesaplamalar yapılarak elde edilmiştir. Yılanların gerçekleştirdiği yanıl hareket sinüsoidal bir hareket olduğundan kinematik sinüs konfigürasyonu adı verilen yöntem kullanılmıştır. İlgili hesaplamalar ilk etapta 8 adet servo motorlu bir sistem için gerçekleştirilmiştir. Sistemin sayfa düzleminde görünümü Şekil 5’te gösterilmiştir.



Biyonik yılan robotun Şekil 7’de yer alan ideal sinüs eğrisi üzerine yerleştirilmiş hali Şekil 8’de gösterilmiştir.



Şekil 8. Biyonik yılan robotun ideal sinüs eğrisi üzerine yerleştirilmesi

Şekil 8’de, biyonik yılan robot ideal sinüs eğrisine yerleştirildiği takdirde sinüs eğrisi ideal olarak ele alınamaz. Sinüs konfigürasyonuna ulaşabilmek için  $Q_{1-8}$  servo motor açısı değerleri bulunmalıdır.  $Q_2$  açısının bulunma yöntemi Şekil 9’da gösterilmiştir.

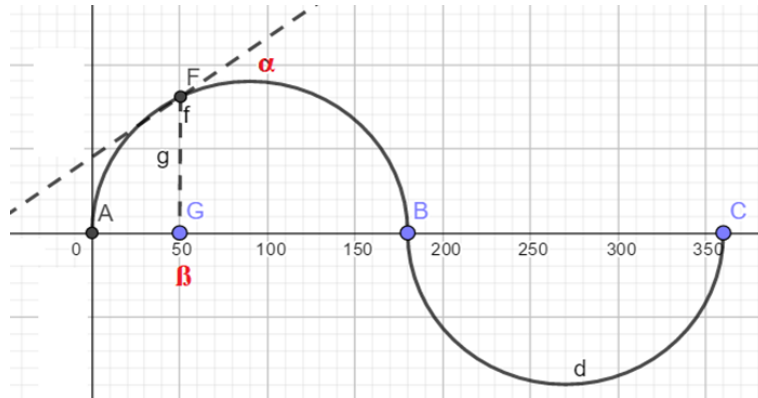
Şekil 9’da verilen açı değeri eğimden aşağıdaki gibi bulunur.

$$m = \frac{d}{d\beta} (\sin\beta) \quad (1)$$

$$m = \cos\beta \quad (2)$$

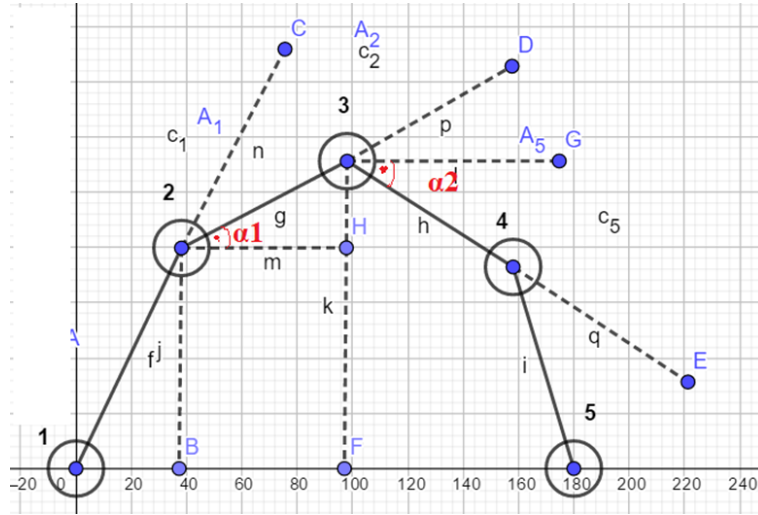
$$\tan\alpha = \cos\beta \quad (3)$$

$$\alpha = \tan^{-1} (\cos\beta) \quad (4)$$



Şekil 9.  $Q_2$  açısının bulunması

Biyonik yılan robot konfigürasyonunun tepe değeri Şekil 10’da gösterilmiştir.



Şekil 10. Biyonik yılan robot konfigürasyonunun tepe değeri

Şekil 10’da görülen  $\alpha_1$  ve  $\alpha_2$  açıları ve iki açı değerine bağlı olarak  $\theta$  açısı;

$$\alpha_1 = \tan^{-1}(\cos\beta_1) \quad (5)$$

$$\alpha_2 = \tan^{-1}(\cos\beta_2) \quad (6)$$

$$\theta = \alpha_1 - \alpha_2 \quad (7)$$

( $\beta_2 \cong 90^\circ \rightarrow \alpha_2 = 0$  olacaktır)

Verilen tüm bilgilere göre genel denklemler şu şekilde yazılabilir:

$$\theta = \tan^{-1}(\cos\beta_1) - \tan^{-1}(\cos\beta_2) \quad (8)$$

$$\beta_2 = \beta_1 + \left(\frac{360}{n}\right) \quad (9)$$

$$\beta_{i+1} = \beta_i + \left(\frac{360}{n}\right) \quad (10)$$

$$y = A * \sin(k * \beta) \quad (11)$$

Eşitlik 11’de verilen denklem, biyonik yılan robotun hareket denklemidir. Eşitlikte yer alan diğer değişkenler;

$A$  = Genlik,  $k$  = Frekans,  $n$  = Servo motor sayısı.

Buna göre eğim hesaplanırsa;

$$m = \frac{dy}{d\beta} = A * k * \cos(k * \beta) \quad (12)$$

Eğim, Eşitlik 8.’de yerine konulursa servo açılarını elde etmek için gereken genel denklem bulunur.

$$Q_{i+1} = \tan^{-1}(A * k * \cos(k * \beta_i)) - \tan^{-1}(A * k * \cos(k * \beta_{i+1})) \quad (13)$$

Eşitlik 9’da, servo motor sayısı 8 olduğundan,  $n = 8$  olarak yerine konursa:

$$\beta_{i+1} = B_i + \left(\frac{360}{8}\right) \quad (14)$$

Eşitlik 14'ten  $\beta$  açı değerlerini elde edebiliriz.

$$\beta_0 = 0^\circ, \beta_1 = 45^\circ, \beta_2 = 90^\circ, \beta_3 = 135^\circ \dots \quad (15)$$

$n = 8, A = 1, k = 1$  değerleri için  $\beta$  ve  $\theta$  değerleri Tablo 2'de verilmiştir.

**Çizelge 2.** Kinematik sinüs konfigürasyonu parametreleri

	$Q_0$	$Q_1$	$Q_2$	$Q_3$	$Q_4$	$Q_5$	$Q_6$	$Q_7$	$Q_8$
$\beta$	$0^\circ$	$45^\circ$	$90^\circ$	$135^\circ$	$180^\circ$	$225^\circ$	$270^\circ$	$315^\circ$	$360^\circ$
$\theta$	X	$10^\circ$	$35^\circ$	$35^\circ$	$10^\circ$	$-10^\circ$	$-35^\circ$	$-35^\circ$	$10^\circ$

Prototip üzerinde kullanılan AMG8833 termal görüntüleyicinin elde ettiği ham görüntüler işlenerek daha iyi görüntüler elde edilmiştir. Daha iyi görüntüler elde edebilmek için ham görüntüye 2B Hızlı Fourier Dönüşümü ve sonrasında da Gaussian Alçak Geçiren Filtre uygulanmıştır. Gaussian Alçak Geçiren Filtre fonksiyonundan 1 değeri çıkarılarak Gaussian Yüksek Geçiren Filtre fonksiyonu elde edilmiş ve uygulanmıştır. Hemen ardından 2B Ters Hızlı Fourier Dönüşümü uygulandıktan sonra Histogram Eşitlemesi uygulanarak net görüntü eldesi gerçekleştirilmiştir. Görüntüleme sisteminin blok diyagramı Şekil 11'de gösterilmiştir. Frekans düzleminde yapılan bu dönüşümlerin 2B olarak gerçekleştirilme sebebi algılayıcının 2B algılama yapamamasıdır.

Gaussian Alçak Geçiren Filtre Fonksiyonu Eşitlik 16'da verilmiştir.

$$H_{lpf}(u, v) = e^{-D^2(u,v)/2D_0} \quad (16)$$

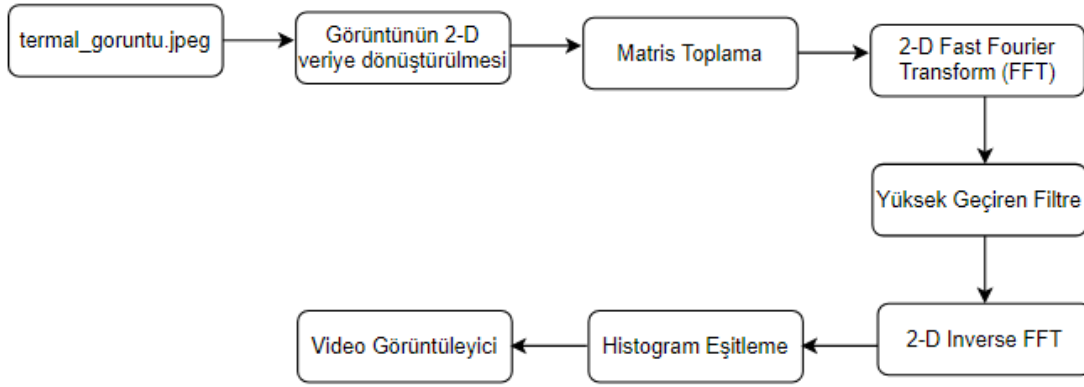
Kesim frekansı  $D_0$ , 60 Hz olarak bilindiğine göre denklemde yerine konulursa:

$$H_{lpf}(u, v) = e^{-D^2(u,v)/2.60} \quad (17)$$

Eşitlik 17'de verilen denkleme göre  $D(u, v)$  ifadesi, filtrelenecek görüntünün matris boyutuna göre değişiklik göstermelidir. Görüntünün matris satır ve sütun boyutu filtrenin yarısı kadar olmalıdır.  $A \times B$  matrisine sahip filtreye Ayrıklı Fourier Dönüşümü uygulanarak  $U \times V$  matrisi edilebilir.  $U \times V$  matrisinin uzunluğu  $D(u, v)$  matrisine eşittir. Bu ifade Eşitlik 17'de yerine konulursa, Gaussian Alçak Geçiren Filtre fonksiyonu  $H(u, v)$  elde edilir. Alçak geçiren filtre uygulandıktan sonra yüksek geçiren filtre ile filtrelenmiş bir görüntü elde etmek için ise Eşitlik 18'den yararlanılır.

$$H_{hpf}(u, v) = 1 - H_{lpf}(u, v) \quad (18)$$





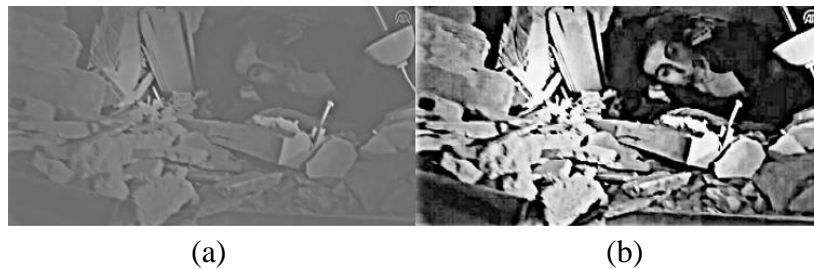
Şekil 11. Frekans düzleminde görüntüleme sisteminin blok diyagramı

### 3. BULGULAR VE TARTIŞMA

#### 3.1 Termal Görme

Prototip üzerinde kullanılan Panasonic AMG8833 Grid-EYE® termal algılayıcı endüstriyel alanda ve otomotiv üretiminde kullanılmak üzere geliştirilmiş, çözünürlüğü 8x8 piksel olan pasif termal kızılötesi algılayıcıdır (Anonim, 2022d). Hızlı modda çalışan PC tabanlı haberleşme ağı sayesinde Raspberry Pi üzerinde dijital veya analog çıkış verebilmektedir. Raspberry Pi üzerinde Python 3.x ile yazılmış bir yazılım aracılığıyla algılanan görüntüler bir ekrana yansıtılabilmektedir. Nümerik analiz yöntemleri kullanılarak enterpole edilen 8x8 piksel çözünürlükteki görüntüler, 64x64 piksel çözünürlükteki bir görüntü haline yazılımsal olarak getirilebilmektedir. Yalnızca  $3.3V \pm 0.3V$  DC gerilimle çalışabilen bu termal görüntüleyici, endüstriyel amaçla kullanılmak için geliştirilmiş olmasıyla birlikte enkaz gibi zorlu ortam koşullarına dayanıklıdır. SMD kılıfında olup, ilgili algılayıcı başka bir üretici tarafından PCB kart üzerine basılmıştır. Hassasiyeti  $+2.5^\circ C$  olup maksimum algılama menzili 7 metredir.

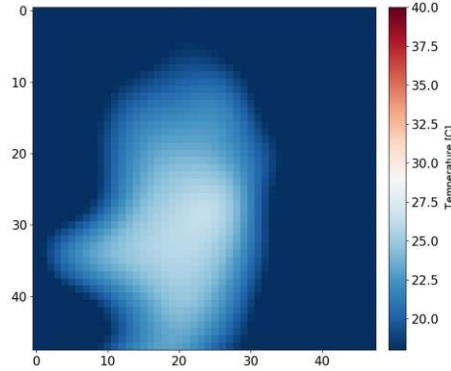
Termal algılayıcının yazılımsal olarak geliştirmeye açık bir yapısı bulunmaktadır. Raspberry Pi üzerinde sıklıkla kullanılan *Camera* soketini kullanmayan, SDA ve SCL bağlantı noktaları ile haberleşme sağlayan bir görüntüleyici çeşididir. Termal görüntüleyici, doğal olarak, ortamdaki nesnelere sıcaklık farkları ile kızılötesi ışınları da kullanarak görüntü algılamayı sağlar. Ancak, bu görüntüleme çeşidi enkaz gibi farklı parlaklık dereceleri bulunması mümkün olan mekanlarda tek başına yeterli olmamaktadır. Bu nedenle, elde edilen gerçek zamanlı termal görüntüler üzerinde dijital görüntü işleme süreçlerinin gerçekleştirilmesi gerekmektedir. Prototipte gerçekleştirilen görüntü işleme süreçlerinde düşük frekanslı görüntüler filtrelenerek yüksek frekanslı görüntü elde edilmesi amaçlanmıştır. Enkaz altında daha önceki afetlerde normal kamera ile çekilmiş bir görüntünün bu çalışmada kullanılan görüntü işleme sonucu elde edilen çıktıları Şekil 12’de verilmiştir.



Şekil 12. (a) Yüksek geçiren filtre uygulanmış görüntü, (b) Histogram eşitlemesi uygulanmış görüntü



AMG8833 ile elde edilen ham görüntüler anlamlı bir görsel oluşturacak kadar net olmayabilir. Her ne kadar enterpole edilerek 64x64 piksellik bir çözünürlüğe ulaşırsa dahi, sıcaklık farkları ve kızılötesi ışınım ile görüntü tayini yaptığından dolayı çeşitli işlemlerden geçirilmesi elzem görülmektedir. Python 3.x üzerinde AMG8833 aracılığıyla elde edilmiş bir insan elinin ham görüntüsü Şekil 13'te verilmiştir.



Şekil 13. Enterpole edilmiş ve iterasyon uygulanmış kamera görüntüsü-insan eli

Motor yönelim hareketi, enterpole edilmiş görüntü matrisindeki en küçük sıcaklık değeri bulunarak ve bu değer 26 °C'dan büyük veya küçük olup olmadığı test edilerek sağlanmıştır. İlgili değer 26 °C'dan büyük ise Raspberry Pi 4 üzerinde yer alan bir GPIO pinine lojik 1 sinyali gönderilmektedir. Eğer 26 °C'dan küçük ise aynı pine lojik 0 sinyali gönderilmektedir. Raspberry Pi 4 üzerinde yer alan GPIO pini Arduino UNO R3 üzerinde 2 nolu dijital yuvaya (D2) bağlanmıştır. Lojik sinyaller Arduino UNO R3 üzerinde atanan *termal* değişkeni üzerinden dijital değer olarak okunmaktadır. Bu değişken üzerinden lojik 0 değeri okunursa, motor yönelim hareketine devam etmektedir. Eğer lojik 1 değeri elde edilirse motor yönelim hareketini durdurmaktadır.

### 3.2 Gaz Algılama

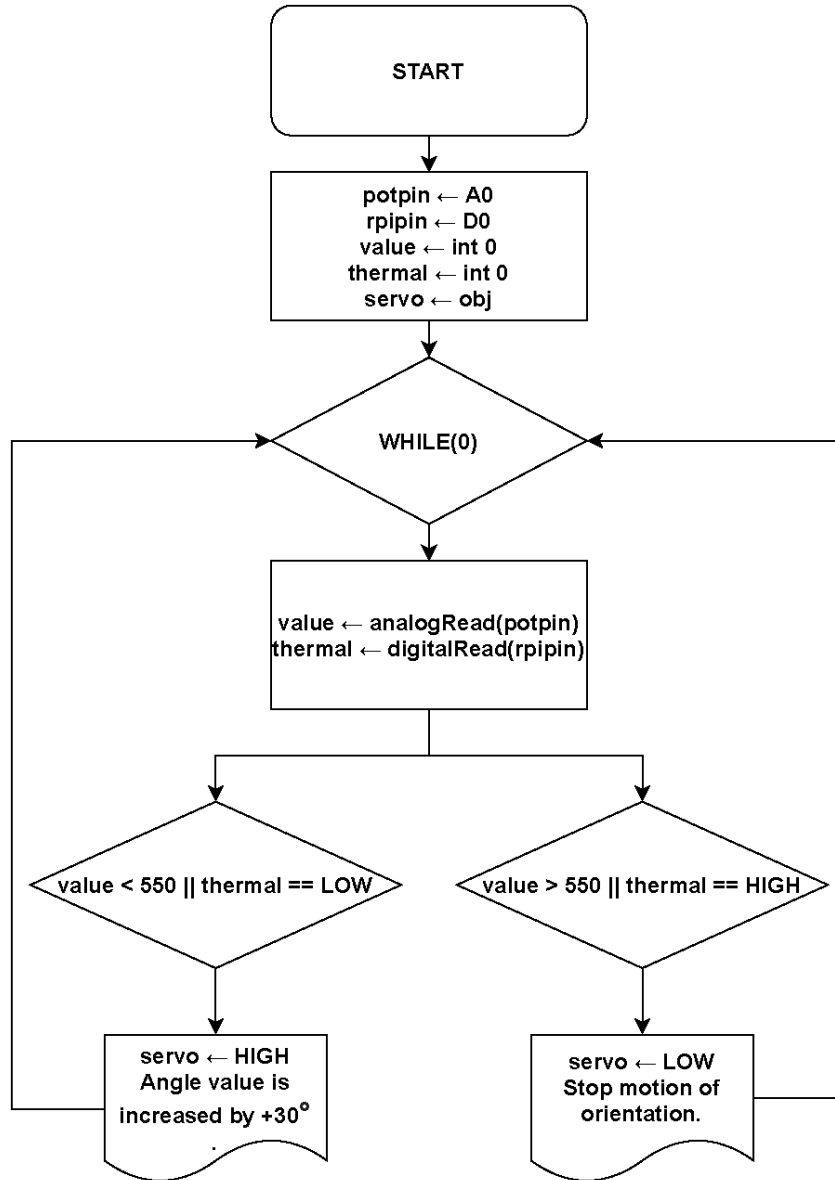
WSP2110 aseton algılayıcısı aslında uçucu organik bileşik adı verilen tüm gazların algılanabilmesi için kullanılan bir algılayıcı türüdür. Bu algılayıcı üzerinde GPIO, I<sup>2</sup>C protokolüne ait SDA ve SCL, SPI ve analog çıkış yuvaları bulunduğundan dolayı ekstra bir mikro denetleyici gerekmez. Arduino UNO R3 ve Raspberry Pi 4 ile de haberleşebilmektedir. Algılayıcı besleme gerilimi 5V olup 1-50 ppm gaz algılama aralığına sahiptir. Cihazın kalibre edilebilmesi için ön ısıtma olarak tabir edilen bir işleme alınması gerekmektedir. Bu işlemin cihaz bir kere çalıştıktan sonra toplam 120 saat boyunca uygulanması gerekmektedir. Ancak algılayıcının çalışması, aseton gazının varlığı ve yoğunluğunun algılanması için bu işleme gereksinim duyulmamaktadır. Cihaz üzerinde yer alan potansiyometre, algılayıcının hassasiyetini ayarlamak için kullanılmaktadır.

WSP2110 algılayıcısı Arduino UNO R3 üzerinden A0 olarak adreslenen analog giriş aracılığıyla kontrol edilmiştir. Cihazın gaz algılama değerleri aseton gazı kullanılarak deneysel olarak elde edilmiştir. Eğer analog girişten okunan değer 550 değerinden düşük ise servo yönelim hareketini devam ettirmektedir. Analog girişten okunan değer 550 değerinden yüksek ise motor yönelim hareketini durdurmaktadır.

### 3.3 Otonom Hareket

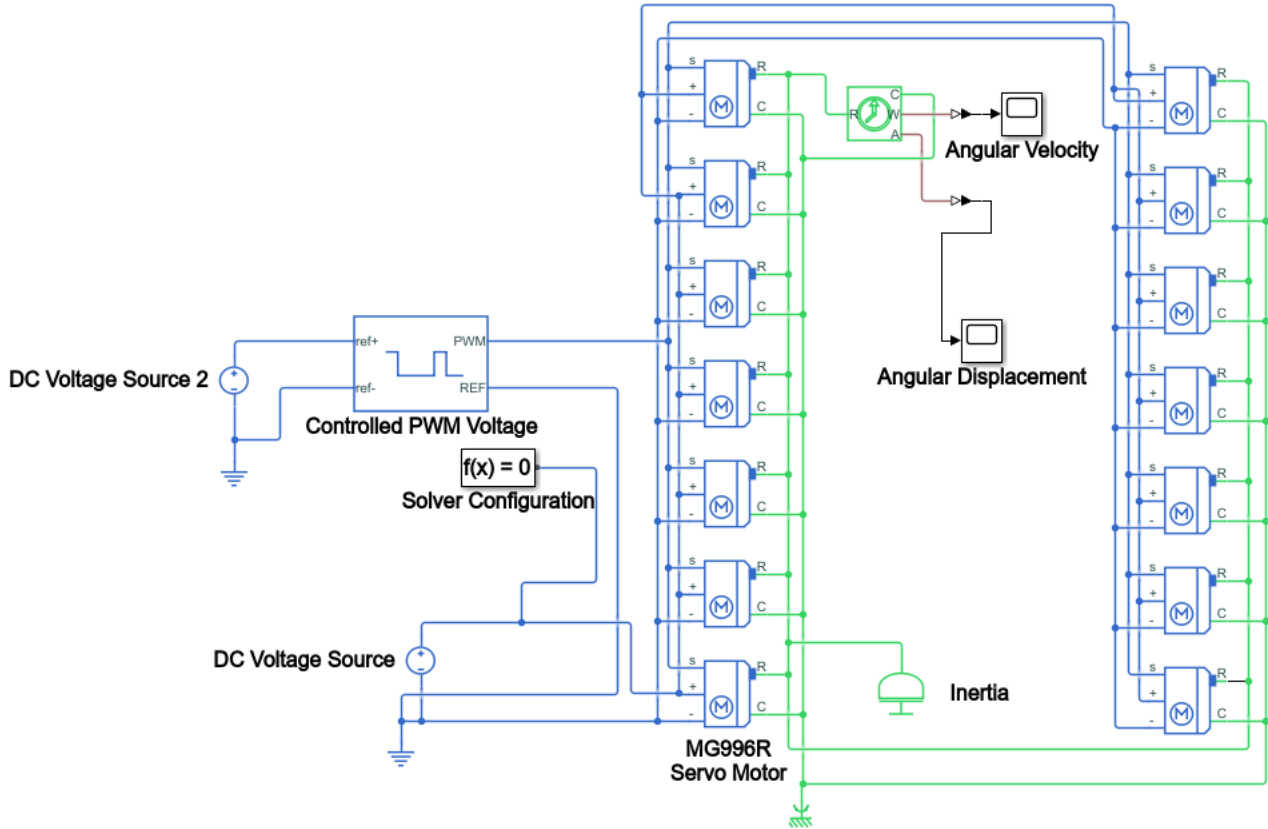
Biyonik yılan robotun otonom olarak hareketini gerçekleştirebilmesi için mevcut algılayıcılardan gelen veriler bir algoritma aracılığıyla birlikte değerlendirilerek daha sağlıklı bir

yönelim hareketi gerçekleştirilmesi amaçlanmıştır. Otonom hareketin basitleştirilmiş algoritması Şekil 14’te gösterilmiştir.



Şekil 14. Otonom hareketin basitleştirilmiş algoritması

Prototipin oluşturulma aşamaları yürütülürken 14 motorlu bir sistem de denenmiştir. Bu sistemin Simulink® üzerinde benzetimi yapılmıştır. Benzetim yapılırken servo motorların açısal hız yanıtı ve açısal yer değiştirme yanıtının gözlenebilmesi amaçlanmıştır. Sistemin açısal hız ve açısal yer değiştirme benzetimi Şekil 15’te verilmiştir.



Şekil 15. Tasarlanan Sistemin Simulink® Modeli

#### 4. SONUÇ

Bu çalışmada biyonomik bir yılan robotun matematiksel modellemesi gerçekleştirilmiş olup simülasyon çalışmalarından elde edilen veriler doğrultusunda prototip imalatı gerçekleştirilmiş, robotun sürüklenme hareketi, termal görüntü aktarımı ve asetona gazı algılaması için deneysel çalışmalar yapılmıştır. Kinematik sinüs konfigürasyonu hesaplamaları baz alındığında deneylerde sinüsoidal dalgalanma hareketlerinin gerçekleştirilebildiği görülmüştür. Biyonomik yılan robot, dalgalanma hareketi sayesinde ileri doğru hareket edebilmektedir. Ancak, ileri doğru salınım hareketi gerçekleştirilememektedir. Motor uç işlevcilerin mekanik dayanımının yüksek olması için 3B basım yapılırken kenar kısımlarına dolgular yerleştirilmesi gerektiği görülmüştür. Dolgusuz baskı yapıldığında malzemenin mekanik koşullara dayanımının zayıf olduğu ve kırıldığı deneysel olarak gözlemlenmiştir. Motor sabitleme bloğunun ise motorlara fazla yüklenme durumunda yaşanacak ısınmalarla bozulmaya uğrayabileceği tespit edilmiştir. Bunu önlemek için motoru komple kaplamayacak şekilde bir tasarım yapılması yüksek verim açısından önemlidir. Servo motorlar, motor sabitleme bloğu ve motor uç işlevcisine monte edilirken maksimum dönme açısının yarısı olan  $60^\circ$  açı ile pozisyonlanmalıdır.

Biyomimetik robot çalışmalarında mekanik sağlamlık ve yüksek tork sağlamak en temel şartlardandır. Ayrıca tüm elektronik ekipmanların birbiriyle anlık ve kesintisiz bir şekilde iletişim kurabilmesi gerekmektedir. Bu haliyle gerçekleştirilen prototip; düşük maliyetli, yüksek manevra kabiliyetine ve yüksek teknolojili algılayıcılara sahip olup afetlerde canlıların hızlıca tespit edilerek kurtarılmasını sağlayabilecek temel niteliklere sahiptir. Çalışmanın devamında robotun amacına uygun gerçek ortam koşullarında test edilmesi sağlanarak hem mekaniksel hem elektronik donanım yapısı bakımından ve yazılımsal olarak geliştirilmesi gereken hususlar üzerine çalışılacaktır.

## 5. TEŞEKKÜR

Bu çalışma, TÜBİTAK 2209-B Üniversite Öğrencileri Sanayiye Yönelik Araştırma Projeleri Desteği Programı tarafından 2020/1.Döneminde 1139B412000646 başvuru numarası ile desteklenmiştir. Ayrıca fikir, öneri ve tecrübeleri ile katkı sunan Manisa Büyükşehir Belediyesi İtfaiye Dairesi Başkanlığına ve personeline teşekkür ederiz.

## 6. ÇIKAR ÇATIŞMASI

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

## 7. YAZAR KATKISI

Gökhan ÇETİN, Esra AKSAKAL ve Sezai TAŞKIN çalışmanın tasarım süreçlerinin belirlenmesi ve yönetimi, modelleme ve yorumlama, makale taslağının oluşturulması, fikrinsel içeriğin eleştirel incelenmesi, son onay ve tam sorumluluk süreçlerine katkı sağlamıştır.

## 8. KAYNAKLAR

- Anonim, 2022a. Multiwarn II-The Ultimate in Gas Detection, <http://literature.puertoricosupplier.com/075/JN74477.pdf> (Erişim Tarihi: 10.02.2022)
- Anonim, 2022b. Continuous Wave Peristaltic Locomotion, Biologically Inspired Robotics, [https://engineering.case.edu/groups/biorobots/continuous\\_wave\\_peristaltic\\_motion](https://engineering.case.edu/groups/biorobots/continuous_wave_peristaltic_motion) (Erişim Tarihi: 01.03.2022)
- Anonim, 2022c. Robo Worm, Emamidesign, <https://www.emamidesign.de/produktdesign-innovationen/robo-roboter-roboter-worm.html> (Erişim Tarihi: 01.03.2022)
- Anonim, 2022d. AMG88xx High Precision Infrared Array Sensor based on Advanced MEMS Technology. <https://industrial.panasonic.com/cdbs/www-data/pdf/ADI8000/ADI8000C66.pdf> (Erişim Tarihi: 10.02.2022)
- Anonim, 2022e. Gas Sensor, <https://www.winsen-sensor.com> (Erişim Tarihi: 05.01.2022)
- Anonim, 2022f. MG996R High Torque Metal Gear Dual Ball Bearing Servo. [https://www.electronicoscaldas.com/datasheet/MG996R\\_Tower-Pro.pdf](https://www.electronicoscaldas.com/datasheet/MG996R_Tower-Pro.pdf) (Erişim Tarihi: 10.02.2022)
- Anonim, 2022g. PCA9685 16-channel, 12-bit PWM Fm+I2C-bus LED controller <https://www.nxp.com/docs/en/data-sheet/PCA9685.pdf> (Erişim Tarihi: 05.02.2022)
- Bar-Cohen Y., Biomimetics: Biologically Inspired Technologies, CRC Press, Taylor&Francis, California, USA, 2006.
- Çalışan, M. Türkoğlu, I., “Termal Kamera Görüntülerinin İyileştirilmesi”, 7<sup>th</sup> International Advanced Technologies Symposium (IATS’13), 30 October-1 November 2013, Istanbul, Turkey
- Firester, A., WormBot: Mimicking Earthworm Locomotion, J. Dawn. Res., 2019.
- Firger J., How a Robot Worm Could Make Colonoscopies Fun (Really), Newsweek, (2021, 29 April). [Online]. Available: [www.newsweek.com/2017/05/05/robot-worm-make-colonoscopies-fun-588982.html](http://www.newsweek.com/2017/05/05/robot-worm-make-colonoscopies-fun-588982.html).
- Guizzo E., HiBot Demos New Amphibious Snake Robot, IEEE Spectrum: Technology, Engineering, and Science News, 2013.

- Hirose, S., Yamada H., Snake-like robots, IEEE Robotics & Automation Magazine, 16 (1), 88-98, 2009.
- Huo R., Agapiou A., Bocos-Bintintan V., Brown L. J., Burns C., Creaser C. S., Devenport N. A., Gao-Lau B., Guallar-Hoyas C., Hildebrand L., Malkar A., Martin H. J., Moll V. H., Patel P., Ratiu A., Reynolds J. C., Sielemann S., Slodzynski R, Statheropoulos M., Turner M. A., Vautz W., Wright W. E., Thomas C. L. P., The trapped human experiment, Journal of Breath Research, 5, 2011.
- Hutson M., Searching for Survivors of the Mexico Earthquake-with Snake Robots, [www.sciencemag.org/news/2017/10/searching-survivors-mexico-earthquake-snake-robots](http://www.sciencemag.org/news/2017/10/searching-survivors-mexico-earthquake-snake-robots) (Erişim Tarihi: 01.03.2022)
- Kılıçaslan A., Yılan tipi hareket mekanizması ve kontrolü, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı Doktora Tezi, İstanbul, 2005.
- Wang X., Zhang Q., Shen D., Chen J., A Novel Rescue Robot: Hybrid Soft and Rigid Structures for Narrow Space Searching, IEEE International Conference on Robotics and Biomimetics (ROBIO), 2019.
- Wiltz C., New Soft Actuator Creates Robots that Breathe, Design News, <https://www.designnews.com/automation-motion-control/new-soft-actuator-creates-robots-breathe> (Erişim Tarihi: 01.03.2022)
- Zhao L., Sun G., Li W., Zhang H., The design of telescopic universal joint for earthquake rescue robot, Asia-Pacific Conference on Intelligent Robot Systems (ACIRS), 2016.

---

Araştırma Makalesi / Research Article

---

Meta-Sezgisel Algoritmalarla Dayalı Retinal Damar Bölütlemesi

Mehmet Bahadır ÇETİNKAYA<sup>1\*</sup>, Kader TAŞKIRAN<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Erciyes Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Mekatronik Mühendisliği Bölümü, Kayseri, Türkiye,  
ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0003-3378-4561>, cetinkaya@erciyes.edu.tr

<sup>2</sup> Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Mekatronik Mühendisliği Anabilim Dalı, Kayseri, Türkiye,  
ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0001-7727-1544>, kader.tskiran@gmail.com

Geliş/ Received: 09.03.2022;

Kabul / Accepted: 20.04.2022

**ÖZET:** Diyabet hastalığına bağlı olarak retina tabakasına kan taşıyan kılcal damarlarda fonksiyon kayıpları oluşmakta ve Diyabetik Retinopati (Diabetic Retinopathy, DR) hastalığı ortaya çıkmaktadır. İlk aşamalarında gözde belirli oranlarda görme kayıplarına yol açan DR hastalığı doğru bir şekilde teşhis ve tedavi edilmez ise görme fonksiyonunun tamamen yok olmasına sebep olabilmektedir. DR hastalığının yüksek doğrulukta teşhis ve tedavi edilebilmesi için retinal damar yapısının bölütleme işlemi ile retina görüntüsünden ayrıştırılması ve analiz edilmesi gerekmektedir. Bu çalışmada, en güncel meta-sezgisel algoritmalarla olan Vahşi At Optimizasyon (Wild Horse Optimization, WHO) ve Kel Kartal Araştırma (Bald Eagle Search, BES) algoritmaları retinal damar bölütlemeye yönelik olarak kümeleme tabanlı geliştirilmiş ve performansları yaygın olarak kullanılan Gri Kurt Optimizasyon (Grey Wolf Optimization, GWO) algoritması ile mukayese edilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Retinal damar bölütlemesi, Vahşi at optimizasyon algoritması, Kel kartal optimizasyon algoritması, Gri kurt optimizasyon algoritması.

---

\*Sorumlu yazar / Corresponding author: cetinkaya@erciyes.edu.tr

Bu makaleye atıf yapmak için / To cite this article

Çetinkaya, M. B., Taşkıran, K. (2022). Meta-Sezgisel Algoritmalarla Dayalı Retinal Damar Segmantasyonu. Journal of Materials and Mechatronics: A (JournalMM), 3(1), 79-90.

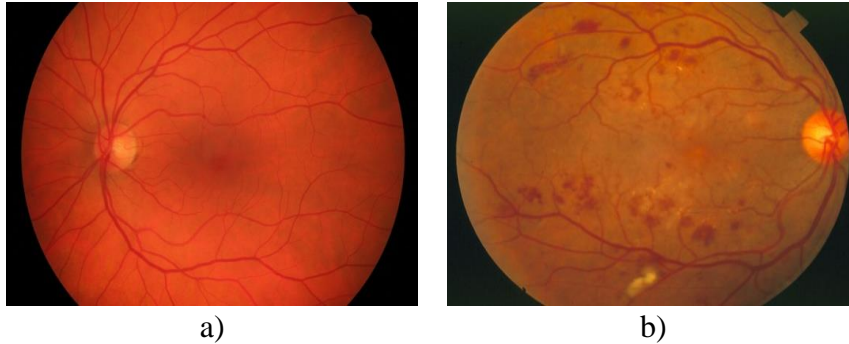
## Retinal Vessel Segmentation Based on Meta-Heuristic Algorithms

**ABSTRACT:** The functional losses due to the diabetes disease occurring in the vessels that carry blood to the retina layer causes the Diabetic Retinopathy (DR) disease. The DR which causes vision loss at certain rate in its initial stages, can lead to complete destruction of visual function if it is not correctly diagnosed and treated. In order to diagnose and treat DR with high accuracy, retinal vessel structure should be separated from the retinal image by segmentation and then to be analyzed in detail. In this work, Wild Horse Optimization (WHO) and Bald Eagle Search (Bald Eagle Search, BES) algorithms which are among the most recently proposed meta-heuristic algorithms have been improved as clustering based for retinal vessel segmentation and then their performances have been compared to that of well-known Gray Wolf Optimization (Grey Wolf Optimization, GWO) algorithm.

**Keywords:** Retinal vessel segmentation, Wild horse optimization algorithm, Bald eagle search optimization algorithm, Grey wolf optimization algorithm.

### 1. GİRİŞ

Diyabet hastalığı uzuvlar üzerinde fonksiyon zayıflamalarına veya kayıplarına yol açan önemli bir hastalıktır (Shuangling ve ark., 2015; Soares ve ark., 2006; Uyen ve ark., 2013). Bu hastalığın en önemli etkilerinden birisi ise retina tabakası üzerinde görülmektedir. Retina tabakası üzerinde meydana gelen ve diyabetik retinopati olarak adlandırılan bu hastalık sonucunda damarlarda daralma, genişleme, yırtılma veya pıhtı oluşumu gibi istenmeyen yapısal bozulmalar ortaya çıkmaktadır. Retinal damarlarda oluşan bu yapısal ve konum değişimleri retinal damar bölütleme işlemi ile yüksek doğrulukta tespit edilebilmektedir (Frame ve ark., 1998; Larsen ve ark., 2003). Sağlıklı ve DR hastalıklı retina görüntülerine ait örnek görseller aşağıda Şekil 1 ile verilmiştir.



Şekil 1. Retinal görüntüler, a) Sağlıklı retinal görüntü, b) DR hastalıklı retinal görüntü

Son yıllarda, diyabetik retinopati hastalığının teşhisine türeve dayalı geleneksel algoritmalar ve yapay sinir ağları kullanılarak yapılmış olan çalışmalar incelendiğinde; eksuda lezyonlarının tespitine yönelik analizlerin gerçekleştirildiği (Karegowda ve ark., 2011; Kaur ve Kaur, 2016; Jayakumari ve Santhanam, 2008; Somasundaram ve Prabhu, 2013), rasgele yürüyüş (random walk) algoritması ile retinal damar bölütlemenin gerçekleştirildiği (Gao ve ark., 2020), retinal damar bölütlemeye yönelik kenar kestirim süzgeçleri ve yapay sinir ağlarının kullanıldığı (Tchiotsop ve ark., 2021), retinal hastalık tespitine yönelik yapay sinir ağı tabanlı yaklaşımların geliştirildiği (Yağmur, 2008), retinal damar bölütleme işlemine yönelik derin yapay sinir ağı yapılarının önerildiği (Melinscak ve ark., 2015; Khanal ve Estrada, 2020), retinal damar bölütleme işlemine yönelik yeni bir evrişimli sinir ağı modelinin ve yama tabanlı yeni bir öğrenme stratejisinin önerildiği (Budak ve ark., 2020), retinal



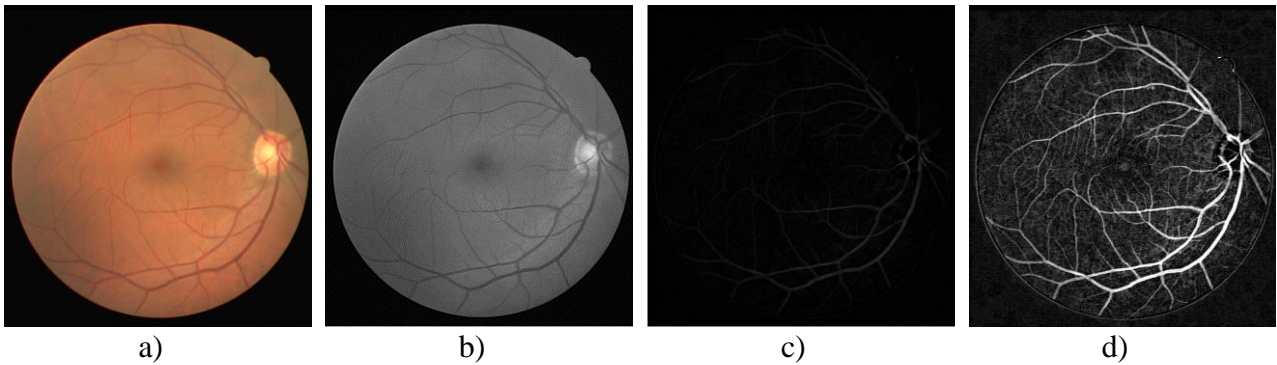
görüntülerde optik disk bölgelerinin tespitine yönelik yüksek hızlı bölgesel evrişimli sinir ağ yapılarının geliştirildiği (Budak ve ark., 2018), Shearlet dönüşümü ve Indeterminacy süzgeçleme işlemlerine dayalı yeni bir retinal damar bölütleme yaklaşımının önerildiği (Guo ve ark., 2017) ve artık konvolüsyon yapay sinir ağlarının (residual convolution neural network) retinal bölütleme için kullanılmasını temel alan (Xu ve ark., 2021) çalışmaların bulunduğu görülmektedir. Bununla birlikte, literatürde meta-sezgisel algoritmaları temel alan çok sınırlı sayıda çalışma bulunmaktadır. Bu çalışmalar incelendiğinde; güncel meta-sezgisel algoritmaların retinal damar bölütleme işlemine yönelik kümeleme tabanlı geliştirildiği ve bilinen meta-sezgisel yaklaşımlar ile performans mukayeselerinin gerçekleştirildiği (Cetinkaya ve Duran, 2020; Cetinkaya ve Duran, 2022), parçacık sürüsü optimizasyon algoritması kullanılarak retinal damar bölütlemeye yönelik çok ölçekli damar kestirim yönteminin geliştirildiği (Khomri ve ark., 2018) ve ateş böceği meta-sezgisel algoritmasına dayalı retinal damar bölütlemeye yönelik (Keerthana ve ark., 2017) çalışmaların bulunduğu görülmektedir.

Bu çalışmada retinal görüntü analizi iki temel aşamada gerçekleştirilmiştir. Bunlar, *i.*) ön-işlemler ve *ii.*) sezgisel algoritmalara dayalı bölütleme aşamalarıdır. Bölütleme performansını artırmak için retinal görüntüler süzgeçleme, bottom-hat dönüşümü ve kontrast zenginleştirme ön-işlemlerine tabi tutulmuştur. Süzgeçleme işleminde, retinal görüntünün Kırmızı (R), Yeşil (G) ve Mavi (B) katmanları kontrast ve parlaklık açısından ayrı ayrı analiz edilerek en yüksek performansın G katmanı için elde edildiği görülmüştür ve sonraki aşamalarda yalnızca G katmanının gri-skala karşılığı üzerinden işlemler gerçekleştirilmiştir. Daha sonra, Eşitlik 1 kullanılarak bottom-hat dönüşümü uygulanmış ve görüntü art alanı içerisindeki koyu nesnelere yapısal elemanlar yani süzgeçler kullanılarak belirginleştirilmiştir.

$$\text{bottom-hat}(g) = g - (g \bullet nB) \quad (1)$$

burada,  $g$  ifadesi gri katmanda bir Öklid uzayından alınan eşleme noktalarını temsil etmektedir,  $(\bullet)$  operatörü morfolojik kapama işlemi,  $B$  ifadesi kullanılacak yapısal elemanı ve son olarak  $n$  ise bottom-hat dönüşümünü temsil etmektedir. Son ön-işlem olan kontrast zenginleştirmede ise gri-skala bölgesel olarak yoğunlaşmış piksel değerlerinin skalanın bütününe yani  $[0 \ 255]$  piksel değer aralığına homojen olarak dağıtılması işlemi gerçekleştirilir.

Bu çalışmada, retinal damar bölütleme için DRIVE veri tabanından (Alonso-Montes ve ark., 2008) alınmış olan retinal görüntü ve bu görüntüye uygulanan ön-işlemler sonrası elde edilen görüntüler aşağıda Şekil 2 ile gösterilmiştir.



**Şekil 2.** Retinal görüntüler, a) DRIVE veritabanından alınan retinal görüntü, b) Süzgeçleme ön-işlemi sonrası elde edilen G katmanının gri skala karşılığı, c) Bottom-hat dönüşümü sonrası elde edilen retinal görüntü, d) Kontrast zenginleştirme ön-işlemi sonrası elde edilen retinal görüntü

## 2. MATERYAL VE YÖNTEM

Tabiatta sürüler halinde hareket eden canlı topluluklarının gösterdiği zeki davranışları modelleyen algoritmalar, *Sürü Zekasına Dayalı* optimizasyon algoritmaları olarak adlandırılırlar (Kennedy ve Eberhart, 1995). Bu algoritmalar yerel minimumlara takılmadan küresel çözümleri bulabilme yetenekleri, yüksek yakınsama oranları ve problemde bağımsız optimizasyon başarımlarından dolayı literatürde çok farklı alanlarda yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Bu çalışmada, en güncel sürü zekâsına dayalı meta-sezgisel algoritmalar arasında bulunan WHO ve BES algoritmaları retinal damar bölütleme üzerine uygulanmış ve performansları GWO algoritması ile mukayese edilmiştir.

### 2.1 Vahşi At Optimizasyon Algoritması

Naruei ve Keynia tarafından (Naruei ve Keynia, 2021) önerilmiş olan WHO algoritması için aşağıda verilen detaylı kod incelendiğinde, vahşi atların sergilediği liderlik, beslenme, kovalama ve çiftleşme davranışlarının matematiksel olarak modellendiği görülmektedir (Ali ve ark., 2022).

*Rasgele başlangıç popülasyonu oluşturun.*

*Çaprazlama ve Tay yüzdesi (PC ve PS) kontrol parametre değerlerini tanımlayın.*

*TDR adaptif kontrol parametre değerini hesaplayın,  $TDR = 1 - \text{Çevrim} \cdot \left(\frac{1}{\text{Max Çevrim}}\right)$*

**FOR** 1: Lider sayısı,

*Z değerini hesaplayın,*

$$P = \overline{R_1} < TDR; \text{IDX} = (P == 0); Z = R_2 \ominus \text{IDX} + \overline{R_3} \ominus (\square \text{IDX})$$

burada;  $P$ , 0 veya 1 değerlerinden birisini alan ve problemin boyutuna eşit değerli bir vektördür,  $\overline{R_1}$  ve  $\overline{R_3}$ ,  $[0,1]$  aralığında bir uniform dağılımdan rasgele alınan sayılardır, IDX indeksi ise  $(P == 0)$  koşulunu karşılayan indeks değeridir.

*PC değerine göre Tay konumlarını aşağıdaki gibi güncelle,*

$$\overline{X_{i,G}^j} = 2Z \cos(2\pi RZ) \cdot (\text{Lider}^j - X_{i,G}^j) + \text{Lider}^j, \text{rand} > PC$$

$$X_{G,K}^p = \text{Crossover}(X_{G,i}^q, X_{G,j}^z), i \neq j \neq k, p = q = \text{end}, \text{rand} < PC$$

burada;  $X_{i,G}^j$  mevcut konum,  $\text{Lider}^j$  grup liderinin konumu,  $R \in [-2,2]$  lider etrafında  $360^\circ$  açı altında konum değiştirme kontrol parametresi,  $X_{G,i}^q$  ve  $X_{G,j}^z$  gruplarını terketmiş  $q$  ve  $z$  numaralı tayların yeni konumları,  $X_{G,K}^p$  bu tayların çiftleşmesi ile oluşan yeni bireyin konumu ve Crossover operatörü ise *Ortalama (Mean)* olarak tanımlanmaktadır.

*Rasgele üretilen bir rand değerine göre Lider konumlarını aşağıdaki gibi güncelle,*

$$\overline{\text{Lider}_{G_i}} = \begin{cases} 2Z \cos(2\pi RZ) \cdot (\text{WH} - \text{Lider}_{G_i}) + \text{WH}, & \text{if } R_3 > 0,5 \\ 2Z \cos(2\pi RZ) \cdot (\text{WH} - \text{Lider}_{G_i}) - \text{WH}, & \text{if } R_3 \leq 0,5 \end{cases}, \text{rand} > 0.5$$

$$\overline{\text{Lider}_{G_i}} = \begin{cases} X_{G,i}, & \text{if } \text{cost}(X_{G,i}) < \text{cost}(\text{Lider}_{G_i}) \\ \text{Lider}_{G_i}, & \text{if } \text{cost}(X_{G,i}) > \text{cost}(\text{Lider}_{G_i}) \end{cases}, \text{rand} \leq 0.5$$

bu eşitliklerde:  $\overline{Lider}_{G_i}$  ifadesi Lider'in bir sonraki pozisyonunu; WH ifadesi ise *Water Hole* pozisyonunu sembolize etmektedir.

*if*  $\text{cost}(\overline{Lider}_{G_i}) < \text{cost}(Lider)$

$Lider = \overline{Lider}_{G_i}$

**End**

*Tay gruplarını kalite değerlerine göre sırala ve en iyi çözümleri seç*

*if*  $\text{cost}(Tay) < \text{cost}(Lider)$

*Tay ve Lider pozisyonlarını güncelle,*

$$\overline{Lider}_{G_i} = \begin{cases} X_{G,i}, & \text{if } \text{cost}(X_{G,i}) < \text{cost}(Lider_{G_i}) \\ Lider_{G_i}, & \text{if } \text{cost}(X_{G,i}) > \text{cost}(Lider_{G_i}) \end{cases}$$

**End**

*En iyi sonucu güncelle*

**END**

## 2.2 Kel Kartal Araştırma Optimizasyon Algoritması

Alsattar ve arkadaşları tarafından geliştirilen BES algoritması (Alsattar ve ark., 2020), kel kartalların avlanma sürecinde uyguladıkları bölge seçme, seçilen bölgeyi araştırma ve saldırma davranışlarını modelleyen meta-sezgisel bir algoritmadır. Üç avlanma stratejisini de içeren temel bir BES algoritmasının detaylı açıklamalı kodu aşağıda verilmiştir.

*Rasgele başlangıç popülasyonu oluştur.*

$\alpha, c_1$  ve  $c_2$  pozisyon değişim kontrol parametre değerlerini tanımla.

**WHILE** (sonlandırma kriteri sağlanıncaya kadar),

**FAZ 1. Bölge Seçme**

**For** (Popülasyondaki her bir birey için mevcut pozisyonları güncelle ve en iyi

iyi pozisyonları seç,  $P_{new,i} = P_{best} + \alpha \cdot r \cdot (P_{mean} - P_i)$

$f(P_{new}) \leq f(P_i)$ , ise  $P_i = P_{new}$  eski konumu koru.

$f(P_{new}) \leq f(P_{best})$ , ise  $P_{best} = P_{new}$  en iyi konumu popülasyona ekle.

bu eşitliklerde;  $\alpha \in [1,5 \ 2]$  pozisyon değişimlerini kontrol eden parametre,  $r \in [0 \ 1]$  rasgele üretilen bir sayı ve  $P_{mean}$  önceki kartallardan alınan tüm bilgilerin yeni pozisyonlar üretilirken kullanılmasını sağlayan parametrelerdir.

**End For**

**FAZ 2. Seçilen Bölgeyi Araştırma**

**For** (Popülasyondaki her bir birey için mevcut pozisyonları güncelle ve ava saldırmak

için en iyi pozisyonu seç,  $P_{i,new} = P_i + y(i) \cdot (P_i - P_{i+1}) + x(i) \cdot (P_i - P_{mean})$

$f(P_{new}) \leq f(P_i)$ , ise  $P_i = P_{new}$  eski konumu koru.

$f(P_{new}) \leq f(P_{best})$ , ise  $P_{best} = P_{new}$  en iyi konumu popülasyona ekle.

burada;  $\theta_i = a \cdot \pi \cdot r$ ,  $xr(i) = r(i) \cdot \sinh[\theta(i)]$ ,  $yr(i) = r(i) \cdot \cosh[\theta(i)]$  ve  $c1, c2 \in [1 \ 2]$  parametreleri hareket yoğunluğunun en iyi ve merkez noktalara

hareket düzlemindeki değişimleri oluşturmaktadır.

**End For**

**FAZ 3. Saldırma**

**For** (Popülasyondaki diğer bütün konumları ava saldırıya geçilen en iyi konuma doğru

$$\text{yönlendir, } P_{i,new} = r.P_{best} + x1(i). (P_i - c1.P_{mean}) + y1(i). (P_i - c2.P_{best})$$

$$f(P_{new}) \leq f(P_i), \text{ ise } P_i = P_{new} \text{ eski konumu koru.}$$

$$f(P_{new}) \leq f(P_{best}), \text{ ise } P_{best} = P_{new} \text{ en iyi konumu popülasyona ekle.}$$

burada;  $\theta_i = a.\pi.r$ ,  $xr(i) = r(i).\sinh[\theta(i)]$ ,  $yr(i) = r(i).\cosh[\theta(i)]$  ve  $c1, c2 \in [1, 2]$  parametreleri hareket yoğunluğunun en iyi ve merkez noktalara doğru yönlendirilmesini sağlayan parametrelerdir.

**End For**

$Cycle = Cycle + 1;$

**END WHILE**

WHO, BES ve GWO algoritmaları için benzetimlerde kullanılan kontrol parametre değerleri Çizelge 1'de gösterilmiştir. WHO, BES ve GWO algoritmaları için en uygun kontrol parametre değerleri sırasıyla (Naruei ve Keynia, 2021), (Alsattar ve ark., 2020) ve (Mirjalili ve ark., 2014) tarafından önerilmiştir. Ayrıca, belirli bir aralıkta değer alan parametreler için ilgili aralıkta çok sayıda farklı değer için benzetimler gerçekleştirilmiş ve en iyi sonuçların elde edildiği değer ilgili kontrol parametresi için en uygun değer olarak tanımlanmıştır. Ayrıca, her bir algoritma için bütün benzetimlerde Popülasyon Boyutu=10 ve Maksimum Çevrim Sayısı=100 olarak alınmıştır.

**Çizelge 1.** WHO, BES ve GWO algoritmaları için benzetimlerde kullanılan kontrol parametre değerleri

Algoritma	Kontrol Parametresi	Kontrol Parametre Değeri
WHO	Birey Yüzdesi (Grup Sayısı), $PS$	0.2
	Çaprazlama Yüzdesi, $PC$	0.13
BES	Pozisyon Değişim Kontrol Parametresi, $\alpha \in [1.5, 2]$	2
	Araştırma Döngü Sayısı, $R \in [0.5, 2]$	1.5
	Spiral hareketin, yatay eksen ile kesişim sayısı, $a \in [5, 10]$	10
	Hareket yoğunluğu yönlendirme parametreleri, $c_1, c_2 \in [1, 2]$	$c_1 = c_2 = 2$
GWO	Gri Kurt ve Av pozisyonlarını optimize eden adaptif katsayı vektörleri,	$\vec{A}, \vec{C}$

Optimizasyon sürecinde, retinal görüntüyü oluşturan her bir piksel değeri kümeleme işlemine yönelik optimize edilmektedir. Elde edilen uygunluk değerlerine göre her bir piksel değeri en yakın kümeleme merkezlerine atanır. Her olası küme merkezinin uygunluk değeri, aşağıdaki verilen Ortalama Karesel Hata (Mean Squared Error, MSE) fonksiyonu kullanılarak hesaplanabilir.

$$MSE = \frac{1}{M} \sum_{i=1}^M (f_i - y_i)^2 \quad (2)$$

burada,  $M$  toplam piksel sayısını,  $f_i$  ifadesi  $i$ . piksele en yakın küme merkezi değerini ve  $y_i$  ise  $i$ . pikselin piksel değeri olarak tanımlanmaktadır. Herhangi bir  $k$ . çözüme ait hata değeri  $MSE_k$  olmak üzere çözümlere ait  $fit_k$  kalite değerleri aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır,

$$fit_k = \frac{1}{1 + MSE_k} \quad (3)$$

Algoritmalarda kullanılan kodlama stratejisinin optimizasyon performansı üzerinde doğrudan etkisi bulunmaktadır. Bu çalışma kapsamında geliştirilmiş olan kümeleme tabanlı meta-sezgisel algoritmalarda aşağıda gösterildiği gibi *Reel Değerli Kodlama Stratejisi* (Real-Valued Encoding Strategy) kullanılmıştır.

#### *Reel-Değerli Kodlama*

$CC_1$	$CC_2$	...	$CC_k$
--------	--------	-----	--------

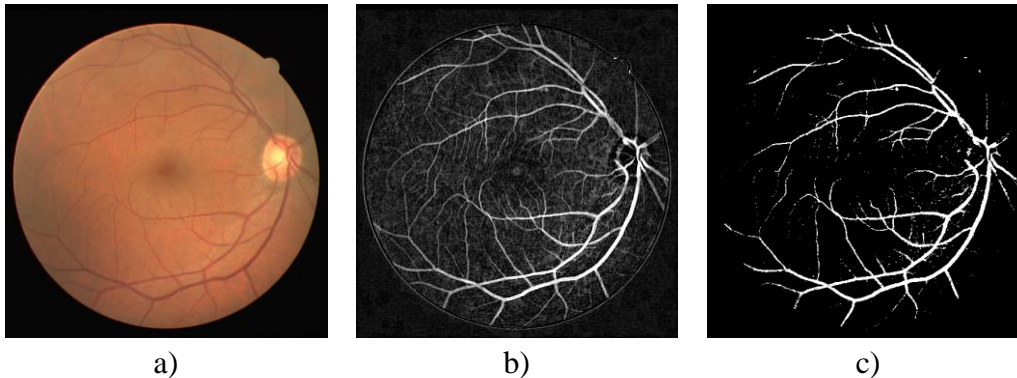
burada,  $CC_k$  ifadesi  $[0,255]$  aralığında reel değerler alan optimize edilmiş bir küme merkezini temsil etmektedir.

Kümeleme işlemi gerçekleştirilirken tercih edilen küme merkezi sayısı ( $k$ ) bölütleme performansını etkileyen bir diğer önemli parametredir. Bu çalışmada retinal görüntüler *damar pikselleri* ve *artalan pikselleri* olmak üzere ayrıştırılmış ve küme merkezi sayısı  $k=2$  olarak belirlenmiştir. Damar pikselleri için piksel değeri aralığı  $[Küme\ Merkezi\ 1\ Küme\ Merkezi\ 2]$  şeklinde tanımlanmış ve bu aralık dışında kalan tüm piksel değerleri artalan pikselleri olarak bölütlenmiştir. *Küme Merkezi 1* ve *Küme Merkezi 2* için en uygun değerler ise meta-sezgisel algoritmalar tarafından elde edilmiştir.

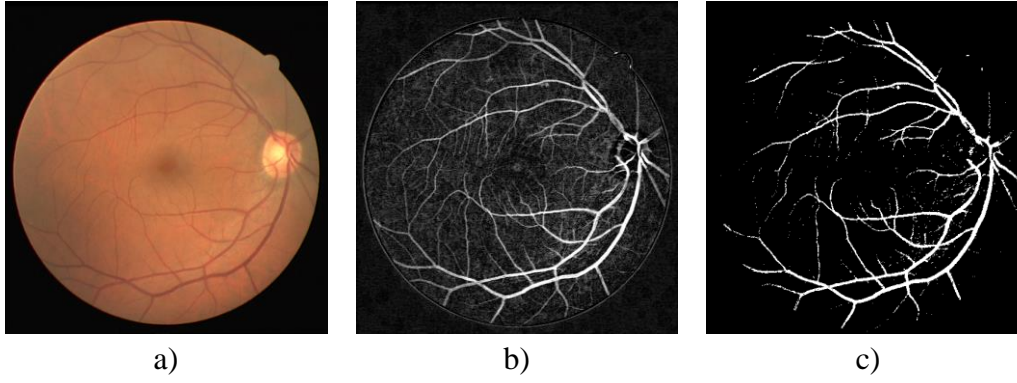
### 3. BULGULAR VE TARTIŞMA

Retinal damar bölütleme işlemine yönelik kümeleme tabanlı geliştirilmiş olan sürü zekâsına dayalı meta-sezgisel WHO, BES ve GWO algoritmaları Şekil 2.a.'da verilen retinal görüntüye uygulandığında elde edilen bölütleme sonuçları aşağıda sırasıyla Şekil 3, Şekil 4 ve Şekil 5 ile gösterilmiştir.

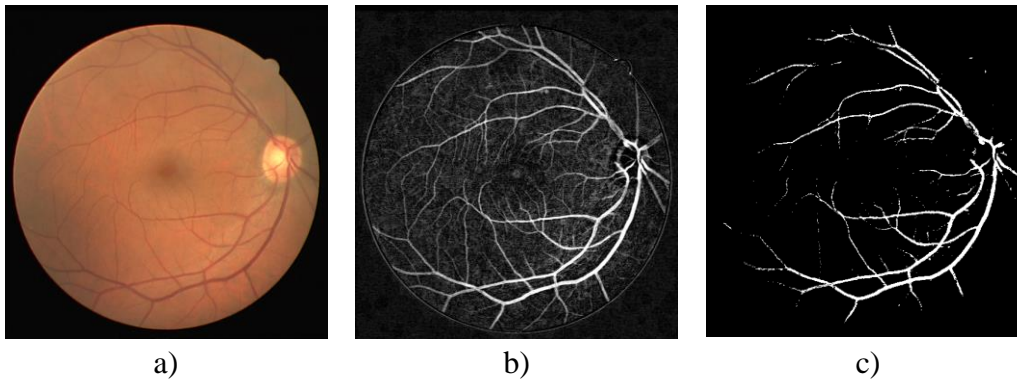
Algoritmalar arasında adil bir mukayese gerçekleştirebilmek amacıyla her bir algoritma 10 kez koşturulmuş ve algoritmaların yakınsama hızları ve ulaştıkları minimum hata değerleri bu 10 rasgele koşmanın ortalamasına göre elde edilmiştir.



**Şekil 3.** WHO algoritması ile retinal damar bölütleme, a) DRIVE veritabanından alınan retinal görüntü, b) Tüm ön işlemler sonrasında elde edilen retinal görüntü, c) Retinal damar bölütleme sonucunda elde edilen bölütlenmiş görüntü



Şekil 4. BES algoritması ile retinal damar bölütleme, a) DRIVE veritabanından alınan retinal görüntü, b) Tüm ön işlemler sonrasında elde edilen retinal görüntü, c) Retinal damar bölütleme sonucunda elde edilen bölütlenmiş görüntü



Şekil 5. GWO algoritması ile retinal damar bölütleme, a) DRIVE veritabanından alınan retinal görüntü, b) Tüm ön işlemler sonrasında elde edilen retinal görüntü, c) Retinal damar bölütleme sonucunda elde edilen bölütlenmiş görüntü

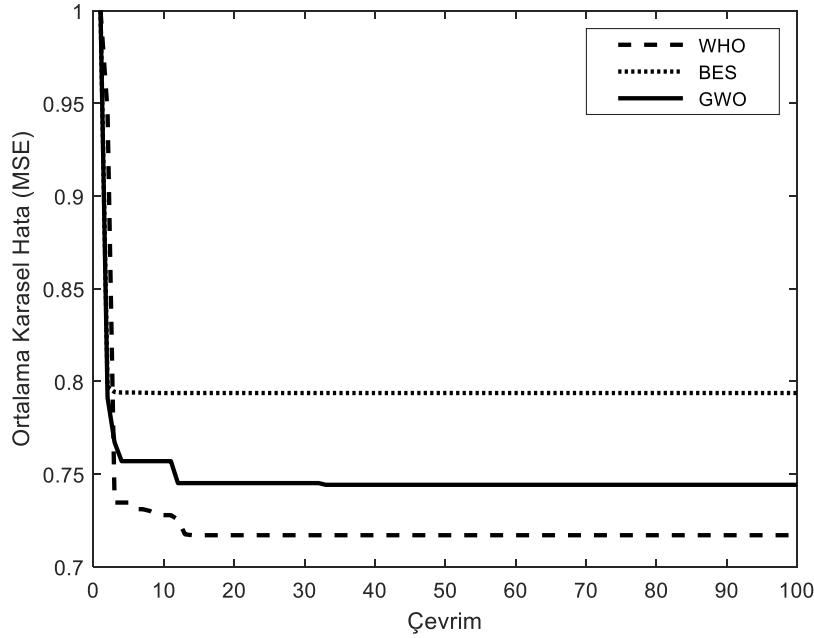
Kümeleme tabanlı geliştirilmiş olan WHO, BES ve GWO algoritmaları ile elde edilen bölütlenmiş retinal görüntüler incelendiğinde, damar pikselleri ile artalan piksellerinin her üç algoritma için de başarılı bir şekilde ayırt edilebildiği ve algoritmaların elde edilen nihai görüntüler açısından benzer performanslar gösterdiği görülmektedir.

Benzetimlerde, 10 rasgele koşmanın her birisi için ulaşılan *Minimum MSE Değerleri* ile *Ortalama MSE Değerleri* aşağıda Çizelge 2 ile verilmiştir. Görüldüğü gibi, her üç algoritma da hata performansı açısından benzer sonuçlar üretmekle birlikte BES algoritması ulaşılan en düşük ve ortalama MSE hataları açısından diğer algoritmalara göre nispeten daha kötü performans sergilemektedir.

Çizelge 2. WHO, BES ve GWO algoritmaları için elde edilen Minimum ve Ortalama MSE değerleri

Koşma	WHO	BES	GWO
1	0,7764	0,8655	0,8141
2	0,7862	0,7988	0,7561
3	0,8171	0,8768	0,7442
4	0,7784	0,8695	0,7761
5	0,8025	0,8712	0,7839
6	0,8361	0,7938	0,8164
7	0,7171	0,8229	0,7965
8	0,7867	0,8049	0,8097
9	0,8142	0,8477	0,7465
10	0,7637	0,8738	0,7418
<b>Minimum MSE</b>	<b>0,7171</b>	<b>0,7938</b>	<b>0,7442</b>
<b>Ortalama MSE</b>	<b>0,7878</b>	<b>0,8424</b>	<b>0,7785</b>

WHO, BES ve GWO algoritmalarında 10 rasgele koşmanın ortalaması için elde edilen yakınsama grafikleri Şekil 6’da verilmiştir. Yakınsama grafiklerinden her üç algoritmanın da benzer MSE değerlerine benzer Çevrim sayısında yakınsadıkları görülmektedir. Diğer taraftan, en iyi hata performansının WHO algoritması tarafından elde edildiği ifade edilebilir.



Şekil 6. WHO, BES ve GWO algoritmalarının yakınsama performans mukayeseleri

Algoritmaların istatistiksel performans mukayeseleri için elde edilen F-score ve Standart Sapma parametre değerleri Çizelge 3 ile verilmiştir. Damar pikseli olarak doğru tahmin edilen piksel sayısı TP, artalan pikseli olarak yanlış tahmin edilen damar piksel sayısı FN ve damar pikseli olarak yanlış tahmin edilen artalan piksel sayısı FP olmak üzere F-score ifadesi aşağıdaki gibi tanımlanır,

$$F - score = TP / [TP + \frac{1}{2} (FP + FN)] \quad (4)$$

F-score parametresi için elde edilen sonuçlar değerlendirildiğinde her üç algoritmanın da doğru tahmin edilen piksel sayısı açısından benzer performanslar gösterdiği ancak GWO algoritmasının nispeten biraz daha iyi sonuçlar ürettiği görülmektedir. Benzer şekilde, her üç algoritmanın da standart sapma değerleri çok yakın olmakla birlikte en kararlı sonuçlar üreten algoritmanın GWO algoritması olduğu görülmektedir.

Çizelge 3. WHO, BES ve GWO algoritmaları için elde edilen F-score ve Standart Sapma değerleri

	WHO	BES	GWO
<b>F-score</b>	0,7055	0,6765	0,7246
<b>Standart Sapma</b>	0,0331	0,0339	0,0299

#### 4. SONUÇ

Bu çalışma kapsamında kümeleme tabanlı geliştirilmiş olan WHO, BES ve GWO algoritmaları kullanılarak gerçekleştirilen retinal damar bölütleme benzetimleri sonucunda;

- Retinal görüntülerde çok yakın piksel değerlerine sahip olan artalan pikselleri ile damar piksellerinin WHO, BES ve GWO algoritmaları tarafından başarılı bir şekilde ayırt edebildikleri görülmüştür.
- WHO, BES ve GWO algoritmalarının benzer MSE hata değerlerine yakınsadıkları yani hata performanslarının benzer olduğu gözlemlenmiştir.
- WHO, BES ve GWO algoritmalarının benzer F-score ve Standart Sapma değerlerine yakınsadıkları yani istatistiksel performanslarının benzer olduğu gözlemlenmiştir.
- WHO, BES ve GWO algoritmalarının en düşük hata değerlerine yaklaşık olarak benzer çevrimlerde ulaştıkları yani benzer yakınsama performanslarına sahip oldukları görülmüştür.
- Meta-sezgisel algoritmaların biyomedikal görüntü analizinde ve kümeleme tabanlı çözüm gerektiren diğer mühendislik problemlerinde başarılı bir şekilde kullanılabileceği görülmüştür.

#### 5. ÇIKAR ÇATIŞMASI

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

#### 6. YAZAR KATKISI

Mehmet Bahadır ÇETİNKAYA çalışmanın algoritma kodlama ve geliştirme, algoritmaların retinal damar bölütleme işlemine uygulanması, ana metnin oluşturulması, kavramsal ve benzetim süreçlerinin belirlenmesi, kontrolü ve yönetimi.

Kader TAŞKIRAN literatür taramasının gerçekleştirilmesi, ana metnin oluşturulması ve düzenlenmesi, benzetimlerin gerçekleştirilmesi.

#### 7. KAYNAKLAR

- Ali M. H., Kamel S., Hassan M. H., Veliz M. T., An Improved Wild Horse Optimization Algorithm for Reliability Based Optimal DG Planning of Radial Distribution Networks. *Energy Reports* 8, 582-604, 2022.
- Alsattar H. A., Zaidan A. A., Zaidan B. B., Novel Meta-Heuristic Bald Eagle Search Optimization Algorithm. *Artificial Intelligence Review* 53, 2237-2264, 2020.
- Alonso-Montes C., Vilariño D. L., Dudek P., Penedo M. G., Fast Retinal Vessel Tree Extraction: A Pixel Parallel Approach. *International Journal of Circuit Theory and Applications* 36 (5-6), 641-651, 2008.
- Budak Ü., Cömert Z., Şengür A., DCCMED-Net: Densely connected and concatenated multi-Encoder-Decoder CNNs for retinal vessel extraction from fundus images. *Medical Hypotheses* 134(109426), 2020.
- Budak Ü., Alçin Ö. F., Aslan M., Şengür A., Optic Disc Detection in Retinal Images via Faster Regional Convolutional Neural Networks. 1<sup>st</sup> International Engineering and Technology Symposium, Batman/Turkey, May 03-05, 2018, pp: 731-734.



- Çetinkaya M. B., Duran H., A Detailed and Comparative Work for Retinal Vessel Segmentation Based on The Most Effective Heuristic Approaches. *Biomedical Engineering / Biomedizinische Technik* 66(2), 181-200, 2021.
- Çetinkaya M. B., Duran H., Performance Comparison of Most Recently Proposed Evolutionary, Swarm Intelligence, and Physics-Based Metaheuristic Algorithms for Retinal Vessel Segmentation. *Mathematical Problems in Engineering* 2022(4639208), 1-25, 2022.
- Frame A. J., Undrill P. E., Cree M. J., Olson J. A., McHardy K. C., Sharp P. F., Forrester J. V., A Comparison of Computer Based Classification Methods Applied to The Detection of Microaneurysms in Ophthalmic Fluorescein Angiograms. *Computers in Biology and Medicine* 28(3), 225-238, 1998.
- Gao J., Chen G., Lin W., An Effective Retinal Blood Vessel Segmentation by Using Automatic Random Walks Based on Centerline Extraction. *BioMed Research International* 2020(7352129), 1-11, 2020.
- Guo Y., Budak Ü., Şengür A., Smarandache F., A Retinal Vessel Detection Approach based on Shearlet Transform and Indeterminacy Filtering on Fundus Images. *Symmetry* 9(10), 1-10, 2017.
- Jayakumari C., Santhanam T., An Intelligent Approach to Detect Hard and Soft Exudates Using Echo State Neural Network. *Information Technology Journal* 7(2), 386-395, 2008.
- Karegowda A. G., Bhattacharyya S., Jayaram M. A., Manjunath A. S., Exudates Detection in Retinal Images Using KNNFP And WKNNFP Classifiers. *Artificial Intelligent Systems and Machine Learning* 3(7), 419-425, 2011.
- Kaur A., Kaur P., A Comparative Study of Various Exudate Segmentation Techniques for Diagnosis of Diabetic Retinopathy. *International Journal of Current Engineering and Technology* 46(1), 142-146, 2016.
- Kennedy J., Eberhart R., Particle Swarm Optimization. *IEEE International Conference on Neural Networks* 4, 1942-1948, 1995.
- Keerthana K., Jayasuriya T. J., Raja N. S. M., Rajinikanth V., Retinal Vessel Extraction Based on Firefly Algorithm Guided Multi-Scale Matched Filter. *International Journal of Modern Science and Technology* 2(2), 74-80, 2017.
- Khanal A., Estrada R., Dynamic Deep Networks for Retinal Vessel Segmentation. *Frontiers in Computer Science* 2(35), 1-13, 2020.
- Khomri B., Christodoulidis A., Djerou L., Babahenini M. C., Cheriet F., Particle Swarm Optimization Method for Small Retinal Vessels Detection on Multiresolution Fundus Images. *Journal of Biomedical Optics* 23(5) 056004, 2018.
- Larsen M., Godt J., Larsen N., Lund-Andersen H., Sjølie A. K., Agardh E., Kalm H., Grunkin M., Owens D. R., Automated Detection of Fundus Photographic Red Lesions in Diabetic Retinopathy. *Investigative Ophthalmology and Visual Science* 44(2), 761-766, 2003.
- Melinscak M., Prentasic, P., Loncarik S., Retinal Vessel Segmentation using Deep Neural Networks. *10th International Conference on Computer Vision Theory and Applications* 1, 577-582, 2015.
- Mirjalili S., Mirjalili S. M., Lewis A., Grey Wolf Optimizer. *Advances in Engineering Software* 69,46-61, 2014.
- Naruei I., Keynia F., Wild Horse Optimizer: A New Meta-Heuristic Algorithm for Solving Engineering Optimization Problems. *Engineering With Computers*, <https://doi.org/10.1007/s00366-021-01438-z>, 2021.

- Shuangling W., Yilong Y., Guibao C., Benzhen W., Yuanjie Z., Gongping Y., Hierarchical Retinal Blood Vessel Segmentation Based on Feature and Ensemble Learning. *Neurocomputing* 149(Part B), 708-717, 2015.
- Soares J. V. B., Leandro J. J. G., Cesar J. R. M., Jelinek H. F., Cree M. J., Retinal Vessel Segmentation Using The 2-D Gabor Wavelet and Supervised Classification. *IEEE Medical Imaging* 25(9), 1214-1222, 2006.
- Somasundaram A., Prabhu J., Detection of Exudates for The Diagnosis of Diabetic Retinopathy. *International Journal of Innovation and Applied Studies* 3(1), 116-120, 2013.
- Tchinda B. S., Tchiotso D., Noubom M., Dorr V. L., Wolf D., Retinal Blood Vessels Segmentation Using Classical Edge Detection Filters and The Neural Network. *Informatics in Medicine Unlocked* 23(100521), 1-8, 2021.
- Uyen T. V., Nguyen A. B., Laurence A. F. P., Kotagiri R., An Effective Retinal Blood Vessel Segmentation Method Using Multi-Scale Line Detection. *Pattern Recognition* 46(3), 703-715, 2013.
- Yağmur F. D., Yapay sinir ağları ile retinada hastalık teşhisi. Haliç Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 2008.
- Xu S., Chen Z., Cao W., Zhang F., Tao B., Retinal Vessel Segmentation Algorithm Based on Residual Convolution Neural Network. *Frontiers in Bioengineering and Biotechnology* 9 (786425), 1-15, 2021.

**Araştırma Makalesi / Research Article**

**Investigation of Mechanical and Microstructural Properties of Polyolefin Rubber and Glass Beads Filled Polypropylene Composites**

Hüseyin ÜNAL<sup>1</sup>, Kemal ERMIŞ<sup>2\*</sup>, Şahan DEMİRTAŞ<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Sakarya University of Applied Science, Faculty of Technology, Department of Metallurgical and Materials Engineering, Sakarya, Turkey,

ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0003-0521-6647>, unal@subu.edu.tr

<sup>2</sup> Sakarya University of Applied Science, Faculty of Technology, Department of Mechanical Engineering, Sakarya, Turkey,

ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0003-3110-2731>, ermis@subu.edu.tr

<sup>3</sup> Sakarya University of Applied Science, Graduate Education Institute, Department of Manufacturing Engineering, Sakarya, Turkey,

ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-2246-6288>, sahan\_-\_gsl@hotmail.com

**Geliş/ Received:** 24.03.2022;

**Kabul / Accepted:** 09.05.2022

**ABSTRACT:** In the automotive industry and many industries, parts are expected to meet certain requirements with regards to their tensile strength, stiffness, and high impact strength. For this reason, polypropylene homopolymer, which is a fragile polymer widely used in the automotive industry, is combined with additives to reduce its fragility. In this study, the mechanical and microstructural properties of polyolefin rubber and glass bead filled polypropylene composites have been investigated. Polypropylene (PP) was combined with polyolefin rubber (POE) and glass beads (GB) at different weight rates to create the composites and pure polypropylene was compared to the three prepared PP composites; 8% polyolefin rubber by weight, 8% glass bead by weight, and 8% polyolefin rubber and 8% glass bead by weight. The fracture surface examinations of the pure polypropylene (PP), and the polyolefin rubber added PP, glass bead added PP, and polyolefin rubber and glass bead added PP composites were carried out using Scanning Electron Microscopy (SEM). In addition, Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) analysis was also performed for the characterization. It was observed that the tensile strength values of the PP composites (PP-8%POE, PP-8%GB, and PP-8%POE-8%GB) showed a slight decrease relative to the pure PP. When rigid glass beads were added to the pure PP polymer main matrix (8% by weight), the stiffness of the composite increased and the modulus of elasticity increased by approximately 8% relative to pure PP. In addition, it was observed that the % elongation at break values of the PP composites (PP-8%POE, PP-8%GB, and PP-8%POE-8%GB) increased significantly relative to the values for pure PP.

**Keywords:** Polypropylene, Polyolefin rubber, Glass beads, Mechanical properties.

\*Sorumlu yazar / Corresponding author: ermis@subu.edu.tr

Bu makaleye atf yapmak için /To cite this article

Ünal, H., Ermiş, K., Demirtaş, Ş. (2022). Investigation of Mechanical and Microstructural Properties of Polyolefin Rubber and Glass Beads Filled Polypropylene Composites. Journal of Materials and Mechatronics: A (JournalMM), 3(1), 91-105.

## 1. INTRODUCTION

The tribological performances of polymer composites vary depending on the additives and fillers used and they are added at certain rates. Stiffness is the primary property improved by particulate reinforcing fillers. Hardness can also be improved, as can thermal expansion, mold shrinkage, extensibility, and creep. Yield strength and impact strength typically show a reduction but can show a slight increase in some cases. In other words, it may vary depending on the filler type, filler particle size, and filler additive ratio (Yang et al., 2004; Liang, 2005; Liang and Wu, 2012). Polypropylene (PP) is a thermoplastic widely used in packaging and the textile and automobile industries because of its good processability (Liang and Li, 2000). Because polypropylene (PP) is inexpensive and has a low density, PP based thermoplastic elastomer blends are commercially very important. PP is resistant to oil, solvents, and high temperatures due to its crystalline structure and relatively high crystal-line melting point (145-165 °C) (Drobny, 2007)

POEs (Polyolefin rubbers) are a relatively new class of polymers that have emerged as a result of recent advances in metallocene polymerization catalysts, and they are one of the fastest-growing synthetic polymers. Polyolefins are the most common type of thermoplastic and a vital class of commercial polymers used in a wide range of applications. Polyolefin thermoplastic elastomers are defined as materials that are a combination of polyolefin semi-crystalline thermoplastic and amorphous elastomeric components (Coran and Patel, 1995). The high recoverable elasticity of thermoplastic polyolefin rubbers is difficult to explain in terms of flexible polymer chains cross-linked into an open network structure. It's probably better to think about deformation behavior at a macro scale rather than a molecular scale. A model can be imagined with a three-dimensional polypropylene mesh embedded with elastomeric domains. When stress is applied, both the open network of the rigid phase and the elastomeric domains can deform. When the tension is released, the cross-linked rubbery areas will attempt to regain their original shape, resulting in the object's recovery from deformation (Brillinger and Banks, 1976). The utilization of these rubbers is especially appealing due to their reasonable price structure, good weathering properties, seemingly negligible toxicity hazards, and ease of processability and re-processability. They have quickly gained popularity in automotive industry applications (e.g., bumper covers, door gaskets, and other car parts, cable insulation), blow molding applications (e.g., liquid containers, bleach bottles), injection molding (e.g., toys, screw caps), etc. (Whiteley et al., 2000; Liu and Qiu, 2013). They stated that POE rubber is an effective toughening agent that makes the brittle PP polymer more ductile and tough (Lim et al., 2006; Lendvai, 2021). The rubber particles, in addition to promoting crazing (Farhang and Bagheri, 2014) and shear yielding, can also improve the fracture resistance of PP by varying its crystalline structure (Jang et al., 1985; Fan et al., 2020).

Several studies have investigated the toughening process of rubber filled PP and they have found that rubber particle cavitation, crazing, and shear yielding are among the major toughening mechanisms found in rubber-added PP (Jang et al., 1985; Liang and Li, 2000; Lotti et al., 2000; Li et al., 2002; Lim et al., 2006; Lim et al., 2008; Wahit et al., 2009; Liu and Qiu, 2013; Wu et al., 2015; Shi and Xiao 2017; Cai et al., 2017; Li et al., 2019; Hu et al., 2019; Wang et al., 2019; Mao et al., 2020; Kim et al., 2020). Rubber particles can act as stress concentrators to initiate and terminate cracks (Fasihi and Mansouri, 2016). Also, the crystallinity of PP can be increased with the addition of rubber and clay particles (Li et al., 2002).

Several studies have been published on the mechanical and microstructural properties of glass bead filled PP (Liang and Li, 1998; Tang et al., 1998; Tjong and Xu, 2001; Kwok et al., 2003; Yang

et al., 2004; Unal, 2004; Liang, 2005; Liang, 2007a; Liang, 2007b; Müller, 2017; Cunha et al., 2018; Carvalho et al., 2020).

In plastics industry, the use of glass beads as an inorganic powder filler is a recent development, and glass beads have high filling capacity, excellent rheological properties and mechanical properties. Glass beads have sufficient corrosion resistance, heat resistance, compressive strength and excellent electrical insulating properties. In addition, they (GBs) have advantages such as smooth spherical surface, strong filler ability, small and well-distributed internal stress. The power consumption due to the processing and wearing of equipment can be reduced (Yang et al., 2004) because of the good flow properties of glass filled composites. The tensile modulus, and impact strength (Liang and Li, 1998) increase with the increment of the glass bead concentration, which can result in a decrease in the resistance to fracture work, while the increasing glass bead concentration causes a decrease in the tensile strength (Tang et al., 1998). Müller (2017) showed that adding a particle filler in the form of spherical glass beads B159 increased adhesive bonding strength by 14%. However, the results also showed that adding the filler into the resin led to the elimination of the influence of various loading speeds. Experimental results by Müller (2017) also showed that the tensile strength decreased with the addition of glass beads for both filler B159 and B112. This mechanism explains the common generalization on the effect of natural matrix toughness, that is, the toughening effect of incorporating inorganic particles into polymers decreases as the natural matrix toughness increases. Liang (2005) used hollow glass beads with three diameters, 11, 35, and 70  $\mu\text{m}$ , to make glass bead filled PP composites and found that the yield stress decreased gently for the 70  $\mu\text{m}$  glass bead filled PP composite, whereas it decreased relatively obviously for the 35  $\mu\text{m}$  glass bead PP composite with increasing the volume fraction of the fillers. Liang (2007a) showed that the notched Izod impact strength of glass bead filled PP filled increased gently with the increase in the volume fraction of the fillers when the volume fraction was less than 15%, and then it decreased. Also, Kwok et al. (2003) showed that the impact strength of the PP/glass bead ( $d = 2.7 \mu\text{m}$  and  $\sigma = 1.85$ ) composite increases about 4.5 times as volume fraction increases from 0 to 0.25, while the tensile modulus remains roughly unchanged.

In this study, the mechanical and microstructural properties of polyolefin rubber or/ and glass bead filled polypropylene composites were investigated. The experimental results for the pure polypropylene were compared to the results for the three PP composites, 8% polyolefin rubber by weight, 8% glass beads by weight, and 8% polyolefin rubber and 8% glass beads by weight. The images of the fracture surfaces obtained by tensile tests on the samples of pure polypropylene (PP), and polyolefin rubber filled PP, glass bead filled PP, and polyolefin rubber and glass bead filled PP composites were taken using Scanning Electron Microscopy (SEM) and analyzed by Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) for microstructure investigations. The aim of this investigation was to get the high impact resistant polymer composites with low rigidity loss by obtaining the modulus of the core should be as higher and the modulus of the shell should be as lower as they can.

## 2. MATERIALS AND METHODS

### 2.1 Materials

In the automotive industry and many application industries, parts are expected to meet certain requirements with regards to their tensile strength, stiffness, and high impact strength. For this purpose, polypropylene homopolymer, which is widely used in the automotive industry but is fragile, was used as a matrix material. The polypropylene homopolymer main matrix material used in the

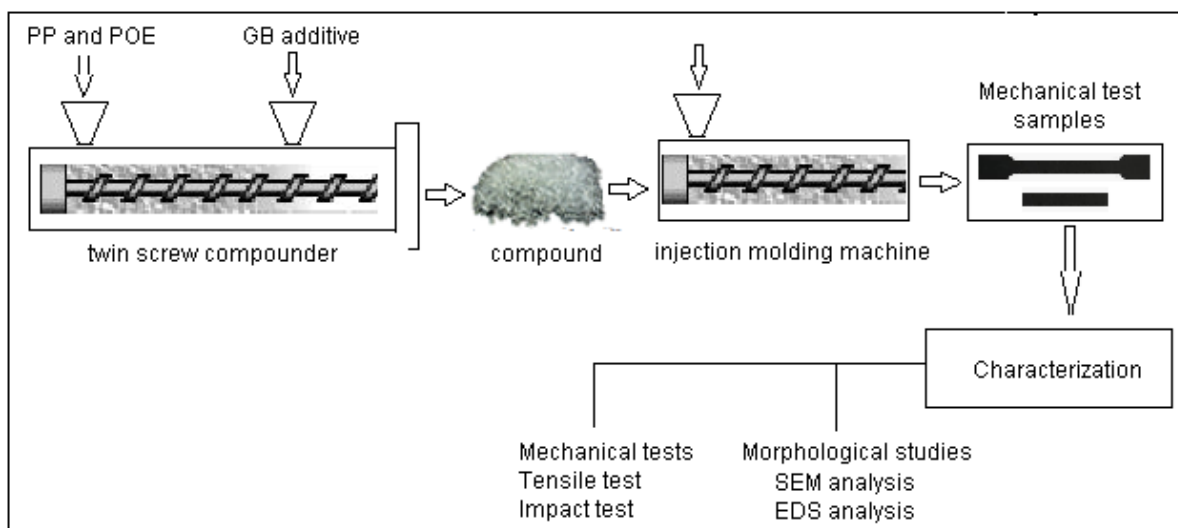
experiments was suitable for injection molding and had a density of  $0.90 \text{ g/cm}^3$ . PP was in granule form, had a natural color, and was purchased from Borealis-Australia with the commercial code BUPLEN 6531. The glass bead additive was obtained from Potters Industries and had the CP-3 surface modification code and an average particle size of  $10 \mu\text{m}$ . The polyolefin rubber was polypropylene compatible and was obtained from “DuPont” under the trade name “Engage”. While producing granules with the compound production method, additives, such as a certain amount of lubricant, that facilitates processing and heat stabilizers were added to the polypropylene-based recipe. The compositions and process conditions of the glass bead and POE rubber added PP-based hybrid composites used in the experiments are given in Table 1.

**Table 1.** Compositions and process conditions of PP based hybrid composites with glass bead and POE rubber additives

Sequence No.	PP polymer additive ratio (by weight)	POE rubber additive ratio (by weight)	Glass bead contribution ratio (by weight)
1	100	-	-
2	92	8	-
3	92	-	8
4	84	8	8

## 2.2 Method

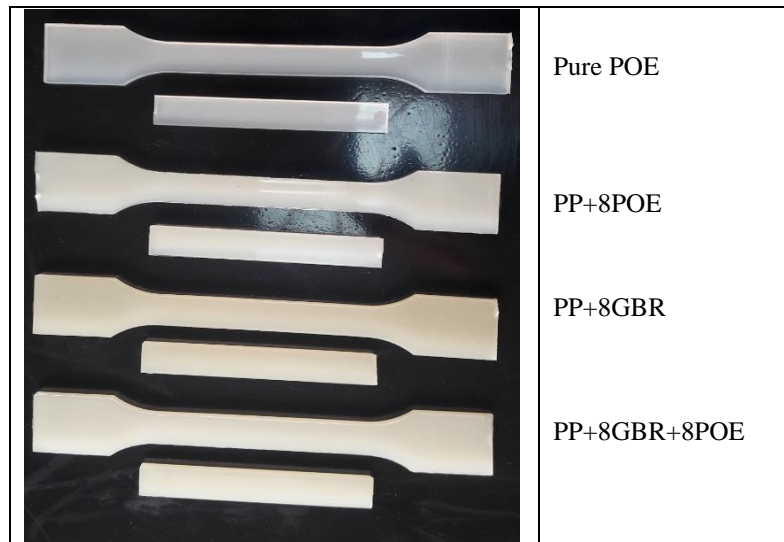
The polypropylene main matrix material and the polyolefin rubber materials used in the experiments were in the form of granules and were fed from the same feeding unit after being mechanically mixed into a twin-screw compounding machine. Glass bead additive was fed to the machine from another feeding zone. After achieving a homogeneous mixture with the help of twin screws, thin long spaghetti-like sticks were produced in the mold part of the machine and cooled in the cooling pool. Then, a PP polymer mixture in the form of granules and composite semi-finished products were produced by cutting with the help of a granulator. The heater temperatures of the compounding machine used in the production of granules were adjusted to  $180\text{-}230 \text{ }^\circ\text{C}$ . A conventional injection-molding machine was used for the preparation of tensile and impact test samples. The injection pressure was set at 400 bar and injection temperatures were set between  $180\text{-}230 \text{ }^\circ\text{C}$ . The schematic work plan for the production of polymer blend and composites are given in Figure 1.



**Figure 1.** Schematic illustration of the work flow for PP-POE blend, PP-GB and PP-POE-GB composites

## 2.2 Experimental Devices and Tests

The tensile test samples, see figure 2, used in this experimental study were produced using the injection molding technique according to the ASTM D638 standard. Tensile tests were carried out using the Zwick brand Z020 model 2-ton capacity tensile device at 10mm/min tensile speed, 50% humidity conditions, and room temperature. In the tensile tests, tensile strength, modulus of elasticity and % elongation at break values were determined. The tensile modulus of the slope of the curve in the elastic region of the stress-strain graph of the sample. Tangent  $\theta = E = \sigma / \epsilon$  E denotes tensile modulus,  $\sigma$  tensile strength and  $\epsilon$  strain in the formula. Izod notched impact tests of the samples, which were prepared to have dimensions of  $80 \times 10 \times 4 \text{ mm}^3$ , see figure 2, and prepared according to the ASTM D256 standard, were carried out in a Zwick brand impact tester. In the impact tests, impact strength was determined. The fracture surface microstructure examinations of the tensile test samples were carried out using a JEOL JSM-6060LV brand electron microscope. In the experiments, mechanical properties such as tensile strength, modulus of elasticity, % elongation at break, and impact strength were determined. All experiments were repeated at least three times and generally, the average arithmetic values were used.



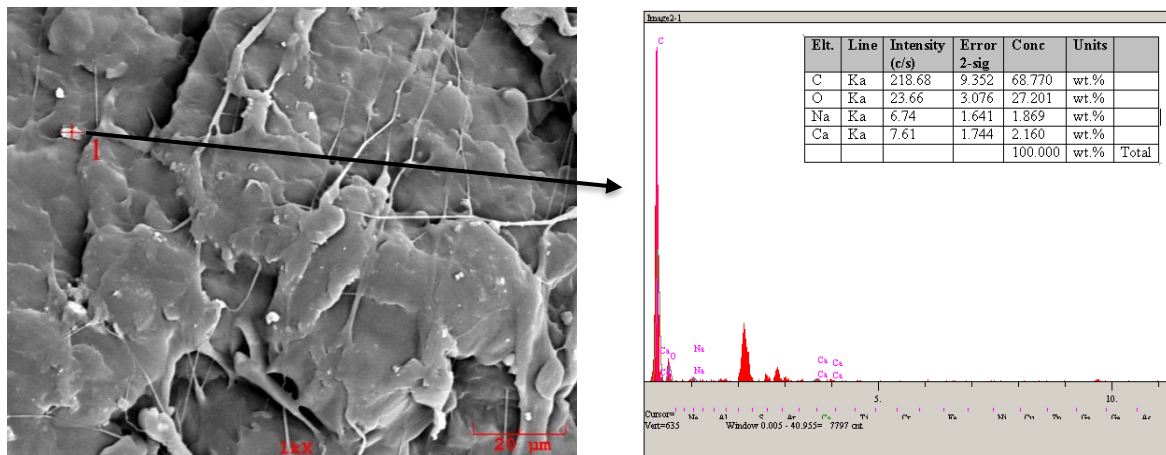
**Figure 2.** Pictures of tensile and impact test specimens used in experiments

## 3. RESULTS AND DISCUSSION

SEM images for the microstructure investigations of the fracture surfaces obtained after the tensile test for the Pure PP polymer and the 8% POE rubber filled, 8% glass bead filled, 8% glass bead, and 8% POE rubber filled PP composites used in the experiments were taken using an electron microscope. SEM images and EDS analyses of the test samples are given in Figure 3 (a-d). In Figure 3a, the SEM image of the pure polypropylene polymer is given on the left, and the EDS analysis is given on the right. EDS analysis was performed from a different-looking point (point 1) on the surface and it was observed that there was a C peak. This indicates that the matrix is pure PP. The SEM image of the PP+8POE composite is given in Figure 3b. Next to the figure, the result of the EDS analysis is given. Since the POE rubber added to the polypropylene polymer is organic, it was determined to be C present in the EDS analysis. In Figure 3c, the SEM image of the glass bead added PP polymer composite is given on the left, and the EDS analysis is given on the right. In the EDS analysis taken from the point marked with a number 1 on the SEM image, it was determined that the Silica was present. As is known, glass beads contain silica, aluminum oxide, calcium oxide, magnesium oxide,

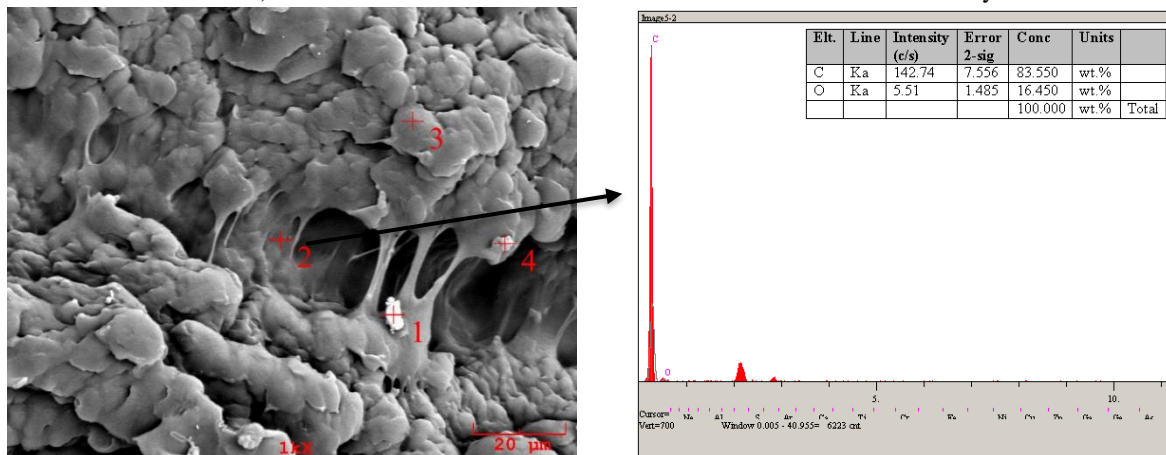


sodium oxide, and iron oxide (Purowski et al., 2012). The EDS analysis tables show the elements in the composition of the glass beads. The EDS analysis was performed from a different-looking point (point 1) on the surface and it was observed that there was a C peak. This indicates that the matrix is pure PP. In Figure 3d, the SEM image of the PP+8POE+8GB polymer composite is given on the left and the result of EDS analyses is given on the right. In the EDS analysis taken from points 2 and 5 on the image, it can be said that Si is abundant at point 2, which is due to the presence of the glass beads, and C is abundant at point 5, which is due to the presence of the polymer matrix or the POE rubber.



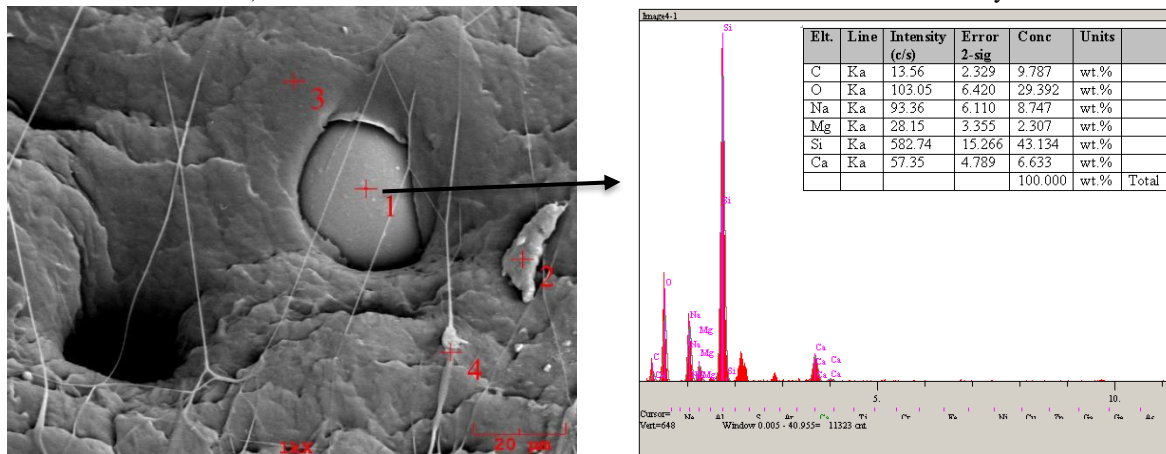
a) Pure PP

Pure PP EDS analysis



b) PP+8POE

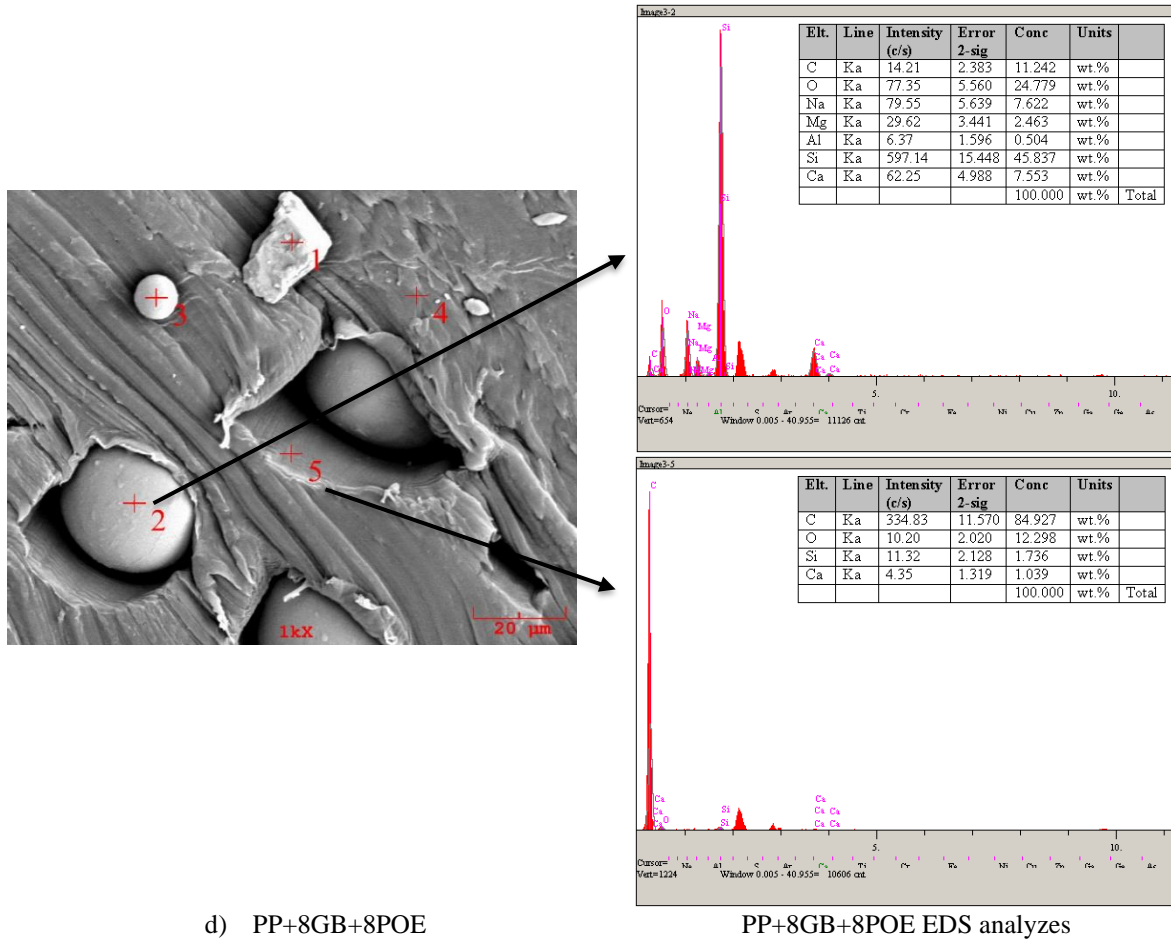
PP+8POE EDS analysis



c) PP+8GB

PP+8GB EDS analysis



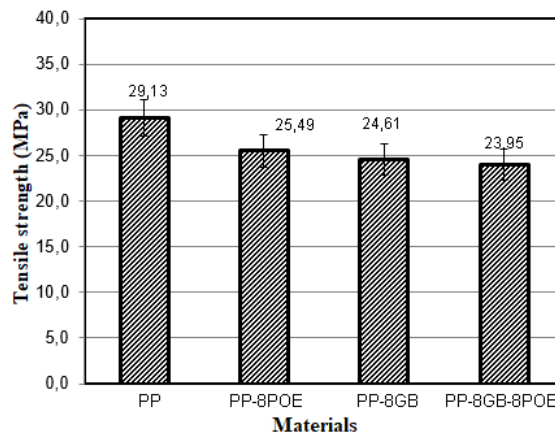


d) PP+8GB+8POE

PP+8GB+8POE EDS analyzes

**Figure 3.** Scanning electron microscopy images and EDS analyses of a) Pure PP, b) 8% POE rubber added PP composite, c) 8% glass bead added PP composite, and d) 8% glass bead and 8% POE rubber added PP composite

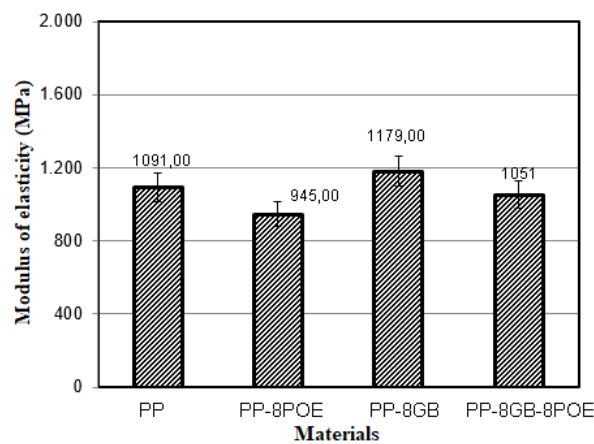
In Figure 4, the tensile strength changes of the pure PP, and the 8% glass bead filled PP, 8% rubber filled PP, and 8% glass bead and 8% rubber filled PP composites used in the experiments are given. As seen in the figure, the tensile strength values of the pure PP polymer, and the PP-8POE, PP-8GB, and PP-8GB-8POE composites were obtained as 29.13 MPa, 25.49 MPa, 24.61 MPa, and 23.95 MPa, respectively. When glass beads were added to pure PP at a ratio of 8% by weight, the tensile strength of the composite decreased by 15.5% relative to the pure PP. The reason for the decrease in tensile strength can be explained by the lack of a good interfacial bond between the glass bead and the PP polymer matrix (See Figure 8c).



**Figure 4.** Tensile strength values of pure PP and glass bead and POE rubber added PP composites

However, in a previous study by Yang et al., 2004, it was stated that the tensile strength of linear low-density polyethylene (LDPE) composites with glass bead additives increased by approximately 33% with the increase of glass beads ratio (0-10% by weight). Unal (2004) found that the tensile strength of the composite increased by approximately 12% when the glass beads were added at a rate of 10% by weight to the polyamide 6 polymer. When rubber was added to the pure PP polymer at a rate of 10% by weight, a 12.4% decrease was observed in the tensile strength relative to the pure PP polymer. Similar results were found in other studies (Liu and Qiu, 2013; Wang et al., 2019; Yu et al., 2019; Kim et al., 2020). When 8 wt.% POE was added to the PP polymer, the tensile strength of the blend was obtained as 25.49 MPa. A 12.49% reduction was observed when compared with the tensile strength of the pure PP polymer. This is because POE is softer and more elastic than pure PP polymer. The tensile strength of the PP composite that is 8% glass bead and 8% polyolefin rubber by weight also decreased by 17.7% relative to pure PP. The reason for the decrease in the tensile strength of the PP-8GB-8POE composite can be explained by the poor interfacial bond between the glass beads and polymer matrix and the presence of soft and flexible POE rubber.

The change in the modulus of elasticity of the pure PP polymer and the PP composites with 8% polyolefin rubber, 8% glass bead, 8% glass bead and 8% polyolefin rubber by weight are given in Figure 5.

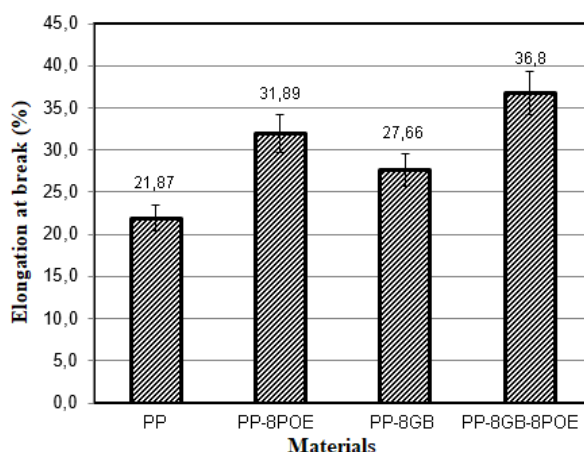


**Figure 5.** Modulus of elasticity values of pure PP and glass bead and polyolefin rubber added PP composites

The modulus of elasticity of the pure PP polymer, and the PP-8POE, PP-8GB and PP-8GB-8POE polymer composites were obtained as 1091 MPa, 945 MPa, 1179 MPa, and 1051 MPa, respectively. When rigid glass beads were added to the pure PP polymer main matrix at a rate of 8% by weight, the stiffness of the composite increased and the modulus of elasticity increased by approximately 8%. An increase in elastic modulus and a decrease in yield strength were observed with the increase of the glass bead ratio in the polypropylene main matrix (Kwok et al., 2003). The reason for this increase in stiffness is explained by the good interfacial bond between the polymer matrix and the glass bead additive. Similar results were observed in another study (Li et al., 2002) regarding the increase in the glass bead ratio and the increase in the elastic modulus of the composite. It was determined that the modulus of elasticity of the LLDPE composite increased by approximately 10% with the addition of glass fiber at a rate of 10% by weight. For a glass bead added PA6 polymer composite, the elastic modulus of the composite increased by approximately 13.6% with the addition of glass beads at a rate of 10% by weight (Unal, 2004). These results in the literature are similar to the results for the modulus of elasticity obtained from the experiments in this study and therefore

support this study. In fact, the increase in the modulus of elasticity has also been reported by other researchers (He and Jiang, 1993). The increase in the modulus of elasticity is due to stress concentrations occur around the additives in the form of particles added to the polymer main matrix. As the additive ratio in the matrix increases, these stress concentration regions coalesce and cause an increase in the modulus of elasticity. On the other hand, when softer polyolefin rubber was added to the pure PP polymer main matrix at a rate of 8% by weight, it was observed that the modulus of elasticity decreased relative to the pure PP. The reduction in modulus of elasticity was approximately 13.3%. Similar results are also found in previous studies (Wang et al., 2019; Yu et al., 2019; Kim et al., 2020). The elasticity modulus for the PP composite with 8% glass bead and 8% polyolefin rubber showed a decrease of 3.6% relative to pure PP. The modulus of elasticity of PP-8POE blend and PP-8GB composites were obtained as 945 MPa and 1179 MPa, respectively. The modulus of the elasticity of the PP-8POE-8GB composite was determined to be 1051 MPa. As expected, the obtained modulus of elasticity value was between the modulus of elasticity of PP-8POE blend and PP-8GB composites.

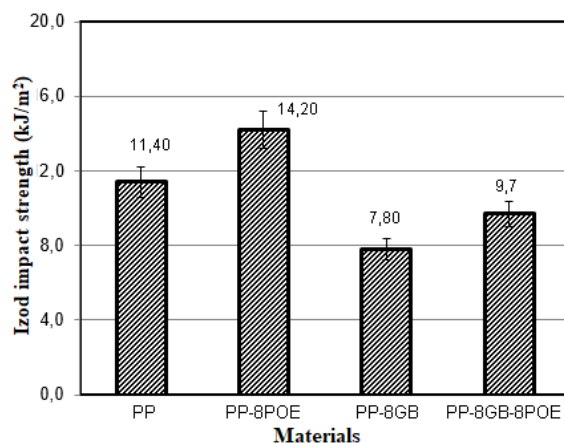
In Figure 6, the % elongation at break for the pure polypropylene, and the 8% glass bead added, 8% rubber added, and 8% glass bead and 8% polyolefin rubber added PP composites used in the experiments is given.



**Figure 6.** % elongation at break values of pure PP and glass bead and polyolefin rubber added PP composites

As seen in the figure, the % elongation at break of the pure PP polymer was determined to be 21.87%, while the % elongation at break of the PP-8POE polymer mixture was determined to be 31.89%. When polyolefin rubber was added to the polypropylene main matrix, the increase in elongation value was approximately 45.8% relative to pure PP. When glass beads were added to PP at a rate of 8% by weight, the % elongation at break increased by approximately 26.4% relative to pure PP. Similar results were found in the study by Wang et al. (2019). With the addition of POE to the PP polymer at a rate of 10% by weight, the elongation at the break of the mixture increased by 74%. The increase in % elongation at break obtained in the experiments was also observed in a previous study on linear low-density polyethylene and glass bead composites (Yang et al., 2004) and the elongation was classified as “not much change”. The % elongation at break of the PP-8GB-8POE polymer composite was determined to be 36.8%. Compared to the elongation value of the pure PP polymer, it showed a relative increase of about 68.2%.

The variation in the Izod impact strength values of the pure polypropylene polymer and the 8% glass bead added, 8% polyolefin rubber added, and 8% glass bead and 8% polyolefin rubber added PP composites are given in Figure 7.



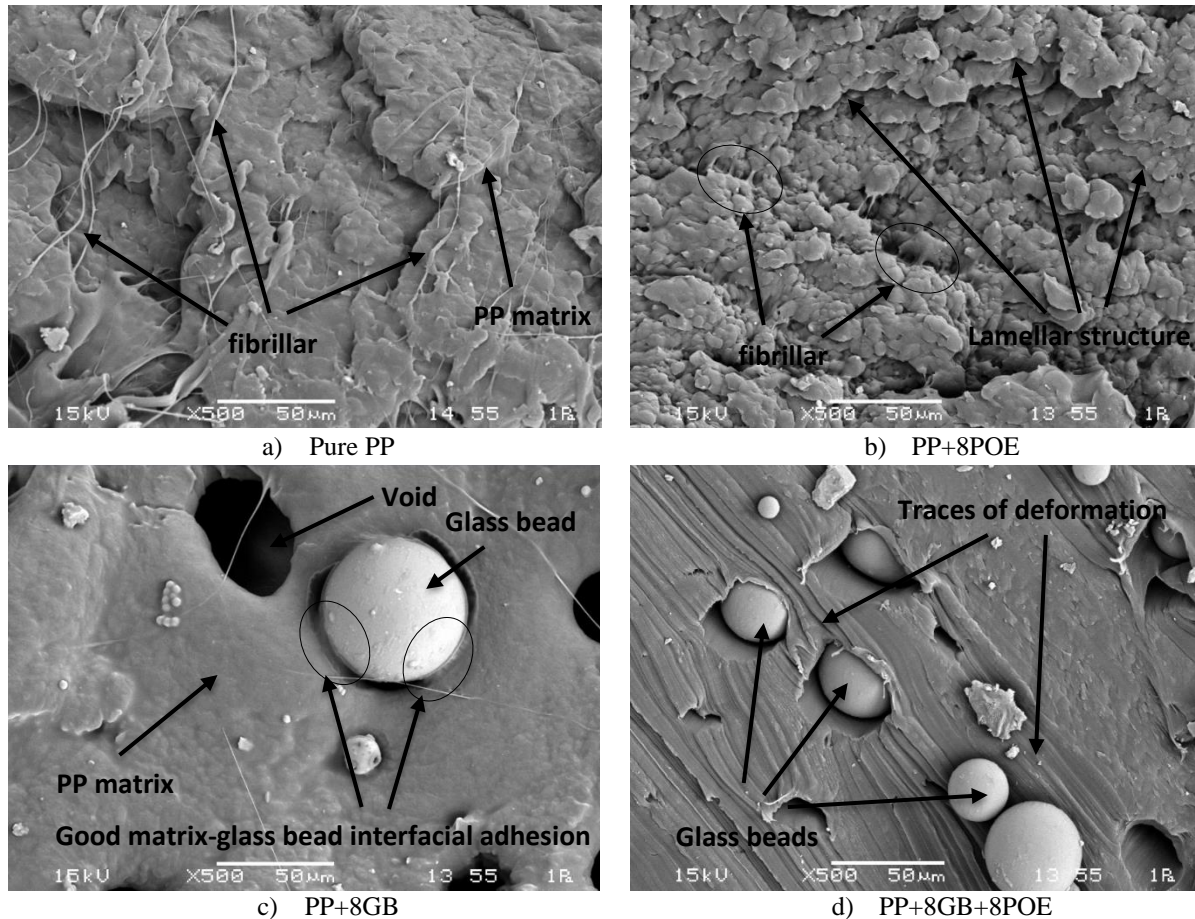
**Figure 7.** Izod impact strength values of pure PP and glass bead and polyolefin rubber added PP composites

As can be seen in the figure, the Izod impact strength of the pure PP polymer was 11.4 kJ/m<sup>2</sup>, while the toughness of the polymer mixture increased when polyolefin rubber was added to the pure PP at a rate of 8% by weight, with the impact strength of the rubber filled PP composite being 14.2 kJ/m<sup>2</sup>. In other words, relative to the impact strength of pure PP, the impact strength of the PP-8POE mixture showed an increase of about 24.5%. Similar results were obtained in previous studies in the literature (Wahit et al., 2009; Liu and Qiu, 2013; Wang et al., 2019; Mao et al., 2020; Kim et al., 2020). With the addition of the glass bead additive to the pure PP polymer, the stiffness of the composite increased relative to pure PP, and the impact strength decreased by about 31.5%. The results obtained in the experiments are in agreement with previous studies (Kwok et al., 2003; Liang, 2007a). Kwok et al. (2003) observed that the impact strength increased with the increase in the ratio of glass beads added to the polypropylene polymer and explained that the reason for this is because the interfacial bond between the polymer matrix and the glass bead additive is very strong. In other words, with the increase of the glass bead ratio, the toughness of the PP composite decreased, its stiffness increased and the impact resistance decreased. However, in a previous study by Liang et al. (2002) on linear low-density polyethylene and glass bead composites, a significant increase in impact strength was observed with increasing glass bead ratio. The glass bead added to the LLDPE structure at the rate of 5% by weight increased the impact strength of the composite by approximately 27%. He attributed this to the fact that the glass bead particle size plays an important role in the mechanical properties of the composite. Similar results were expressed in the previous study of glass bead added polypropylene composite material by Liang (2007). In fact, it was observed that the impact strength of the composite did not change much with the addition of 11 µm diameter glass beads at the rate of 5% by volume, while the impact strength of the composite decreased when larger diameter (70µm) glass beads were added. When glass beads were added at a rate of 10% by weight, it was determined that there was a slight increase in impact strength with the addition of glass beads of both diameters. Unal (2004) also stated that there was a decrease in the impact strength of the polyamide-6 polymer/glass bead composite relative to the pure polymer. It has been observed that the addition of glass beads at a rate of 10% by weight to the polyamide-6 main matrix reduces the impact strength of the composite by approximately 21%. The author claimed that additives added to the polymer main matrix make the movement of the polymer chains difficult, and this leads to bulk embrittlement. Wang et al. (2009) also found an 80% increase in impact strength with the addition of POE at a rate of 10% to the PP polymer. When polyolefin rubber was added to the PP-8GB composite at a rate of



8%, it was observed that the impact strength of the PP-8GB-8POE polymer composite increased by approximately 14.9%.

In Figure 8 (a-d) the microstructure images of the fractured surfaces of the pure PP polymer, and the 8% polyolefin rubber-added PP, 8% glass-bead-added PP and 8% glass-bead and 8% polyolefin rubber-added PP composites taken by the scanning electron microscope as a result of the tensile test are given.



**Figure 8.** Fracture surface images of a) Pure PP, b) PP+8 POE composite, c) PP+8GB composite, and d) PP+8POE+8GB composite obtained after the tensile test taken with a scanning electron microscope

In Figure 8a, the broken surface image of the pure PP polymer is given and finely deformed fibers can be seen on the surface. In Figure 8b, the fracture surface image of the PP+8POE polymer composite is given. The figure shows a lamellar and layered structure. This can be explained by strong interfacial adhesion and good compatibility between PP and POE during the deformation of the PP polymer. The POE elastomer added to the PP structure initiates the movement of the slip bands in the mixture, which acts as a stress concentration factor. There will be stress concentrations around the cracks that will likely occur as a result of slipping. However, the POE elastomer plays a role in reducing stress concentrations at the crack tips and increases the toughness of the mixture (see Figure 7). In Figure 8c, the fracture surface image of the PP+8GB polymer composite after the tensile test is given. As can be seen in Figure 8c, the glass bead is partially bonded to the composite. It can be observed that there is a gap around the glass bead, and at the same time, the polymer matrix and the glass bead appear to be well bonded. The fracture surface image of the PP+8POE+8GB polymer composite is given in Figure 8d. In Figure 8d, it can be observed that the glass beads in the composite

are not bonded to the matrix very well, and the traces formed can be explained by the fact that the POE rubber softens the matrix material and increases the deformation.

#### 4. CONCLUSION

The following results were obtained as a result of the mechanical and microstructural investigations of the pure PP polymer, and the PP+8POE, PP+8GB, and PP+8POE+8GB composites used in the experiments.

1. The glass bead additive added to the PP polymer decreased the tensile strength and impact strength of the composite while increasing the modulus of elasticity and % elongation. Compared to the pure PP polymer, the decrease in tensile strength was 15.5%, and the decrease in impact strength was 31.5%. On the other hand, the increase in the modulus of elasticity was 8% and the increase in the % elongation was 26% relative to the pure PP.
2. The addition of the POE rubber to the PP main matrix polymer leads to a decrease in the tensile strength and modulus of elasticity of the polymer and an increase in the impact strength and % elongation values. Compared to the pure PP polymer, the decrease in tensile strength and modulus of elasticity was 12.5% and 13.3%, respectively, while the increase in impact strength and elongation at break was 24.5% and 45.8%, respectively.
3. When both the POE rubber and glass bead additive were added to the main matrix, PP polymer, it was determined that the tensile strength, elastic modulus, and impact strength values decreased, while the % elongation at break values increased relative to the pure PP polymer. The decrease in tensile strength, modulus of elasticity, and impact strength were around 17%, 3.6%, and 14.9%, respectively, while the increase in the elongation at break was 68.2%. When the values obtained are compared with the values of the glass bead added PP composite, the tensile strength and modulus of elasticity of the PP+8POE+8GB composite showed a decrease of 2.68% and 10.8%, respectively, while the elongation at break and impact strength values showed an increase of 33% and 2.3%, respectively. When the values obtained are compared with the values of the POE elastomer added PP polymer, the tensile strength and impact strength of the PP-8POE-8GB composite showed a decrease of 6.0% and 31.6%, respectively, while the modulus of elasticity and the elongation at break values showed an increase of 11% and 15.3%, respectively.
4. In the microstructure images taken by scanning electron microscope, it was determined that the interfacial bond between the PP polymer matrix and the glass beads was not very strong, but the POE rubber and the PP matrix bonded well.

#### 5. CONFLICT OF INTEREST

Authors approve that to the best of their knowledge, there is not any conflict of interest or common interest with an institution/organization or a person that may affect the review process of the paper.

#### 6. AUTHOR CONTRIBUTION

Hüseyin ÜNAL conceptualization and original draft (lead); formal analysis of the research and Supervision, Şahan DEMİRTAŞ experiments, data collection and analysis, Kemal ERMİŞ Writing – Review & Editing, Investigation and interpretation of results.

## 7. REFERENCES

- Brillinger J. H., Banks S. A., Thermoplastic Elastomers for Flexible Body Components. SAE Transactions 85(4), 2340-2349, 1976.
- Cai J., Luo R., Lv R., He Y., Zhou D., H, W., Crystallization Kinetics of Ethylene-Co-Propylene Rubber/Isotactic Polypropylene Blend Investigated via Chip-Calorimeter Measurement. European Polymer Journal 96, 79-86, 2017.
- Carvalho G. B., Canevarolo S., Sousa J. A., Influence of Interfacial Interactions on The Mechanical Behavior of Hybrid Composites of Polypropylene / Short Glass Fibers / Hollow Glass Beads. Polymer Testing 85, 106418, 2020.
- Coran A.Y., Patel R.P., Thermoplastic Elastomers by Blending and Dynamic Vulcanization. In: Karger-Kocsis, J. (eds) Polypropylene Structure, blends and composites. Springer, Dordrecht.162-201, 1995.
- Cunha M. P., Grisa A. M. C., Klein J., Poletto M., Brandalise R. N., Preparation and Characterization of Hollow Glass Microspheres-Reinforced Poly (Acrylonitrile-Co-Butadiene-Co-Styrene) Composites. Materials Research 21(6), e20180201, 2018.
- Drobny J. G., Handbook of Thermoplastic Elastomers, William Andrew Inc., First Edition, pp.191-99, 2007.
- Fan Q., Zhang J., Wu Z., Yang S., Chen Y., Ying Lu, Zhang Q., Great Improvement of Low-Temperature Impact Resistance of Isotactic Polypropylene/Ethylene Propylene Diene Monomer Rubber Blends by Traces of Carbon Nanotubes and  $\beta$ -Nucleating Agents. Polymers for Advanced Technologies 31(3), 508-519, 2020.
- Farhang L., Bagheri R., Investigation of Toughening Micro-Mechanisms in Polypropylene/ Ethylene-Propylene-Diene Rubber Blends at Crack and Notch Tips. Materials Performance and Characterization 3(3), 469-488, 2014.
- Fasihi, M., Mansouri H., Effect of Rubber Interparticle Distance Distribution on Toughening Behavior of Thermoplastic Polyolefin Elastomer Toughened Polypropylene. Journal of Applied Polymer Science 133(40), 44068, 2016.
- He D., Jiang B. The Elastic Modulus of Filled Polymer Composites. Journal of Applied Polymer Science 49(4), 617-621, 1993.
- Hu S., Hou Y., Wang X., Zhang L., Zhu Y., Research Progress of Rubber and Elastomer Toughening Modified PP. Hecheng Shuzhi Ji Suliao/China Synthetic Resin and Plastics 36(5),104-109, 2019.
- Jang B. Z., Uhlmann D. R., Vander Sande J. B., Rubber-toughening in Polypropylene. Journal of Applied Polymer Science 30(6), 2485-2504, 1985.
- Kim S. Y., Ha J. U., Shin D., Jung W., Lee P. C., Mechanical Properties and Morphology of Polyamide/Polypropylene Blends. Elastomers and Composites 55(1), 1-5, 2020.
- Kwok K. W., Gao Z. M., Choy C. L., Zhu X. G., Stiffness and toughness of Polypropylene/Glass Bead Composites. Polymer Composites 24(1), 53-59, 2003.
- Lendvai L., A Novel Preparation Method of Polypropylene/Natural Rubber Blends with Improved Toughness. Polymer International 70(3), 298-307, 2021.
- Li Y., Wei G. X., Sue H. J., Morphology and toughening mechanisms in clay-modified styrene-butadiene-styrene rubber-toughened polypropylene. Journal of Materials Science 37(12), 2447-2459, 2002.

- Li F., Gao Y., Zhang Y., Jiang W., Design of High Impact Thermal Plastic Polymer Composites with Balanced Toughness and Rigidity: Toughening with One Phase Modifier. *Polymer* 191, 122237, 2020.
- Liang J. Z., Impact Fracture Toughness of Hollow Glass Bead-Filled Polypropylene Composites. *Journal of Materials Science* 42(3), 841-846, 2007a.
- Liang J. Z., Li R. K. Y., Mechanical Properties and Morphology of Glass Bead-Filled Polypropylene Composites. *Polymer Composites* 19(6), 698-703, 1998.
- Liang J. Z., Li R. K. Y., Rubber Toughening in Polypropylene: A Review. *Journal of Applied Polymer Science* 77(2), 409-417, 2000.
- Liang J. Z., Tensile and Flexural Properties of Hollow Glass Bead-Filled ABS Composites. *Journal of Elastomers and Plastics* 37(4), 361-370, 2005.
- Liang J. Z., Tensile Properties of Hollow Glass Bead-Filled Polypropylene Composites. *Journal of Applied Polymer Science* 104(3), 1697-1701, 2007b.
- Liang J. Z., Wu C. B., Effects of the Glass Bead Content and the surface treatment on the Mechanical Properties of Polypropylene Composites. *Journal of Applied Polymer Science* 123(5), 3054-3063, 2012.
- Lim J. W., Hassan A., Rahmat A. R., Wahit M. U., Phase Morphology and Mechanical Properties of Rubber-Toughened Polypropylene Nanocomposites: Effect of Elastomer Polarity. *Polymer - Plastics Technology and Engineering* 47(4), 411-419, 2008.
- Lim J. W., Hassan A., Rahmat A. R., Wahit M. U., Rubber-Toughened Polypropylene Nanocomposite: Effect of Polyethylene Octene Copolymer on Mechanical Properties and Phase Morphology. *Journal of Applied Polymer Science* 99(6), 3441-3450, 2006.
- Liu G., Qiu G., Study on the Mechanical and Morphological Properties of Toughened Polypropylene Blends for Automobile Bumpers. *Polymer Bulletin* 70(3), 849-857, 2013.
- Lotti C., Correa C. A., Canevarolo S. V., Mechanical and Morphological Characterization of Polypropylene Toughened with Olefinic Elastomer. *Materials Research* 3(2), 37-44, 2000.
- Mao H., Cheng Y., Guo W., Meng Z., Wei W., Hua L., Yang Q., Effect of POE on Mechanical Properties and Cellular Structure of PP/Nano-CaCO<sub>3</sub>composites in IMD/MIM Process. *Materials Research Express* 7(9), 095308, 2020.
- Müller M., Mechanical Properties of Resin Reinforced with Glass Beads. *Agronomy Research* 15(S1), 1107-1118, 2017.
- Purowski T., Dzierzanowski P., Bulska E., Wagner B., Nowak A., A study of glass beads from the Hallstatt C–D from southwestern Poland: implications for glass technology and provenance. *Archaeometry* 54(1), 44-166, 2012.
- Shi L., Xiao J. M. The Toughening Mechanism of Rubber Particles in Polypropylene Composite. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 164, 012027, 2017.
- Tang C. Y., Liang J. Z., Yung K. C., Li R. K. Y., Tjong S. C., Mechanical Properties of Glass Beads Filled Polypropylene Composites. *Key Engineering Materials* 149, 823-828, 1998.
- Tjong S. C., Xu S. A., Ternary Polymer Composites: PA6,6/maleated SEBS/Glass Beads. *Journal of Applied Polymer Science* 81(13), 3231-3237, 2001.
- Unal H., Morphology and Mechanical Properties of Composites based on Polyamide 6 and Mineral Additives. *Materials & Design* 25(6), 483-487, 2004.
- Wahit M. U., Hassan A., Mohd Ishak Z. A., Czigany T., Ethylene-Octene Copolymer (POE) Toughened Polyamide 6/Polypropylene Nanocomposites: Effect of POE Maleation. *Express Polymer Letters* 3(5), 309-319, 2009.



- Wang X., Hu S., Guo Y., Li G., Xu R. Toughened High-Flow Polypropylene with Polyolefin-Based Elastomers. *Polymers* 11(12), 1-16, 2019.
- Whiteley K. S., Heggs T. G., Koch H., Mawer R. L., Immel W., Polyolefins. *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. A21\_487, 2000.
- Wu J. H., Chen C. W., Wu Y. T., Wu G. T., Kuo M. C., Tsai Y., Mechanical Properties, Morphology, and Crystallization Behavior of Polypropylene/Elastomer/Talc Composites. *Polymer Composites* 36(1), 69-77, 2015.
- Yang W., Shi W., Li Z. M., Xie B. H., Feng J. M., Yang M. B., Mechanical Properties of Glass Bead-filled Linear Low-Density Polyethylene. *Journal of Elastomers and Plastics* 36(3), 251-265, 2004.

---

**Araştırma Makalesi / Research Article**

---

**Techno-Economic Analysis of A Lead-Acid Battery-Supported Fuel Cell for A Stand-Alone Residential House in Turkey**

Muzaffer AKTAŞ<sup>1</sup>, Rasim DOĞAN<sup>2\*</sup>

<sup>1</sup> R&D Department of TPAO, Ankara, Turkey,

ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-7444-3512>, muzaffer2580@gmail.com

<sup>2</sup> Afyon Kocatepe University, Faculty of Engineering, Department of Electrical Engineering, Afyonkarahisar, Turkey,

ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0003-2122-9528>, rsmdgn@gmail.com

**Geliş/ Received:** 16.03.2022;

**Kabul / Accepted:** 12.05.2022

**ABSTRACT:** The penetration rate of renewable energy sources is increasing day by day. However, most depend on the weather conditions such as solar, wind, precipitation, etc. This dependency also creates reliability problems for stand-alone systems. Fuel cells are essential solutions to overcome these issues since they need hydrogen to produce electrical energy, one renewable energy source that does not depend on weather conditions. In this research, an end-user profile, isolated from the grid and provides its energy by using a battery-backed PEM fuel cell, has been technically investigated in the simulation environment within the scope of the scenarios created. So, the systems intended to be implemented in reality have been transferred to the simulation environment. During the operation, to prevent deep discharge and overcharge of the battery pack, the fuel cell is kept in operation between a minimum of 40% and a maximum 90% State of Charge (SoC). Based on this system, initial investment, operation, and maintenance costs for a battery-backed fuel cell supply system are calculated and presented. The battery-supported fuel cell system is 46% expensive for lower consumption cases and 63% more expensive for higher consumption cases than grid prices.

**Keywords:** Cost-benefit analysis, Fuel cell, Residential application, Stand-alone system.

---

\*Sorumlu yazar / Corresponding author: rsmdgn@gmail.com

Bu makaleye atıf yapmak için / To cite this article

Aktaş, M., Doğan, R. (2022). Techno-Economic Analysis of a Lead-Acid Battery Supported Fuel Cell for Isolated Residential House in Turkey. Journal of Materials and Mechatronics: A (JournalMM), 3(1), 106-116.

## 1. INTRODUCTION

The penetration of renewable energy sources in the power grid increases day by day because of the depletion of fossil fuels, the awareness of climate change, and increased energy prices. However, most renewable energy sources provide power depending on natural events such as rain, wind, solar radiation, etc., and this limits end-users (Buonomano et al., 2018). Therefore, with their structure independent of natural events, fuel cells have become one of the solutions.

Fuel cells are electrochemical devices that generate electricity, heat, and water using hydrogen and oxygen (O'Hayre et al., 2016). In other words, fuel cells can be used wherever hydrogen can be supplied, regardless of geographical location and natural events. Although there are different types, the most suitable type that can be used for a smaller residential application is Polymer Electrolyte Membrane (PEM). In addition, the produced heat and water can also be used in cogeneration to increase efficiency (Li et al., 2020; Ronaszegi et al., 2020). These fuel cells have the main advantages such as high efficiency in electricity generation, noiseless operation compared to fossil fuel generators, and not producing environmentally harmful chemical wastes (Dorer et al., 2005).

One of the methods to produce hydrogen is electrolysis, and this process requires high power. The electrolysis system could be fed by the power obtained from solar panels (Ghenai et al., 2020). Then, produced hydrogen is stored in a tank and used to obtain electrical energy (Shah et al., 2011; Uzunoğlu et al., 2009). Therefore, fuel cells are generally included in hybrid structures, and they are used as auxiliary power for solar and wind energy. The reason is to get benefit from the fuel cell during the hours when the sun or wind is insufficient (Patterson et al., 2015). In a similar study, a microgrid model also consists of solar panels, fuel cells, and batteries; however, this type of hybrid operation's most challenging part is controlling since the dynamic structure of both the source and demand (Swarnakar et al., 2019). On the other hand, such systems have an opportunity to create a self-sufficient energy cycle if well-designed (Lokar and Virtic, 2020). Besides residential, this could apply to the commercial end-users. (Tribioli and Cozzolino, 2020).

Fuel cells cannot directly produce the voltage level required by the loads at their output, and therefore they need converters (Doğan and Karaarslan, 2017a). In addition, it must be ensured that they can give a stable output with control circuits since they have dynamic structures (Doğan and Karaarslan, 2017b; Özkara et al., 2017). Thus, the technical capacity of such a system is essential to stability and continuity.

Grid isolated electrical energy systems are designed in different sizes and analyzed with their investment costs. Therefore, the economic analysis should be evaluated to decide on a cost-effective source. So, the study presents the technical analysis of a battery-supported fuel cell stand-alone system with the help of Matlab Simulink simulations. Also, the initial investment, operating, and maintenance cost of the system are determined for a residential house. The results are interpreted technically and economically.

The flow of the article is as follows; The first part includes a literature summary. The materials to be used in the study are explained in the second part. The results of the experiments are given and discussed in the third part. The conclusions drawn from the article are mentioned in the last part.

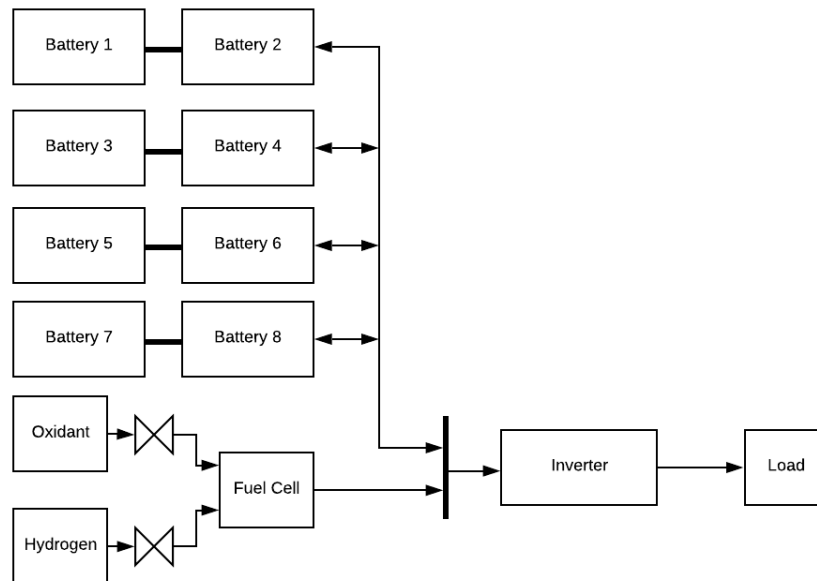
## 2. MATERIALS AND METHODS

The study consists of two subsections; technical and economic analysis of a residential house planned to be fed with a battery-supported fuel cell. First, technical analysis is performed via

simulations to demonstrate the effectiveness of the system. Second, the cost of the system is calculated to understand the system's feasibility.

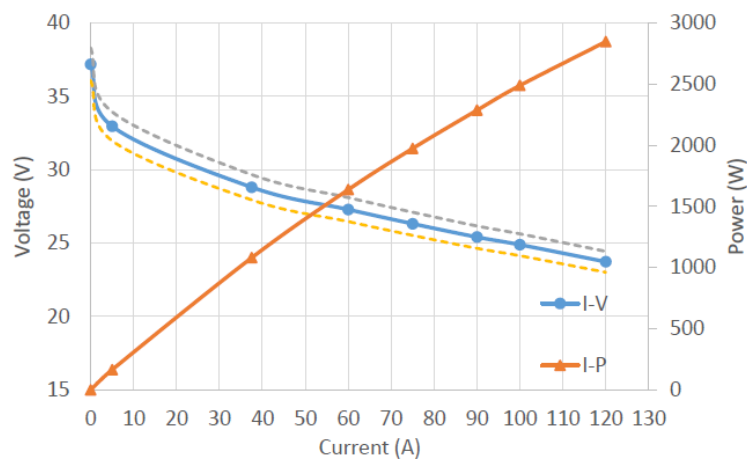
## 2.1 Technical Analysis

The system is presented in Figure 1. The circuit consists of one fuel cell, one inverter, eight 12V-42Ah lead-acid type batteries, and one hydrogen and oxidant. All these are transferred to the simulation environment and performed at Matlab Simulink. Four sets of 24V-42Ah (2 pieces of serial batteries) lead-acid type batteries are connected in parallel to the fuel cell. Thus, a 24 V low voltage busbar is obtained. Also, only batteries can send and receive energy and are represented with a double-sided arrow in the circuit.



**Figure 1.** Battery-supported fuel cell system schematic

DuraPEM brand W240 model fuel cell is used as a primary energy supplier, and the fuel cell block is configured with actual specifications in the simulation environment. The nominal power of the fuel cell is given as 2.4 kW. However, it can produce power for a short time above its nominal power (Figure 2). The fuel cell needs hydrogen and oxidant as a source. A 50 L industrial tank supplies hydrogen, and a centrifugal fan supplies the oxidant.



**Figure 2.** DuraPEM W240 current, voltage, and power graph (APFCT, 2016)

As seen in Figure 2, the fuel cell can supply a low DC voltage, which is inversely proportional to the amount of current drawn by the system. Then, an inverter with an input voltage of 24 V is connected to the fuel cell, and 220 Vrms is produced. Therefore, a Mervesan brand inverter with 24 V input nominal voltage and 3 kW output nominal power is selected to convert DC into AC. This inverter has an internal DC-DC chopper circuit and increases the voltage to 250 V DC. Then, it inverts the DC into positive and negative square waves (modified sinus). So, this process is simulated with the same output.

Vacuum cleaner, halogen light, laptop charger, heater, oven, and monitor are selected as possible residential loads, and they are presented in Table 1 with their nominal power values. They have different electrical characteristics. For example, resistive such as a heater and inductive like a vacuum cleaner. In addition to these, there are loads fed with power electronic circuits such as monitors (Akarşlan ve Doğan, 2020). All of these loads operate with 220 Vrms nominal voltage.

**Table 1.** Possible residential loads

Load	Nominal power [W]
Halogen light	40
Vacuum cleaner	400
Laptop charger	65
Monitor	25
Oven	2000
Heater	1000

As aforementioned above, the fuel cell can provide 2.4 kW nominal power, the inverter can supply 3 kW nominal power, and the battery block has a total energy limit of 4 kWh. When these situations are considered in combination, the demand power should not exceed 3 kW, which may result in failing the inverter. In addition, if the demand is between 2.4 kW and 3 kW, the power flow can continue with the battery support for a limited time. Therefore, there will be a risk of deep discharge of the battery and deformations in the fuel cell. Thus, the demand factor should be below 68%, 2.4 kW, represented by combinations presented in Table 2.

**Table 2.** Load configuration for different power levels

Load configuration	Load Status	Demand Power [W]	Demand Factor[%]
Halogen Light-Laptop charger-Monitor	Low	130	3.6
Halogen Light-Vacuum Cleaner-Heater	Mid	1440	40.7
Halogen Light- Laptop Charger-Monitor-Oven	High	2130	60.3

Since the battery block is used in the circuit, the fuel cell is not affected by the instantaneous change in the desired load current. Here, the circuit, first, feeds the loads over the battery, and when the battery state of charge (SoC) drops below 40%, the fuel cell is activated. Then, batteries start to charge, and the load is fed. In addition, system efficiency is increased by ensuring that the energy produced is used at the highest level. Afterward, the fuel cell is deactivated when the battery SoC level reaches 90%. Thus, batteries are protected from overcharging, and the fuel cell is operated at the maximum level. The battery-supported fuel cell system algorithm is represented in Figure 3.

## 2.2 Cost Analysis

There is a trade-off between renewable energy sources, and one of the determining factors is the overall cost of the system. For example, solar energy has higher initial investment costs and lower

operating and maintenance costs. However, diesel generators have lower initial investment costs and higher operating and maintenance costs. Thus, the cost is analyzed under three separate sections: initial investment, operating, and maintenance costs.

The initial investment includes amounts incurred before the investment starts operating, which can cause mistakes in understanding the overall cost of the system. In general, the initial investment costs in energy systems are high, and it also depends on the size and type of the system. The primary considerations in operating costs are consumables, and the only consumable used here is hydrogen. To understand the operating costs, the cost required for 1 kWh energy production needs to be determined. Therefore, it is necessary to calculate how many hours the tank that supplies hydrogen to the fuel cell can output hydrogen gas at 0.35 bar level, producing the maximum power. The tank contains 50 L of hydrogen gas, and the volume of this gas is 8.88 m<sup>3</sup>. Its total pressure is 250 bar. The hydrogen gas pressure consumed during fuel cell use should be 5 psi (0.35 bar). The time required for the tank to fully empty at this adjusted pressure level is calculated with the help of Equation 1 and Equation 2. First, the gas flow rate at the tube outlet was calculated with the Weymouth Formula (Amani et al., 2016).

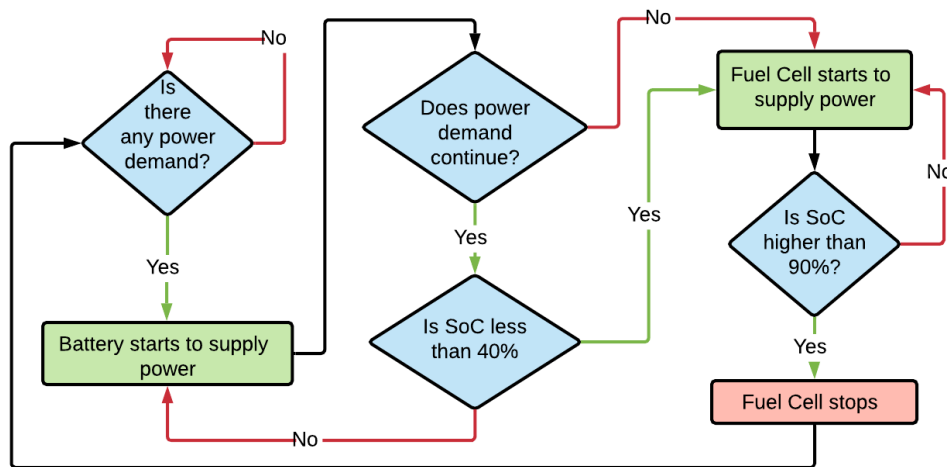


Figure 3. Battery-supported fuel cell system algorithm

$$Q = 2.61 * 10^{-8} * D^{2.667} * \sqrt{\frac{(P_1^2 - P_2^2)}{S * L} * \frac{288}{T}} \quad (1)$$

In this equation,  $Q$  is the flow rate (m<sup>3</sup>/h),  $D$  pipe inner diameter (mm),  $L$  pipe length (km),  $P_1$  and  $P_2$  inlet and outlet pressure (Pa),  $S$  hydrogen gas density (kg/Nm<sup>3</sup>), and  $T$  temperature (K). As a result,  $Q = 8.074$  m<sup>3</sup>/hour is calculated when the inner pipe diameter is 6 mm, the pipe length is 0.002 km, the inlet gas pressure is 35 000 Pa, the outlet gas pressure is 0 Pa, the hydrogen gas density is 0.089 kg/Nm<sup>3</sup>, and the temperature is 20 K.

In Equation 2, the volume of the gas under 250 bar in the tube at normal ambient pressure is calculated.

$$P_{tube} * V_{tube} = P_{air} * V_{air} \quad (2)$$

Here,  $P_{tube}$  is given 250 bar,  $V_{tube}$  as 8.88 m<sup>3</sup>, and  $P_{air}$  as 1.01325 bar. It was calculated that the hydrogen gas in the tube occupies a volume of 2,191 m<sup>3</sup> in the open air. As a result, this tank needs 271.3 hours to empty.

Maintenance expenses are the costs that do not appear at first and are encountered after a while. Because they emerge under different times and conditions, they are usually calculated over their life cycles.

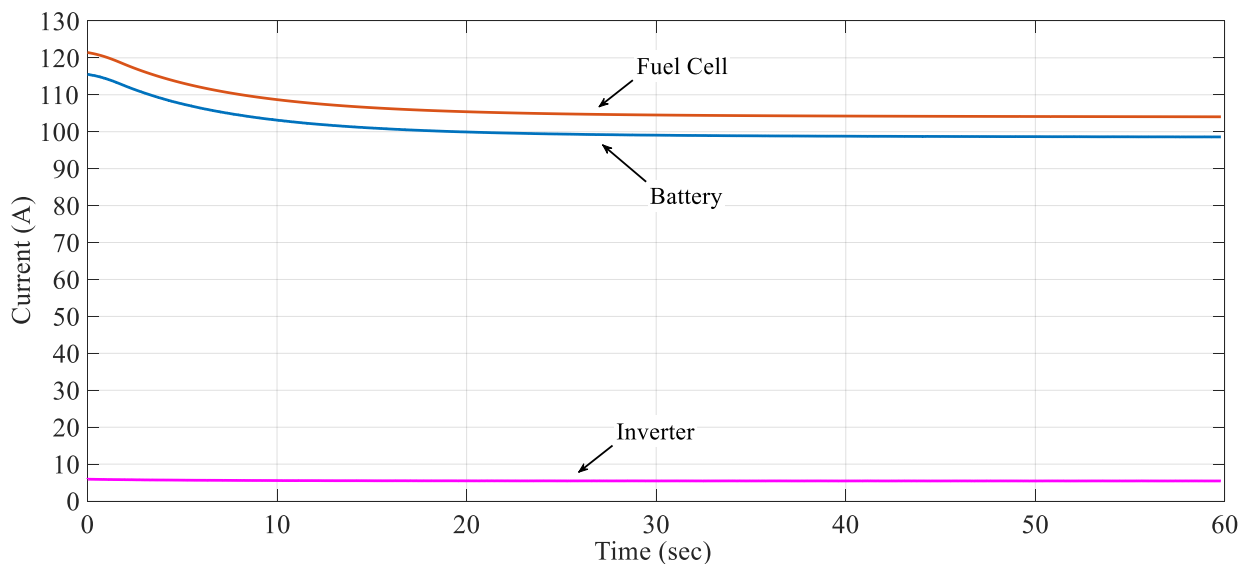
### 3. RESULT AND DISCUSSION

To evaluate the battery-backed fuel cell system, analyses are conducted in two stages. First, the effectiveness of the system in low, mid, and high-power consumption cases is investigated. Then, the overall cost of the system is determined.

#### 3.1 Simulation Results

Low, mid, and high-power demand cases are described in Table 2. During simulations, it is assumed that all loads are running simultaneously. So, the demand power is 130, 1440, and 2130 W, respectively. Figure 4, 5, and 6 show the 60-second simulation result of fuel cell current, battery charging current, and inverter input current when the SoC level drops 40% for each case. At that moment, the fuel cell is activated, and the batteries transform to charging mode. It ensures that the efficiency obtained from the fuel cell is maximized.

Figure 4 presents the low-power demand case current waveforms. The average charging current is noted as 100 A. It indicates that batteries are charged faster than the other load cases since the charging current is the maximum for the battery group. In this case, the fuel cell operates shorter than in the other cases.



**Figure 4.** Low-power load case currents

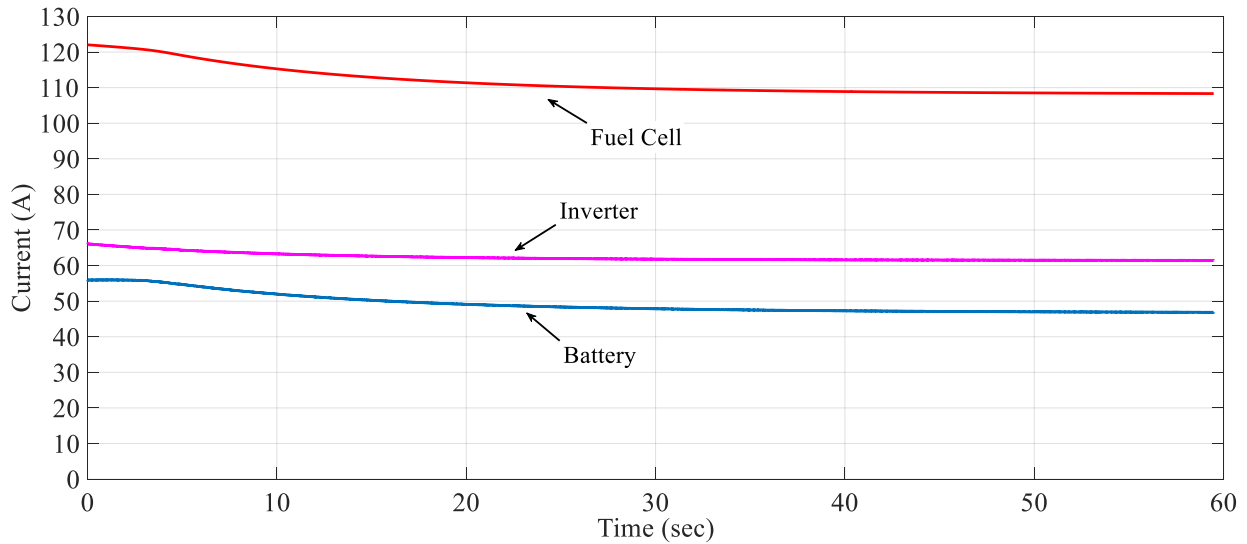


Figure 5. Mid-power load case currents

Figure 5 shows the mid-power demand case current waveforms. For this case, the higher portion of the produced energy by the fuel cell is transferred to the inverter since the demand increased more than ten times in comparison to the low-power case. The rest of the energy is delivered to batteries, and the average charging current is noted as 47 A.

The worst case is presented in Figure 6. In this case, the inverter current reaches the highest level. When the fuel cell is active, the average charging current is around 20 A. Therefore, batteries have the longest charging and the shortest discharging time. Even in the worst-case scenario, the simulation results show that it can operate and stay stable as a stand-alone system when such a system is installed.

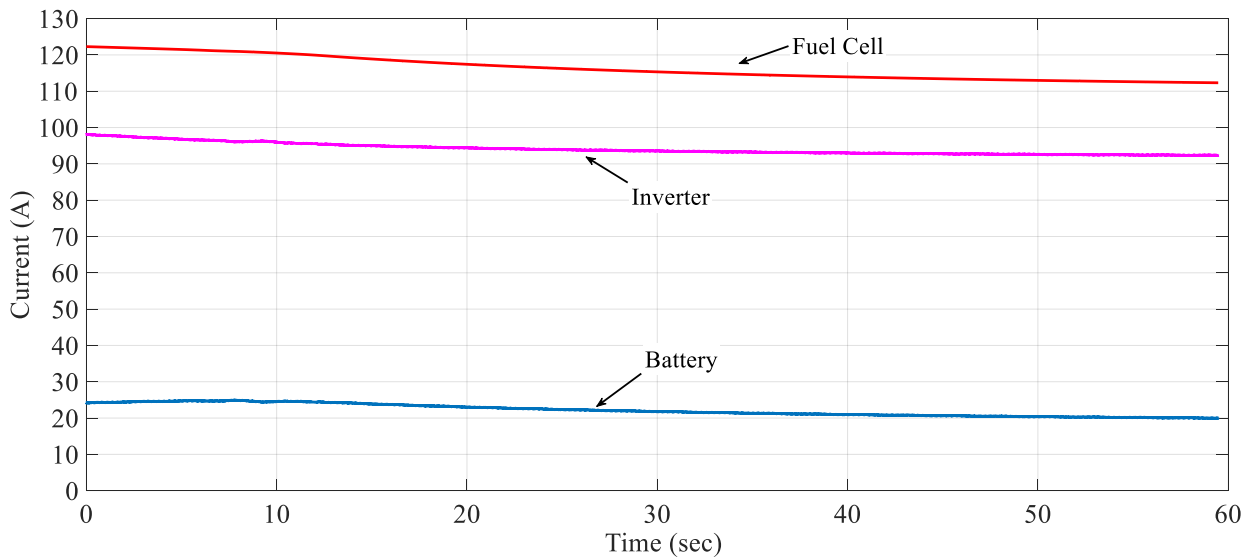


Figure 6. High-power load case currents

### 3.2 Cost Analysis

First, the initial investment cost of the system is investigated. The list of materials to be used in the system and their costs are presented in Table 3. The fuel cell constitutes 84% of the installation cost, the most expensive component. The reason behind this is the fuel cell manufacturing process.



However, efforts are currently being made to develop it and reduce its costs (Nielsen et al., 2019). Therefore, the prices mentioned here are expected to lower over time.

**Table 3.** The initial cost for materials

Materials	Quantity	Cost (₺)
PEM Fuel Cell	1 piece	60,000
3000W Invertör	1 piece	5,000
12V 42Ah Lead-Acid Battery	8 pieces	3,200
Hydrogen Tank 50L	1 piece	2,000
Miscellaneous Components	1 set	1,000
<b>Total</b>		<b>71,200</b>

Second, the operating cost of the system is calculated. For this cost, the consumables have to be considered. Since the only consumable is hydrogen, the operating cost equals the consumption of hydrogen per kWh. Remember that it takes 271.3 hours to empty a hydrogen tank. Hence, the operating cost of the one-hour operation of the system is calculated by Equation 3.

$$M_h = \frac{P_{tank}}{271.3} [\text{₺/h}] \quad (3)$$

where  $M_h$  represents the hourly operating cost, and  $P_{tank}$  represents the refilling charge of the hydrogen tank. The cost of refilling a hydrogen tank is 500₺ (November-2021). Based on this information, the cost of hydrogen consumed by the fuel cell during its operation is calculated as 1.843 ₺/h. After calculating the unit cost of hydrogen gas, the operating costs of each demand should be calculated. At this calculation, the demand factor for each is assumed to be 0.5. In other words, loads are assumed to be fully operated 12 hours a day. So, the total energy consumption is calculated using Equation 4.

$$E = P * h \quad (4)$$

where  $E$  represents the energy in kWh,  $P$  represents the consumption power in kW, and  $h$  is the consumption in hours. The amount of energy is calculated as 46.8, 478.8, and 766.8 kWh for low, mid, and high demand cases, respectively. Assuming that the fuel cell operates at full capacity, the total operating time and total operating cost are calculated using Equations 5 and 6, respectively.

$$T_{cs} = \frac{E}{P_{FC}} \quad (5)$$

$$T_{im} = T_{cs} * M_h \quad (6)$$

where  $T_{cs}$  is the total operating time in hours,  $T_{im}$  is the total operating cost in ₺, and  $P_{FC}$  is the nominal power of the fuel cell in kW.  $T_{cs}$  is calculated as 19.5, 199.5, and 319.5 hours for low, mid, and high demand cases. Based on calculated  $T_{cs}$  values,  $T_{im}$  is calculated as 35.94, 367.67, and 588.83 ₺ for low, mid, and high demand cases. All calculations are presented in Table 4.

**Table 4.** Cost analysis for different demand conditions

Demand	Total Operation Time	Total Energy Consumption	Total Operational Cost
	[h]	[kWh]	[₺]
Low	19.5	46.8	35.94
Mid	199.5	478.8	367.67
Large	319.5	766.8	588.83

Last, the maintenance cost for the system is considered. Maintenance costs should be calculated only for the battery, inverter, and fuel cell. However, a maintenance fee has not been determined for batteries since lead-acid batteries are maintenance-free. In addition, the inverter used does not require maintenance as long as it is not exposed to excessive current stresses. There are fuses inside for self-protection in case of malfunctions. In such a malfunction, these fuses may need to be replaced. Since their cost is meager, they are not included in the maintenance costs. Maintenance costs can only be calculated for the fuel cell due to the membranes. The membranes lose their life cycle after a certain period recommended in the user manual. It is reported as 3500 hours for the DuraPemW240 model fuel cell. After, they must be replaced. Anion Exchange Membrane (AEM) with a length of 20x15 cm must be used for its renewal, and 40 of these membranes are required. The price of each is 400₺ and a total of 16000₺.

### 3.3 Comparison with The Grid Price

As of March 1, 2022, with the transition to the efficiency-oriented cascaded tariff in Turkey, the final price for consumption amounts to 240 kWh per month for residential customers is 1.25 ₺/kWh, and 1.89 ₺/kWh for monthly consumptions above 240 kWh will be applied. Considering the updated tariff, both costs are compared based on consumption, and the results are presented in Table 5.

Table 5 indicates that a battery-supported fuel cell is 46-63% more expensive for a location that can feed over the grid. However, it should be noted here that this study is carried out for a house located in a place where there is no grid, such as a chalet or a vineyard house. Bringing the distribution network here is either impossible or not cost-effective. Therefore, it is unfavorable. Considering such situations, it can be concluded that the fuel cell provides excellent advantages for the reliability of the system.

**Table 5.** Comparison of battery-supported fuel cell vs. grid

	Battery-supported fuel cell				Grid cost [₺]
	Total consumption [kWh]	Total operating cost [₺]	Total maintenance cost [₺]	Total cost [₺]	
Low	46.8	35.94	88.92	124.86	58.5
Mid	478.8	367.7	909.72	1277.39	751.33
High	766.8	588.83	1456.92	2045.75	1295.6

## 4. CONCLUSION

Within the scope of this study, computer simulations are performed to demonstrate the effectiveness of the system, and the costs are calculated. The primary aim of this work is to reveal the economic status of such a system.

Simulations prove that a residential consumption of 2.13 kW (high power demand situation) can be supplied by a battery-supported fuel cell and inverter system. With the algorithm applied in the study, firstly, the system is fed via the battery. Then, the fuel cell, which is operated at full

capacity, is activated. In this case, the maximum power produced by the fuel cell can be used. Otherwise, the total energy obtained from the fuel cell would have decreased before maintenance. Thus, the situation would increase the cost per generated energy and naturally increase overall costs.

The cost analysis includes initial investment, operation, and maintenance costs. The initial investment cost of such a system is calculated as 71200 ₺. In addition, operating cost is determined as 0.768 ₺ per kWh. Finally, the maintenance cost is calculated. However, the most important criterion that will determine the maintenance cost is the life cycle of the fuel cell, and it has a life cycle that varies according to usage conditions. Based on the life cycle specified in the catalog, there will be a maintenance cost of 16000 ₺ after every 3500 hours of operation, which means an additional cost of 1.9 ₺ per kWh. The battery-supported fuel cell system is 46% more expensive for lower consumption and 63% more expensive for higher consumption cases at the grid price comparison.

As a result, although the natural events required to obtain electricity from renewable energy sources from solar and wind occur in an irregular structure, they are predictable with some parameters (Sarı et al., 2021). However, they cannot be considered a power supply available at the time of need. Although the fuel cell stands out in the search for a renewable energy source independent of natural events, the need for hydrogen as a fuel is one of the most important disadvantages. However, diesel or gasoline generators planned to be used in such cases also need fuels. In addition, there are disadvantages such as very noisy structures and frequent maintenance. Review all, fuel cells stand out because they operate silently and do not require frequent maintenance. In addition, although their initial investment costs are higher than other generators, they are preferred in terms of comfort. Considering that fuel cell prices will decrease with the advancing manufacturing process, it is clear that it will be a significant energy source in the coming years.

Future studies may be towards finding alternative components to reduce the difference between the fuel cell and grid generation regarding electricity cost.

## **5. CONFLICT OF INTEREST**

Authors approves that to the best of their knowledge, there is not any conflict of interest or common interest with an institution/organization or a person that may affect the review process of the paper.

## **6. AUTHOR CONTRIBUTION**

Muzaffer AKTAŞ and Rasim DOĞAN have the full responsibility of the paper about determining the concept of the research, data collection, data analysis and interpretation of the results, preparation of the manuscript and critical analysis of the intellectual content with the final approval.

## **7. REFERENCE**

- Akarşlan E., Doğan R., A novel approach for residential load appliance identification, *Sustainable Cities and Society*, 63 (102484), 2020.
- Amani H., Kariminezhad H., Kazemzadeh H., Development of natural gas flow rate in pipeline networks based on unsteady state Weymouth equation, *Journal of natural gas science and engineering*, 33, 427-437, 2016.
- APFCT, DuraPEM W240 User Manual, Document No: USRMAN DuraPEM W240, 20s, 2016.

- Buonomano A., Calise F., d'Accadia M. D., Vicidomini M., A hybrid renewable system based on wind and solar energy coupled with an electrical storage: Dynamic simulation and economic assessment, *Energy*, 155, 174-189, 2018.
- Doğan R., Karaarslan A., The Application of Battery Charging Circuit using PEM Fuel-Cell, ISMSIT 1st International Symposium on Multidisciplinary Studies and Innovative Technologies, October 21-23, 2017a, Tokat.
- Doğan R., Karaarslan A., The Hybrid Control Method of Compound DC Motor using Fuel-Cell and Battery, ISMSIT 1st International Symposium on Multidisciplinary Studies and Innovative Technologies, October 21-23, 2017b, Tokat.
- Dorer V., Weber R., Weber A., Performance assessment of fuel cell micro-cogeneration systems for residential buildings, *Energy and Buildings*, 37, 1132-1146, 2005.
- Ghenai C., Salameh T., Merabet A., Technico-economic analysis of off grid solar PV/Fuel cell energy system for residential community in desert region, *International Journal of Hydrogen Energy*, 45, 11460-11470, 2020.
- Li Y., Gao W., Zhang X., Ruan Y., Ushifusa Y., Hiroatsu F., Techno-economic performance analysis of zero energy house applications with home energy management system in Japan, *Energy & Buildings*, 214 (100862), 2020.
- Nielsen E. R., Prag C. B., Bachmann T. M., Carnicelli F., Boyd E., Walker I., Ruf L., Stephens A., Status on Demonstration of Fuel Cell Based Micro-CHP Units in Europe, *Fuel Cells*, 19:4, 340-345, 2019.
- O'Hayre R. (Ed.), Cha S. W., Colella W. G., Prinz, F. B., *Fuel Cell Fundamentals*, Wiley & Sons Press, 583p, New Jersey, USA, 2016.
- Özkara Ö., Tokgöz N., Doğan R., Karaarslan A., The Analysis of OCC and PI Control Method for Isolated Fly-Back Converter using PEM Fuel Cells, *Gaziosmanpaşa Bilimsel Araştırma Dergisi*, 6, 40-49, 2017.
- Lokar J., Virtic P., The potential for integration of hydrogen for complete energy self-sufficiency in residential buildings with photovoltaic and battery storage systems, *International Journal of Hydrogen Energy*, 45, 34566-34578, 2020.
- Patterson M., Macia F. N., Kannan A. M., Hybrid Microgrid Model Based on Solar Photovoltaic Battery Fuel Cell System for Intermittent Load Applications, *IEEE Transactions on Energy Conversion*, 30(1), 359-366, 2015.
- Ronaszegi K., Fraga E. S., Darr J., Shearing P.R., Brett D. J. L., Application of Photo-Electrochemically Generated Hydrogen with Fuel Cell Based Micro-Combined Heat and Power: A Dynamic System Modelling Study, *Molecules*, 25, 123-144, 2020.
- Sarı A., Aktaş M., Yönetken A., Doğan R., Güneş Işınım Tahmininde NARX Modelinin Uygulanması, *Afyon Kocatepe Üniversitesi Uluslararası Mühendislik Teknolojileri ve Uygulamalı Bilimler Dergisi*, 4(1), 1-6, 2021.
- Shah A., Mohan V., Sheffield J. W., Martin K. B., Solar powered residential hydrogen fueling station, *International Journal of Hydrogen Energy*, 36, 13132-13137, 2011.
- Swarnakar S. C., Podder A. K., Tariquzzaman M., Solar, Fuel Cell and Battery Based Hybrid Energy Solution for Residential Appliances, 4th International Conference on Electrical Information and Communication Technology (EICT), December 20-22, 2019, Khulna, Bangladesh
- Tribioli L., Cozzolino R., Techno-economic analysis of a stand-alone microgrid for a commercial building in eight different climate zones, *Energy Conversion and Management*, 179, 58-71, 2019.
- Uzunoğlu M., Onar O. C., Alam M. S., Modeling, control and simulation of a PV/FC/UC based hybrid power generation system for stand-alone applications, *Renewable Energy*, 34, 509-520, 2009.

**Araştırma Makalesi / Research Article**

**Halloysit Nanotüp Katkısının Al-GFRP Tek Bindirmeli Yapıştırma Bağlantısında Kayma Dayanımına Etkisi**

Özkan ÖZBEK<sup>1\*</sup>, Mehmet Veysel ÇAKIR<sup>2</sup>, Nurettin Furkan DOĞAN<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Kilis 7 Aralık Üniversitesi, Mühendislik Mimarlık Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Kilis, Türkiye,  
ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0003-1532-4262>, ozkanozbek@kilis.edu.tr

<sup>2</sup> Kilis 7 Aralık Üniversitesi, Mühendislik Mimarlık Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Kilis, Türkiye,  
ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0001-9225-0389>, cakir@kilis.edu.tr

<sup>3</sup> Gaziantep Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Gaziantep, Türkiye,  
ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-2728-8660>, nfdogan@gantep.edu.tr

**Geliş/ Received:** 27.04.2022;

**Kabul / Accepted:** 16.05.2022

**ÖZET:** Bu çalışmada, havacılık, otomotiv ve uzay gibi mühendislik alanlarında düşük yoğunluklu malzeme olarak sıklıkla tercih edilen alüminyum (Al) ve cam elyaf takviyeli kompozit (GFRP) malzemelerinin tek bindirmeli bağlantılarının (SLJ) kayma ve kırılma performanslarına halloysit nanotüp (HNT) parçacık katkısının etkileri incelenmiştir. Bu amaçla, HNT parçacıkları beş farklı oranda (ağırlıkça %1.0, %1.5, %2.0, %2.5 ve %3.0) Araldite 2014-2 epoksi tabanlı yapıştırıcıya eklenmiş, hazırlanan numuneler bindirme kesme testine tabi tutulmuştur. Elde edilen sonuçlar, %3.0 HNT katkılı numuneler dışında bütün katkı oranlarında numunelerin saf numunelere göre daha yüksek kayma dayanımı sonuçları verdiğini göstermiştir. Maksimum kayma dayanımı sergileyen %2.0 HNT katkılı numunelerin (11.76 MPa) saf numunelere (9.02 MPa) kıyasla dayanımının %30.4 arttığı bulunmuştur. Ayrıca, %2.0'den daha fazla miktarda HNT katkısı, nano parçacıkların topaklanmasından (agglomeration) kaynaklanan yerel gerilme konsantrasyonları oluşumu nedeniyle düşüş eğilimi göstermiştir. Öte yandan HNT katkılarının yapıştırma bağlantılarının performanslarının arttırmasını sağlayan çatlak köprüleme ve çatlak pinlenmesi gibi tokluk mekanizmaları gösterdiği SEM görüntüleri ile belirlenmiştir. Sonuç olarak HNT katkısının belli miktarlarda yapıştırma bağlantılarında kullanılması, bu yapıların kayma dayanımlarını arttırarak daha dayanımlı malzemeler türetildiğini kanıtlamaktadır.

**Anahtar Kelimeler:** HNT, Al-GFRP, Tek bindirmeli bağlantı, Kayma dayanımı, Hasar analizi.

\*Sorumlu yazar / Corresponding author: ozkanozbek@kilis.edu.tr

Bu makaleye atıf yapmak için / To cite this article

Özbek, Ö., Çakır, M. V., Doğan, N. F. (2022). Halloysit Nanotüp Katkısının Al-GFRP Tek Bindirmeli Yapıştırma Bağlantısında Kayma Dayanımına Etkisi. Journal of Materials and Mechatronics: A (JournalMM), 3(1), 117-128.

## Effect of Halloysite Nanotube Additive on Shear Strength in Al-GFRP Single Lap Adhesive Joint

**ABSTRACT:** In this study, the effects of halloysite nanotube (HNT) particle on the shear and fracture performance of single lap joints (SLJ) of aluminum (Al) and glass fiber reinforced composite (GFRP) materials, which are frequently preferred as low-density materials in engineering fields such as aerospace, aviation and automotive, were investigated. To this end, HNT particles were added to Araldite 2014-2 epoxy-based adhesive in five different ratios (1%, 1.5%, 2%, 2.5%, and 3% by weight), and the prepared samples were subjected to lap-shear tests. The obtained results showed that the samples gave higher shear strength results than the pure samples at all additive ratios except the samples with 3 wt.% HNT. It was found that the 2 wt.% HNT added samples (11.76 MPa) exhibiting the maximum shear strength provided an improvement of 30.4% compared to the pure samples (9.02 MPa). Furthermore, HNT additions of more than 2 wt.% amount resulted in a decreasing trend in results due to local stress concentrations caused by the agglomeration of nanoparticles. Also, SEM images showed that HNT particles showed toughening mechanisms such as crack bridging and crack pinning, which increases the performance of adhesive joints. In conclusion, the use of HNT particles at certain amounts in adhesive joints proved that more durable materials are derived by increasing the shear performance of these structures.

**Keywords:** HNT, Al-GFRP, Single lap joint, Shear strength, Damage analysis.

### 1. GİRİŞ

Özellikle havacılık, otomotiv ve uzay gibi ileri teknoloji gerektiren mühendislik alanlarında hafif yoğunluklu malzemelerin kullanımının tercih edilmesi günümüzde elyaf takviyeli kompozitleri oldukça popüler hale getirmiştir (Gemi ve ark., 2021). Sağladıkları yüksek yorulma ömrü, daha iyi sönümlenme ve yüksek özgül dayanım/direnç gibi özellikleri ile klasik metal tabanlı mühendislik malzemelerine kıyasla uygulamalarda ön plana çıkmaktadırlar (Kaw, 2005; Arslan ve ark., 2022; Oğuz ve Erkiğ, 2021; Gemi ve ark., 2022; Oğuz ve ark., 2021). Öte yandan, bu malzemelerin kullanımı başta havacılık olmak üzere pek çok yapısal uygulamada metal malzemeler ile birleştirilmesini gerektirmektedir. Bu birleştirme işlemi için bugüne kadar yapılan araştırmalarda perçin, civata ve yapıştırıcı kullanımı gibi çeşitli teknikler görülmektedir (Jiang ve ark., 2020; Galińska, 2020; Liu ve Liu, 2022).

Yapıştırma ile birleştirme işlemi diğer klasik birleştirme tekniklerine (kaynak, civata vs.) nazaran sağladığı düzgün gerilme dağılımı, daha uzun servis ömrü ve yapıştırılan malzemeler arasında meydana gelebilecek olası kimyasal reaksiyonu engelleme gibi avantajlarından dolayı günümüz mühendislik uygulamalarında sıklıkla tercih edilmekte ve giderek yaygınlaşmaktadır (Banea ve da Silva, 2009; Masson ve ark., 2022). Bununla birlikte, yapıştırıcı kullanılan bölgeler yapıştırılan altlık malzemelerinden daha zayıf mekanik özellikler gösterebilmektedirler. Bu bağlamda kullanılan yapıştırıcıya eklenen nano veya mikro ölçekli parçacıkların yapıştırma bölgesinin performansını ciddi miktarlarda iyileştirdiği literatür çalışmalarında görülmektedir. Bugüne kadar yapıştırıcı ile birleştirme tekniğinde nano-silika, nano kil, karbon nanotüp ve nano grafen gibi birçok nano parçacık kullanımı bilimsel araştırmalarda incelenmiştir (Çakır ve Kinay, 2021; NajiMehri ve ark., 2022; Çakır ve Özbek, 2022). Soltannia ve Taheri (2015) cam/epoksi ve grafit/epoksi plakalarının tek bindirmeli yapıştırıcı ile birleştirme işlemlerinde grafitleştirilmiş karbon elyaflar, çok cidarlı karbon nanotüp ve nano grafen parçacıklarının çekme ve darbe gibi mekanik özelliklere etkilerini araştırarak karşılaştırmışlardır. Bütün nano parçacık katkılı numuneler saf numunelere göre

daha iyi mekanik özellikler verirken, maksimum iyileşmeler nano grafen içeren numunelerde görülmüştür (Soltannia ve Taheri, 2015). Razavi ve ark. (2018) tek bindirmeli olarak birleştirilen alüminyum altlıkların kayma dayanımlarını araştırmışlardır. Birleştirme malzemesi olarak UHU plus Endfest 300 yapıştırıcısı kullanılmış ve nano parçacık etkisini belirlemek için farklı oranlarda çok cidarlı karbon nanotüp (MWCNT), nano-silika ve bu nano parçacıkların hibritlerini yapıştırıcı içerisine dahil etmişlerdir. Saf numunelere kıyasla, kayma dayanımı ve kopma uzamasında maksimum iyileşmeler sırasıyla %36 ve %28 olarak %0.4 MWCNT ve %0.4 nano-silika karışımı içeren hibrit nano takviyeli numunelerden elde edilmiştir. Ayrıca ister tek nano ister hibrit nano içersin hemen hemen bütün numuneler saf numunelerden daha yüksek sonuçlar vermiştir (Razavi ve ark., 2018). Özetle, nano parçacık katkıları yapıştırıcı ile birleştirme işlemlerinde performansı arttırabilmektedir.

İlk kez 1826 yılında Berthier tarafından kil minerali olarak tanımlanan halloysit nanotüp (HNT) parçacıkları, dünya üzerinde maden yataklarında bolca bulunmakta olup, alüminosilikat türü bir kil malzemedir (Yuan ve ark., 2015; Hanid ve ark., 2014). Özellikle polimer malzemeler alanında uygulaması yeni olup, malzemelerin birçok mekanik özelliklerini olumlu etkilediği bilimsel çalışmalardan görülmektedir. Nano kil ve nano silika parçacıklarının aksine HNT parçacıkları tüp formundadır ve ayrıca karbon nanotüp parçacıklarına göre ekonomik ve kolay elde edilebilirlik ile umut verici alternatif bir malzeme olarak kabul edilmektedir (Hanid ve ark., 2014; Deng ve ark., 2008). Literatürde HNT parçacık eklentisinin malzemelerin mekanik özelliklerini iyileştirdiği açıkça görülmektedir (Kaybal ve ark., 2021; Ye ve ark., 2011). Ulus ve ark. (2020) bazalt elyaf takviyeli kompozitlerin epoksi fazına HNT parçacıkları ekleyerek tek kenar çentik çekme testleri gerçekleştirmişlerdir. Farklı ağırlık yüzdelerinde (1, 2, 3, 4 ve 5) eklenen HNT parçacıklarında üretilen numunelerin deney sonuçları karşılaştırılmış ve en iyi performans %2 HNT parçacığına sahip numunelerden elde edilmiştir. Ayrıca %2 HNT içeren numuneler ile saf numuneleri yapay deniz suyunda yaşlandırarak katmanlar arası mekanik özellikleri kısa giriş testleri ile karşılaştırmışlardır (Ulus ve ark., 2020). Nagaraja ve ark. (2020) karbon/cam hibrit kompozitlerde istifleme sırası ve HNT parçacıklarının mekanik ve termal özelliklere etkilerini incelemişlerdir. Çeşitli oranlarda eklenen HNT parçacıkları (ağırlıkça %1, %3 ve %5) içeren numuneler mekanik olarak çekme, basma, eğme ve darbe yüklerine maruz bırakılmışlardır. Ağırlıkça %3 HNT içeren numunelerin maksimum sonuçlar verdiği gözlemlenmiştir (Nagaraja ve ark., 2020). Bahsedilen özellikleri ve diğer alanlarda göstermiş olduğu performansları nedeniyle HNT kullanımının yapıştırma ile birleştirme işlemlerde umut vadeden bir nano parçacık olması muhtemeldir. HNT parçacıklarının yapıştırıcı bağlantı işlemlerinde araştırılarak etkilerinin bilimsel olarak rapor edilmesi literatüre katkı sağlayacak ve gelecekteki çalışmalara ışık tutacaktır.

Yukarıda yer alan literatür çalışmalarına göre, halloysit nanotüp (HNT) kullanımının kompozit malzemelerin mekanik özelliklerini iyileştirdiği açıkça görülmekte olup, yapıştırma ile birleştirme işlemlerinde kullanımı yazarların bilgisi dahilinde bulunmamaktadır. Bu nedenle, bu çalışma alüminyum (Al) ve cam elyaf takviyeli kompozit plaka (GFRP) olarak farklı iki malzemenin yapıştırma ile birleştirme işleminde halloysit nanotüp (HNT) eklentisinin, numunelerin kayma dayanımına etkilerini araştırmayı amaçlamıştır. Üretilen numunelere bindirme kesme testleri uygulanmış, kayma dayanımları, yük-yer değiştirme eğrileri gibi mekanik davranışları incelenmiştir. Bağlantıların mekanik deney sonrası kırılma yüzeyleri makro görüntülerle incelenerek kopma davranışları tespit edilmiştir. Ayrıca HNT katkısının kırılma morfolojisine etkilerini incelemek için numuneler üzerinde detaylı SEM görüntüleri alınarak hasar davranışları araştırılmıştır.

## 2. MATERYAL VE YÖNTEM

### 2.1 Malzemeler

Yapıştırma ile birleştirme işlemi için altlık olarak 2 mm kalınlığa sahip Alüminyum 2024 T3 (Seykoç Alüminyum Paz. ve San. Tic. Ltd. Şti., Türkiye) ve cam fiber takviyeli kompozit plakalar (Küçükparmak Mühendislik San. Tic. Ltd. Şti., Türkiye) kullanılmıştır. Altlıkları birleştirmek için ticari bir yapıştırıcı olan epoksi tabanlı Araldite 2014-2 (Huntsman Advanced Materials Americas LLC, Canada) temin edilmiştir. Yapıştırıcı ve altlıkların mekanik özellikleri Çizelge 1.'de sunulmaktadır. HNT parçacıkları (Esan Eczacıbaşı Endüstriyel Hammaddeler San. ve Tic. A.Ş., Türkiye'den temin edilmiştir) yapıştırıcının içine nano parçacık eklentisi olarak kullanılmıştır. HNT parçacıklarının mekanik özellikleri Çizelge 2.'de verilmiştir.

**Çizelge 1.** Yapıştırıcı (Araldite 2014-2) ve altlıkların (Al ve GFRP) mekanik özellikleri

Malzeme	Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	Çekme Dayanımı (MPa)	Young's Modülü (GPa)
Al 2024 T3	2.77	475	68
GFRP	1.82	362	18.65
Araldite 2014-2	1.60	30	3.1

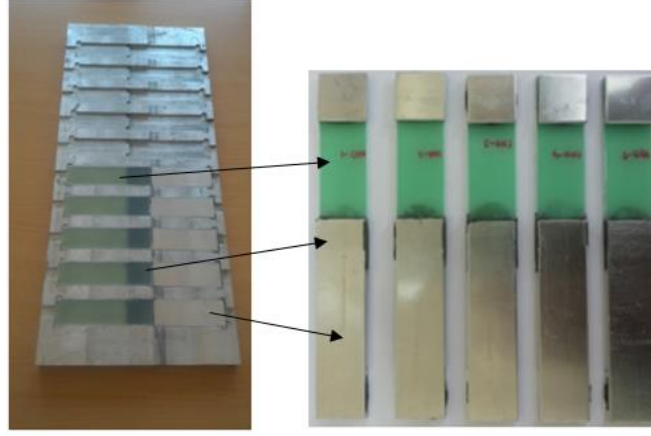
**Çizelge 2.** HNT parçacıklarının fiziksel özellikleri

	Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	Yüzey Alanı (m <sup>2</sup> /g)	Ortalama Uzunluk (µm)	Ortalama Dış çap (nm)	Ortalama İç çap (nm)
HNT	2.6	> 65	1.2	40	20

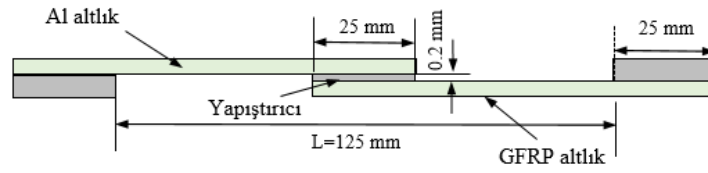
### 2.2 Numune Hazırlama

Numune hazırlama sürecinde ilk adım olarak, Al 2024 T3 ve GFRP plakalarından 100 mm uzunluğa ve 25 mm genişliğe sahip dikdörtgen altlıklar, giyotin makinesinde kesilerek hazırlanmıştır. Altlıkların yapıştırma uygulanacakları bölgeleri 120 kum zımpara ile aşındırılarak altlıklar ile yapıştırıcı arasındaki yapışma kabiliyeti arttırılacak şekilde pürüzlü bir yüzey elde edilmiştir. Sonrasında zımparalanan bölgelerdeki yağ, kir gibi kalıntılar aseton uygulanarak temizlenmiştir. İkinci aşama olarak, Araldite 2014-2 yapıştırıcı ile HNT parçacıklarının mekanik olarak karışımı gerçekleştirilmiş, bu karışıma ağırlıkça 1:1 oranında %99 saflıkta aseton eklenmiştir. Bütün numunelerin yapıştırıcılarına aseton eklenerek yapıştırıcı viskozitesinin azaltılması ve nano parçacıkların homojen dağılımını sağlanması amaçlanmıştır. Nano parçacık içeren/içermeyen karışım 5 dakika aralıklarla 8000 devirde 1 saat boyunca yüksek hızda karıştırılmıştır. Sonrasında karışım, vakumlu gaz giderme ünitesinde 65°C ve -0.75 bar basınç altında tutularak kalan asetonun ve karışımda oluşabilen hava kabarcıklarının uçması sağlanmıştır. Son adım olarak, hazırlanan karışım daha önce zımparalanan bölgelere uygulanarak Al ve GFRP altlıkların yapıştırılması Şekil 1.'de gösterilen kalıp üzerinde gerçekleştirilmiştir. Üretilen numuneler, 25 mm yapıştırma hattı uzunluğunda ve 0.2 mm yapıştırma kalınlığındadır. 24 saat kalıpta kalan numuneler, sonrasında 40°C'de 16 saat süreyle fırında bekletilerek üretim sonrası kurlaştırma işlemi yapılmıştır. Üretilen numunelerin geometrisi Şekil 2.'de verilmektedir.





Şekil 1. Yapıştırma işlemi için kullanılan kalıp ve numuneler



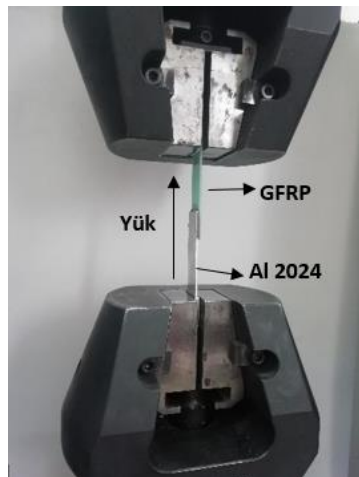
Şekil 2. Numune geometrisi

### 2.3 Bindirme Kesme Testi

HNT nano parçacık etkisini belirlemek için hazırlanan numunelere Şekil 3.'te gösterildiği gibi aksenal yönde bindirme kesme testleri uygulanmıştır. Bütün deneyler ASTM D5868-01 standardına uygun olarak 30 ton kapasiteli Shimadzu AG-X Serisi test cihazında 1 mm/dk yükleme hızında gerçekleştirilmiştir. Deney esnasında aksenal hizalamada sorun olmaması ve saf kayma kuvveti elde etmek için numunelerin uç kısımlarına 25×25 mm<sup>2</sup> kare Al parçalar yapıştırılmıştır. Veri toplama sistemi aracılığıyla deney esnasında oluşan yük-yer değiştirme değerleri kaydedilmiştir. Numunelerin maksimum kayma gerilmeleri,  $\tau_{mak}$  aşağıdaki denklem kullanılarak hesaplanmıştır.

$$\tau_{mak} = F/(wd) \quad (1)$$

Burada  $F$  maksimum yük değerini temsil ederken  $w$  ve  $d$  sırasıyla yapıştırma hattının genişlik ve uzunluk değerlerini ifade etmektedir.



Şekil 3. Bindirme kesme testi

Nano parçacık içeren malzemelerin, nano parçacık dağılımı ve kırılma morfolojisi üzerindeki etkilerini belirlemek için ZEISS marka SEM cihazı üzerinde hasarlı numunelerden görüntüler alınmıştır. HNT parçacıklarının numunelerde meydana getirdiği kırılma ve tokluk mekanizmaları deney sonrası yapıştırma bölgesinden örnekler alınarak detaylı olarak incelenmiştir.

### 3. BULGULAR VE TARTIŞMA

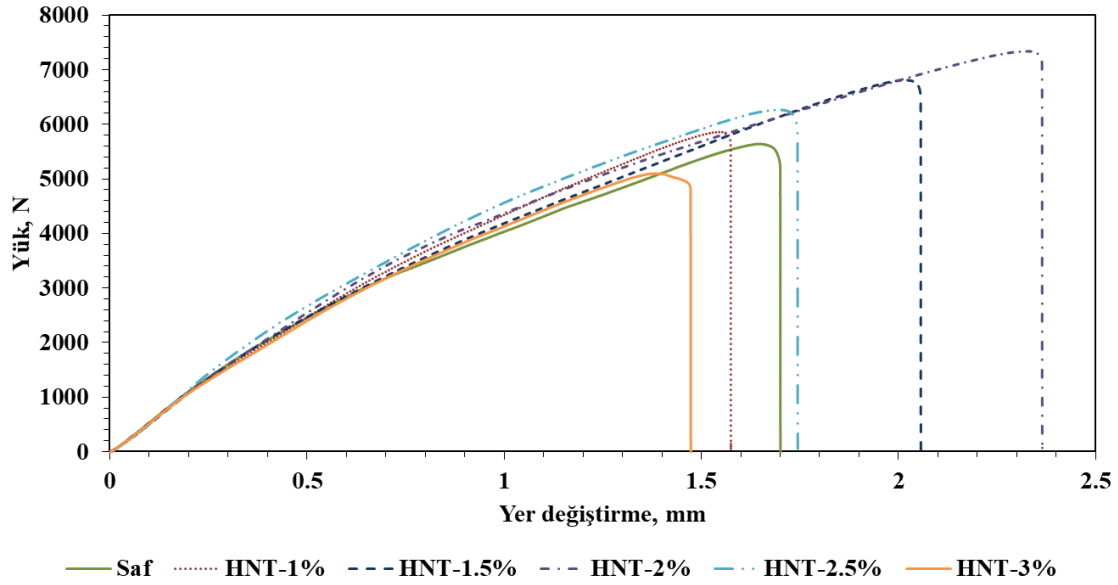
#### 3.1 Bindirme Kesme Testi Sonuçları

Eksenel yönde çekme kuvveti uygulanan numunelerden elde edilen deneysel bulgular ve numune içerikleri Çizelge 3.'te sunulmaktadır. Sonuçlara göre, %3 HNT içeriğine sahip numuneler (HNT-3) dışında bütün HNT içeren numuneler saf numunelere kıyasla iyileşmeler göstermiştir. Bu iyileşmeler HNT parçacıklarının epoksi türü yapıştırıcıların ara yüzey etkileşimi arttırmış, Araldite 2014-2 ile HNT parçacıklarının uyumlu olduğunu göstermiştir. Maksimum kayma gerilmesi  $11.76 \pm 0.38$  MPa olarak %2 HNT içeren numunelerden elde edilmiş olup, saf numunelere göre kayma dayanımı %30.4 artmıştır. Minimum kayma gerilmesi ise %3 HNT parçacığı içeren numunelerden  $8.16 \pm 0.30$  MPa olarak hesaplanmıştır. Öte yandan, HNT parçacık miktarının %2'den fazla olduğu numunelerde düşüşler görülmüş olup, fazla nano parçacık ilavesinin topaklanması ile (agglomeration) yapıştırıcı içeriğinde yerel gerilme konsantrasyonlarının oluşmasına ve malzemenin düzgün yapısının (uniform) bozulmuş olmasına atfedilmektedir. Fazla nano parçacık ilavesinin malzemelerin yapısında düzensizliklere yol açarak yerel gerilme konsantrasyonlarına neden olduğu literatürde birçok çalışmada ifade edilmektedir (Bulut, 2017; Ulus ve ark., 2019; Romanov ve ark., 2015).

Çizelge 3. HNT parçacıklarının fiziksel özellikleri

Numune	Araldite 2014-2 (ağr. %)	HNT (ağr. %)	Yük (N)	Kayma Gerilmesi (MPa)	Artış Miktarı (%)
Saf	100.0	0.0	5640.36	$9.02 \pm 0.51$	0.0
HNT-1	99.0	1.0	5869.20	$9.39 \pm 0.18$	4.1
HNT-1.5	98.5	1.5	6817.39	$10.91 \pm 0.24$	21.0
<b>HNT-2</b>	<b>98.0</b>	<b>2.0</b>	<b>7348.25</b>	<b><math>11.76 \pm 0.38</math></b>	<b>30.4</b>
HNT-2.5	97.5	2.5	6261.02	$10.02 \pm 0.22$	11.1
HNT-3	97.0	3.0	5098.01	$8.16 \pm 0.30$	-9.5

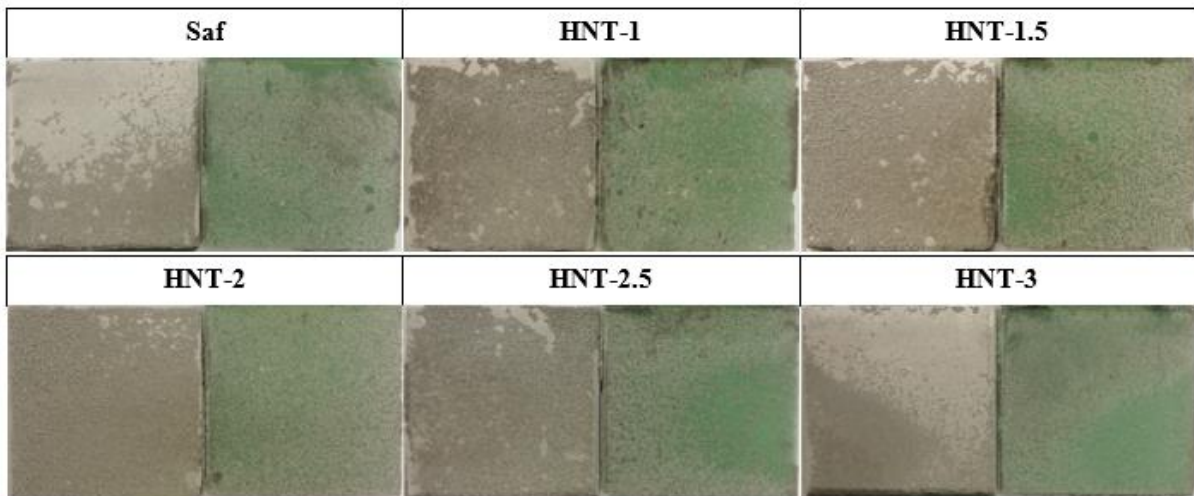
Numunelerden elde edilen yük-yer değiştirme eğrileri Şekil 4.'te verilmiştir. %2 HNT içeren numunelerin kayma gerilmesinde maksimum sonuçlar vermesine paralel olarak kopma uzamasının da en yüksek olduğu görülmektedir. HNT-2 numunesi 2.33 mm kopma uzaması göstererek eğrinin altında kalan alan yani tokluğun en yüksek olduğu numune olmuştur. Buda belli miktarlarda HNT katkısının yapıştırıcının tokluğu arttırarak daha dayanımlı yapışmalı bağlantılar üretildiğini göstermektedir. Literatür çalışmaları incelendiğinde nano parçacık katkılarının numunelerin sertlik, tokluk, kopma uzama gibi özelliklerine direkt etki ederek numuneden elde edilen sonuçları değiştirdiği açıkça görülmektedir (Ceritbinmez ve Yapıcı, 2020; Çakır ve ark., 2021). Yapıştırıcıya HNT katkısının genel olarak kopma uzamasını arttırması yapıştırıcının daha sünek hale geldiğini göstermektedir. %3 HNT içeren numunelerde ise (HNT-3) hem kesme yükü hem de kopma uzaması ciddi manada düşmüştür. HNT parçacıklarının yapıştırıcının belli bölgelerinde topaklanması buna neden olmuş olabilir.



Şekil 4. Yük-yer değiştirme eğrileri

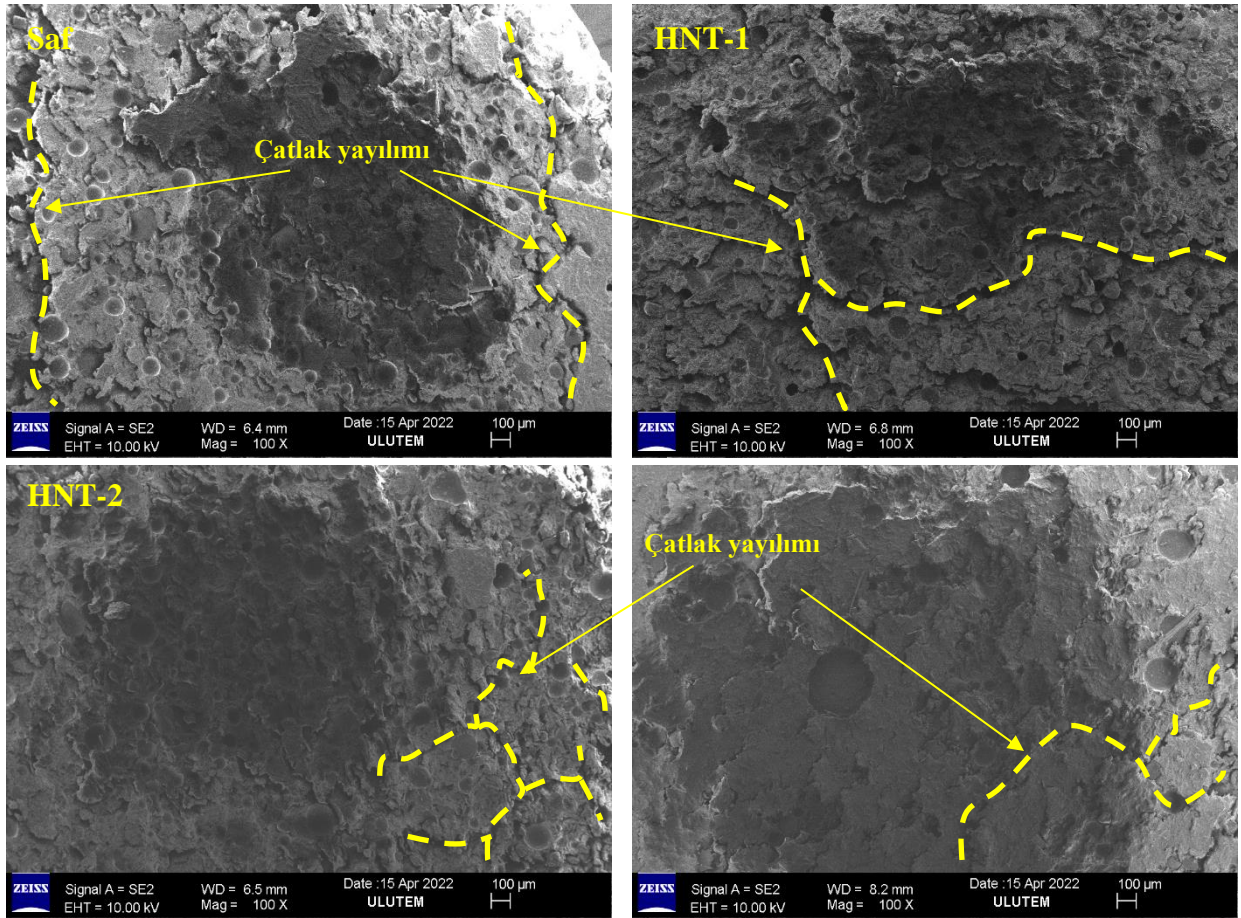
### 3.2 Hasar Analizi

Bindirme kesme testleri sonrası hasarlı numunelerin yapışan bölümleri Şekil 5.'te verilmiştir. Özellikle %2 HNT içeren numunelerde yapışkanın her iki altlığa iyi tutunduğu görünmekte olup, hasarın kohezyon kaynaklı olduğu açıktır. Bu da %2 HNT katkılı numunelerin mekanik sonuçlarda neden en yüksek değerlere sahip olduğunu göstermektedir. Saf ve %3 HNT içeren numunelerde ise hasarın adezyondan kaynaklandığı dolayısıyla yapışkanın bir altlıkta kalan bölgesinin karşılığa denk gelen diğer altlık kısmında bulunmadığı açıkça görülmektedir. Ek olarak diğer numunelerde ise (HNT-1, HNT-1.5 ve HNT-2.5) hasarların karma moddan (mixed-mode) yani hem adezyon hem kohezyon hasarı olduğu gözlemlenmektedir. Açık bir şekilde HNT içermeyen saf numunelerden HNT-2 numunesine gidildikçe hasarın adezyondan kohezyona değiştiği sonrasında tekrar adezyon hasarının baskınlaştığı görülmektedir. Bu durum ayrıca mekanik sonuçlara paralel olarak kohezyon hasarı görülen numunelerde kayma dayanımının arttığını, adezyon hasarı görülen numunelerde ise dayanımın azaldığını göstermektedir.



Şekil 5. Numunelerin makro hasar görüntüleri

Saf, HNT-1, HNT-2 ve HNT-3 numunelerin hasarlı yüzeylerinden alınan SEM görüntüleri Şekil 6.'da sunulmaktadır. Bütün SEM görüntüleri numunelerin yapıştırıcı içeren kısımlarından alınmıştır. HNT içeren numunelerde meydana gelen çatlak yayılımları saf numunelere göre daha dağınık ve değişken yollar izlediği görülmektedir. Bu da nano parçacık içeren numunelerde gözlenen çatlak saptırma, çatlak pinlenmesi gibi tokluk mekanizmalardan kaynaklandığı düşünülmektedir. %3 HNT içeren numunenin (HNT-3) SEM görüntüsü diğerlerine yüzeyin daha az pürüzlü olduğu göstermekte ve daha erken koptuğuna işaret etmektedir. Nitekim mekanik sonuçlar da bu durumu desteklemektedir. Bunun sebebinin nano parçacıkların belli yerlerde yoğunlaşarak yapıştırıcının artık düzgün olmayan (non-uniform) bir nano parçacık içeriğine sahip olduğundan kaynaklı olduğu söylenebilir (Ulus ve ark., 2019). Ayrıca bu numunelerde oluşan çukurların diğerlerine göre daha büyük olduğu görülmektedir.

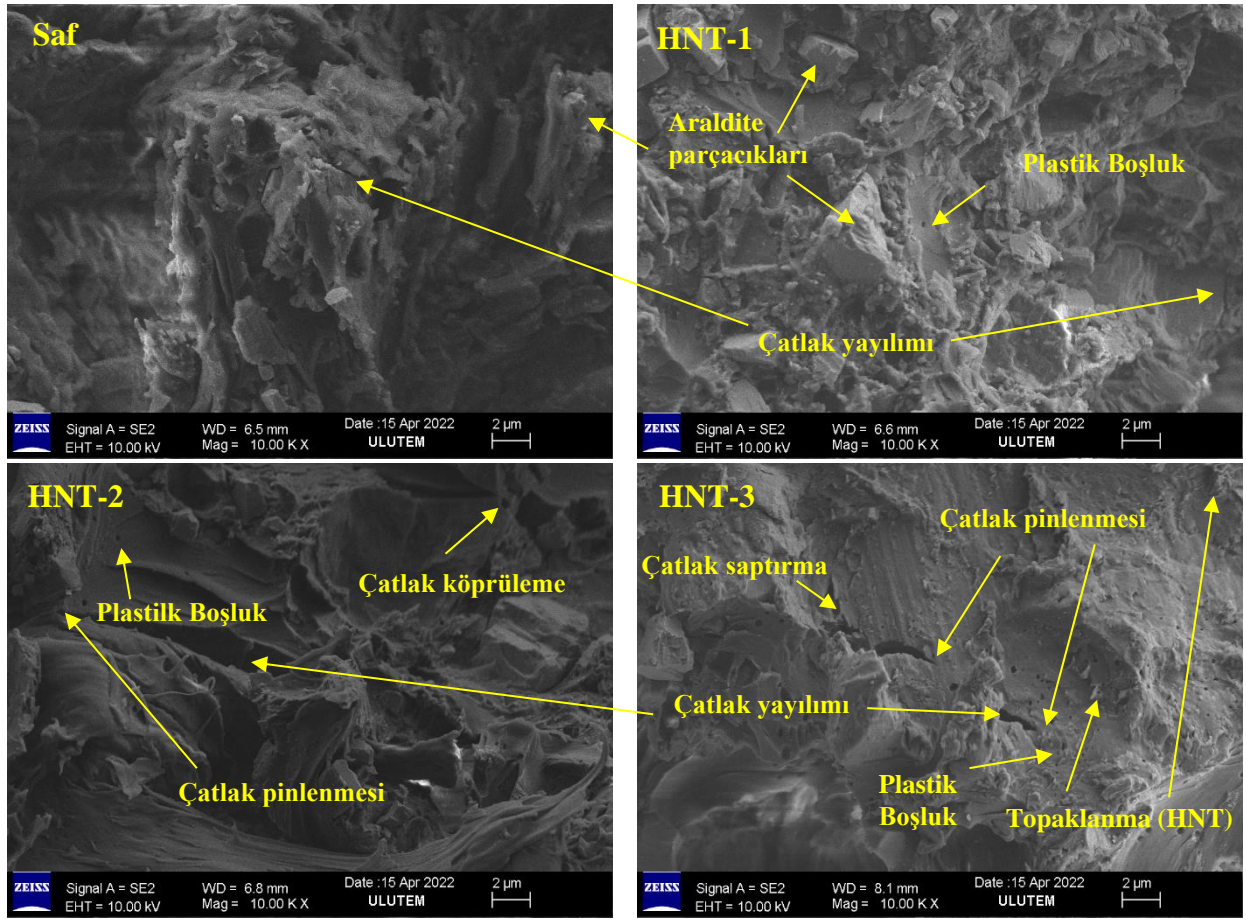


Şekil 6. Numunelerin hasarlı yüzeylerinden alınan SEM görüntüleri

Hasarlı numunelerin detaylı SEM görüntüleri Şekil 7.'de verilmektedir. Genel olarak hasarın mikro çatlaklar olarak başlayıp, bu çatlakların yayılması ve büyümesi ile numunelerin kopma davranışı gösterdiği düşünülmektedir. Saf ve HNT-1 numunelerinde nano parçacıklardan ziyade yapıştırıcının kendi içeriğine ait parçacıklar daha baskın görülmektedir. Bununla birlikte diğer HNT içeren numunelerde yüzey formu biraz daha farklı ve açık mikro boşluk oluşumları görülmektedir. En fazla pürüzlü yüzeylerin ve yıkıcı hasarların oluşumunun %2 HNT içeren numunelerde (HNT-2) meydana geldiği açıkça görülmektedir. Ayrıca bu numunelerde, çatlak köprüleme ve çatlak pinlenmesi gibi bazı tokluk mekanizmalarının olduğu gözlenmiştir. Bunlar özellikle çatlak



yayılmını nano parçacıklar vasıtasıyla durdurmaya çalışan veya geciktiren mekanizmalardır. Mesela çatlak pinlenmesi, çatlak yayılımının bir parçacık ile karşılaştığında yeterli enerjiye sahip olmamasından kaynaklanarak durmasıdır veya parçacıkların çatlak yayılımını engellemesidir (Lange ve Radford, 1971). Dolayısıyla bu tür mekanizmaların oluşumu yapıştırıcının tokluğunun artmasını sağlamakta ve daha dayanımlı hale gelmesine neden olmaktadır. Literatürde nano parçacık katkılı epoksi tabanlı malzemelerde bu tür mekanizmaların oluştuğunu ve malzemelerin dayanımlarını arttırdığına dair birçok bilimsel çalışma yer almaktadır (Najimehr ve ark., 2022; De Cicco ve ark., 2017; Çakır ve Özbek, 2022). Öte yandan %3 HNT içeren numunelerde (HNT-3) HNT parçacıklarının olumlu etkisinin pek kalmadığı ve belli bölgelerde yoğunlaştığı (topaklanma) görülmektedir. Ayrıca boşluk oluşumlarının daha fazla olması da bu durumu desteklemektedir. Birçok çalışma nano parçacıkların belli miktardan fazla katkı malzemesi olarak kullanılmasının topaklanmaya ve dolayısıyla malzemelerde bozulma, dayanım düşüklüğü gibi olumsuz etkilere yol açtığını söylemektedir (Ayatollahi ve ark., 2017; Doğan ve ark., 2022).



Şekil 7. Detaylı SEM görüntüleri

#### 4. SONUÇ

Bu çalışmada, HNT parçacıklarının yapıştırıcı ile birleştirme işlemlerinde mekanik olarak kayma özellikleri araştırılmıştır. Çeşitli ağırlık oranlarında (%1, %1.5, %2, %2.5 ve %3) Araldite 2014-2 epoksi yapıştırıcısına eklenen HNT parçacıkları ile güçlendirilmiş Al-GFRP altlıklarının yapıştırılması ile elde edilen numunelere bindirme kesme testleri uygulanmıştır. Ayrıca makro ve

SEM görüntüleri ile kırılma mekanizmaları tartışılmıştır. Elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibi özetlenebilir:

- HNT parçacıkları Araldite 2014-2 epoksi türü yapıştırıcı ile uyum göstererek kayma dayanımının iyileşmesine katkıda bulunmuştur.
- Maksimum kayma dayanımı (11.76 MPa) %2 HNT parçacığı içeren numunelerde elde edilmiştir, bağlantıların kesme dayanımı saf numunelere kıyasla %30.4 iyileşme göstermiştir.
- %2'den fazla HNT parçacık katkısının numunelerin performansını azaltması, aşırı HNT eklenmesinin toplanmaya (agglomeration) neden olmasına atfedilmiştir.
- HNT parçacıklarının yapıştırıcı kayma dayanımını arttırmasının ana nedenlerinden biri de gösterdiği tokluk mekanizmaları olmuştur. Çatlak köprüleme, çatlak saptırma ve çatlak pinlenmesi gibi mekanizmalar çatlak yönünü değiştirerek veya çatlak yayılımını durdurarak malzemenin daha dayanımlı hale gelmesine ve geç kopmasına neden olmuşlardır.

Sonuç olarak, HNT parçacık katkısının Al-GFRP altlıkların yapıştırma ile birleştirme işleminde kullanılan Araldite 2014-2 yapıştırıcıya ilave edilmesinin bağlantıların kayma özelliklerini arttıracığı kanıtlanmıştır.

## 5. TEŞEKKÜR

Bu çalışma, Kilis 7 Aralık Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından “21-13272” kodlu proje ile desteklenmiştir.

## 6. ÇIKAR ÇATIŞMASI

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

## 7. YAZAR KATKISI

Özkan ÖZBEK, Mehmet Veysel ÇAKIR ve Nurettin Furkan DOĞAN çalışmanın kavramsal ve tasarım süreçlerinin belirlenmesi ve yönetimi, veri toplama, veri analizi ve yorumlama, makale taslağının oluşturulması, fikirsel içeriğin eleştirel incelenmesi, son onay ve tam sorumluluk aşamalarında katkı sağlamışlardır.

## 8. KAYNAKLAR

- Arslan M. H., Yazman Ş., Hamad A. A., Aksoylu C., Özkılıç Y. O., Gemi L., Shear strengthening of reinforced concrete T-beams with anchored and non-anchored CFRP fabrics. In Structures 39, 527-542, 2022.
- Ayatollahi M. R., Nemati Giv A., Razavi S. M. J. Khoramishad H., Mechanical properties of adhesively single lap-bonded joints reinforced with multi-walled carbon nanotubes and silica nanoparticles. The Journal of Adhesion 93(11), 896-913, 2017.
- Banea M. D., da Silva L. F., Adhesively bonded joints in composite materials: an overview. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L: Journal of Materials: Design and Applications 223(1), 1-18, 2009.
- Bulut M., Mechanical characterization of Basalt/epoxy composite laminates containing graphene nanopellets. Composites Part B: Engineering 122, 71-78, 2017.

- Cakir M. V., Kinay D., MWCNT, nano-silica, and nano-clay additives effects on adhesion performance of dissimilar materials bonded joints. *Polymer Composites* 42(11), 5880-5892, 2021.
- Ceritbinmez F., Yapici A., An investigation on cutting of the MWCNTs-doped composite plates by AWJ. *Arabian Journal for Science and Engineering* 45(7), 5129-5141, 2020.
- Çakır M. V., Erkliğ A., Ahmed B. F., Graphene nanoparticle effect on flexural and shear behaviors of adhesively bonded single lap joints of GFRP composites. *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering* 43(4), 1-11, 2021.
- Çakır M. V., Özbek, Ö., Mechanical performance and damage analysis of GNP-reinforced adhesively bonded joints under shear and bending loads. *The Journal of Adhesion* 1-24, 2022.
- De Cicco D., Asaee Z., Taheri, F., Use of nanoparticles for enhancing the interlaminar properties of fiber-reinforced composites and adhesively bonded joints-A review. *Nanomaterials* 7(11), 360, 2017.
- Deng S., Zhang J., Ye L., Wu, J., Toughening epoxies with halloysite nanotubes. *Polymer* 49(23), 5119-5127, 2008.
- Doğan N. F., Özbek Ö., Erkliğ A., Effect of graphene nanoplatelets on mechanical and impact properties of an aramid/glass-reinforced epoxy composite. *Materials Testing* 64(4), 490-501, 2022.
- Galińska A., Mechanical joining of fibre reinforced polymer composites to metals-A review. Part I: Bolted joining. *Polymers* 12(10), 2252, 2020.
- Gemi D. S., Şahin Ö. S., Gemi L., Experimental investigation of axial compression behavior after low velocity impact of glass fiber reinforced filament wound pipes with different diameter. *Composite Structures* 280, 114929, 2022.
- Gemi L., Madenci E., Özkılıç Y. O., Experimental, analytical and numerical investigation of pultruded GFRP composite beams infilled with hybrid FRP reinforced concrete. *Engineering Structures* 244, 112790, 2021.
- Hanid N. A., Wahit M. U., Guo Q., Mahmoodian S., Soheilmoghaddam M., Development of regenerated cellulose/halloysites nanocomposites via ionic liquids. *Carbohydrate polymers* 99, 91-97, 2014.
- Jiang B., Chen Q., Yang J., Advances in joining technology of carbon fiber-reinforced thermoplastic composite materials and aluminum alloys. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 110(9), 2631-2649, 2020.
- Kaw A. K., *Mechanics of composite materials*. CRC press, Taylor & Francis Group, Boca Raton, FL, USA, 2005.
- Kaybal H. B., Ulus H., Avcı A., Seawater Aged Basalt/Epoxy Composites: Improved Bearing Performance with Halloysite Nanotube Reinforcement. *Fibers and Polymers* 22(6), 1643-1652, 2021.
- Lange F. F., Radford K. C. Fracture energy of an epoxy composite system. *Journal of Materials Science* 6(9), 1197-1203, 1971.
- Liu P. F., Liu J. W., Finite element analysis of competitive damage mechanisms of composite scarf adhesive joints by considering thickness effect. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* 103347, 2022.

- Masson J., Gigliotti M., Grandidier J. C., Delozanne J., Albouy W., Dagorn N., Numerical method to assess the stress state and gradients induced by thermo-oxidation in adhesively bonded joints for aircraft engine applications. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 113, 103063, 2022.
- Nagaraja K. C., Rajanna S., Prakash G. S., Rajeshkumar G., Improvement of mechanical and thermal properties of hybrid composites through addition of halloysite nanoclay for light weight structural applications. *Journal of Industrial Textiles* 1528083720936624, 2020.
- NajiMehr H., Shariati M., Zamani P., Da Silva L. F., Ghahremani Moghadam D., Investigating on the influence of multi-walled carbon nanotube and graphene nanoplatelet additives on residual strength of bonded joints subjected to partial fatigue loading. *Journal of Applied Polymer Science* 139(18), 52069, 2022.
- Oguz Z. A., Erklig A., Bozkurt Ö. Y., Degradation of hybrid aramid/glass/epoxy composites hydrothermally aged in distilled water. *Journal of Composite Materials* 55(15), 2043-2060, 2021.
- Oğuz Z. A., Erkliğ A., Water absorption parameters of glass/epoxy composites based on dimension effect. *International Advanced Researches and Engineering Journal* 5(2), 202-208, 2021.
- Razavi S. M. J., Ayatollahi M. R., Giv A. N., Khoramishad H., Single lap joints bonded with structural adhesives reinforced with a mixture of silica nanoparticles and multi walled carbon nanotubes. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 80, 76-86, 2018.
- Romanov V. S., Lomov S. V., Verpoest I., Gorbatikh L., Stress magnification due to carbon nanotube agglomeration in composites. *Composite Structures* 133, 246-256, 2015.
- Soltannia B., Taheri F., Influence of nano-reinforcement on the mechanical behavior of adhesively bonded single-lap joints subjected to static, quasi-static, and impact loading. *Journal of Adhesion Science and Technology* 29(5), 424-442, 2015.
- Ulus H., Kaybal H. B., Eskizeybek V., Avcı A., Enhanced salty water durability of halloysite nanotube reinforced epoxy/basalt fiber hybrid composites. *Fibers and Polymers* 20(10), 2184-2199, 2019.
- Ulus H., Kaybal H. B., Eskizeybek V., Avcı A., Halloysite nanotube reinforcement endows ameliorated fracture resistance of seawater aged basalt/epoxy composites. *Journal of composite materials* 54(20), 2761-2779, 2020.
- Ye Y., Chen H., Wu J., Chan C. M., Interlaminar properties of carbon fiber composites with halloysite nanotube-toughened epoxy matrix. *Composites Science and Technology* 71(5), 717-723, 2011.
- Yuan P., Tan D., Annabi-Bergaya F., Properties and applications of halloysite nanotubes: recent research advances and future prospects. *Applied Clay Science* 112, 75-93, 2015.



---

Araştırma Makalesi / Research Article

---

Reactive Sintering of Boron Carbide Based Ceramics by SPS

Hülya BİÇER<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup> Kütahya Dumlupınar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Kütahya Türkiye,  
ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0001-6633-7085>, [hulya.bicer@dpu.edu.tr](mailto:hulya.bicer@dpu.edu.tr)

Geliş/ Received: 12.02.2022;

Kabul / Accepted: 22.05.2022

**ABSTRACT:** Boron carbide is a highly covalent non-oxide ceramic with a high melting temperature. Therefore, the densification of boron carbide via a thermally activated process is extremely hard and requires additional driving forces. In addition to searching alternative production techniques for boron carbide, the production of boron carbide composites is one of the most interested subjects. In this study,  $B_xC-TiB_2-SiC$  ceramic was produced through an in-situ reaction between  $B_4C$  and  $Ti_3SiC_2$  and excess amorphous boron using spark plasma sintering method at  $1600^\circ C-1800^\circ C$ . XRD and microstructure analysis of the sintered sample show that boron rich boron carbide phase is present in the sintered specimen, which did not develop a continuous matrix through the sample. The three phases present in ceramics formed agglomerate throughout the microstructure and did not show homogeneous distribution.

**Keywords:** Boron carbide, Composite, Reactive sintering.

---

\*Sorumlu yazar / Corresponding author: [hulya.bicer@dpu.edu.tr](mailto:hulya.bicer@dpu.edu.tr)

Bu makaleye atıf yapmak için / To cite this article

Biçer, H. (2022). Reactive Sintering of Boron Carbide Based Ceramics by SPS. Journal of Materials and Mechatronics: A (JournalMM), 3(1), 129-136.

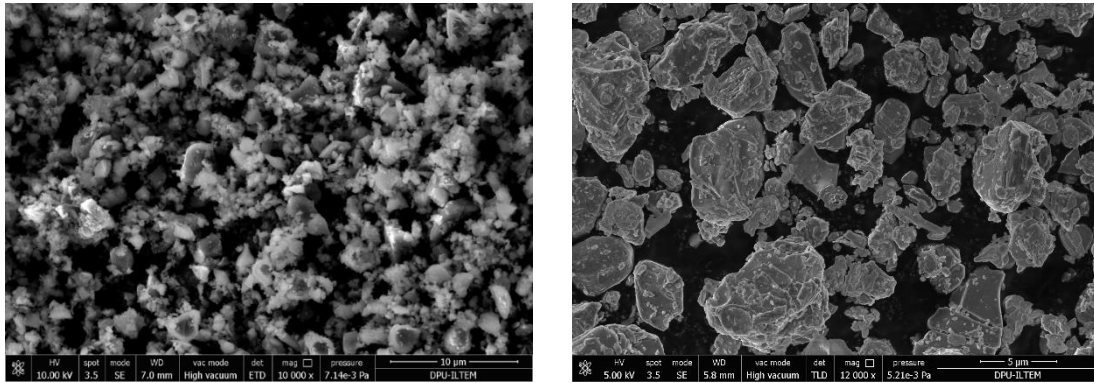
## 1. INTRODUCTION

Boron carbide ( $B_4C$ ) is an important non-oxide ceramic with high hardness, excellent thermal and electrical properties, and high chemical inertness.  $B_4C$  is used as ceramic armor due to its high strength to weight ratio and used as abrasion coating due to its high abrasion resistance. On the other hand, low fracture toughness impedes the application of  $B_4C$  in a broad range of areas (Thevenot, et al., 1990; Domnich et al., 2011; Biçer et al., 2020). Moreover, due to the covalent nature of its bonds, the sintering of  $B_4C$  is extremely difficult and requires high sintering temperature and long time. To overcome these limitations, alternative advanced sintering techniques are adopted. Spark plasma sintering is an electric field-assisted method that promises densification at lower temperatures and shorter times for high melting ceramics. One of the main advantages of spark plasma sintering of  $B_4C$  is reducing grain growth (Angers and Beauvy, 1984; Munir et al., 2006). The introduction of second phases into the  $B_4C$  matrix is another alternative to reduce the sintering temperature and improve the mechanical properties of  $B_4C$ . These phases, such as  $TiB_2$ ,  $ZrB_2$ ,  $SiC$ ,  $ZrO_2$ ,  $Al_2O_3$ , etc., effectively enhance the strength of  $B_4C$  by producing composite with toughening phase. In particular,  $TiB_2$  and  $SiC$  are of interest to researchers. Both phases improve the toughness of  $B_4C$  while preserving its high hardness (Skorokhod et al., 1996; Ye et al., 2010; Zhang et al., 2017; Yin et al., 2018; Ding et al., 2019). The direct addition of  $TiB_2$  and  $SiC$  phases into  $B_4C$  is likely to contribute to the aggregation explained in reference (Liu et al., 2020). Researchers have produced  $B_4C$  based composite with  $TiB_2$  and  $SiC$  by reactive sintering techniques. SPS is an excellent method to produce a composite with *in-situ* reactive sintering. The metallic phase in the sintering aid promotes liquid phase sintering during the densification route.  $B_4C$ - $TiB_2$ - $SiC$  composite was produced by Wen et al. by hot-press using  $Ti_3SiC_2$  as an additive and increased the fracture toughness to  $8MPa m^{1/2}$  (Wen et al., 2017). Song et al. fabricated  $B_4C$ - $TiB_2$ - $SiC$  composite with the addition of 5% ( $Ti_3SiC_2+Si$ ) by spark plasma sintering and obtained 38.4 GPa hardness and  $5.61 MPa m^{1/2}$  fracture toughness (Song et al., 2020). In this study,  $B_xC$ - $TiB_2$ - $SiC$  composites were fabricated by reactive spark plasma sintering with  $Ti_3SiC_2$  MAX phase. At higher temperatures  $Ti_3SiC_2$  decomposes and reacts with  $B_4C$  to produce  $TiB_2$  and  $SiC$  phases and additional carbon. To maintain  $B_4C$  in the structure, B content is also increased by adding excess B.

## 2. MATERIALS AND METHODS

Boron carbide ( $< 5 \mu m$ , %98.5 purity, H. C. Starck),  $Ti_3SiC_2$  ( $< 10 \mu m$ , %99 purity, Kanthal), and amorphous boron ( $\leq 1 \mu m$ ,  $\geq 95\%$ , Sigma Aldrich) are starting powders. The molar ratio of  $B_4C$  to  $Ti_3SiC_2$  powder is 1:2, and excess amorphous boron was also added in ethanol for 5 hours by ball milling. Silicon carbide balls were used with a ball/powder weight ratio of 0.25. The mixture was dried at  $80^\circ C$  for 36 hours, and then the obtained powders were sieved. The SEM images of starting powders ( $B_4C$  and  $Ti_3SiC_2$ ) are shown in figure 1. The particle size analysis of powder mixture was carried out by IMAGEJ software (NIH) from the SEM images taken at different magnifications. Powders were weighed and inserted into a 20 mm diameter graphite mold and densified by the FCT HP D 25-SD spark plasma sintering furnace. The SPS process was carried out in a vacuum under uniaxial pressure at different temperatures. An initial pressure of 5.6kN (15MPa) was applied up to  $500^\circ C$  and then the pressure was increased gradually to 22kN (50MPa) and maintained. The heating rate was rapid up to  $1500^\circ C$  ( $200^\circ C/min$ ). The sample was held for 2 min at  $1500^\circ C$  while the heating rate was decreased to  $50^\circ C/min$ . Prepared powder mixture was sintered at  $1600^\circ C$ ,  $1700^\circ C$ , and  $1800^\circ C$  with 10 min. dwelling time. The phase analysis was performed with XRD (PANALYTICAL-

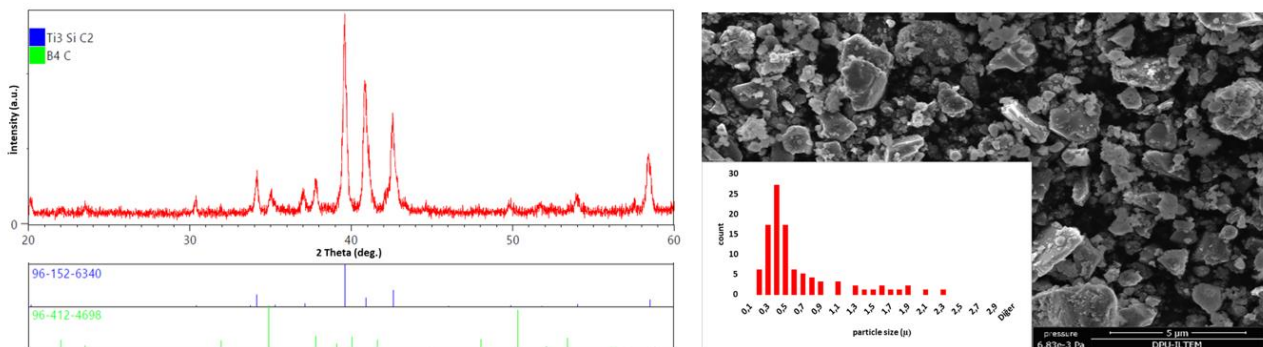
EMPYREAN), and the microstructures were examined with the scanning electron microscope (NOVA).



**Figure 1.** Microstructure of starting powder (left: boron carbide, right: MAX phase)

### 3. RESULTS AND DISCUSSION

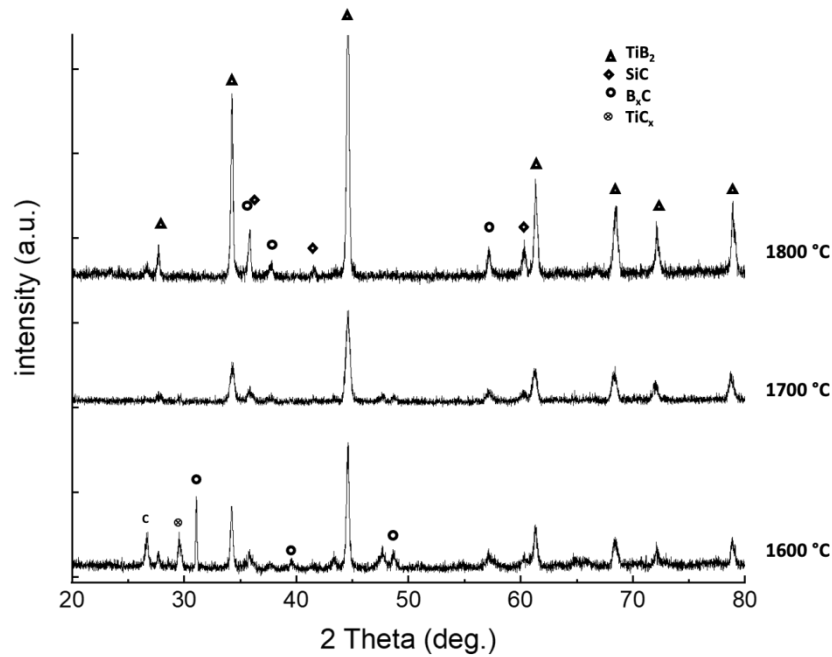
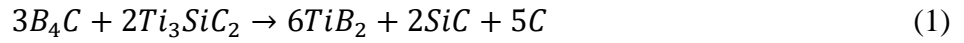
XRD pattern and SEM image of the mixed powder are given in figure 2. The particle size of mixed powder after milling is less than  $3 \mu$  (Çanakçı et al, 2013). No sign of any contamination in the powder mixture after milling was detected by XRD analysis. Large particles of MAX phase were grinded into smaller particles while keeping the initial morphology. The theoretical density of the samples, corresponding to the full density products without pores, calculated from the weight fraction and density of each component is approximately  $3.3 \text{ g/cm}^3$ . The density of the sintered samples was calculated by using the Archimedes method. The samples were boiled and the volume of the sample was taken as the mass difference between the wet weight and the suspended weight. The sample sintered at  $1600 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $1700 \text{ }^\circ\text{C}$  and  $1800^\circ\text{C}$  resulted in  $3.20\text{g/cm}^3$ ,  $3,24 \text{ g/cm}^3$ , and  $3,25\text{g/cm}^3$  respectively.



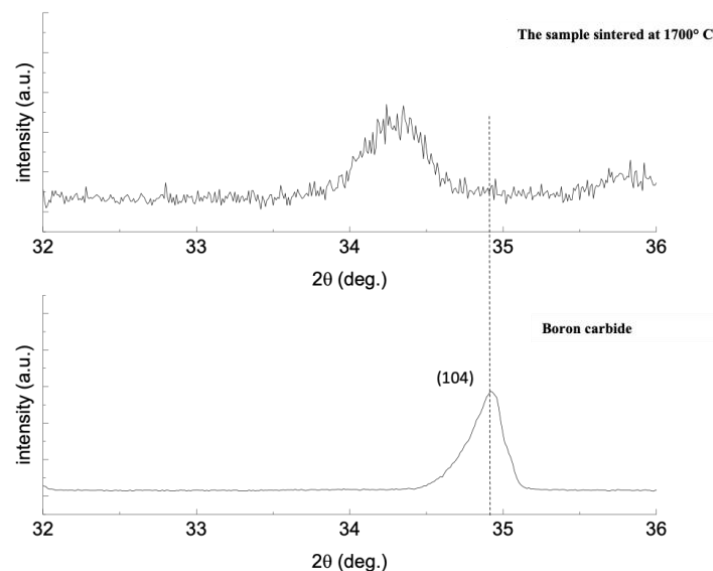
**Figure 2.** XRD pattern and SEM image of mixed powder after milling

The effect of temperature on the phase composition is presented in figure 3. The peaks in the XRD patterns belong to  $B_xC$ ,  $TiB_2$ ,  $SiC$ ,  $TiC_x$ , and  $C$  phases. In the sample sintered at  $1600^\circ\text{C}$ , the peak of the  $TiC_x$  phase, which was formed as a result of the decomposition of  $Ti_3SiC_2$ , was observed. At higher temperatures, the  $TiC_x$  phase fully disappears through the reaction with  $B_4C$  to produce  $TiB_2$ . When the temperature was increased from  $1600^\circ\text{C}$  to  $1800^\circ\text{C}$ ,  $TiB_2$  peak became more distinctive. Free carbon exists in the boron carbide starting powder and graphite die used in SPS possibly contribute to the formation of  $SiC$  and boron carbide phases. The comparison of (104)

reflection of boron carbide for pure boron carbide and mixed powder, both sintered at 1700 °C is shown in figure 4 which shows the peak shift in (104) reflection towards lower angles for boron carbide, which is due to the distortion of boron carbide lattice by the boron substitution of carbon (Aselage and Tissot, 1992). Following reaction is predicted for the formation of TiB<sub>2</sub> and SiC phases, and the addition of excess boron promotes the existence of boron carbide in the structure (He et al.,2019).



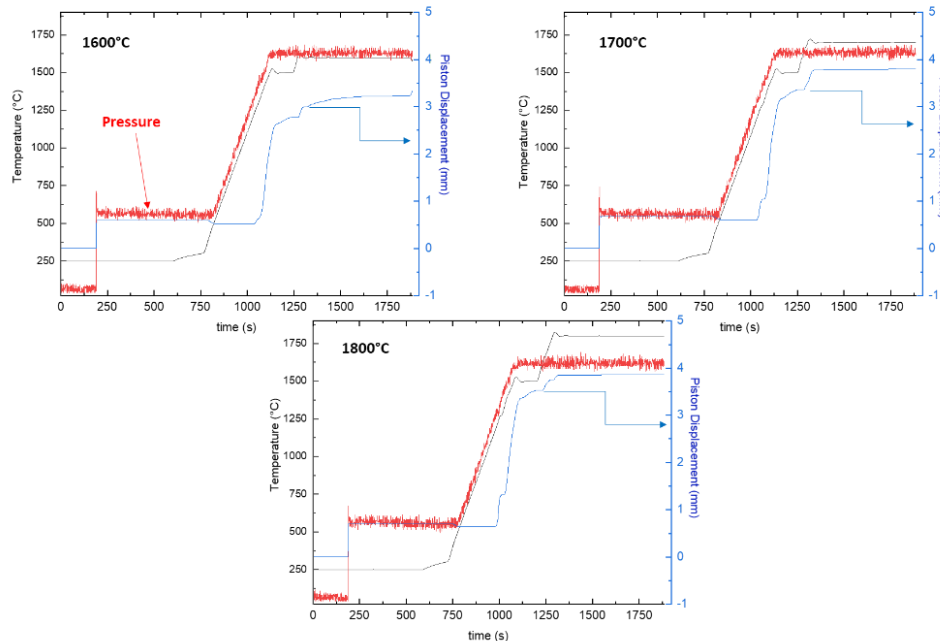
**Figure 3.** XRD patterns of the samples sintered at 1600°C, 1700°C, and 1800°C



**Figure 4.** (104) reflection of boron carbide phase in the sample sintered at 1700°C is shown comparing boron carbide which was also sintered at 1700°C

SPS piston displacement, mechanical load, and sample temperature as a function of time during the consolidation of powders is presented in figure 5. In the SPS, the shrinkage can be estimated from

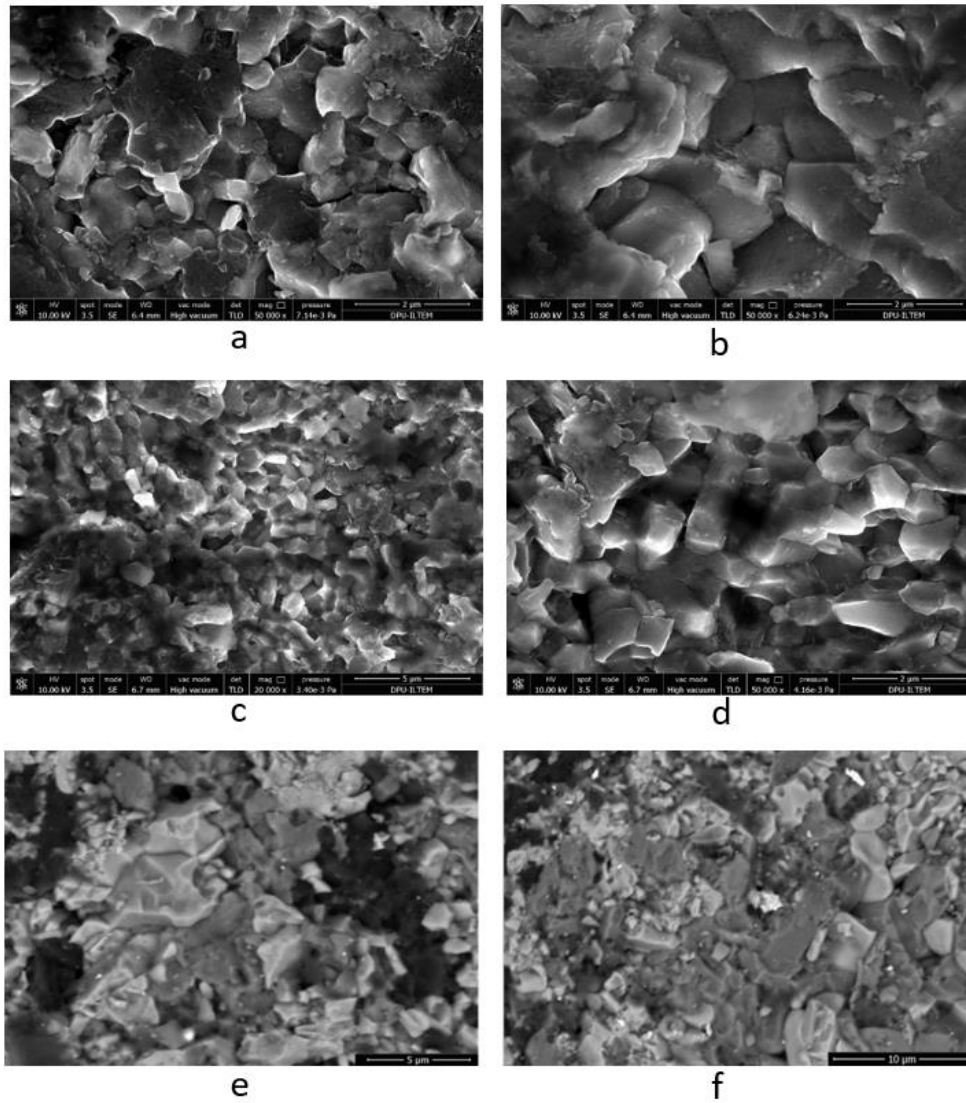
the displacement of the upper piston of the pressing tools (positive displacement). Initially, the pre-mixed powder was compacted with 5.6kN (15MPa) pressure up to 500°C. The pressure was increased gradually to 22kN (50MPa) afterward. The conjugated effect of temperature and pressure leads to the densification of the sample beginning from 1500 °C. The densification rate decreased while temperature and pressure were constant at dwelling temperature (1600-1800°C). Higher shrinkage in the sample at higher temperatures was observed, compromising density measurement.



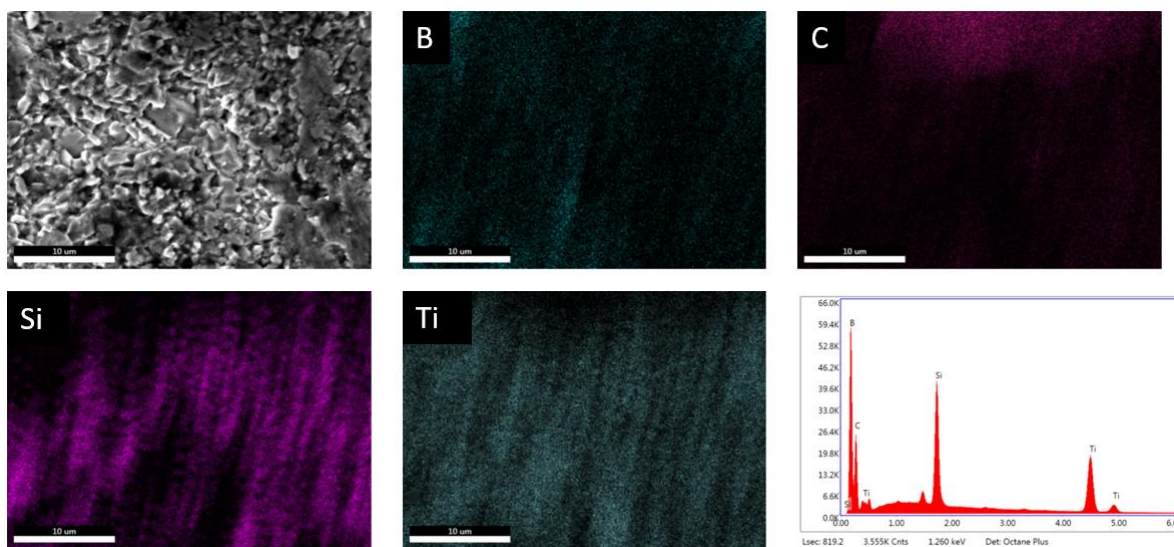
**Figure 5.** The sintering conditions (piston displacement, load, and temperature) as a function of time during SPS

Microstructure analysis on the fractured surface of the specimen and BSE image of the sample sintered at 1800 °C is shown in figure 6. The sample sintered at 1600 °C has the lowest density. Clusters of particles and weak particle-matrix bonding can be observed from microstructures (figure 6 e and f). The samples sintered at 1700°C and 1800°C show lower amount of porosity. The appearance of the dimples on the fracture surface indicates a ductile fracture mechanism. The microstructure of the sintered sample demonstrates that the light grey phase is  $TiB_2$  (high atomic number), grey areas are SiC phase, and dark phases are presumably boron carbide. Figure 7 shows the elemental mapping of the fracture surface of sample sintered at 1800°C. Titanium and silicon deficiencies can be observed in regions rich in carbon and boron. In regions enriched with Ti and B, C and Si appears to be absent. In general, agglomerates are more apparent and non-homogeneously distributed throughout the microstructure. BSE images (sensitivity to differences in atomic number) of the sample sintered at 1800°C in figure 6 (e and f) also support the result. He et al. observed homogeneously dispersed continuous boron carbide matrix by adding different amount of  $Ti_3SiC_2$  into boron carbide (He et al, 2016). In this study, boron carbide does not form a continuous matrix in the microstructure.





**Figure 6.** Microstructure of the samples sintered at (a) 1600°C, (b) 1700°C, (c) and (d) 1800°C. (e) and (f) are BSE images of the sample sintered at 1800°C



**Figure 7.** The SEM image of the fractured surface of the sample sintered at 1800°C, along with the attributing EDX maps.

#### 4. CONCLUSIONS

This study reports spark plasma sintering behavior of boron carbide using  $Ti_3SiC_2$  and excess amorphous boron as sintering additives. The addition of  $Ti_3SiC_2$  in  $B_4C$  induced the formation of  $TiB_2$ , and  $SiC$  phases by reactive sintering. Higher sintering temperature yields to higher densification which can be observed from SPS data and the microstructure of the samples. BSE images and elemental mapping show that the all three phases are not uniformly distributed throughout the microstructure. The presence of the dimples on the fractured surface of the samples indicates the ductile structure of the produced samples. It is known that the increase of the volume fraction of  $B_xC$  in the ceramic by addition of excess boron leads the higher hardness. In order to investigate the effect of B excess on the mechanical properties of the composite, further studies will be carried out with different B/MAX phase ratios.

#### 5. ACKNOWLEDGEMENTS

This study was supported by Kütahya Dumlupınar University Scientific Research Projects Commission, project 2017-67 and YOK-MEVLANA PROJECT (MEV.2018-9999). Author also would like to thank Prof. Dr. Hasan Göçmez and Prof. Dr. Mustafa Tuncer for their valuable contributions.

#### 6. CONFLICT OF INTEREST

Author approves that to the best of their knowledge, there is not any conflict of interest or common interest with an institution/organization or a person that may affect the review process of the paper.

#### 7. AUTHOR CONTRIBUTION

Hülya BİÇER has the full responsibility of the paper about determining the concept of the research, data collection, data analysis and interpretation of the results, preparation of the manuscript and critical analysis of the intellectual content with the final approval.

#### 8. KREFERENCES

- Angers R., Beauvy M., Hot-pressing of boron carbide, *Ceramics international* 10(2), 49-55, 1984.
- Aselage T. L, Tissot R. G., Lattice constants of boron carbides. *Journal of the American Ceramic Society* 75 (8), 2207-2212, 1992.
- Biçer H., Akdoğan E., Şavklıyıldız İ, Haines C., Zhong Z., Tsakalakos T., Thermal expansion of nano-boron carbide under constant DC electric field: An in situ energy dispersive X-ray diffraction study using a synchrotron probe. *Journal of Materials Research* 35(1), 90-97, 2020.
- Canakci A., Erdemir F., Varol T., Patir A., Determining the effect of process parameters on particle size in mechanical milling using the Taguchi method: measurement and analysis. *Measurement* 46(9), 3532-3540, 2013.
- Ding D., Chong X., Xiao G., Lv L., Lei C., Luo J., Zang, Y., Combustion synthesis of  $B_4C/Al_2O_3/C$  composite powders and their effects on properties of low carbon MgO-C refractories. *Ceramics International* 45(13), 16433-16441, 2019.

- Domnich V., Reynaud S., Haber R. A., Chhowalla M., Boron carbide: structure, properties, and stability under stress. *Journal of the American Ceramic Society* 94(11), 3605-3628, 2011.
- He P., Dong S., Kan Y., Zhang X., Ding Y., Microstructure and mechanical properties of B<sub>4</sub>C–TiB<sub>2</sub> composites prepared by reaction hot pressing using Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> as additive. *Ceramics International* 42(1), 650-656, 2016
- He Q., Xie J., Wang A., Liu C., Tian T., Hu L., Fu Z., Effects of boron content on the microstructures and mechanical properties of reactive hot-pressed B<sub>x</sub>C–TiB<sub>2</sub>–SiC composites. *Ceramics International* 45(16), 19650-19657, 2019.
- Liu Y., Wu X., Liu M., Huang Y., Huang Z., Microstructure and mechanical properties of B<sub>4</sub>C–TiB<sub>2</sub>–SiC composites fabricated by spark plasma sintering. *Ceramics International* 46(3), 3793-3800, 2020.
- Munir Z. A., Anselmi-Tamburini U., Ohyanagi M., The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials: a review of the spark plasma sintering method. *Journal of Materials Science* 41(3), 763-777, 2006.
- Skorokhod V., Vlajic M. D., Krstic V. D., Mechanical properties of pressureless sintered boron carbide containing TiB<sub>2</sub> phase. *Journal of materials science letters* 15(15),1337-1339,1996.
- Song Q., Zhang Z. H., Hu Z. Y., Yin S. P., Wang H., Li X. Y., Cheng X. W., Influences of the pre-oxidation time on the microstructure and flexural strength of monolithic B<sub>4</sub>C ceramic and TiB<sub>2</sub>–SiC/B<sub>4</sub>C composite ceramic. *Journal of Alloys and Compounds* 831, 154852, 2020.
- Thevenot F., Boron carbide—a comprehensive review. *Journal of the European Ceramic Society* 6(4), 205-225, 1990.
- Wen Q., Tan Y., Zhong Z., Zhang H., Zhou X., High toughness and electrical discharge machinable B<sub>4</sub>C–TiB<sub>2</sub>–SiC composites fabricated at low sintering temperature. *Materials Science and Engineering: A* 701, 338-343, 2017.
- Ye F., Hou Z., Zhang H., Liu L., Densification and mechanical properties of spark plasma sintered B<sub>4</sub>C with Si as a sintering aid. *Journal of the American Ceramic Society* 93(10), 2956-2959, 2010.
- Yin S. P., Zhang Z. H., Cheng X. W., Su T. J., Hu Z. Y., Song Q., Wang H., Spark plasma sintering of B<sub>4</sub>C–TiB<sub>2</sub>–SiC composite ceramics using B<sub>4</sub>C, Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> and Si as starting materials. *Ceramics International* 44(17), 21626-21632, 2018.
- Zhang X., Zhang Z., Wang W., Shan J., Che H., Mu J., Wang G., Microstructure and mechanical properties of B<sub>4</sub>C–TiB<sub>2</sub>–SiC composites toughened by composite structural toughening phases. *Journal of the American Ceramic Society* 100(7), 3099-3107, 2017.