

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

PART C: TASARIM VE TEKNOLOJİ



e-ISSN 2147-9526

The Design and Technology Journal, which is part of the Gazi University Journal of Sciences family as Part C, aims to deliver the most up-to-date scientific and technological developments in engineering sciences to researchers, engineers and interested audiences. Our journal, which includes both experimental and theoretical studies in basic engineering fields, gives priority to the publication of articles related to the rapidly developing fields of engineering.

First published in 2013



2023, Volume 11, Issue 1 Content

1. Toz Metalürjisi Yöntemi ile Üretilen Cu-Cr-B4C-CNF Hibrit Kompozitlerin Aşınma Özellikleri (Araştırma Makalesi), Osama Ali Ehbil KRİEWAH Serkan ISLAK, Vahdettin KOÇ, İlyas SOMUNKIRAN **Page: 1-9**
2. Investigation of The Effect of Semi-Solid Temperatures and Holding Times at Isothermal Range On Microstructure of AZ31 Mg Alloy (Araştırma Makalesi), Bahadır AKGÜN, Kadir KOCATEPE **Page: 10-24**
3. Detection of Movement Related Cortical Potentials from Single Trial EEG Signals (Araştırma Makalesi), Eda AKMAN AYDIN, **Page: 25-38**
4. Sahte Haber Tespiti için Kullanılan Modellerin Sosyal Bağlam Kapsamında İncelenmesi (Derleme Makalesi), Gülsüm KAYABAŞI KORU, Çelebi ULUYOL **Page: 39-54**
5. The Parametric Design of a Photovoltaic Power System over a Parking Lot (Araştırma Makalesi), Ege Batu ELTEZ, Koray ULGEN, **Page: 55-67**
6. Boş Park Yerlerinin Tespiti ve Kullanıcıya Mobil Uygulama ile Yol Tarifi Verilmesi (Araştırma Makalesi), Ahmet Basri ALTAY, Ayşe DEMİRHAN, **Page: 68-80**
7. Biomimetik Yaklaşımla Süperhidrofobik Yüzey Geliştirilmesi (Derleme Makalesi), Kurtuluş DEĞER, Hüdayim BAŞAK **Page: 81-110**
8. IEEE 14 Bara Sistemine Bağlanabilecek Maksimum Yük Seviyelerinin Belirlenmesi (Araştırma Makalesi), Uğur FESLİ, M. Bahadır ÖZDEMİR, Şaban ÖZDEMİR **Page: 111-132**
9. Yüksek Yoğunluklu Polietin (YYPE)/Çinko Borat Polimer Kompozitinin Mekanik Özelliklerine Grafenin Etkisi (Araştırma Makalesi), Elif ULUTAŞ, Beril EKER GÜMÜŞ, Münir TAŞDEMİR, **Page: 133-142**
10. Gimbal Axes Control with PID Controllers (Araştırma Makalesi), Murat ŞAHİN, **Page: 143-152**
11. A New Hg (II) Electrode For The Analysis Of Mercury In Sea Food (Araştırma Makalesi), Şükrü KALAYCI, **Page: 153-160**
12. Analysis of Consumer Behavior towards Electric Vehicles: Intentions, Concerns, and Policies (Araştırma Makalesi), Hafize Nurgül DURMUŞ ŞENYAPAR, Murat AKIL, **Page: 161-183**
13. KARRİKİN: Dumandan Gelen Yaşam (Derleme Makalesi), Yasemin KEMEÇ HÜRKAN, **Page: 184-196**
14. Vakum İnfüzyon Yöntemi ile Üretilen Parçalarda Jelkot Kullanımı ve Elyaf Laminasyonunun Mekanik Özelliklere Etkisi (Araştırma Makalesi), Mustafa KELEŞ, Mustafa Can TOPBAŞOĞLU, Kenan YILDIRIM, **Page: 197-209**
15. Investigation of the Thermal Properties of Cu-based Shape Memory Alloy (Araştırma Makalesi) Neslihan TURAN, **Page: 210-221**
16. Experimental Investigation of the Effects of Insulation Materials and Concrete Strength on Temperature Transitions in FRP Reinforced Structural Elements Under High Temperature (Araştırma Makalesi), Şeymanur ARSLAN, Ferhat AYDIN, **Page: 222-235**
17. Experimental Investigation of Engineering Properties of Silica Sand Filled Mortars Containing High Doses of SWCNT (Araştırma Makalesi), Fatih DOĞAN, Heydar DEHGHANPOUR, Serkan SUBAŞI, Muhammed MARAŞLI, **Page: 236-251**
18. A Smart Movie Suitability Rating System Based on Subtitle (Araştırma Makalesi), Murat IŞIK, **Page: 252-262**

19. Farklı Konseptte Sahip Isıl İşlem ve Klimatik Uygulamanın Yapısal Ahşabın Mekanik ve Fiziksel Performansına Etkilerinin Deneysel İncelenmesi (**Araştırma Makalesi**), Mustafa ALTUNOK, Ramazan BÜLBÜL, Mehmet GÜNEŞ
Page: 263-272
20. Seramik Takviyeli Al6061 Matrisli MMK'ların Vakum İnfiltrasyon Yöntemi ile Üretimi ve Yaşlandırma Isıl İşlemi (**Araştırma Makalesi**), Nurcihan KISAOĞLU, Nimet KARDEŞ SEVER, Hasan DURA, Sinan AKSÖZ, **Page: 273-283**
21. Hiper Dupleks Paslanmaz Çelikler ve Kaynaklanabilirliği (**Derleme Makalesi**), Uğur ÖZDEMİR, Tayfun FINDIK, Can YILMAZ, **Page: 284-299**

Editor in Chief

Prof. Dr. Ahmet GÜRAL,
Gazi University

Assistant Editors

Assoc. Prof. Dr. Hanifi ÇİNİCİ
Gazi University
Asst. Prof. Dr. Onur ALTUNTAŞ
National Defense University

Technical Editors

Çağrı SUIÇMEZ, Gazi University
Ahmet ERDAĞ, Gazi University
Onur POLAT, Gazi University

(Alan Editörleri) Field Editors

Ali KASAL

Cemal KOÇAK

Gökhan DURMUŞ

Murat MAYDA

Onur ALTUNTAŞ

İlyas ÇANKAYA

Melika ÖZER

Ozer SEVİM

Mehmet Rıda TÜR

Ozan YAĞMUROĞLU

Ramazan ÇAKIROĞLU

Hanifi ÇİNİCİ

Serap SAFRAN





Servet ÇETE

Naki GULER

Volkan KILIÇLI

Hamdi KAHRAMAN

Wear properties of Cu-Cr-B₄C-CNF hybrid composites produced by powder metallurgy method

Osama Ali Ehbil KRİEWAH¹  Serkan ISLAK^{2,*}  Vahdettin KOÇ³  İlyas SOMUNKIRAN⁴ 

¹Kastamonu University, Institute of Science, Department of Materials Science and Engineering, 37150, Merkez/KASTAMONU

²Kastamonu University, Faculty of Engineering and Architecture, Department of Mechanical Engineering, 37150, Merkez/KASTAMONU

³Adiyaman University, Vocational High School of Technical Sciences, Machine Program, 02230, Merkez/ADIYAMAN

⁴Firat University, Faculty of Technology, Department of Metallurgical and Materials Engineering, 23119, Merkez/ELAZIĞ

Graphical/Tabular Abstract

Article Info:

Research article
Received: 5.06.2022
Revision: 13.06.2022
Accepted: 15.06.2022

Highlights

- The wear performance of copper is improved.
- CNF showed lubricating property.

Keywords

Wear
Hybrid composite
Copper
Powder metallurgy

In this study, the examination of the wear properties of Cu-Cr-B₄C-CNF hybrid composites produced by powder metallurgy method is given as a graphic summary below.

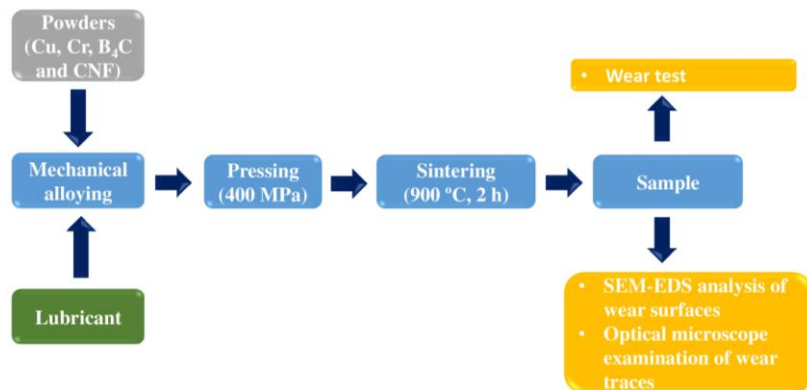


Figure A. Production and test flow chart

Purpose: It is aimed to examine the wear properties of Cu-Cr-B₄C-CNF hybrid composites produced by powder metallurgy method in detail. The effects of the reinforcement elements added in Cu on the wear behavior were investigated.

Theory and Methods: Pure copper is widely used in various electrical applications due to its high electrical conductivity and high thermal conductivity. Although copper has these excellent properties, the ductility of copper makes it vulnerable to mechanical stress. In this study, the wear properties of hybrid composites produced by powder metallurgy were investigated.

Results: The wear depth was calculated using the wear traces and the ball diameter, and then the wear section was calculated. The wear volume was found by multiplying the wear section by the wear length. The wear resistance of the samples is interpreted as an indicator of the wear rates. While the friction coefficients and wear rates decreased depending on the reinforcement ratios, both the friction coefficients and the wear rates increased with the increase of the wear loads.

Conclusion: The friction coefficients of the samples differed according to the composition. Depending on the increase in the load, the friction coefficients also increased. Among the sample groups, it occurred under 5 N abrasion load in the S7 sample. This is attributed to the lubricating property of CNF. The wear rates increased depending on the wear load and the amount of additives. According to the SEM images of the wear surfaces, both adhesive and abrasive wear mechanisms are the dominant wear types.



Wear properties of Cu-Cr-B₄C-CNF hybrid composites produced by powder metallurgy method

Osama Ali Ehbil KRİEWAH¹  Serkan ISLAK^{2*}  Vahdettin KOÇ³  İlyas SOMUNKIRAN⁴ 

¹Kastamonu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı, 37150, Merkez/KASTAMONU

²Kastamonu Üniversitesi, Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 37150, Merkez/KASTAMONU

³Adıyaman Üniversitesi, Teknik Bilimler Meslek Yüksek Okulu, Makine Programı, 02040, Merkez/ADİYAMAN

⁴Fırat Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 23119, Merkez/ELAZIĞ

Abstract

Despite the excellent properties of copper, such as high electrical conductivity and high thermal conductivity, the fact that its mechanical properties are weak reveals the fact that its mechanical properties have been improved. In this study, the wear properties of Cu-Cr-B₄C-CNF hybrid composites produced by powder metallurgy were experimentally investigated in order to improve their mechanical properties. The pin-on-disc wear method was used to determine the wear performance of the composites. Three different wear loads (5N, 10N, and 15N) were selected in the wear test. According to the wear results, while the friction coefficients and wear rates decreased depending on the reinforcement ratios, both the friction coefficients and the wear rates increased with the increase of the wear loads. According to the SEM photographs taken from the surface after the wear process, both adhesive and abrasive wear mechanisms are the dominant wear types.

Makale Bilgisi

Araştırma makalesi

Başvuru: 5.06.2022

Düzeltilme: 13.06.2022

Kabul: 15.06.2022

Keywords

Wear

Hybrid composite

Copper

Powder metallurgy

Anahtar Kelimeler

Aşınma

Hibrit kompozit

Bakır

Toz metalurjisi

Toz metalürjisi yöntemi ile üretilen Cu-Cr-B₄C-CNF hibrit kompozitlerin aşınma özellikleri

Öz

Bakırın yüksek elektriksel iletkenlik ve yüksek termal iletkenlik gibi mükemmel özelliklerine rağmen mekanik özelliklerinin zayıf olması, mekanik özelliklerinin geliştirilmesi gerçeğini ortaya koymaktadır. Bu çalışmada toz metalürjisi ile üretilen Cu-Cr-B₄C-CNF hibrit kompozitlerin mekanik özelliklerini iyileştirmek amacıyla aşınma özellikleri deneysel olarak araştırılmıştır. Kompozitlerin aşınma performanslarını belirlemek amacıyla pin-on-disk aşınma metodu kullanılmıştır. Aşınma testinde üç farklı aşınma yükü (5N, 10N ve 15N) seçilmiştir. Aşınma sonuçlarına göre, takviye oranlarına bağlı olarak sürtünme katsayılarında ve aşınma oranlarında azalma meydana gelirken, aşınma yüklerinin artmasıyla hem sürtünme katsayılarında hem de aşınma oranlarında artışlar meydana gelmiştir. Aşınma işleminden sonra yüzeyden alınan SEM görüntülerine göre hem adhezif hem de abrasiv aşınma mekanizmaları hâkim aşınma türleridir.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Bakır ve alaşımlarının insanlar tarafından kullanımı binlerce yıl öncesine dayanmaktadır. Muhtemelen bakır, insanlık tarafından çıkarılan ve işlenen en eski metaldir. İyi mukavemet ve süneklik, işleme kolaylığı ve iyi bulunabilirlik ile bakır, binlerce yıldır nesnelere, takılar ve günlük kullanım araçları veya yüksek teknolojik içeriğe sahip bileşenler oluşturmak için mükemmel bir malzeme olmuştur. Günümüzde bakır, çoğunlukla yüksek ısı veya elektrik iletkenliği gerektiren uygulamalarda saf haliyle kullanılırken, alaşımları

(bronzlar ve pirinçler) mükemmel korozyon ve aşınma direnci sayesinde birçok alanda yaygın olarak kullanılmaktadır. Bakır ve alaşımları, insanlığın büyümesi için büyük bir doğal kaynak olmuştur ve olmaya devam etmektedir [1-3]. Bakırın bu eşsiz özelliklerine rağmen nispeten düşük mukavemeti ve sertliği, yapısal malzemeler olarak uygulamalarını sınırlamıştır. [4, 5]. Bu olumsuzluğun üstesinden gelmek için malzeme alanında birçok çalışma yapılmaktadır. Yüksek performanslı Cu esaslı malzemeler elde etmek için yaygın olarak kullanılan iki yöntem vardır. Bu yöntemlerden ilki, Cu–Cr–Zr, Cu–Ni–Si ve Cu–Cr alaşımları gibi, yaşlanma işleminden kaynaklanan intermetalik partiküllerin neden olduğu çökeltme güçlendirmesinin birincil güçlendirme faktörü olduğu alaşımlama yoludur. İkincisi ise, takviye olarak partiküllerin (karbürler, borürler ve oksitler) ve whiskerlerin (karbon nanotüpler veya grafit) neden olduğu güçlendirmenin ana güçlendirme mekanizması olduğu kompozit üretim metodudur [6, 7]. Peng vd. [8] yaşlandırma işleminden sonra Cu–Cr ve Cu–Cr–Ti alaşımlarının mekanik özellikleri ve mikroyapı özelliklerini araştırmışlardır. Onlar, Cu-Cr alaşımlarının yumuşama sıcaklığı ve akma dayanımı, Ti içeriğinin artmasıyla arttığını, Cr çökeltmelerinin güçlendirme katkısı nicel olarak belirlendiğini ve Ti ilavesinin Cu-Cr alaşımlarında kübik çökeltmelerin oluşmasına neden olduğunu rapor etmişlerdir. Fakat oluşan çökelekler, yüksek sıcaklık uygulamalarında bozularak, dayanımda düşüş yaşanmaktadır [9]. Bu olumsuzluğun üstesinden gelmek için bakır matrisli kompozit malzemeler önem kazanmaktadır. Shu vd. [10] Cu-B₄C kompozitlerini üretip, B₄C'nin mikroyapı, sertlik, elektriksel iletkenlik ve aşınma direncine etkisini incelemişlerdir. Sonuçlar, B₄C miktarının artmasıyla elektriksel iletkenlikte kademeli olarak azalmanın olduğunu gösterirken, sertlikte ve aşınma direncinde artış olduğunu göstermiştir. Tüm bu olumlu özelliklere rağmen, daha yüksek oranlarda seramik takviyesinin eklenmesi, kompozitin genel yoğunluğunu artırır ve işleme zorluklarına neden olur. Yukarıdaki sınırlayıcı faktörler, belirli bir uygulama için gereken özellikleri uyarlamak için ikili veya üçlü takviye malzemeleri (biri seramik olan) ile hibrit kompozitlerin kullanımını başlatmıştır. Ayrıca, hibrit kompozitler, ileri mühendislik uygulamaları ihtiyacını karşılamadaki olağanüstü potansiyelleri nedeniyle son zamanlarda bilim ve mühendislik alanlarında çok fazla ilgi görmektedir [11]. Bu çalışmada, bakır içerisine Cr, B₄C ve CNF ilave edilerek toz metalürjisi yöntemiyle hibrit kompozitler üretilmiş olup, üretilen bu hibrit kompozitlerin aşınma özellikleri detaylıca araştırılmıştır.

2. MATERYAL VE METOTLAR (MATERIALS AND METHODS)

Hibrit kompozitlerin üretiminde matris olarak bakır (Cu), takviye olarak ise bor karbür (B₄C), krom (Cr) ve karbon nanofiber (CNF) kullanılmıştır. Tozların EDS analizlerine göre Cu ağırlıkça %100 Cu'dan, Cr ağırlıkça % 100 Cr'dan, B₄C ağırlıkça %34.29 B ve %65.71 C'dan ve son olarak CNF ise ağırlıkça %100 C'dan oluşmaktadır. Tablo 1 toz karışım oranlarını göstermektedir.

Tablo 1. Toz karışım oranları (% hacim)

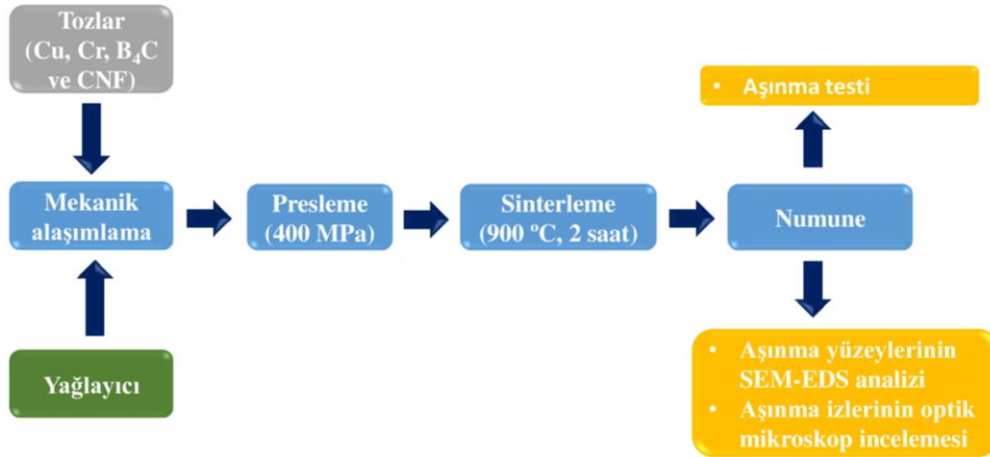
| Numune Kodu | Cu | B ₄ C | Cr | CNF |
|-------------|-----|------------------|----|-----|
| S1 | 100 | 0 | 0 | 0 |
| S2 | 92 | 8 | 0 | 0 |
| S3 | 90 | 8 | 2 | 0 |
| S4 | 88 | 8 | 4 | 0 |
| S5 | 86 | 8 | 6 | 0 |
| S6 | 85 | 8 | 6 | 1 |
| S7 | 84 | 8 | 6 | 2 |
| S8 | 83 | 8 | 6 | 3 |

Yukarıda verilen karışım oranlarına göre tozlar 2 saat sürede 400 rpm'de mekanik alaşımlama işlemine tabi tutulmuştur. Mekanik alaşımlanan toz karışımları hidrolik preste 400 MPa basınçta preslenmiş olup, 20 mm çapında ve 10 mm yüksekliğinde numuneler üretilmiştir. Ham halindeki numuneler tüp fırında argon atmosferinde 10 °C/dk ısıtma/soğutma hızında 2 saat sürede 900 °C sıcaklıkta sinterlenmiştir. UTS Tribometer T10 test cihazı (Şekil 1) kullanılarak ASTM G99-17 standardına [12] uygun olarak tüm numunelere disk üzerinde pin aşınma testi uygulandı. Testler oda koşullarında 5 N, 10N ve 15 N yüklerde

ve 300 metre kayma mesafesinde gerçekleştirilmiştir. Aşındırıcı karşı malzeme olarak 100Cr6 malzemeden üretilmiş Ø6 mm çapında çelik bilyalar kullanılmıştır. Aşınma iz kalınlıkları Nikon marka optik mikroskop kullanılarak ölçülmüştür. Aşınma yüzeylerinin Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji dağılımlı spektrometre (EDS) analizleri Carl Zeiss Ultra Plus Gemini FESEM kullanılarak yapılmıştır. Şekil 2’de numune üretiminden aşınma testine ve sonrasındaki analizleri de içeren akış diyagramı görülmektedir.



Şekil 1. Aşınma cihazı (UTS 10/20 Tribometer)



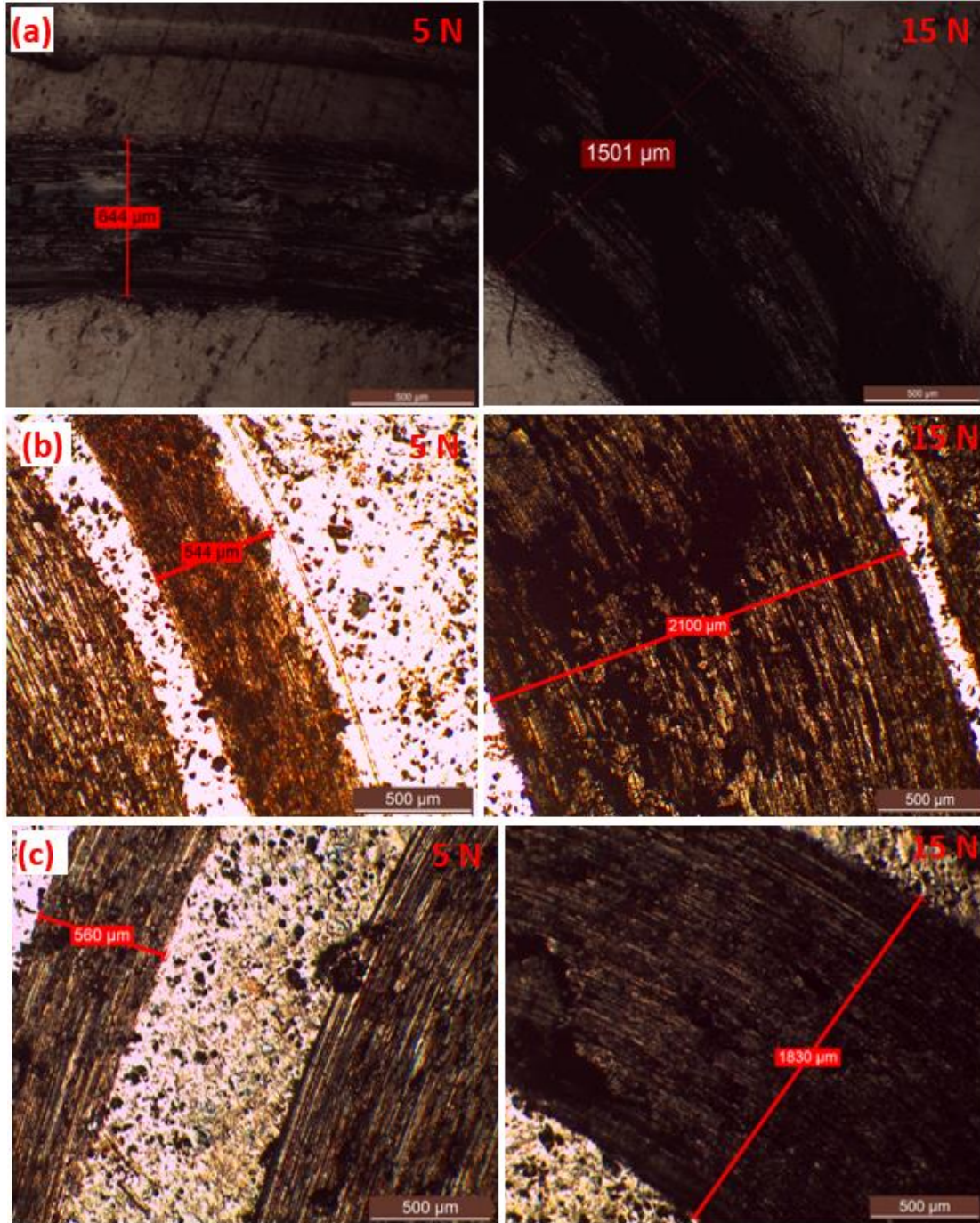
Şekil 2. Üretim ve test akış diyagramı

3. SONUÇLAR VE TARIŞMA (RESULTS AND DISCUSSION)

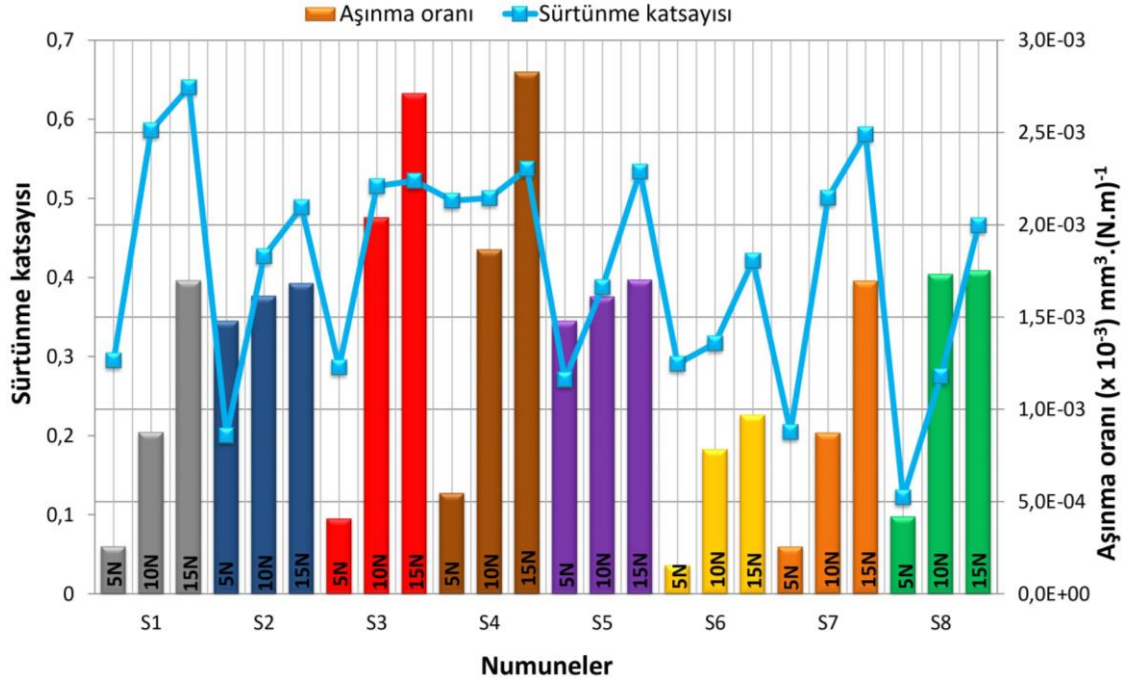
Aşınma testlerinde aşınma oranı, numunelerin aşınma kayıpları açısından ele alınacak bir niceliktir. Aşınma oranını hesaplamak için, kayıp hacim, uygulanan yük ve kayma mesafesi gibi değerler hesaba katılır [13, 14]. Aşınma hacminin hesaplanmasında aşınma izi genişlikleri dikkate alınarak hesaplanmıştır. Optik mikroskop kullanılarak ölçülen aşınma izi genişlikleri S1, S2 ve S6 nolu numuneler için Şekil 3’de verilmiştir. S1 (katkısız) numunesinde 5 N ve 15 N için aşınma izi genişlikleri sırasıyla 644 µm ve 1501 µm iken, hibrit kompozit olan S6 numunesinde 5 N ve 15 N için aşınma izi genişlikleri sırasıyla 560 µm ve 1830 µm olarak ölçülmüştür. Aşınma izleri ve bilya çapı kullanılarak aşınma derinliği hesaplanmış ve sonrasında aşınma kesiti hesaplanmıştır. Aşınma kesiti ile aşınma boyu çarpılarak aşınma hacmi bulunmuştur. Aşınma derinlikleri kullanılarak aşınma performansı belirlenmesi üzerine literatürde bir kaç çalışma mevcuttur [15, 16]. Numunelerin aşınma direnci, aşınma oranlarının bir göstergesi olarak yorumlanmaktadır. Aşınma oranı aşağıdaki formül kullanılarak hesaplanmıştır [17].

$$\text{Aşınma oranı} = \frac{V}{W \times L}$$

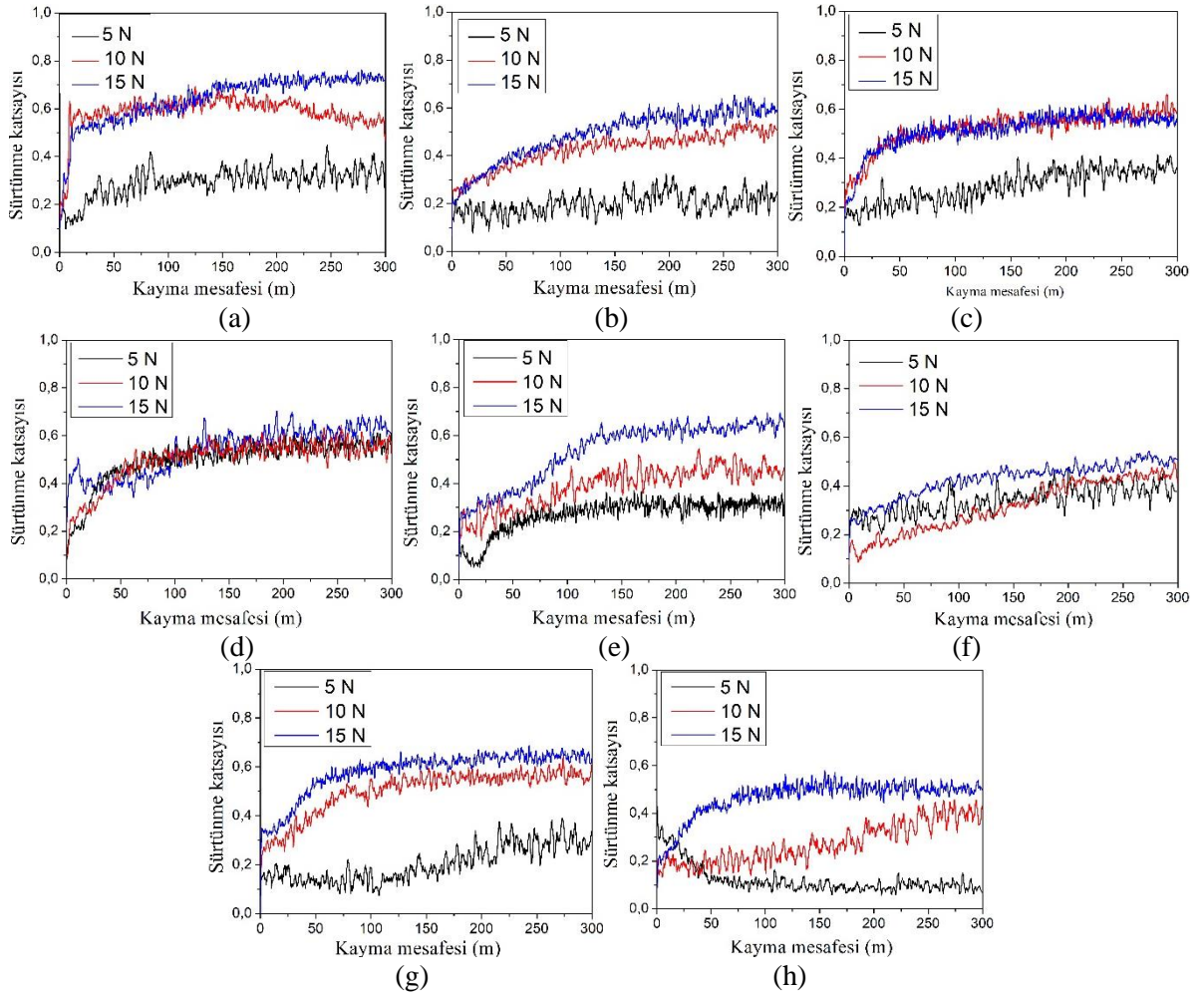
Burada V, hacimsel aşınma kaybı, W, uygulanan yük ve L, aşınma yoludur. Numunelerin aşınma oranları ve sürtünme katsayıları Şekil 4’de verilmiştir. Numunelerin aşınma oranları her bir numune için ve farklı aşınma yükünde farklılık göstermektedir. Düşük yükte (5N), aşınma oranı oldukça düşükken, 10N ve 15N yüklerde aşınma oranları belirgin olarak artmaktadır. Bu durum yüksek yüklerde aşındırıcı karşı top malzeme ile numune arasındaki temas alanının artmasıyla açıklanabilir. Temas alanı arttıkça matristen kopan takviye parçacıkları iki ve üç cisimli aşınma modlarına göre aşınmayı yönlendirmektedir. Sürtünme katsayıları takviye oranı arttıkça azalmakta, aşınma yükü arttığında ise artmaktadır (Şekil 5). CNF içerikli 6, 7 ve 8 nolu numunelerin sürtünme katsayıları oldukça düşmüştür. Bu durum karbon menşeli malzemelerin yağlayıcılık özelliğine atfedilebilir [18].



Şekil 3. Numunelerin farklı aşınma yüklerinde aşınma iz kalınlıklarının optik fotoğrafları: (a) S1, (b) S2 ve (c) S6

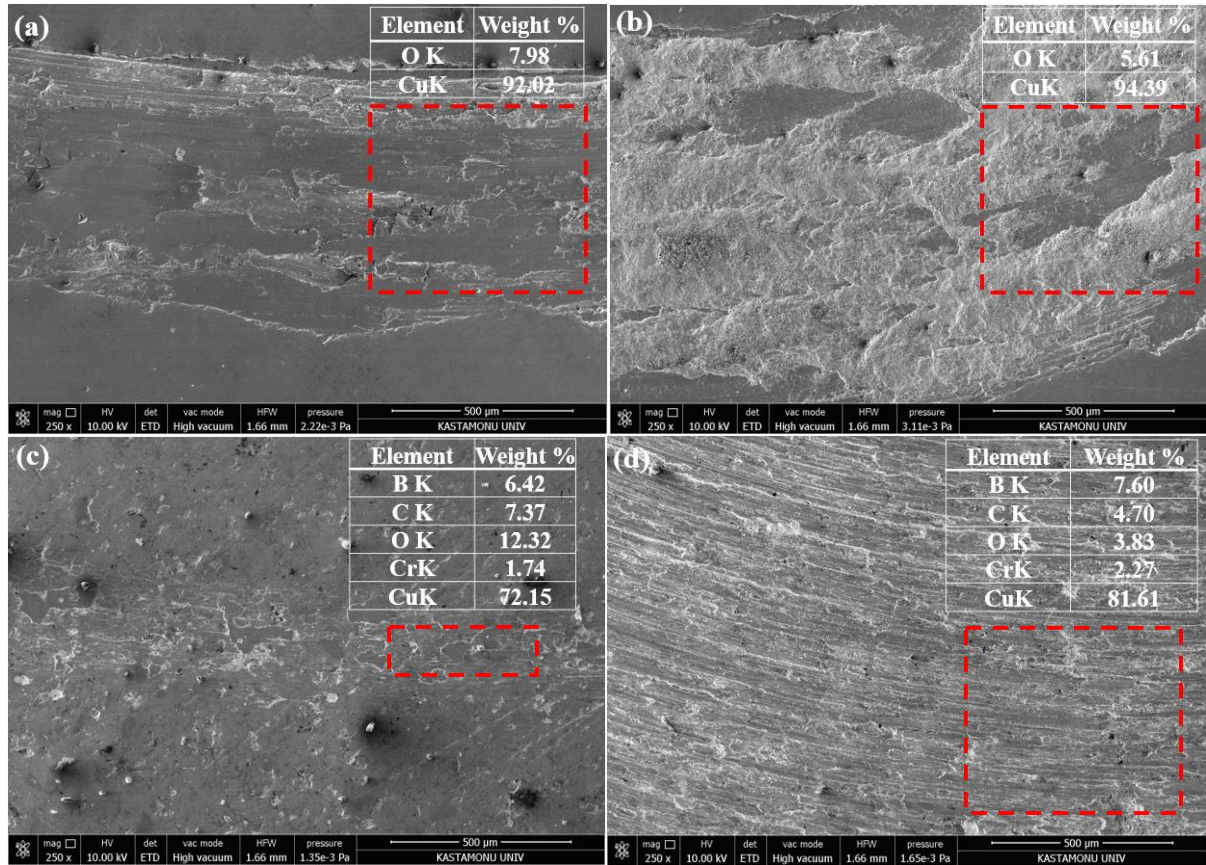


Şekil 4. Numunelerin sürtünme katsayıları ve aşınma oranları grafiği



Şekil 5. Numunelerin sürtünme katsayıları ve aşınma oranları grafiği: (a) S1, (b) S2, (c) S3, (d) S4, (e) S5, (f) S6, (g) S7 ve (h) S8

Aşınma testinden sonra aşınma yüzeylerine SEM-EDS analizi yapılmıştır. Şekil 6a ve Şekil 6b'de 1 nolu katkısız ve Şekil 6c ve Şekil 6d'de ise 6 nolu Cu-8B₄C-6Cr-1CNF numunelerinin aşınma yüküne bağlı olarak aşınma yüzeylerinin SEM-EDS analizini göstermektedir. Her iki numune grubu içinde aşınma yükü 5N'dan 15N'a arttığında aşınma izi kalınlığının arttığı SEM görüntülerinden açıkça görülmektedir. Bu durum yükün artmasıyla aşındırıcı bilya ile numune arasındaki temas alanının artmasıyla ilişkilidir. 1 nolu numunede genelde adhezif aşınma hâkimken aşınma kenarında çok az oranda abrasiv aşınma mevcuttur. Abrasiv aşınma olayı CuO partiküllerinin ana matristen kopması ve sonrasında aşınma testi esnasında abrasiv etkiyle bakır matrisi çizmesi şeklinde açıklanabilir. Zaten, numunelerin yüzeyinden EDS analizinde de oksit varlığı açıkça görülmektedir. Katkısız olan 1 nolu numunede bazı bölgelerde çatlakların oluşumu da göze çarpmaktadır. Çatlakların sebebi olarak, aşınma testi esnasında matrisin soğuk sertleşmesinden dolayı artık malzemenin dayanımında azalmanın olması gösterilmektedir. 1 nolu numune için 15N aşınma yükünde abrasiv etki azalmaktadır, bunun yerine neredeyse numunenin aşınma yüzeyinde adhezif aşınma hâkimdir. Çünkü yüksek yüklerde CuO parçacıkları parçalanarak abrasivliğini kaybetmektedir. 6 nolu numunede ise aşınma yüzeyinin tamamı abrasiv aşınma karakterlidir. Bu sebebi olarak da aşınma esnasında matrisin çıkan B₄C tanelerinin abrasiv tanecik özelliği göstermesidir (özellikle yüksek aşınma yükünde) [19]. Mikro pulluklanma izleri de SEM görüntüsünde açıkça görülmektedir.



Şekil 6. Aşınma yüzeylerinin SEM-EDS analizi: (a) S1/5N, (b) S1/15N, (c) S6/5N ve (d) S6/15N

4. SONUÇ (CONCLUSION)

Toz metalurjisi yöntemiyle üretilen Cu-Cr-B₄C-CNF hibrit kompozitlerin aşınma özellikleri detaylıca araştırılmış ve aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır:

1. Numunelerin aşınma işlemi sonrasında optik mikroskopla alınan aşınma izleri aşınma oranlarının hesaplanmasında kullanılmış ve bu izlerin genişlikleri yükün artmasıyla artmış, bileşim değişimine göre değişmiştir.

2. Numunelerin sürtünme katsayıları bileşime göre farklılık göstermiştir. Yükün artışına bağlı olarak sürtünme katsayıları da artmıştır. Numune grupları arasında S7 numunesinde 5 N aşınma yükü altında meydana gelmiştir. Bu durum CNF'nin yağlayıcılık özelliğine atfedilmiştir.
3. Aşınma yüküne ve katkı miktarına bağlı olarak aşınma oranları artmıştır. Aşınma yüzeylerinin SEM görüntülerine göre hem adhezif hem de abrasiv aşınma mekanizmaları hâkim aşınma türleridir.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Collini, L. (Ed.). (2012). Copper Alloys: Early Applications and Current Performance-Enhancing Processes. BoD–Books on Demand.
- [2] Lampman, S. (1990). ASM Handbook: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special Purpose Materials. Materials Park (OH): ASM International.
- [3] Deshpande, P. K., & Lin, R. Y. (2006). Wear resistance of WC particle reinforced copper matrix composites and the effect of porosity. *Materials Science and Engineering: A*, 418(1-2), 137-145.
- [4] Huang, B., Hishinuma, Y., Noto, H., & Muroga, T. (2019). Mechanochemical processing of Cu-Y₂O₃ alloy by MA-HIP for heat sink materials application. *Fusion Engineering and Design*, 140, 33-40.
- [5] Chen, H., Jia, C. C., & Li, S. J. (2013). Effect of sintering parameters on the microstructure and thermal conductivity of diamond/Cu composites prepared by high pressure and high temperature infiltration. *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials*, 20, 180-186.
- [6] Zhang, X., Xiao, Z., Xia, Z., Han, S., Meng, X., Zhao, Y., Li, Z., & Lei, Q. (2022). Microstructure and properties of Cu-TiNi composites prepared by vacuum hot pressing. *Journal of Alloys and Compounds*, 897, 162729.
- [7] Han, T., Li, J., Zhao, N., Shi, C., Liu, E., He, F., Ma, L., Li, Q., & He, C. (2017). In-situ fabrication of nano-sized TiO₂ reinforced Cu matrix composites with well-balanced mechanical properties and electrical conductivity. *Powder Technology*, 321, 66-73.
- [8] Peng, H., Xie, W., Chen, H., Wang, H., & Yang, B. (2021). Effect of micro-alloying element Ti on mechanical properties of Cu–Cr alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 852, 157004.
- [9] Correia, J. B., Davies, H. A., & Sellars, C. M. (1997). Strengthening in rapidly solidified age hardened Cu-Cr and Cu-Cr-Zr alloys. *Acta Materialia*, 45(1), 177-190.
- [10] Shu, D., Li, X., & Yang, Q. (2021). Effect on Microstructure and Performance of B₄C Content in B₄C/Cu Composite. *Metals*, 11(8), 1250.
- [11] Vidyasagar, C. S., & Karunakar, D. B. (2022). Effect of spark plasma sintering and reinforcements on the formation of ultra-fine and nanograins in AA2024-TiB₂-Y hybrid composites. *Progress in Natural Science: Materials International*, 32(1), 79-86.
- [12] Standard, ASTM. (2017). G99-17. Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus, ASTM International, West Conshohocken, PA.
- [13] Zhou, F., Wang, Y., Liu, F., Meng, Y., & Dai, Z. (2009). Friction and wear properties of duplex MAO/CrN coatings sliding against Si₃N₄ ceramic balls in air, water and oil. *Wear*, 267(9-10), 1581-1588.
- [14] Islak, S., Eski, Ö., Koç, V., & Özorak, C. (2020). Wear properties and synthesis of CrFeNiMoTi high entropy alloy coatings produced by TIG process. *Indian Journal of Engineering and Materials Sciences*, 27, 659-664.

- [15] Şaşmaz, M., Koç, V., & Güldal, S. (2021). Tribological Studies of NiMnIn and NiMnSn Magnetic Shape Memory Alloys. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 34, 2923-2931.
- [16] Koç, V., Çay, V.V. (2020). Investigation of wear behavior of Ti6Al4V/B₄C composites produced by powder metallurgy. *European Journal of Technique*, 10, 444-453.
- [17] Scharf, T. W., Neira, A., Hwang, J. Y., Tiley, J., & Banerjee, R. (2009). Self-lubricating carbon nanotube reinforced nickel matrix composites. *Journal of applied physics*, 106(1), 013508.
- [18] Islak, S., Özorak, C., Abouacha, N. M. E., Çalığülü, U., Koç, V., & Küçük, Ö. (2021). The effects of the CNF ratio on the microstructure, corrosion, and mechanical properties of CNF-reinforced diamond cutting tool. *Diamond and Related Materials*, 119, 108585.
- [19] Kriewah, O.A.E. (2022). Toz Metalürjisi Yöntemi İle Üretilen Bakır Matrisli Hibrit Kompozit Malzemelerin Mekanik Ve Korozyon Özelliklerinin Araştırılması, Doktora Tezi, Kastamonu Üniversitesi.



Investigation the Effect of Semi-Solid Temperatures and Holding Times at Isothermal Range On Microstructure of AZ31 Mg Alloy

Bahadır AKGÜN¹  Kadir KOCATEPE¹ 

¹Gazi University, Technology Faculty, Naturel and Applied Science Institute, Department of Metallurgical and Material Engineering, 06500, Yenimahalle/ANKARA

Graphical/Tabular Abstract

Article Info:

Research article

Received: 10.10.2022

Revision: 05.11.2022

Accepted: 21.11.2022

Highlights

- Mg Alloys
- Semi-Solid Process
- Spheroidization
- Shape Factor
- Grain Growth
- Isothermal Soaking

Keywords

AZ31Alloy
SIMA Method
Semi Solid
Mg Alloy
Intermetallic Gama (γ)
phase

In this study, to achieve globular microstructure required for semi-solid forming of extruded AZ31 Mg alloy is experimented by increasing to semi-solid temperatures. Once optimum parameters such as ideal grain size and shape factor and liquid phase ratios corresponding to semi-solid temperatures are achieved then these variables are utilized as inputs in hot pressing with SIMA method to form compact microstructure.

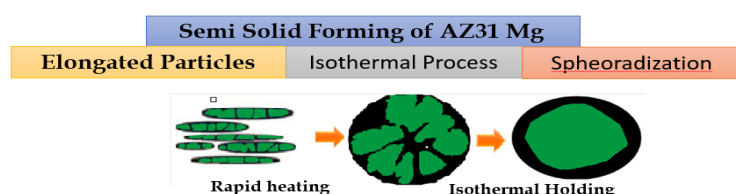


Figure A. Schematic Representation of Semi Solid Forming

Purpose: It is aimed to determine optimum parameters of spherical microstructure necessary for the semi-solid shaping of the extruded AZ31 Mg alloy by rapid heating to semi-solid temperatures and isothermal holding in the semi-solid temperature range. Therefore, determined variables of optimal spheroidization degree can be directly applied to hot press stage through the SIMA method.

Theory and Methods: In the induction coil of extruded AZ31 Mg alloy, rapid heating to semi-solid temperature and controlled holding in the isothermal temperature range processes are applied to AZ31 Mg alloy during the study. Rapid heating (4°C/s) above 585°C and cooling in water produced many intermetallic $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}(\gamma)$ compounds with heterogeneous distribution both in the grain and very little eutectic at the grain boundaries. Not only intermetallic phases have detrimental effects to microstructure, but they have also effect to prevent grain growth especially when they settle at the grain boundaries.

Results: Rapid heating to the semi-solid temperature ($565\text{-}630^{\circ}\text{C}$) of extruded AZ31 Mg alloy and cooling in water leads to spheroidization (shape factor increase) in equiaxed primary elongated extruded Mg grains. As the escalation in temperature, the degree of spheroidization of the grains improved but meanwhile grain growth occurred. Therefore, optimum grain size around $49\text{-}52\ \mu\text{m}$ and shape factor ($\text{SF} = 0.86$) were achieved before grain growth.

Conclusion: In this paper rapid heating to the semi-solid temperature ($565\text{-}630^{\circ}\text{C}$) of extruded AZ31 Mg alloy and cooling in water leads to spheroidization (shape factor increase) in equiaxed primary elongated extruded Mg grains. Optimal values of shape factor and grain size were successfully determined as a result of experiments. Since best parameters must be used during hot pressing stage, it is anticipated that samples are eligible to be formed by SIMA method.



Investigation the Effect of Semi-Solid Temperatures and Holding Times at Isothermal Range On Microstructure of AZ31 Mg Alloy

Bahadır AKGÜN¹ Prof. Dr. Kadir KOCATEPE¹

¹Gazi University, Technology Faculty, Naturel and Applied Science Institute, Department of Metallurgical and Material Engineering, 06500, Yenimahalle/ANKARA

Abstract

Mg alloys have poor formability due to their hexagonal tightly packed (HCP) crystal structure, low active shear system at room temperature, and anisotropic behaviour in polycrystalline structure. Today's developments in machining, liquid forming and semi-solid forming technology have removed these obstacles. In the semi-solid forming method, it is aimed to obtain ideal microstructure of the alloy, including excellent fluidity, appropriate flow control, adjustable viscosity and controllable grain morphology, thanks to equiaxed spherical solid particles surrounded by liquid. In this study, it is aimed to achieve the spherical microstructure required for the semi-solid shaping of the extruded AZ31 Mg alloy by heating to semi-solid temperatures and isothermal holding in the semi-solid temperature range. Therefore, rapid heating in the induction coil and controlled holding in the isothermal temperature range were applied to the alloy. Heating the extruded AZ31 Mg alloy to a semi-solid temperature (565-630°C) and subsequently rapid cooling processes lead to many intermetallic Mg₁₇Al₁₂(γ) compounds with heterogeneous distribution both in the equiaxed primary Mg(α) grains and at the grain boundaries as well as a very little eutectic at the grain boundaries. As the semi-solid temperature value increased, the degree of spheroidization increased. However, it was found that the grain growth reached a maximum at one point and there was no significant change in the shape factor as a result of controlled holding time.

Makale Bilgisi

Research article
Received: 10.10.2022
Revision: 05.11.2022
Accepted: 21.11.2022

Keywords

AZ31 Alloy
SIMA Method
Semi Solid
Mg Alloy
Intermetallic Gama (γ)
phase

Anahtar Kelimeler

AZ31 Alaşımı
SIMA Metodu
Yarı Katı
Mg Alaşımı
İntermetalik Gama (γ)
Fazı

AZ31 Mg Alaşımında Yarı Katı Sıcaklıkların ve Yarı-Katı Sıcaklıklarında İzotermal Bekletmenin Mikro Yapı Üzerine Etkisinin İncelenmesi

Öz

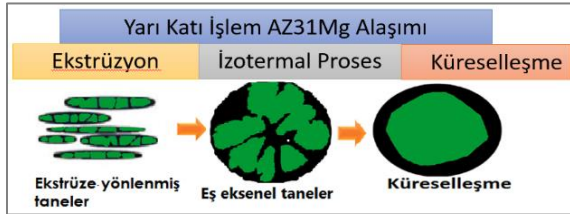
Mg alaşımları, hegzagonal sıkı paketlenmiş (HCP) kristal yapısı, oda sıcaklığında aktif kayma sisteminin az olması ve polikristal yapıdaki anizotropik davranışı nedeniyle zayıf şekillendirilebilirlik özelliğine sahiptir. Bu durum geçmişte Mg alaşımlarının geliştirilmesini ve ticarileşmesini belirli ölçüde engellerken günümüzde sıvı şekillendirme ve yarı-katı şekillendirme teknolojisindeki gelişmeler bu engelleri ortadan kaldırmıştır. Yarı-katı şekillendirme yönteminde, sıvı ile çevrelenmiş eş eksenli küresel katı parçacıklar sayesinde mükemmel akışkanlık, uygun akış kontrolü, ayarlanabilir viskozite ve kontrol edilebilir tane morfolojisi dâhil olmak üzere ideal mikro yapı elde edilmesi hedeflenmektedir. Bu çalışmada, Ekstrüze AZ31 Mg alaşımının yarı-katı şekillendirilmesi için gerekli olan küresel mikro yapının yarı katı sıcaklıklara ısıtma ve yarı-katı sıcaklık aralığında izotermal bekletme işlemleri ile elde edilmesi amaçlanmıştır. Alaşıma indüksiyon bobininde hızlı ısıtma ve izotermal sıcaklık aralığında kontrollü bekletme uygulanmıştır. Ekstrüze AZ31 Mg alaşımını yarı-katı sıcaklığa (565-630°C) ani ısıtma ve hızlı soğutma işlemleri ile eşeksnel birincil Mg_(α) taneleri içinde ve tane sınırlarında heterojen dağılımlı birçok intermetalik Mg₁₇Al₁₂(γ) bileşiği ve az da olsa tane sınırlarında ötektik meydana gelmiştir. Yarı-katı sıcaklık değeri arttıkça küreselleşme derecesi artmıştır. Ancak tane büyümesinin bir noktada maksimuma ulaştığı ve kontrollü bekletme sonucu tane büyümesi gerçekleşerek şekil faktöründe önemli bir değişiklik olmadığı tespit edilmiştir.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Metal alaşımları arasında düşük özgül ağırlığa sahip Mg alaşımları, yüksek özgül mukavemetleri ve sertlikleri, mükemmel sönümlenme özellikleri, iyi dökülebilirlikleri ve geri dönüştürülebilirlikleri nedeniyle otomobil, havacılık ve elektronik sektörlerinde oldukça geniş uygulama alanına sahiptir [1]. Mg alaşımları, hegzagonal sıkı paketlenmiş (HCP) kristal yapısı gereği oda sıcaklığında aktif kayma sisteminin az olması ve polikristal yapıdaki anizotropik davranışı nedeniyle zayıf şekillendirilebilirlik özelliğine sahiptir. Bu durum geçmişte Mg alaşımlarının geliştirilmesini ve ticarileşmesini belirli ölçüde

engellemiştir. Günümüzde ise talaş kaldırma, sıvı şekillendirme ve yarı-katı şekillendirme teknolojisindeki gelişmeler bu engelleri elimine etmiştir [2].

Alaşımın yarı-katı şekillendirilme yöntemi ilk olarak 1970'lerde keşfedildiğinden itibaren Ar-Ge konusu olmuştur. Başta demir dışı Al, Mg, Zn ve daha sonra çelik alaşımlarının da dâhil olduğu yarı-katı şekillendirme yönteminde, sıvı ile çevrelenmiş eş eksenli küresel katı parçacıklar sayesinde mükemmel akışkanlık, uygun akış kontrolü, ayarlanabilir viskozite ve kontrol edilebilir tane morfolojisi dâhil olmak üzere ideal mikro yapı elde edilmektedir [3]. Şekil 1'de grafiksel işlemi gösterilen alaşımların yarı katı şekillendirilmesi için gerekli olan tiksotropik küresel yapı, gerinim kaynaklı ergiyik aktivasyonu (SIMA) başta olmak üzere, yeniden kristalleştirme ve kısmi ergitme (RAP) ve yarı katı termal dönüşüm (SSTT) gibi daha birçok yöntem ile elde edilebilmektedir [4].



Şekil 1. SIMA Yarı Katı İşlem Grafiksel Gösterim

SIMA yönteminde, yarı-katı şekillendirme işleminden önce malzemenin yeniden kristalleşme sıcaklığı altında ön deformasyona uğratılması gerekir. Bu işlem ile malzemede dislokasyon yoğunluğunun artırılmasıyla yüksek enerji birikimi meydana gelir. Yarı-katı sıcaklığa ısıtma sırasında yüksek enerjili bölgelerde, eskisinden daha fazla noktada yeni tane oluşumunu sağlayan çekirdeklenme başlar. Yeni taneler daha küçük tane boyutunu tetiklerken, yarı-katı sıcaklık aralığında izotermal bekletme de tane sınırlarında yüksek enerjili alanları aktive ederek tanelerde küreselleşmeye yol açar. Tane boyutu izotermal sıcaklıkta difüzyon nedeniyle artan süre ile artar. Bu artış zayıf enerjili küçük tane sınırlarında ilk ergimenin başlaması ile açıklanabilir. Tane büyümesi ise alaşımların tiksotropik ve mekanik özelliklerini olumsuz etkilemesi sebebiyle istenmeyen bir durumdur [5].

Ülkemizde yarı katı metal şekillendirme işlemleri üzerine ilk çalışmalar SIMA yöntemiyle 7001 dövme alüminyum alaşımına yönelik (%7,42 Zn-% Mg-%2,1 Cu) tiksotropik yapı üretimi üzerine olmuştur. Türkel [6] çalışmasında, 3 cm çapında ve 2 cm boyundaki numuneleri elektrik dirençli fırında farklı sıcaklıklarda 20 dakika bekletmenin ardından suda soğutup mikro yapı değişimini incelemiştir. Tikso-şekillendirme için uygun olan küresel yapının 575 °C'de elde edilebileceğini ve artan sıcaklıkla ortalama tane boyutunun arttığını tespit etmiştir.

Diğer bir çalışmada ise N. Akbaş [7], 7075 alaşımında SIMA yöntemiyle ön malzeme üretimini ve tiksotropik şekillendirilmesini araştırmıştır. Tikso-şekillendirilmiş 7075 alaşımı numunelerin mekanik özelliklerinin ekstrüze koşullardaki alaşımdan daha düşük olduğu tespit edilmiştir. Bunun nedeni yapıda var olan küçük ve çok miktardaki gözeneklere bağlamaktadır. Bu gözeneklerin sıvı fazda çözünen hidrojen kaynaklı olduğu vurgulanmaktadır. Bu gözeneklerin giderilmesi için koruyucu inert atmosfer altında veya vakum altında ısıtma ve şekillendirme yapılması gerektiği rapor edilmiştir.

Kırtay, S., ET-AL-44 (AA7075) alaşımını kullanarak SIMA yöntemiyle yarı-katı şekillendirme çalışmaları yapmıştır. Araştırmacı yarı-katı halde şekillendirme için numunelerin 690 °C'deki kalıp sıcaklığında 10 dakikalık bir bekleme süresi sonunda istenen tane morfolojisine ulaştığını belirlemiştir. Çalışmada, numunenin yarı-katı bölgeye ısıtılmasında elektrik dirençli bir fırın kullanılmış ve sıvı fazda hidrojen gazının çözündüğü numunelerin yüzeyinde bulunan kabarcıklardan (blister) anlaşılmıştır. Ayrıca kalıbın iç yüzeylerinin yaşlanması ve yüksek sıcaklıkta bu yağların yanması sonucu açığa çıkan gazlardan dolayı ek bir hidrojen kaynağı oluşmuştur. Buna bağlı olarak mikro yapılarda mikro-gözenek oluşumu gözlemlenmiştir. Mikro yapıdaki gözeneklerden dolayı yarı-katı şekillendirilmiş 7075 alaşımının mekanik özellikleri ekstrüze koşullardan daha düşük çıkmış ve yorulma testi gerçekleştirilememiştir [8].

SIMA tekniği ile 2010 yılında yapılan diğer bir çalışmada ise Al-Zn alaşımlarından endüstride en çok kullanılan ve dövme alüminyum alaşımı olan AA7075 alaşımı yarı-katı metal şekillendirme tekniklerinden tikso-döküm yöntemiyle şekillendirilmiştir. Tikso-dökümde gerininin neden olduğu sıvı aktivasyonu (SIMA) işlemi ile üretilen numuneler kullanılmıştır. Yarı-katı bölgede, farklı sıvı oranlarına karşılık gelen sıcaklıklara (600 °C, 606 °C ve 611 °C) ve farklı piston hızlarına (0,5 m/s, 1 m/s, 1,5m/s, 2 m/s ve 2,37 m/s) bağlı olarak mikro yapı ve mekanik özelliklerin değişimi araştırılmıştır. Numune üretiminde artan yarı-katı sıcaklıkla tane boyutunun ve şekil faktörünün arttığı, artan soğuk deformasyon oranı ile tane boyutunun azaldığı ve şekil faktörünün arttığı belirlenmiştir. Tikso-dökümle şekillendirilmede, düşük sıvı oranlarına karşılık gelen sıcaklıklarda (600 °C ve 606 °C) ve düşük piston hızlarında (0,5 m/s ve 1 m/s) yarı-katı haldeki numunenin kalıp boşluğunu tam olarak doldurmadığı tespit edilmiştir. Tikso-dökümle şekillendirilmiş numunelerin mekanik özellikleri artan piston hızıyla iyileşmiştir. En iyi mekanik özellikler %30 soğuk deformasyon ile üretilmiş numunede 611 °C'den (%50 sıvı oranında) 2,37 m/s piston hızında elde edilmiştir. En iyi mekanik özellikleri sağlayan tikso-dökümle üretilen numunelere T6 yaşlandırma ısıl işlemi uygulanmıştır. Bu numunelerin mekanik özellikleri ekstrüze koşullardaki numunelere yakındır [9].

2011 yılında gerçekleştirilen çalışmada ise bir dövme alüminyum alaşımı olan AA2024 alaşımında gerininin neden olduğu sıvı aktivasyonu (SIMA) yöntemi ile yarı-katı şekillendirme için gerekli tiksotropik mikro yapı üretimi araştırılmıştır. Bu amaçla ekstrüze halde AA2024 alaşımı %20 oranında soğuk deformasyona tabi tutulmuş ve takiben %30, %40 ve %50 sıvı oranına karşılık gelen yarı-katı sıcaklıklara ısıtılarak oda sıcaklığına sahip suda soğutulmuştur. Mikro yapı analizleri metalografik inceleme ve nicel ölçüm yöntemleri ile yapılmıştır. Deneysel sonuçlar, SIMA yöntemiyle AA2024 alaşımında, yarı katı şekillendirme için gerekli olan küresel şekilli tiksotropik mikro yapıların üretilebileceğini göstermiştir. Artan yarı-katı sıcaklıkla tane boyutu artarken şekil faktöründe belirgin bir değişim gözlenmemiştir. SIMA yöntemi ile tiksotropik yapı üretimi için yarı-katı sıcaklıklarda izotermal bekletmeye gerek olmadığı tespit edilmiştir [10].

2016 yılında Marmara Üniversitesi'nde yapılan çalışmada ise; Al-Ni alaşımının dökümü için ergitme fırını, K tipi termokuple ve kokil kalıp kullanılmıştır. Aynı döküm işlemi soğutma eğrisi kullanarak da uygulanarak alaşımdaki nikel yüzdesini incelemek için, sıcaklığa bağlı sıvı yüzdesi hesaplanmıştır. SIMA prosesinin gerekliliklerinden olan soğuk deformasyon işlemi tüm alaşımlar için aynı pres makinesinde farklı yüklerde uygulanırken, deformasyon işleminden sonra incelenen alaşımlara 650 °C'de kalınlığa bağlı olarak 27-33 dakika arasında ısıl işlem uygulanmıştır. Sonuç olarak, her iki üretim yöntemi kullanılarak elde edilen alaşımlarda olumlu etkiler görülmüştür. Ötektik altı nikel kullanılarak üretilen alaşımlar küresel bir mikro yapı ve tek faz gösterirken, ötektik üstü nikel alaşımları aynı küresel yapıda olup kompozitler gibi çift fazlı mikro yapıya sahip oldukları tespit edilmiştir [11].

Yarı Katı metal alaşımları ön malzeme üretimi ve şekillendirme çalışmaları yurt içinde yapılan araştırmalar, görüldüğü gibi gerininin neden olduğu sıvı aktivasyonu SIMA prosesi ile Al alaşımlarına yönelik gerçekleştirilmiştir. Diğer taraftan Mg alaşımları üzerine konvansiyonel döküm yöntemleri ile sadece Mg alaşımlarına nadir element eklenerek ikincil faz oluşumunun etkileri, soğuma hızı ve koruyucu atmosfer altında dökümde hangi koruyucu gazın kullanılacağı gibi değişkenlerin tespiti incelenmiştir.

Yurt dışında ise AZ31 magnezyum alaşımına kıyasla katılma sıcaklık aralığı daha yüksek olan AZ91 ve AM60 magnezyum alaşımlarının yarı-katı şekillendirilmesi üzerine birçok çalışma yapılmıştır [12, 13]. Ancak yüksek tokluğu sayesinde yaygın ticari bir ekstrüze alaşım olan AZ31 alaşımının yarı katı şekillendirilmesi ve mikro yapısal değişimi hakkında literatürde çok az çalışma mevcuttur. Söz konusu çalışmalarda çoğunlukla SIMA yöntemiyle AZ31 alaşımına farklı sıcaklıklarda katı halde deformasyon uygulandıktan sonra yarı-katı şekillendirilebilirlik kabiliyeti araştırılmıştır. Bu çalışmada ise, AZ31 alaşımının ekstrüze halde diğer bir ifade ile katı halde ikinci bir deformasyon uygulanmadan SIMA yöntemi ile yarı-katı şekillendirme kabiliyeti araştırılmıştır. Bu amaçla, ekstrüze AZ31 Mg alaşımının yarı-katı sıcaklığa hızlı ısıtma ve yarı-katı sıcaklıklarda izotermal bekletme ile alaşımın yarı-katı şekillendirilmesi için gerekli olan küresel tane yapısının oluşumu ve mikro yapı değişimine etkisi incelenmiştir.

2. MATERYELVE METOTLAR (MATERIALS AND METHODS)

2.1 Malzeme Mg Alaşımı (AZ31)

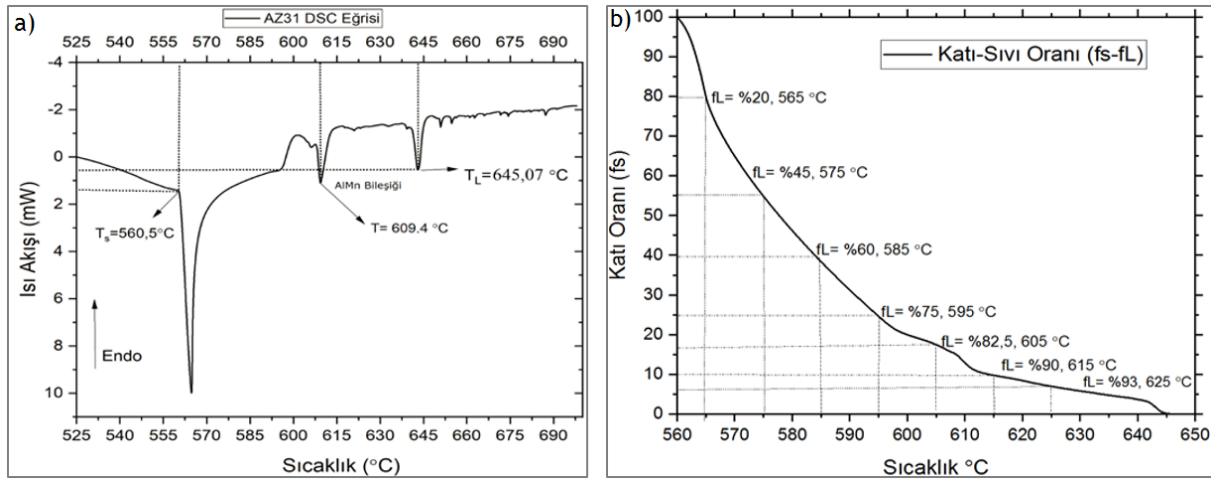
Bu çalışmada kullanılan Ekstrüze AZ31 alaşımın kimyasal bileşimi Tablo 1’de verilmiştir. Alaşımın kimyasal bileşimi spektral analiz ve yaş çözündürme yöntemleri ile doğrulanmıştır.

Tablo 1. AZ31 Alaşımı Kimyasal Bileşimi

| AZ31 Ekstrüze Alaşım | % Ağırlık | | | |
|----------------------------|-----------|------------|---------|-------|
| | Al | Zn | Mn | Mg |
| Nominal Değerler [12] | 2,5-3,5 | 0,60 – 1,4 | >= 0,20 | Kalan |
| Optik Emisyon Spektrometre | 3,10 | 0,86 | 0,35 | Kalan |
| Yaş Çözündürme | 2,91 | 0,66 | 0,28 | Kalan |

2.2 İzotermal Sıcaklığa Isıtma ve Bekletme Deneyleri

AZ31 alaşımın katılaşma aralığını ve katılaşma aralığında sıcaklık ile sıvı-katı oranı ilişkisini belirlemek için Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) test ve veri analizi gerçekleştirilmiştir (Şekil 2). AZ31 alaşımında sıcaklığa bağlı olarak değişen sıvı oranlarının belirlenmesinde DTA eğrisinden faydalanılarak “kısmi alan” yöntemi kullanılmıştır [13]. Sıvı oranın sıcaklıkla değişimi, Şekil 2’de gösterildiği gibi katı-sıvı oranı, Isı akışı (W/g) verileri ile ısı akışına karşı sıcaklık eğrilerinden değerlendirilerek elde edilmiştir [14, 15].



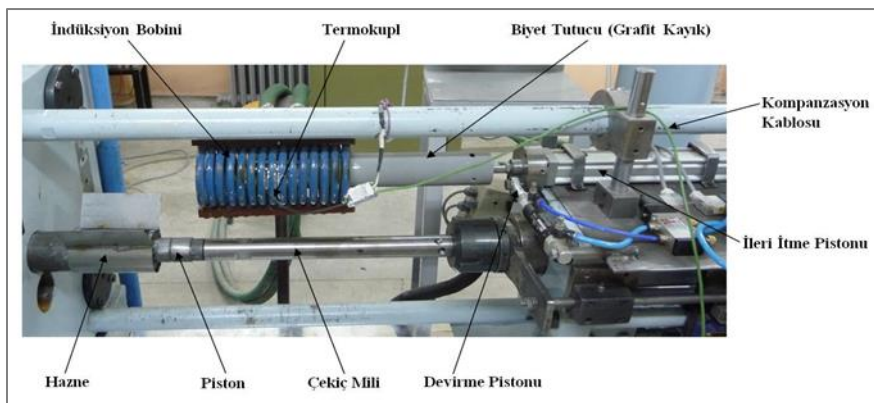
Şekil 2. AZ31 Alaşımın DSC Analizinde a) Isı Akışı ve Sıcaklık, b) Sıcaklığa Bağlı Katı-Sıvı Oranı ilişkisi

Tablo 2. AZ31 Mg Alaşımı İzotermal Yarı Katı Sıcaklıklar Ve Bekletme Süreleri

| Yarı Katı Sıcaklık T (°C) | İzotermal Sıcaklığa Hızlı Isıtma Süreleri t (dk) | İzotermal Bekletme Yarı-katı Sıcaklık (°C) | Bekletme Süresi (dk) |
|---------------------------|--|--|----------------------|
| 565 | 2,5 | 565 | 3 |
| 570 | 5 | 570 | 7,5 |
| 575 | 2,5 | 575 | 3 |
| 580 | 2,5 | 575 | 7,5 |
| 585 | 3 | 580 | 5 |
| 590 | 3 | 585 | 1 |
| 595 | 2,5 | 590 | 5 |
| 600 | 2,5 | | |
| 605 | 3 | | |
| 610 | 2,5 | | |
| 615 | 3,5 | | |
| 620 | 3,5 | | |
| 625 | 4 | | |
| 630 | 4 | | |

AZ31 alaşımının solidüs, likidüs, ötektik oluşum sıcaklığı ve yüzde sıvı oranları göz önüne alındığında, izotermal sıcaklığa ısıtma 565-630 °C sıcaklıklara ani ısıtma ile gerçekleştirilmiştir. İzotermal bekletme işlemi ise manyetik bobin sarmalında grafit kayıkta içinde sıcaklık kontrollü (sabit enerji ayarında 10-25 kw) en düşük 1 dk, en çok 7,5 dk aralığında değişen sürelerde 565-590°C’de uygulanmıştır. Hızlı ısıtma tepkisini kolaylaştırmak için D=40 mm çap ve l =70-80 mm boyutlarındaki numuneler kullanılmıştır.

İzotermal bekletme olmadan çıkılan sıcaklıklar 630°C’ye kadar erişebilirken izotermal bekletme işlemi en fazla 590°C’de – 5 dk olarak gerçekleştirilebilmiştir. Ar₂ koruyucu atmosfer altında bile olsa AZ31 Mg alaşımının yüksek oksidasyonu ve sıcaklık yükseldikçe sıvı oranının artması ile sıcaklık kontrolünün güçleşmesi sebebiyle 590°C’den sonra bekletme işlemi uygulanmamıştır. Sonuç olarak numuneler yarı-katı şekillendirme ünitesinde (Şekil 3) yer alan indüksiyon bobininde 4 °C / sn ısıtma hızında 565-630 °C yarı katı sıcaklık aralığına (Tablo 2) ısıtılmış ve takiben oda sıcaklığındaki suda soğutulmuştur. İzotermal sıcaklıkta bekletme süresinin mikro yapı üzerine etkisini belirlemek amacıyla, alaşım 565-590°C yarı katı sıcaklık aralığına ısıtılarak (1, 3, 5 ve 7,5 dk) bekletilip oda sıcaklığındaki suda soğutma işlemi gerçekleştirilmiştir.

**Şekil 3.** Yarı-Katı Şekillendirme Ünitesi

Numuneleri ısıtma sırasında sıcaklık ölçümü ve kontrolü, numune üzerine 20 mm derinliğinde ve 3 mm çapında açılmış deliklere yerleştirilen “K” tipi termokupllar ile gerçekleştirilmiştir. Yarı-katı şekillendirme için alaşıma gerekli tiksotropik özelliği kazandıran küresel mikro yapı oluşumunun sağlanması zorunludur. Yarı-katı sıcaklığa çıkılarak ve ısıtma sıcaklıklarında değişik sürelerde

bekletilerek suda soğutulan numunelerden mikro yapı analizi için Şekil 4’de gösterildiği üzere metalografik numuneler çıkarılmış optik mikroskop ve elektron mikroskobunda inceleme için standart zımparalama ve parlatma işlemlerine tabi tutulmuştur. Dağlama işleminde Asetik Pikral (10 ml asetik asit, 4,2 g pikrik asit, 10 ml H₂O, 70 ml etanol) dağlayıcı 5-30 sn değişen sürelerde uygulamalı olarak kullanılmıştır.

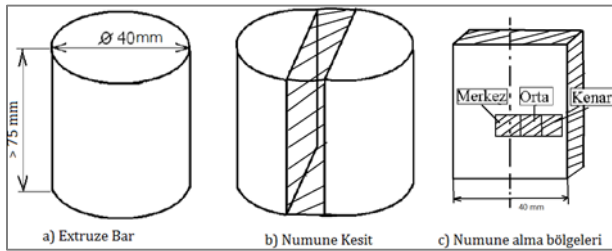
Mikro yapı analizinde biyetin merkez, orta ve kenar bölgelerinden alınan metalografik numuneler üzerinde metalografik inceleme ve optik mikroskoptan alınan mikro yapı görüntüleri ile tane boyutu ve şekil faktörü değeri elde edilmiştir. Tane boyutu tespiti için “Çizgisel kesişme metodu (ASTM E 112)” ve şekil faktörü denklem (1) kullanılarak hesaplanmıştır.

$$SF = \frac{4\pi A^2}{P^2} \quad (1)$$

SF= Şekil faktörü, SF = 1 Tamamen Küresel,

P= Tane Çevre Uzunluğu, A= Tane Alanı

Tane boyutu ve şekil faktörü hesaplamalarında her bir metalografik numune üzerinden aynı ölçekte 5 görüntü alınmış ve her bir görüntüden yaklaşık 50 adet ölçüm yapılmıştır. Her bir biyet için merkez, orta ve kenar bölgelerinden hesaplanan tane boyutu ve şekil faktörü değerlerin ortalaması alınmıştır.



Şekil 4. Biyetten Metalografik Numune Çıkarılışı

Mikro yapı incelemesinde Leica DM4000M optik mikroskop ve JEOL JSM 6060 LV Taramalı Elektron Mikroskobu kullanılmıştır. EDS-Enerji Dağılımlı X Işınları Spektrometresi (IXRF Instruments) ile EDS testleri gerçekleştirilmiştir.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA(FINDINGS AND DISCUSSION)

3.1 Kimyasal bileşim

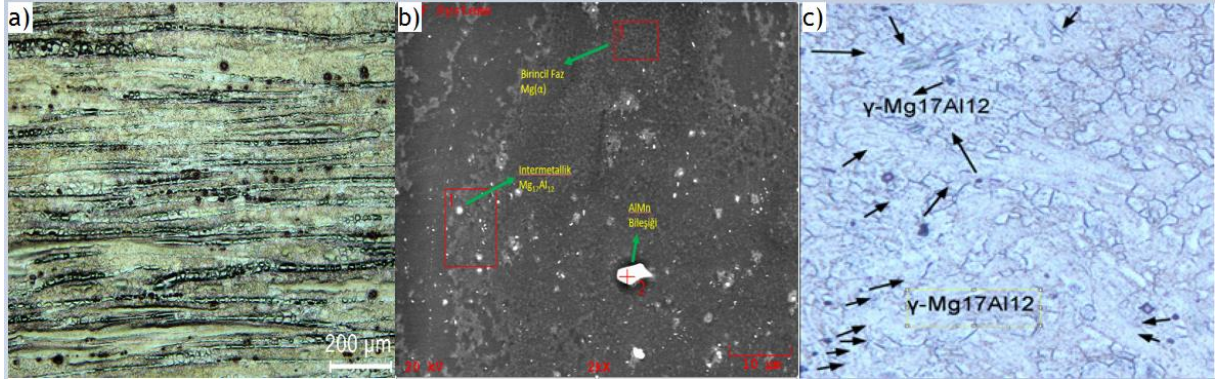
AZ31 ekstrüze alaşımın kimyasal bileşiminin doğrulanması işleminde spektral analiz ve yaş çözüldürme yöntemleri ile elde edilen değerlerin literatürde verilen nominal değerler [12] ile uyumlu olduğu belirlenmiştir (Tablo 1).

3.2 AZ31 Ekstrüze Alaşımın Katılaşma Sıcaklık Aralığı Ve Katı-Sıvı Oranları

AZ31 ekstrüze alaşımın Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) analizinde elde edilen veriler kullanılarak alaşımın likidüs sıcaklığı 645 °C ve solidüs sıcaklığı 560 °C tespit edilmiştir (Şekil 2-a). Ayrıca 609°C 'de Al₄Mn bileşiğinin ergime piki oluşmuştur. Alaşımın 85°C yarı-katı sıcaklık aralığının yarı katı şekillendirme işlemleri için yeterli aralıkta olduğu belirlenmiştir. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) analizinde elde edilen veriler kullanılarak AZ31 alaşımın sıcaklığa bağlı Katı-Sıvı Oranı ilişkisi çıkarılmıştır [9, 16] (Şekil 2-b).

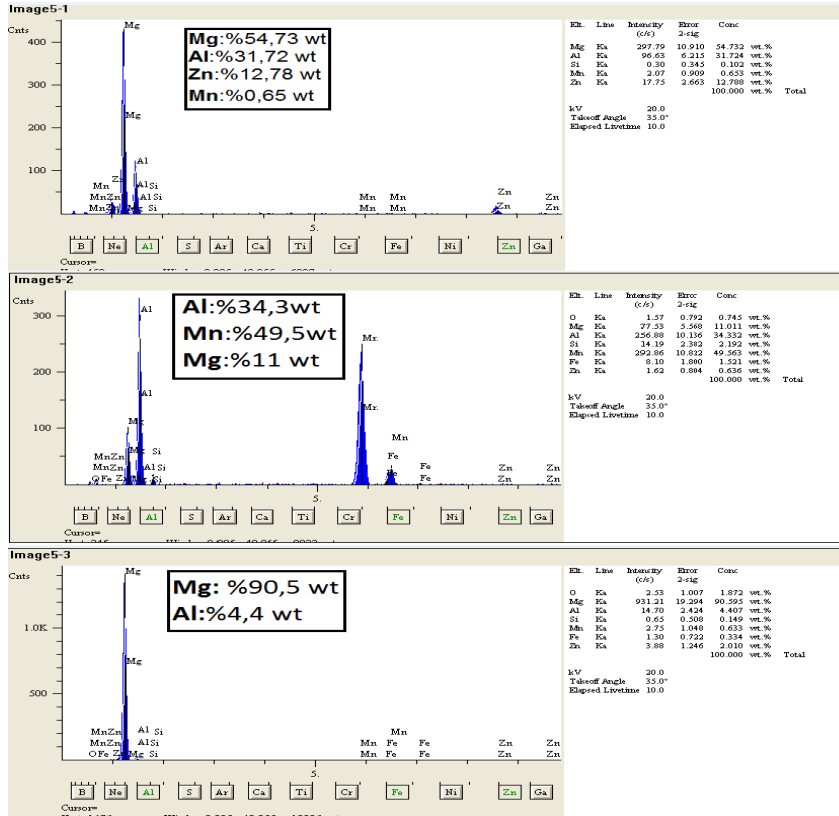
3.3 Ekstrüze AZ31 alaşımının Makro ve Mikro Yapısı

AZ31 alaşımının ekstrüze halde makro yapısında ekstrüzyon yönünde yönelmiş ortalama 11,52 μm çapına sahip taneler mevcuttur (Şekil 5-a). Alaşımın SEM analizinde mikro yapıyı Mg esaslı α birincil taneleri, tane sınırlarına yakın oluşan parçacık halinde $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ (γ) bileşiği ve çok az da olsa Al_4Mn bileşiği oluşturmuştur (Şekil 5-b). Söz konusu fazlar ayrıca SEM ve EDS testi sonuçları ile de doğrulanmıştır (Şekil 6).

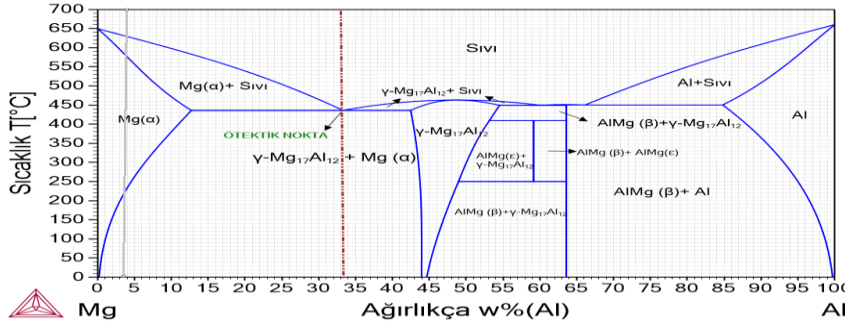


Şekil 5. AZ31 alaşımında a) ekstrüzyon yönünde yönelmiş taneler, b) SEM Görüntüsü, Fazların Tespiti, c) $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ (γ) dağılımı

AZ31 ana malzeme tedarikçi veri tabanına göre alaşımın ekstrüzyon işlemi öncesinde soğuk deformasyona, ticari işleme terminolojisiyle gerinim sertleşmesine (H112- strain hardening) maruz bırakıldığı, sonrasında ise yeniden kristalleşme sıcaklığı altında ekstrüze edildiği tespit edilmiştir [17]. Alaşımın hem soğuk hem de sıcak işlem gördüğü, ısıl işleme tabi tutulmasıyla da kırılğan intermetalik faz olan $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ (γ)'nin homojen bir şekilde dağılım gösterdiği saptanmıştır (Şekil 5-c).

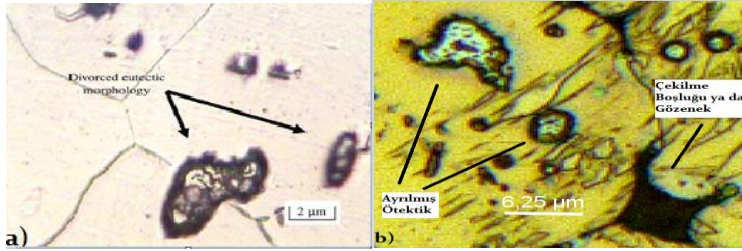


Şekil 6. AZ31 Alaşımında EDS Testi. Sırasıyla $\text{Mg}(\alpha)$, $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ (γ) ve Al_4Mn faz ve bileşikleri



Şekil 7. Mg-Al Ağırlıkça % Al Oranına Göre İkili Dengele Faz Diyagramı

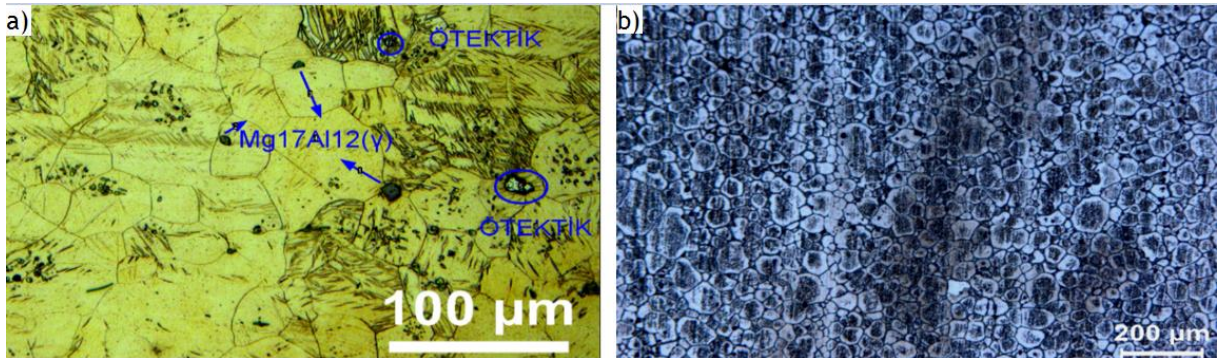
Literatürde [2, 5, 18] AZ31 alaşımın dengede katılaştırma şartlarında faz diyagramında (Şekil 7) ötektik faz dönüşümü sergilemese de dengesiz katılaştırma şartlarında ötektik oluşabileceği belirtilmiştir. Basu ve arkadaşları çalışmalarında [19] birincil faz morfolojisinin katı çözeltilerdeki alüminyum içeriğine bağlı olduğunu göstermişlerdir. Ağırlıkça düşük alüminyum içeriği alaşımlarda hücreli yapıda gözlenirken, % Al oranının artmasıyla tane morfolojisinin hücreli yapıdan dendritik morfolojiye geçtiği gösterilmiştir. Ağırlıkça %5 Al alaşımında dendritlerin başlangıçta rozet şeklinde küresel eş eksenli bir morfolojide olduğu, Alüminyum içeriği arttıkça (% 9 Al) tam gelişmiş bir dendritik ağ elde edildiği ve alaşım elementlerinin ötektik morfoloji üzerinde güçlü bir etkisi olduğu raporlanmıştır. Dahle ve arkadaşları [20] ise soğutma hızının, alüminyum ve çinko içeriğinin ötektik morfolojiye etkisini incelemişlerdir. Artan alüminyum içeriği ile alaşımın ötektik oluşumlu katmanlı bir morfolojiye yöneldiğini, artan soğuma hızı ve artan çinko içeriği ile de ötektik (α -Mg ve β -Mg₁₇Al₁₂) segregasyonun başlayarak kısmen ya da tamamen ayrılmış ötektik formu oluşabileceğini bildirmişlerdir (Şekil 8).



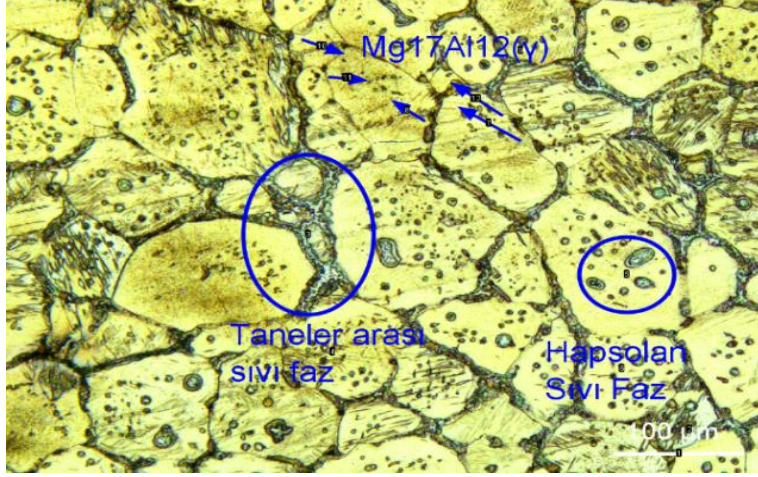
Şekil 8. a) AZ31 Alaşımında Dengesiz Katılaştırma Ötektik Morfolojisi [18], b) bu çalışmada ekstrüze AZ31 alaşımında meydana gelen ayrılmış ötektik örneği

3.4 Ekstrüze AZ31 alaşımında yarı-katı sıcaklıkların mikro yapıya etkisi

Yarı-katı şekillendirme ünitesinde yer alan indüksiyon bobininde 4 °C/sn ısıtma hızında 565-630°C yarı katı sıcaklık aralıklarına (Tablo 2) ısıtma ve takiben oda sıcaklığındaki suda soğutulan AZ31 alaşımının farklı sıcaklıklardaki mikro yapıları Şekil 9-10'da verilmiştir.



Şekil 9. a) 570°C'de oluşan eşeksenel tane yapısı, b) 585°C'de oluşan eşeksenel küresel tane yapısı



Şekil 10. AZ31 alaşımı 600 °C sıcaklıkta tane sınırlarında Ötektik $Mg_{17}Al_{12}$ (γ) yoğunluğu

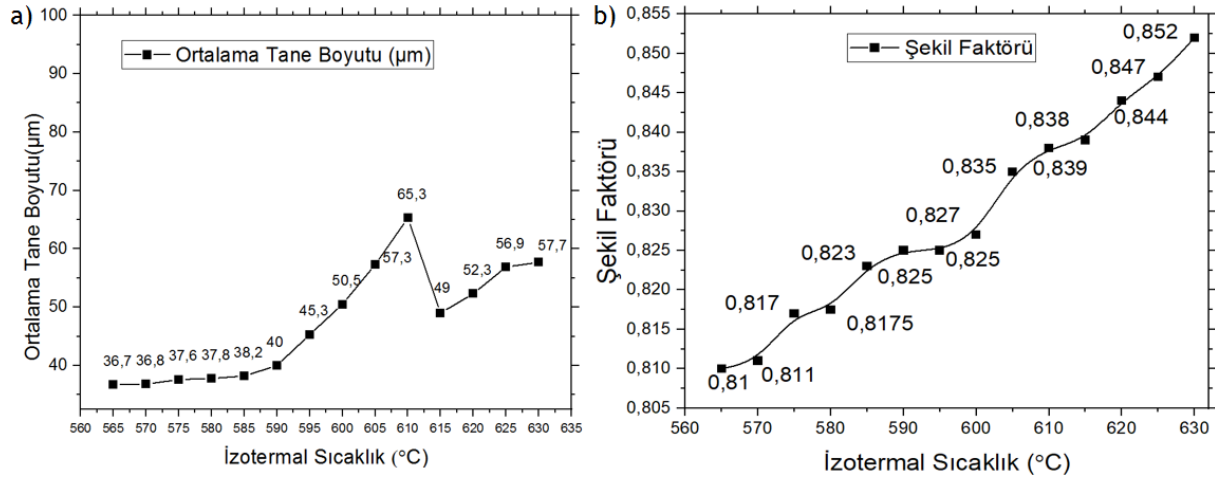
565°C sıcaklığa ısıtma ve takiben suda soğutma işleminde eşksenel tane oluşumu başlamış ve 570°C 'den daha yüksek sıcaklıklarda sıcaklık arttıkça eşksenel tane yapısı daha belirgin hale gelmiştir (Şekil 9-b). Düşük sıcaklıklarda eşksenel tane oluşmakla birlikte tane sınırlarında $Mg_{17}Al_{12}$ (γ) birikimi son derece azdır. Yüksek sıcaklıklarda ise eşksenel tane sınırlarında $Mg_{17}Al_{12}$ (γ) ötektik yoğunluğu artmış ve bu nedenle tane sınırları kalınlaşmıştır (Şekil 10). İlave olarak yüksek sıcaklıklar hem tane sınırlarında hem de tane içinde “ayrılan (Divorced)” $Mg_{(a)} + Mg_{17}Al_{12}$ (γ) ötektiğini oluşturmuş ve yoğunluğunu artırmıştır (Şekil 8). AZ31 alaşımında düşük ikincil alaşım elementleri oranına rağmen, tane sınırlarında ve tane içinde ayrılan ötektiğin oluşabileceği Mohammadi, J. Ve arkadaşları ile Monas, A. ve arkadaşlarının çalışmalarında [18, 21] daha önce ayrıca raporlanmıştır.

3.5 Ekstrüze AZ31 alaşımında yarı-katı sıcaklığın tane boyutu ve şekil faktörüne etkisi

Yarı-katı şekillendirme ünitesinde yer alan indüksiyon bobininde 4 °C / sn ısıtma hızında 565-630°C yarı katı sıcaklık aralıklarının ekstrüze AZ31 alaşımın tane boyutuna ve şekil faktörüne etkisi Tablo 3 ve sırasıyla Şekil 15 ve Şekil 16'da verilmiştir.

Tablo 3. Yarı-katı sıcaklıkların tane boyutuna ve şekil faktörüne etkisi

| İzotermal Sıcaklık | Şekil Faktörü | Ortalama Tane Boyutu (μm) |
|--------------------|---------------|--|
| 565 | 0,811 | 36,79 |
| 570 | 0,815 | 36,88 |
| 575 | 0,817 | 37,64 |
| 580 | 0,820 | 37,81 |
| 585 | 0,823 | 38,29 |
| 590 | 0,825 | 40,06 |
| 595 | 0,828 | 45,33 |
| 600 | 0,831 | 50,5 |
| 605 | 0,835 | 57,31 |
| 610 | 0,838 | 65,39 |
| 615 | 0,839 | 49 |
| 620 | 0,844 | 52,3 |
| 625 | 0,847 | 56,9 |
| 630 | 0,852 | 57,7 |



Şekil 11. Yarı Katı Sıcaklığın a) Tane boyutu değişimine etkisi, b) Şekil faktörü değişimine etkisi

Alaşımın ortalama tane boyutu 565-585°C sıcaklık aralığında 36,7 ve 38,2 µm arasında yatay seyrederken 595°C ve 605°C sıcaklıklarda sırasıyla 45,3 µm ve 57,3 µm' ye yükselmiştir. Ortalama tane boyutu 610°C sıcaklığında 65,3 µm ile en yüksek değere ulaşırken, 615°C'den itibaren %90 (f_L) sıvı oranı etkisi (Şekil 2-b) ile taneler arası aşırı sıvılaşma ve sıvının tane sınırlarına penetrasyonu nedeniyle ortalama tane boyutunda kısmi düşüş gözlemlenmiştir. Yüksek yarı-katı sıcaklıklarda tane boyutu artışındaki engellenme ve kısmi düşüş, tane sınırlarında artan sıvı miktarından kaynaklandığı düşünülmektedir. Benzer durum Zhao ve arkadaşlarının [22] ZK60 alaşımı üzerinde gerçekleştirdikleri çalışmada izotermal sıcaklığın ve sıvılaşmanın artması ile beraber katı parçacıkların sıvı içinde yüzmesi ve tane sınırlarındaki sıvılaşmanın katı fraksiyondaki ıslatma derecesini yükseltmesi sonucu tane boyutunun yüksek yarı katı sıcaklıklarda düşmesi şeklinde gözlemlenmiştir. Kısmi ergime başlangıcı ile yarı katı alaşımın mikro yapı değişiminde iki önemli mekanizma rol oynamaktadır. i) Katı halde dominant olan Ostwald olgunlaşması etkisi ile katı taneciklerin kabalaşması ve tane büyümesi, ii) sıvı halde ise katı parçacıkların sıvılaşma oranının artması ile taneler arası sıvı penetrasyonudur [23].

Diğer taraftan 565°C sıcaklığına ani ısıtma ve takiben soğutma işlemi alaşımın ergime başlangıcı sıcaklığı seviyelerinde 0,811 şekil faktörüne sahip olduğunu gösterirken, 630°C sıcaklığına ani ısıtma ile şekil faktörü 0,852 değeri ile en yüksek seviyeye yükselmiştir (Şekil 11). Sonuç olarak sıcaklık arttıkça şekil faktörü değeri de beklendiği üzere artmıştır ve ani ısıtma ile yüksek yarı katı sıcaklıklara çıkmak şekil faktörüne etki etmektedir. Sıcaklık yükseldikçe tane sınırlarında biriken düşük ergime sıcaklığına sahip ötektik sıvı miktarı artacak ve tanelerin küreselleşme derecesini artan sıvılaşma oranı ile beraber iyileştirecektir. Sıcaklıkların tane sınırlarında meydana gelen ötektik oluşumuna ve küreselleşmedeki artışa etkisi mikro yapı analizinde de açık bir şekilde gözlemlenmiştir (Şekil 9-10).

Küreselleşme derecesinin artan sıcaklıkla iyileştiğini literatür [24] de desteklemektedir. SIMA yönteminde genel olarak üç faktör yüksek küreselleşme derecesi elde etmede rol oynar. a) Si, Cu, Zn vb. düşük ergime noktalı fazların oluşumu için yeterli alaşım elementlerinin varlığı, b) Fe ve Mn gibi tane büyümesini önleyici alaşım elementlerinin yüksek izotermal sıcaklıklardaki tane büyümesini engelleyici bileşik oluşturmaları, c) tane sınırlarında konumlanan ve ötektik fazlardan olan $Mg_{17}Al_{12}$, Mg_2Si ve Al_2Cu 'nın oluşumu [25]. Gerinimin neden olduğu sıvı aktivasyonu (SIMA) ile yarı katı malzeme üretiminde küresel taneciklerin kayma gerilmesi ile beraber tiksotropik özelliğe bürünerek bir biri üzerinden kolayca kayabilmeleri için optimum tane boyutunda ve küresellikteki taneciklerden oluşan yeterli seviyede sıvı faz bulunması gerektiği literatürde açıkça belirtilmektedir [26]. Deneysel çalışmamızda izotermal sıcaklığa ani ısıtmanın uygun tane boyutunda (d_{MLI} : 49 µm -57,7 µm), yeterli küreselliği oluşturduğu SF:0,84 - 0,85) tespit edilmiştir (Şekil 11).

3.6 Ekstrüze AZ31 alaşımında yarı-katı sıcaklıklarda izotermal bekletmenin tane boyutu ve şekil faktörüne etkisi

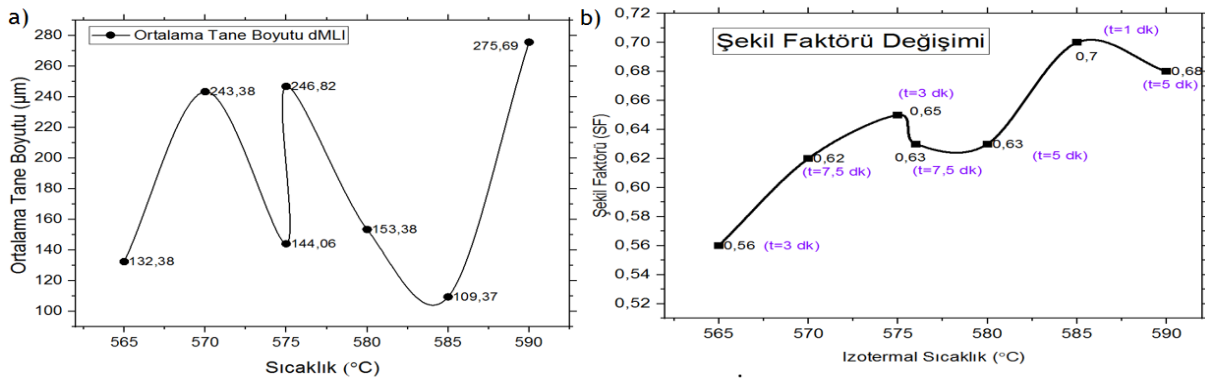
Yarı-katı şekillendirme ünitesinde yer alan indüksiyon bobininde $4\text{ }^{\circ}\text{C} / \text{sn}$ ısıtma hızında $565\text{-}590\text{ }^{\circ}\text{C}$ yarı katı sıcaklık aralıklarında 1, 3, 5 ve 7,5 dakika süre ile izotermal bekletme işleminin ekstrüze AZ31 alaşımın tane boyutuna ve şekil faktörüne etkisi Tablo 4 ve Şekil 17 ve 18’de verilmiştir. $590\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklığın üzerinde izotermal bekletme, sıcaklığın hızlı bir şekilde artması nedeniyle gerçekleştirilememiştir. Diğer bir ifade ile koruyucu atmosfer (Ar_2) kullanılmasına rağmen AZ31 alaşımı yüksek sıcaklık oksidasyonu hızlanmış ve sabit sıcaklık korunamamıştır.

Tablo 4 ve Şekil 12’de görülebileceği üzere $565\text{-}590\text{ }^{\circ}\text{C}$ yarı katı sıcaklık aralıklarında sıcaklık ve izotermal bekletme süresi arttıkça ortalama tane boyutu artmıştır. $565\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 3 dakika bekletme süresi $132,38\text{ }\mu\text{m}$ tane boyutu üretirken $570\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 7,5 dakika bekletme süresi tane boyutunu $243,38\text{ }\mu\text{m}$ ’ye yükseltmiştir. Benzer durum $575\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 3-7,5 dakika, $580\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 5 dakika ve $585\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 1 dakika bekletme sürelerinde gerçekleşmiştir. $585\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 1 dakika bekletme süresinde $109,37\text{ }\mu\text{m}$ tane boyutu elde edilirken $575\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 7,5 dakika bekletme süresi $246,82\text{ }\mu\text{m}$ tane boyutu değeri vermiştir. Ortalama tane boyutu $590\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 5 dakika bekletme süresinde ise $275,69\text{ }\mu\text{m}$ ’ye yükselmiştir. Sonuç olarak ortalama tane boyutu üzerinde hem sıcaklık hem de bekletme süresi etkili olmuştur. $565\text{-}590\text{ }^{\circ}\text{C}$ yarı katı sıcaklık aralıklarında sıcaklık ve izotermal bekletme süresi arttıkça ortalama tane boyutunun artması tane sınırlarında ötektik sıvının düşük olması sebebiyle tane birleşmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir.

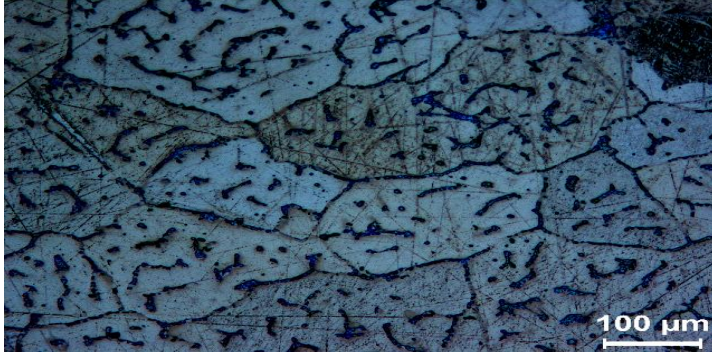
Tablo 4. Yarı-katı sıcaklıklarda izotermal bekletme sürelerinin tane boyutu ve şekil faktörüne etkisi

| İzotermal Sıcaklık ($^{\circ}\text{C}$) | Bekleme Süresi (dk) | Ortalama Tane Boyutu (d_{MLI}) | Şekil Faktörü (SF) |
|---|---------------------|---|--------------------|
| 565 | 3 | 132,38 | 0,566 |
| 570 | 7,5 | 243,38 | 0,631 |
| 575 | 3 | 144,06 | 0,654 |
| 575 | 7,5 | 246,82 | 0,633 |
| 580 | 5 | 187,69 | 0,679 |
| 585 | 1 | 109,37 | 0,703 |
| 590 | 5 | 275,69 | 0,683 |

$565\text{-}590\text{ }^{\circ}\text{C}$ yarı katı sıcaklık aralıklarında sıcaklık ve izotermal bekletme süresi arttıkça küresellik derecesini ifade eden şekil faktörü artmıştır. Şekil faktörü $565\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 3 dakika bekletme süresi ile 0,56 ve $570\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 7,5 dakika bekletme süresi ile 0,63 değerine yükselmiştir. Artan sıcaklık ve bekletme süresi ile şekil faktörü de artmıştır. Şekil faktörünün $575\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 7,5 dakika bekletme süresinde 3 dakika bekletme süresine göre çok az düşmesinin artan bekletme süresi ile tane birleşmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Benzer durum $585\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 1 dakika ve $590\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 5 dakika bekletme sürelerinde de meydana gelmiştir.



Şekil 12. İzotermal Bekletme Süresi Sıcaklığa Bağlı a) Tane Boyutu Değişimi, b) Şekil Faktörü Değişimi



Şekil 13. AZ31 alaşımında 590°C'de 5 dk izotermal bekleme ile tane büyümesi

AZ31 alaşımında yeterli ötektik oluşmaması küreselleşmeyi zorlaştırmaktadır (Şekil 13). Ötektik reaksiyon, son kalan sıvı faz ötektik kompozisyona eriştiğinde meydana gelir [2]. Ötektik reaksiyon sırasında dengesiz katılaşmada sıvı faz dengeli katılaşmaya göre daha fazla olduğundan ve %Al içeriğinin de normale göre az olmasıyla ikincil fazların oluşumu kolaylaşır. İkincil fazlar ise yarı katı işlem sırasında potansiyel yeni çekirdeklenme noktalarıdır. Ayrıca bu fazlar tane sınırlarında birikmeleri durumunda tane büyümesini büyük ölçüde engellerler. AZ31 alaşımı dengeli katılaşmayı temsil eden faz diyagramında ötektik faz dönüşümü sergilemese dahi dengesiz katılaşma sırasında az da olsa ötektik oluşabileceği termodinamik hesaplamalarla ve mikro yapı analizleriyle gösterilmiştir [2, 18, 27]. Çalışmamızda Ekstrüze AZ31 Mg alaşımında ise dengesiz katılaşma şartlarında 570 °C sıcaklığın üzerindeki yarı-katı sıcaklıklarda az da olsa ötektik faz oluşumu (Şekil 10) gözlemlenmektedir.

4. SONUÇ (CONCLUSION)

Bu çalışma sonucu, yarı-katı şekillendirme ünitesinde 4 °C / sn ısıtma hızında 565-630°C yarı katı sıcaklıkların ve 565-590 °C yarı katı sıcaklık aralığında 1, 3, 5 ve 7,5 dakika süre ile izotermal bekleme işleminin, ekstrüze AZ31 alaşımı mikro yapısına etkisinin sonuçları aşağıda verilmiştir.

1. Ekstrüze AZ31 Mg alaşımının mikro yapısı Mg esaslı $Mg_{(α)}$ birincil taneleri, tane sınırlarında çökelmiş $Mg_{17}Al_{12(γ)}$ bileşiği ve 609,4°C'de oluşan Al_4Mn bileşiğinden meydana gelmiştir.
2. DSC test verilerinin analizi ile AZ31 Mg ekstrüze alaşımının 560-645°C yarı-katı sıcaklık aralığına (85°C) sahip olduğu tespit edilmiştir.
3. 565-630 °C yarı katı sıcaklık aralıklarına ani ısıtma ve takiben oda sıcaklığındaki suda soğutma işlemleri alaşımda eşeksenel taneler meydana getirmiştir.
4. Düşük yarı-katı sıcaklıklarda eşeksenel tane oluşmakla birlikte tane sınırlarında $Mg_{17}Al_{12(γ)}$ birikimi son derece azdır. Yüksek sıcaklıklarda ise hem eşeksenel tane sınırlarında hem de tane içinde ayrılan (divorced) ötektik yoğunluğu artmış ve bu nedenle tane sınırları kalınlaşmıştır.
5. Ortalama tane boyutu 590°C sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklarda sıcaklık arttıkça hızlı bir şekilde artmış, 610°C sıcaklığında 65,3 μm ile en yüksek değere ulaşmıştır. 615°C'den itibaren %90 sıvı oranı etkisi ile taneler arası aşırı sıvılaşma ve sıvının tane sınırlarına penetrasyonu nedeniyle tane boyutu artışında kısmi düşüş gözlemlenmiştir. Aynı zamanda Şekil Faktörü 630°C sıcaklığında 0,852 değerine yükselmiştir.
6. 565-590°C yarı katı sıcaklık aralıklarında sıcaklık ve izotermal bekleme süresi arttıkça ortalama tane boyutu ve şekil faktörü artmıştır. Sabit sıcaklıkta artan bekleme süresi, tane boyutunu artırırken şekil faktörünü düşürme eğilimi göstermiştir.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGMENTS)

Bu çalışma, " Gazi Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi (BAP)" programı kapsamında 6273 numaralı proje ile desteklenmiştir.

KAYNAKÇA (REFERENCES)

- [1] Chang, Z., et al., Semisolid rheofforming of magnesium alloys: A review. *Materials & Design*, 2020. 195.
- [2] Feng, J., et al., Improved microstructures of AZ31 magnesium alloy by semi-solid extrusion. *Materials Science and Engineering: A*, 2021. 800.
- [3] Kiuchi, M. And R. Kopp, Mushy/semi-solid metal forming technology–Present and Future. *Cirp annals*, 2002. 51(2): p. 653-670.
- [4] Pola, A., M. Tocci, and P. Kapranos, Microstructure and properties of semi-solid aluminum alloys: a literature review. *Metals*, 2018. 8(3): p. 181.
- [5] Meng, Y., et al., Cold formability of AZ31 wrought magnesium alloy undergoing semisolid spheroidization treatment. *Materials Science and Engineering: A*, 2015. 624: p. 148-156.
- [6] Türkeli, A., 7001 dövme alüminyum alaşımından SIMA yöntemiyle tiksotropik malzeme üretimi, 5. Denizli Malzeme Sempozyumu, 1993: p. 52-62.
- [7] Akbaş, N., Dövme alüminyum alaşımından SIMA yöntemi ile non-dendritik malzeme üretimi ve ısıl işlemi. 1995, İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü: İstanbul.
- [8] Kırtay, S., Etial-24 ve Etial-44 alüminyum alaşımlarına yarı katı halde şekil verilmesi, mikroyapı ile mekanik özelliklerin incelenmesi. *Fen Bilimleri Ens. Yüksek Lisans Tezi*, 1997.
- [9] Kılıçlı, V., Yarı-katı döküm tekniği üretilen Al-Zn alaşımlarında yapı-özellik ilişkisinin incelenmesi. Mayıs 2010.
- [10] Neşet, A., AA2024 Alaşımında Sima Yöntemi İle Tiksotropik Yapı Üretimi Üzerine Yeniden Isıtma Sıcaklığının Etkisi. *Gazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 2011. 26(2).
- [11] ÖZDEMİR, Z., Semi Solid Slurry Production for Thixocasting. 2016, M. Sc. Thesis, Marmara University Institute of Pure and Applied Sciences
- [12] Standard GB/T 5156: 2022 / Magnesium and magnesium alloy extruded profiles, in *Chemical Compositions Table 1*. 2022.
- [13] Tzimas, E. And A. Zavaliangos, Evaluation of volume fraction of solid in alloys formed by semisolid processing. *Journal of Materials Science*, 2000. 35(21): p. 5319-5330.
- [14] Mirković, D. And R. Schmid-Fetzer, Solidification Curves for Commercial Mg Alloys Determined from Differential Scanning Calorimetry with Improved Heat-Transfer Modeling. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2007. 38(10): p. 2575-2592.
- [15] Ohno, M., D. Mirkovic, and R. Schmid-Fetzer, Phase equilibria and solidification of Mg-rich Mg–Al–Zn alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 2006. 421(1-2): p. 328-337.
- [16] Özer, M., Yarı-Katı Döküm tekniği İle üretilen Al-Si Alaşımlarında Yapı-özellik ilişkisinin incelenmesi. 2010.
- [17] Totalmateria Web Portal, AZ31B (GB). 2021.
- [18] Mohammadi, J., M. Ghoreishi, and Y. Behnamian, An investigation into the dissolution characteristics of γ precipitates in Mg-3Al-Zn alloy. *Materials Research*, 2014. 17(4): p. 996-1002.
- [19] Basu, I., Effect of Process Variables on the Microstructural Features for As-Cast Magnesium Alloys. 2011.
- [20] Dahle, A.K., et al., Development of the as-cast microstructure in magnesium–aluminium alloys. *Journal of light metals*, 2001. 1(1): p. 61-72.
- [21] Monas, A., et al., Divorced Eutectic Solidification of Mg-Al Alloys. *Jom*, 2015. 67(8): p. 1805-1811.
- [22] Zhao, Z., et al., Microstructural evolution of an ECAE-formed ZK60-RE magnesium alloy in the semi-solid state. *Materials Science and Engineering: A*, 2009. 506(1-2): p. 8-15.
- [23] Fan, L., et al., The semi-solid microstructural evolution and coarsening kinetics of AZ80-0.2Y-0.15Ca magnesium alloy. *Materials Characterization*, 2019. 154: p. 116-126.
- [24] Wang, L.-p., et al., Spheroidal microstructure formation and thixofforming of AM60B magnesium alloy prepared by SIMA process. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2012. 22: p. S435-s444.
- [25] Lin, C.-W., F.-Y. Hung, and T.-S. Lui, Microstructural Characteristics and Mechanical Behaviors of New Type SIMA Processed Aluminum Alloy, in *Aluminium Alloys - Recent Trends in Processing, Characterization, Mechanical Behavior and Applications*. 2017.

- [26] Jiang, J.-f., et al., Microstructure and mechanical properties of AZ61 magnesium alloy parts achieved by thixo-extruding semisolid billets prepared by new SIMA. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2013. 23(3): p. 576-585.
- [27] Xu, G., et al., Thermodynamic database of multi-component Mg alloys and its application to solidification and heat treatment. Journal of Magnesium and Alloys, 2016. 4(4): p. 249-264.



Detection of Movement Related Cortical Potentials from Single Trial EEG Signals

Eda AKMAN AYDIN 

Gazi University Faculty of Technology, Department of Electrical and Electronics Engineering, 06500, Beşevler/ANKARA

Article Info

Research article
Received:07/03/2022
Revision:14/04/2022
Accepted:28/10/2022

Keywords

Movement Related
Cortical
Potentials(MRCPs)
Brain Computer Interfaces
Katz's Fractal Dimension
Movement Decoding

Abstract

Movement-Related Cortical Potentials (MRCPs) are signals that begin to appear approximately two seconds before the onset of voluntary movements and can be recorded with EEG. MRCPs are important signs that the movement will begin. By using MRCPs, brain-computer interface (BCI) users' movement intention can be determined preceding movement onset and this sign can be used as a control signal for BCI systems. Determining the movement intention before the movement execution is extremely important information, especially for real-time BCI systems. In this study, it is aimed to improve the detection accuracy of MRCPs by using single trial EEG signals and thus to distinguish between the movement and resting states of BCI users with high accuracies. Furthermore, the effects of pre-processing steps, such as filter cut-off frequencies, number of electrodes, and MRCP time window on the success of distinguishing movement/resting states are investigated. For this purpose, Katz's fractal dimension and nonlinear support vector machine methods are used in the feature extraction and classification stages, respectively. The proposed method is tested on the attempted hand and arm movements dataset containing EEG signals of 10 participants with spinal cord injury. Katz's fractal dimension and support vector machines methods can determine movement and resting states with an average of 96.47% accuracy using MRCP signals. If the number of electrodes to be used in signal analysis is 3, 9 and 61, the obtained accuracy rates are determined as 83.71%, 90.67%, and 96.47%, respectively. The experimental results also showed that the filter cut-off frequencies used in the pre-processing has a significant effect on the accuracy.

1. INTRODUCTION

Brain Computer Interfaces (BCIs) are systems that enable direct communication between the human brain and machines. By analyzing the brain activity of the human brain that changes with the intention, a BCI can convert these changes into commands associated with the user's intention [1]. BCI systems generally involve four main units: data acquisition, signal processing and feature extraction, classification, and output devices. The data acquisition unit is used to record the brain activity using electrical, optical, or magnetic imaging techniques. Among these imaging techniques, electroencephalograph (EEG), which records the electrical activity in the brain, is one of the most widely used techniques due to its non-invasiveness, portability, and low cost [2].

In BCI systems, various signals observed in brain activity related to processes such as movement, perception, focusing and calculation are used as control signals [3]. The P300 components of event-related potentials, motor execution/imagery signals, and steady-state visual evoked potentials (SSVEP) are commonly used signals in BCI systems [4–6]. The mechanism of the origination of each of these signals in the brain is different from each other. P300 potentials are signals of positive amplitude that appear approximately 300 ms after encountering a rare stimulus [4]. SSVEP is the same frequency oscillation seen in the occipital lobe of the brain at the moment of focusing on a stimulus of a certain frequency [5]. Motor execution/imagery signals are the changes in the signal frequency that occur in the sensorimotor areas of

the brain when users execute or imagine a movement [6]. The signal that will be used in BCI systems is determined by considering system expectations such as the application to be controlled, the number of commands to be produced, training time, endogenous/exogenous signal requirements, and the number of electrodes that can be used. Although these signals are the most commonly used signals in BCI applications, it has been seen that recently, movement related cortical potentials (MRCPs) are also frequently used signals in BCI systems. Being an endogenous signal, being easily used by people without BCI experience, and therefore requiring low individual user training time, can be listed among the advantages of MRCPs [7–8].

MRCPs are low-frequency negative amplitude deviations that can be observed in the EEG signal, occurring approximately 2s before the onset of a voluntary movement. MRCPs occur due to the cortical processes used in the planning and/or preparation of the movement before the movement execution. The occurrence of the signal before the movement means that there is no muscle movement yet, but the user is planning an action in the near future. In this process, the cortex adapts to the execution of the movement and the signal occurs in a period of about 0.5–2 s before the start of the movement [9]. MRCPs are formed during both the execution of the movement and the imagination of the movement. MRCPs have been studied in healthy people and people with neurodegenerative diseases, and it has been observed to occur in both groups during motor tasks [8]. In recent studies, it is seen that MRCPs are used to determine upper limb movements [10–11] and to analyze the speed and strength of movement of BCI users regarding limb movements [12–13]. As they are signal that determine the start of movement before the movement, MRCP signals are generally used as a key to indicate the start of movement in BCI-based studies [14].

Since MRCPs are important markers of the onset of movement in BCI systems, the reliable and efficient determination of single trial MRCPs with high accuracy is especially important in real-time BCI applications [8, 15]. However, MRCP signals may be contaminated due to the low signal-to-noise ratios of EEG signals, low-frequency motion artifacts, and electroculogram (EOG) signals with similar frequency bandwidths to MRCPs [8]. Various signal processing and classification methods have been proposed to resolve this problem [15–19]. Ofner et al. [16] used shrinkage regularized linear discriminant analysis (sLDA) classifier, which was embedded in the discriminative spatial pattern (DSP) method, to determine movement and resting states in their study on 15 healthy subjects. In the study, they were able to distinguish between movement execution and resting states with 85% accuracy, and between movement imagination and resting states with 73% accuracy. Applying a subject-dependent and section-wise spectral filtering (SSSF) method, Joeng et al. [21] were able to distinguish between hand movements and resting states with 73% accuracy, and lower limb movements and resting states with 86% accuracy. Ieracitano et al. [19] suggested a deep convolutional neural network to discriminate the phases of preparation of hands' movements (open/close) from the resting state, and they were able to determine hand movement and resting states with an average accuracy of 90%. Results of the studies indicate that although MRCP signal can be used to determine movement/resting states, for adapting BCI systems to practical real-time applications, it is required to improve the accuracy rates obtained in these studies.

In the literature, in order to determine MRCPs, several preprocessing techniques and electrode combinations are employed. In order to examine the effect of the filters in the preprocessing stage, Karimi et al. applied filters such as constrained ICA (cICA), common spatial filters (CSP), Laplacian spatial filter (LAP), and revealed that cICA resulted in high accuracy rates [36]. On the other hand, EEG signals recorded in studies that are carried out to determine MRCPs are filtered using band-pass filters at various cut-off frequencies [15]. In these studies, it is seen that the upper cut-off frequencies of the filters used in these studies are ranging from 5–100 Hz and there is no consensus on the filter cut-off frequencies during the preprocessing stage. Besides, it is seen that different electrode combinations containing 1–128 electrodes are used in the determination of MRCP signals. Among these combinations, it is seen that commonly used electrode combinations are in the positions such as C3, Cz, and C4, and Fz, Cz, Pz, C3, and C4. The results of the studies show that MRCP signals together with appropriate electrode combinations and signal processing techniques, can provide major information on the initiation of movement [15].

Detection of MRCP signals with high accuracy is important in real-time BCI systems in terms of determining the user's movement intention. However, it is seen that there is no consensus on the preprocessing stages of MRCP signals in the literature. In this study, it is aimed to improve the accuracy of the determination of movement and resting states by using MRCPs in single trial EEG signals. Additionally,

the effects of filter cutoff frequencies, the number of electrodes used and the time window that contains pre-stimulus and post-stimulus times of MRCP signal on the accuracy of determining movement and resting states were investigated. To that end, Katz Fractal Dimension (KFD) method was used for feature extraction and Support Vector Machines (SVM) method was used as the classifier. The proposed method was tested on the attempted hand and arm movement dataset recorded from SCI patients by Ofner et al. [24] The results of the study revealed that MRCP signals can be classified with high accuracy together with the KFD and SVM methods.

In the second section of this study, movement related cortical potentials are briefly introduced, the dataset and the methods used are explained in the third section, the experimental results are presented in the fourth section, experimental results are discussed in the fifth section and the results of the study are summarized in the last section.

2. MOVEMENT RELATED CORTICAL POTENTIALS

Movement related cortical potentials are additive cortical activity that occurs at the time of movement and can be detected by electrodes placed on the scalp. MRCPs are low-frequency (0-5Hz) negative shifts in the EEG signal, with amplitudes between 5-30 μV . Contrary to other evoked potentials, the formation of movement-related potentials continues for 1.5-2s before the stimulus and 0.5-1s after the stimulus. MRCPs occur in relation to movement planning and preparation for movement and occur approximately 2 seconds before a voluntary movement [20].

MRCP signal consists of three components, which are thought to reflect movement planning/preparation, movement execution, and movement control performance. These three components are Bereitschaftspotential called readiness potential (BP), motor potential (MP) and movement monitoring potential (MMP), respectively. MRCP occurs both during the movement execution and the movement imagination. MRCP signals and components that occur during movement execution and movement imagery are shown in Figure 1 [15].

Components of the MRCP signal can be affected by a variety of factors, such as the speed of movement repetition, speed and precision of movement, perceived effort, applied force, discreteness and complexity of movement, learning and skill acquisition, brain structures, and pathological injuries [22]. MRCP may also differ according to the limb in which the movement occurs, movement in the limb, individuals, and patient groups [23]. Particularly, the fact that it differs according to the limb and the movement in the limb enables MRCP signals to be used as a control signal in BCI applications related to movement.

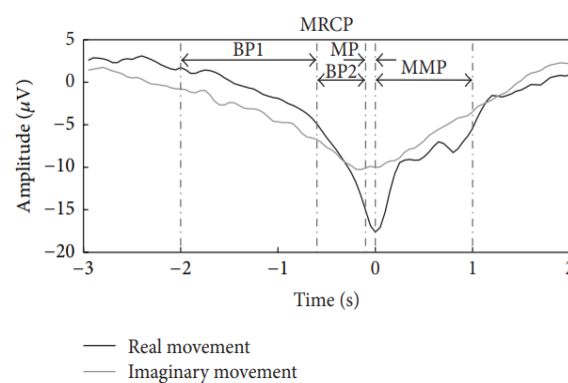


Figure 1. MRCP components of a healthy participant for ankle dorsiflexion and imaginary ankle dorsiflexion [15]. MRCP signals were obtained by averaging the filtered EEG signals recorded from the F3, Fz, F4, C3, Cz, C4, P3, Pz, and P4 electrodes. 0s indicates the moment when the movement started.

3. METHODOLOGY

3.1. Attempted Hand and Arm Movements Dataset

In this study, Attempted Arm and Hand Movements Dataset collected by Ofner et al. [24] was used. The dataset includes EEG signals recorded from 10 participants with spinal cord injury. All participants were right-handed and all but participant 7 used their right hand during the experiments. The participants' demographics and degree of illness can be accessed from the study [24].

EEG signals were recorded using 61 electrodes placed in the frontal, central, parietal and temporal regions. The reference electrode was placed on the right earlobe and the ground electrode was placed on the AFF2h point. Data were recorded with 256 Hz sampling frequency, using 8th order 0.01–100 Hz Chebyshev filter and 50 Hz bandstop filter.

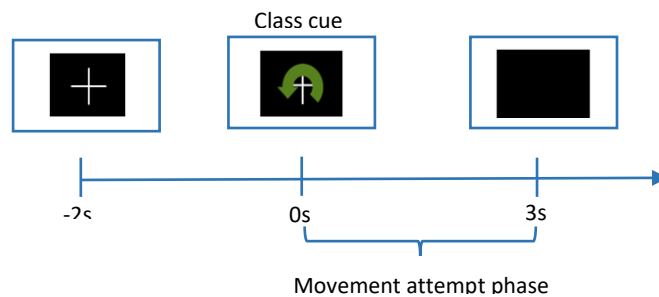


Figure 2. Process sequence for a trial during data recording for dataset [24]

During data recording, commands were given to the subjects via the computer screen. Each round starts with the display of a (+) sign on the screen and the beep sound. The subjects were first asked to focus on the plus sign displayed on the computer screen during the entire trial, which lasted for 5 seconds. Two seconds after the start of the trial period, the cue for the movement requested from the subjects was displayed on the screen for 3 seconds. The sequence of processes for a trial during data recording is shown in Figure 2. During the experiments, subjects executed or attempted the movement according to their remaining motor abilities. The data were collected for 5 movements such as, pronation, supination, palmar grasp, lateral grasp, and hand opening

In the dataset, a session consists of 9 rounds with 40 trials. Therefore, each session includes 72 trials for all movements. Except for 9 rounds involving movement and attempted movement trials, 3 rounds of resting state sessions lasting 70 seconds were recorded from all participants. In the experiments, EEG signals related to supination and palmar grasp movements, which are in different joints, are used to generate movement state data.

3.2. Katz's Fractal Dimension (KFD)

Fractal dimension (FD) is a measure of self-similarity. FD algorithms try to determine the number of times a pattern is repeated in time series and in this way measure the self-similarity of the content in the signals and reflects its complexity [25]. FDs are used in the diagnosis of diseases such as autism, epilepsy, schizophrenia, and Alzheimer's, as well as determining mental workload levels, emotional and cognitive changes by using EEG signals [26,27]. On the other hand, it has also been used for feature extraction in BCI systems based on the use of EEG and fNIRS signals [27, 28].

KFD is a low computational cost FD algorithm that uses the distance between consecutive points. KFD, a measure of irregularity in a one-dimensional time series signal, can be derived directly from the signal waveform. For the time series x_1, x_2, \dots, x_N , KFD can be calculated by Equation 1. In Equation 1, L is the total length of the curve and d is the diameter estimated as the distance between the first point of the array and the point of the array providing the furthest distance. d and L are calculated by Equations 2 and 3, respectively. The normalized KFD is given in Equation 4, where $n = L/a$ is the number of steps on the curve [25,29].

$$KFD = \frac{\log_{10}(L)}{\log_{10}(d)} \quad (1)$$

$$d = \text{maksimum}(|x_1 - x_j|) \quad j = 2, 3, \dots, N \quad (2)$$

$$L = \sum_{i=2}^N x_i - x_{i-1} \quad (3)$$

$$KFD = \frac{\log_{10}(n)}{\log_{10}(n) + \log_{10}\left(\frac{d}{L}\right)} \quad (4)$$

3.3. Support Vector Machines

Support Vector Machines (SVM) are one of the commonly used methods for the classification of EEG signals in BCI systems [30–32]. SVM is a supervised classification algorithm that makes use of labeled training examples. SVM is a classification method designed to determine a hyperplane that maximizes the distinguishing distance between samples representing two different classes. For a linear classifier, the hyperplane is expressed by the equation $wx + b = 0$. In this equation, w is the weight vector, x is the input vector, and b is the bias. SVM uses instances called support vectors located at the endpoints of the classes to distinguish between the two classes. The purpose of SVM is to determine the optimum hyperplane that provides the maximum margin to separate these two classes. The maximum margin between support vectors can be achieved by minimizing $\|w\|$ [33–35].

In cases where the data cannot be separated linearly, it must be moved to a higher dimensional feature space where it can be decomposed. Kernel functions (K) are used to transfer data to another space. The Gaussian kernel is one of these kernel functions and is defined by Eq. 5. The selection of the parameter σ , which determines the width of the Gaussian kernel function, is important in order to solve the problem in the best way [33–35].

$$K(x_i, x_j) = \exp\left(-\frac{\|x_i - x_j\|^2}{2\sigma^2}\right) \quad (5)$$

4. EXPERIMENTAL RESULTS

In this study, KFD and SVM methods were proposed to determine the movement and resting states of participants by using MRCP signals. The success of the proposed method has been tested on the Attempted Hand and Arm Movements dataset. The grand averages of the EEG signals recorded from the Cz position regarding supination, palmar grasp movements, and resting states for Subject 3 in the dataset are shown in Figure 3.

In the study, a bandpass filter with a cutoff frequency of 0.3–50 Hz was applied to the EEG signals in the preprocessing stage. The filtered EEG signals were divided into windows to cover the 2s before the stimulus and the 1s after the stimulus. KFD was calculated for 61 channels used during data recording. The distributions of the KFD values calculated for the Cz-Pz and Fz-Cz electrodes related to the movement and resting states are shown in Figure 4. a and b, respectively.

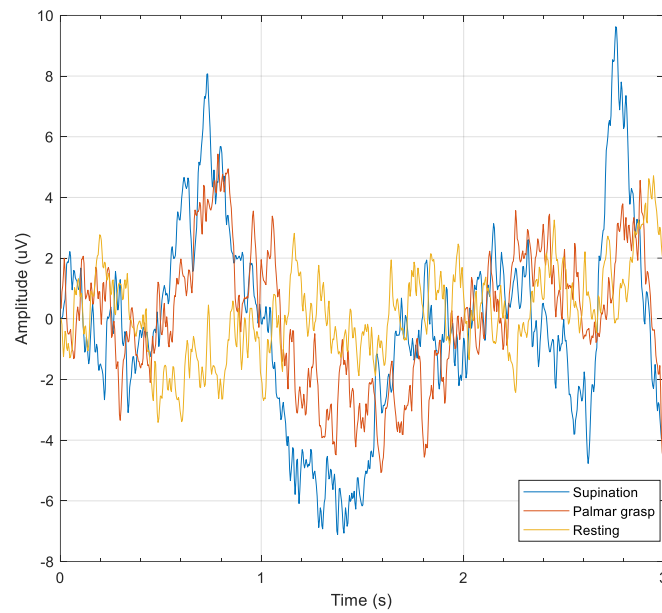


Figure 3. The large averages of EEG signals recorded from the Cz position regarding supination, palmar grasp movements, and resting states

Nonlinear SVM classifier was used in the classification phase. The Radial Basis Function was used together with the Gaussian Kernel Function (GKF) in the creation of the nonlinear SVM. In order to use the classifier with the highest performance, participant-specific optimum sigma and C parameters were determined individually. During the performance evaluation of the classifiers, 10-fold cross-validation was applied.

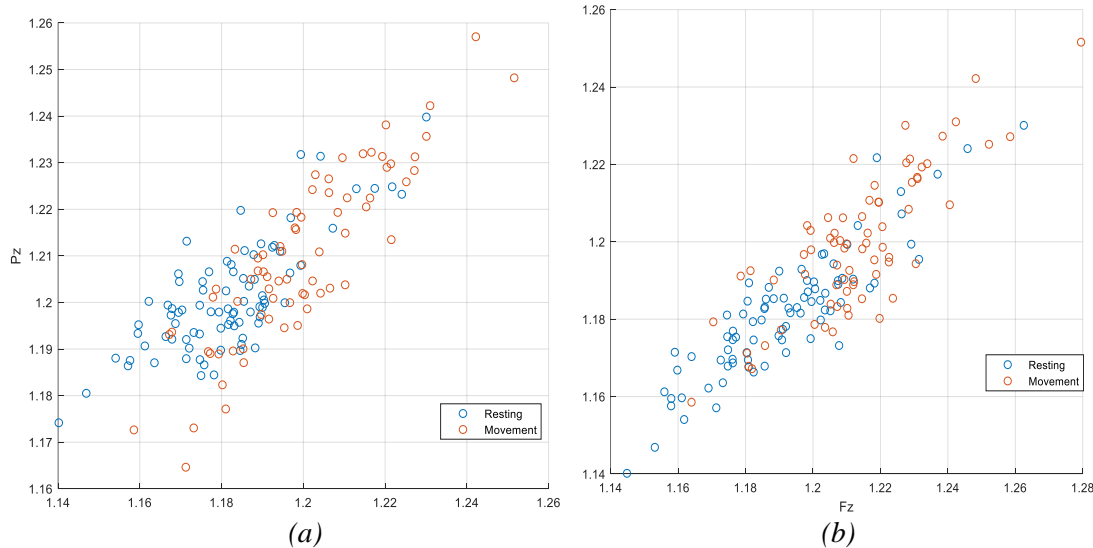
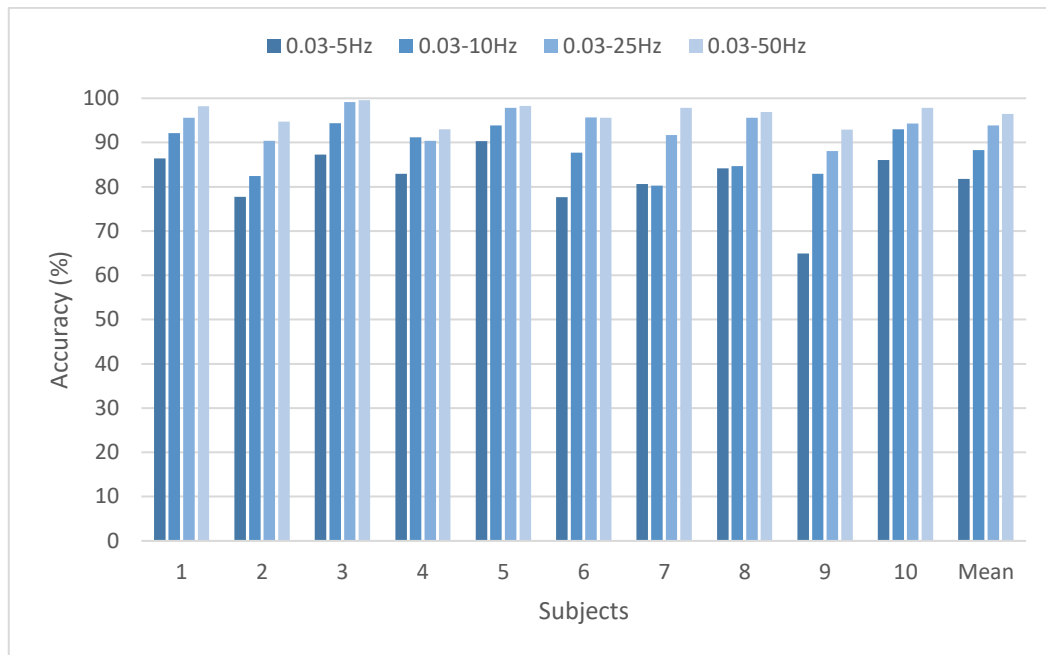
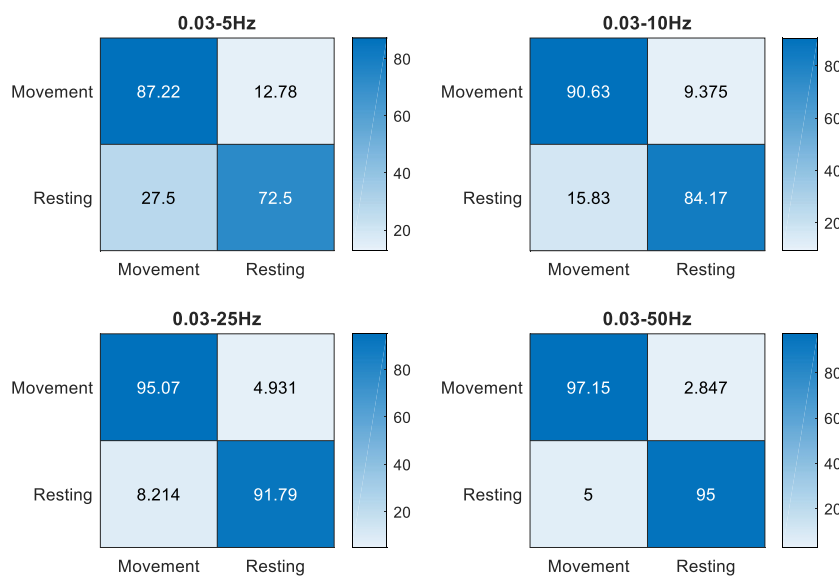


Figure 4. Distributions of KFB values calculated for movement and resting states from positions (a) Cz-Pz (b) Fz-Cz

In order to examine the effect of filter cut-off frequencies in determining the movement and resting states by using MRCP, the classifier accuracies were examined in case the upper cut-off frequencies of the filter were used as 5Hz, 10Hz, 25Hz, and 50Hz, respectively. In the selection of the cutoff frequencies, the cutoff frequencies used in the studies in the literature were considered. The classification accuracy rates for the selected four frequency bands and 10 subjects are shown in Figure 5.a. According to Figure 5. a, it has been observed that classifier accuracies increase when the upper cutoff frequency of the bandpass filter increases for all subjects. Classification accuracies for 5Hz, 10Hz, 25Hz, and 50Hz cutoff frequencies were determined as 81.80%, 88.25%, 93.85%, and 96.47%, respectively.



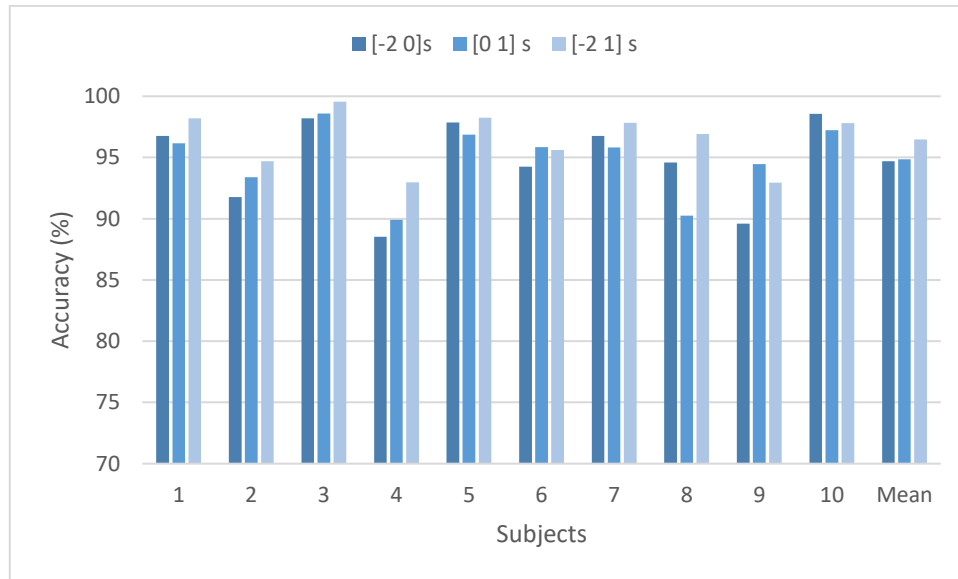
(a)



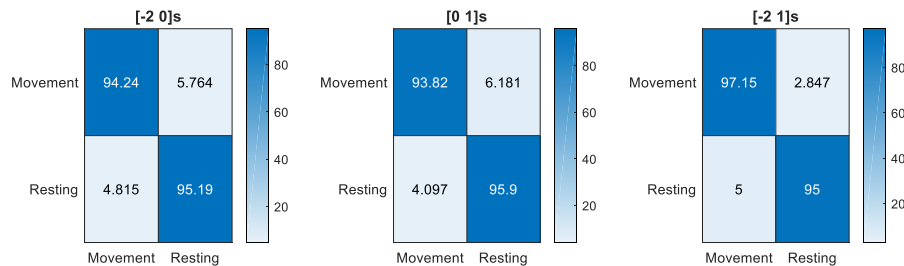
(b)

Figure 5. (a) classification accuracies (b) confusion matrices, for the filter upper cut-off are 5Hz, 10Hz, 25Hz, and 50Hz

In Figure 5. b, the confusion matrices for four different cutoff frequencies are given. Accordingly, the movement state detection accuracies for the 5Hz, 10Hz, 25Hz, and 50 cut-off frequencies were 87.11%, 90.63%, 95.07, and 97.15%, respectively. The resting state determination accuracy was determined as 72.5%, 84.17%, 91.79%, and 95%, respectively. Although the movement state was determined with higher accuracy than the resting state for all four cut-off frequencies, it is seen that both movement and resting states are classified with high accuracy.



(a)



(b)

Figure 6. For three different time intervals covering pre-stimulus 2s, post-stimulus 1s, pre-stimulus 2s, and post-stimulus 1s time intervals, (a) classification accuracies (b) confusion matrices

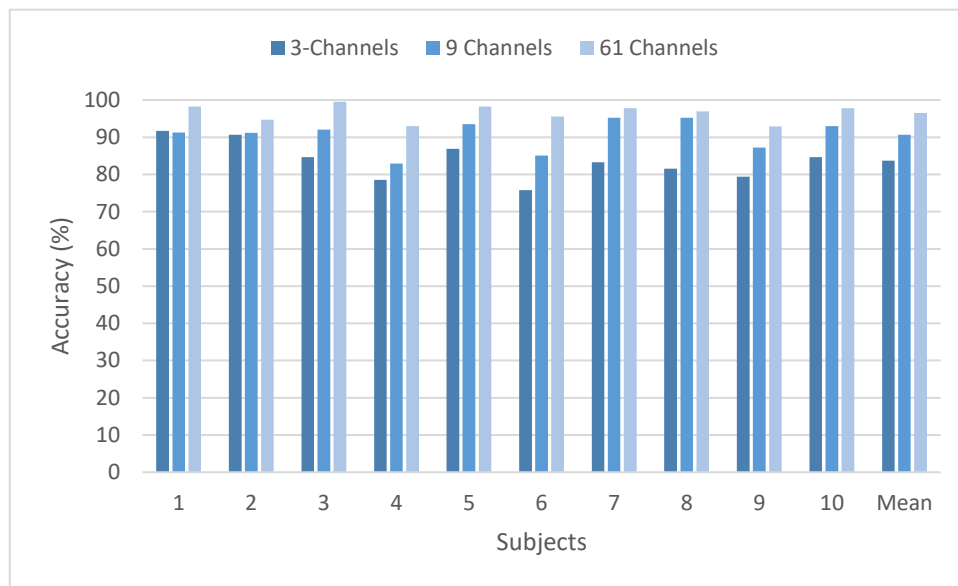
By using the cut-off frequencies at which the highest classification accuracy is obtained, the time interval when movement and resting states can best be distinguished from the MRCP signals is examined. For this purpose, classifier performances were investigated using EEG signals at three different time intervals covering pre-stimulus 2s (BP), post-stimulus 1s (MMP), pre-stimulus 2s, and post-stimulus 1s time intervals (BP and MMP), respectively. The classification accuracy rates for 10 subjects at three different time intervals selected are shown in Figure 6. According to the Figure 6. a, it was determined as 94.69% when the movement and resting states were determined using the 2s time window before the stimulus, 94.85% when the stimulus was determined using the 1s time window after the stimulus, and 96.47% when both the stimulus and post-stimulus time intervals were used together. Thus, only the pre-stimulus time window can be used to determine the movement state with high accuracy; however, using the pre-stimulus and the post-stimulus time windows together also increases the classification accuracy. This situation offers important information, especially for real-time applications and analysis of continuous movements. In Figure the 6. b, the confusion matrices for all three time intervals are given. According to the Figure 6.b, both movement and resting states were determined with an accuracy above 93%. The best accuracy of determining the movement and resting states for the [-2 1] time interval was determined as 97.15% and 95%, respectively.

The effect of the number of channels on system performance was investigated by using the best performing frequency band and time window. For this purpose, three different channel combinations given in Table 1 were chosen considering the literature. Channel combination 1 contains electrodes C3, Cz, and C4 located at the central point. Channel combination 2 includes a total of nine channels from the frontal, parietal, and central regions. Channel combination 3 contains all the electrodes in the dataset.

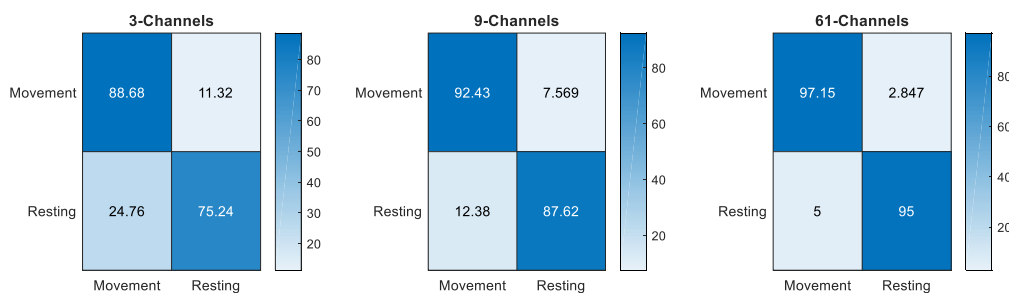
Table 1. Channel combinations

| Channel Combination | Number of Electrodes | Positions of Electrodes |
|---------------------|----------------------|------------------------------------|
| 1 | 3 | C3, Cz, C4 |
| 2 | 9 | F3, Fz, F4, C3, Cz, C4, P3, Pz, P4 |
| 3 | 61 | All electrodes in the dataset [24] |

In the experiments for the three-channel combination, the filter cutoff frequency was 0.3–50 Hz and the time window was chosen to cover the 2s before the stimulus and 1s after the stimulus, as the highest classification accuracies were obtained in the previous experiments. The classification accuracies and confusion matrices obtained for three different channel combinations are shown in Figure 7. According to Figure 7. a, the average classification accuracies for 3, 9, and 61 channels were determined as 83.71%, 90.67%, and 96.47, respectively. According to the experimental results, the highest classification accuracy was obtained when all electrodes were used. However, with different signal processing and classification techniques, movement detection accuracy can be enhanced even if 9 channels are used. When the confusion matrices are examined, the movement state accuracies for 3, 9, and 61 channels are 88.68%, 92.42%, and 97.15%, respectively, and the resting state accuracies are 75.24%, 87.62%, and 95%, respectively. Thus, it is seen that the movement state is determined with higher accuracy for all three channel combinations.



(a)



(b)

Figure 7. (a) Classification accuracies (b) Confusion matrices for 3, 9, and 61 channels

4. DISCUSSION

Especially in real-time BCI systems, to design of self-paced systems, it is important to be able to determine the movement intentions of the users before the movement onset. In order to determine the user's movement intention, it is necessary to distinguish between the movement and resting states. Because MRCPs occur related to the movement intention before the movement onset, they can be used to differentiate the movement and resting states. The detection of the MRCP signal, which is an important sign that the movement will begin before the movement, has been discussed in several studies. However, no consensus could be reached regarding the preprocessing steps. In this study, we discussed the effect of preprocessing steps on the detection accuracy of the MRCP signal. The accuracy, sensitivity and specificity values of the classifier are summarized for the time window length, number of channels and cutoff frequencies examined in Table 2. According to the results, it is observed that MRCP signals can be detected with the highest classification accuracy in the case of using 61 channels and 0.3-50Hz band-pass filter in a window interval covering 2s pre-movement and 1 second post-movement duration.

When we examine the results in terms of the time window, it is seen that the accuracy rate is 94.69% in case only the pre-stimulus time window is used. These results indicate that the planning stage (BP) of MRCP includes important information related to the movement onset. However, by extending the time window by 1 s to include the post-movement time window, the MRCP detection accuracy is improved. On the other hand, the number of channels used in BCI systems is one of the important factors affecting the system cost. Besides, the number of channels used increases the processing costs in terms of the number of features and classifier complexity. Therefore, in BCI systems, it is an important expectation to achieve the highest classification accuracies using minimum channels. In this study, although 90.67% accuracy could be obtained with 9 channels, the accuracies obtained with three channels were limited to 83.71%. Therefore, classifier accuracies need to be improved in case few channels are used.

In BCI systems, detection of movement intention using MRCP signals has been discussed, in several studies in the literature. In Table 3, in order to evaluate the performance of the proposed method, the results obtained in the study are compared with studies in the literature. Upper limb movements datasets collected by Ofner et. al. are employed in several studies to determine the movement intention. In these studies, various signal processing and classification techniques were used together with different preprocessing steps. Mammone et al. [37] used 61 channels and the 1-s window preceding movement onset, while Duan et al. [17] employed eleven channels and [-2 0] time window, and they achieved approximately 90% classification accuracy. On the other hand, Chu et al. [18] collected their own dataset, which includes EEG signals during MI. They used 8–15 Hz BPF and 64 channels at the pre-processing stage and achieved 80.49 classification accuracy for movement/resting states. Ieracitano et al [19] employed CNN to distinguish

Table 2. The effect of the length of the signal window to be examined, the number of channels and the cutoff frequency on the system performance according to the 0s point where the stimulus is given

| | | <i>Accuracy</i> | <i>Sensitivity</i> | <i>Specificity</i> |
|---------------------------|--------------------|-----------------|--------------------|--------------------|
| Window length | <i>[-2 0] s</i> | 94.69 | 94.24 | 94.28 |
| | <i>[0 1] s</i> | 94.85 | 93.80 | 95.88 |
| | <i>[-2 1] s</i> | 96.47 | 97.15 | 95.31 |
| Number of channels | <i>3 channels</i> | 83.71 | 88.67 | 75.09 |
| | <i>9 channels</i> | 90.67 | 92.44 | 87.62 |
| | <i>61 channels</i> | 96.47 | 97.15 | 95.31 |
| Cut-off frequency | <i>0.3–5 Hz</i> | 81.80 | 87.24 | 72.48 |
| | <i>0.3–10 Hz</i> | 88.25 | 90.63 | 84.18 |
| | <i>0.3–25 Hz</i> | 93.85 | 95.03 | 91.77 |
| | <i>0.3–50 Hz</i> | 96.47 | 97.15 | 95.31 |

movement/resting states using the same dataset used in this study. They achieved 90.50% accuracy to distinguish hand open movement and resting states by using 61 channels and 1-s time window preceding movement onset. As it can be seen from the Table 3, there is no consensus among the preprocessing steps in the literature. In this study, the 96.47% classification accuracy is achieved by using KFD and SVM in case of using 0.3-50 Hz BPF, [-2 1] time window and 61 EEG channels. This study also provides important results in terms of evaluating the effect of preprocessing steps on MRCP detection accuracy by using the same feature extraction and classification method for all experimental cases.

Table 3. Comparison of the results of the studies with the literature

| <i>Study</i> | <i>Methodology</i> | <i>Dataset</i> | <i>Preprocessing</i> | <i>Accuracy (%)</i> |
|-------------------------------|--|--|---|--|
| <i>Ofner et al. [16]</i> | <i>Shrinkage regularized linear discriminant analysis (sLDA) classifier embedded in the discriminative spatial pattern (DSP)</i> | <i>ME and MI dataset collected by Ofner et al.</i> | <i>Removing the noisy channels 0.3 Hz—3 Hz BPF</i> | <i>85.5 (ME dataset) 73 (MI dataset)</i> |
| <i>Chu et al. [18]</i> | <i>Riemannian geometry+PLS-based feature selection +LDA</i> | <i>MI dataset collected by Chu et al.</i> | <ul style="list-style-type: none"> • 8–15 Hz BPF • The 1-s overlapped window • 64 channels | <i>80.49 (movement/resting for average six movement classes)</i> |
| <i>Duan et al. [17]</i> | <i>Task-related component analysis and canonical correlation patterns</i> | <i>ME and MI dataset collected by Ofner et al.</i> | <ul style="list-style-type: none"> • 4Hz and 40 Hz BPF • 11 electrodes (FCz, C3, Cz, C4, CPz, F3, Fz, F4, P3, Pz, P4) • [-2 0] time window | <i>90.01 (movement/resting for average six movement classes)</i> |
| <i>Mammone et al. [37]</i> | <i>Continuous Wavelet Transform (CWT) based time-frequency mapping +CNN</i> | <i>ME and MI dataset collected by Ofner et al.</i> | <ul style="list-style-type: none"> • the 1-s window preceding movement onset • 61 channels | <i>90.30</i> |
| <i>Ieracitano et al. [19]</i> | <i>CNN</i> | <i>Attempted hand and arm movement dataset</i> | <ul style="list-style-type: none"> • 61 Channels • 1-s window preceding movement onset | <i>89.65 (Hand-close/Resting) 90.50 (Hand-open/Resting)</i> |
| <i>This study</i> | <i>KFD+SVM</i> | <i>Attempted hand and arm movement dataset</i> | <i>0.3-50Hz BPF 61 Channels [-2 1] s time window</i> | <i>96.47%</i> |

6. CONCLUSION

Since MRCPs contain important information about the start of the movement before the movement onset, robust analysis of the movement intention is of critical importance, especially for designing movement-related BCI systems and self-paced BCI systems. High-accuracy resolution of single-trial MRCPs before and during the movement is important in terms of providing real-time control of BCI systems and turning these systems into reliable and efficient systems in practice. In this study, it was aimed to determine MRCPs from single trial EEG signals and thus to classify movement and resting states with high accuracy. The results of the study show that the movement and resting states of MRCPs can be classified with 96.47% accuracy by using KFD and non-linear SVM methods. The highest classification accuracy was achieved using time windows including before and after the stimulus, the EEG signals recorded from 61 electrodes, and a filter with a cutoff frequency of 0.3–50 Hz.

The estimation of movement at the planning stage is an important piece of information for BCI systems. However, if the time window to be examined is increased to include the post-movement time, the high accuracy rates obtained can be used as an important control parameter, especially in BCI systems designed using continuous commands. Moreover, the experimental results show that MRCPs can be determined using the three channels; however, the classification accuracy needs to be improved in order to achieve higher accuracy if fewer channels are used.

REFERENCES

- [1] Wolpaw, J.R., Birbaumer, N., McFarland, D.J., Pfurtscheller, G., & Vaughan, T.M. (2002). Brain-computer interfaces for communication and control. *Clinical Neurophysiology*, 113, 767–791.
- [2] Mak, J.N., & Wolpaw J.R. (2009). Clinical Applications of Brain-Computer Interfaces: Current State and Future Prospects. *IEEE Reviews in Biomedical Engineering*, 2, 187–199.
- [3] Mamunur, R., Norizam, S., Anwar, P.P.A.M., Muazu, M.R., Fakhri, A.N.A., Sama, B.B., & Sabira, K. (2020). Current Status, Challenges, and Possible Solutions of EEG-Based Brain-Computer Interface: A Comprehensive Review. *Frontiers in Neurorobotics*, 14, 25.
- [4] Aydin, E.A., Bay, O.F., & Guler, I. (2018). P300-Based Asynchronous Brain Computer Interface for Environmental Control System. *IEEE Journal of Biomedical and Health Informatics*, 22(3) ,653-663.
- [5] Na, R., Hu, C., Sun, Y., Wang, S., Zhang, S., Han, M., Yin, W., Zhang, J., Chen, X., & Zheng, D. (2021). An embedded lightweight SSVEP-BCI electric wheelchair with hybrid stimulator. *Digital Signal Processing*, 116,103101.
- [6] Gaur, P., Gupta, H., Chowdhury, A., McCreadie, K., Pachori, R.B., & Wang, H. (2021). A Sliding Window Common Spatial Pattern for Enhancing Motor Imagery Classification in EEG-BCI. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, 70, 1-9.
- [7] Karimi, F., Kofman, J., Mrachacz-Kersting, N., Farina D., & Jiang N. (2017). Detection of Movement Related Cortical Potentials from EEG Using Constrained ICA for Brain-Computer Interface Applications. *Frontiers in Neuroscience*, 11, 356.
- [8] Eilbeigi, E., & Setarehdan, S.K. (2018). Global optimal constrained ICA and its application in extraction of movement related cortical potentials from single-trial EEG signals. *Computer Methods and Programs in Biomedicine*, 166, 155-169.
- [9] Karimi, F., Kofman, J., Mrachacz-Kersting, N., Farina, D., & Jiang, N., (2017). Detection of Movement Related Cortical Potentials from EEG Using Constrained ICA for Brain-Computer Interface Applications. *Frontiers in Neuroscience*, 11, 356.

- [10] Yang, L., & Lu, Y. (2018). EEG Neural Correlates of Self-Paced Left- and Right-Hand Movement Intention during a Reaching Task, Annual International Conference IEEE Engineering in Medicine and Biology Society (EMBC), 2040-2043.
- [11] Aydin, E. A. (2022). Classification of Forearm Movements by Using Movement Related Cortical Potentials, 2022 Innovations in Intelligent Systems and Applications Conference (ASYU).
- [12] Gu, Y., Dremstrup, K., & Farina, D., (2009). Single-trial discrimination of type and speed of wrist movements from EEG recordings. *Clinical Neurophysiology*, 120, 1596–1600.
- [13] Jochumsen, M., Niazi, I.K., Taylor, D., Farina, D., & Dremstrup, K. (2015). Detecting and classifying movement-related cortical potentials associated with hand movements in healthy subjects and stroke patients from single-electrode, single-trial EEG. *Journal of Neural Engineering*, 12, 056013.
- [14] Han, C.H., Müller, K.R., & Hwang, H.J., (2020). Brain-Switches for Asynchronous Brain–Computer Interfaces: A Systematic Review. *Electronics*, 9, 422.
- [15] Shakeel, A., et al.. (2015). A Review of Techniques for Detection of Movement Intention Using Movement-Related Cortical Potentials. *Computational and Mathematical Methods in Medicine*, 2015, 346217.
- [16] Ofner, P., Schwarz, A., Pereira, J., & Müller-Putz, G.R., (2017). Upper limb movements can be decoded from the time-domain of low-frequency EEG, *Plos One*. 12(8), e0182578.
- [17] Duan, F., et al., (2021). Decoding Premovement Patterns with Task-Related Component Analysis. *Cognitive Computation*, 13, 1389–1405.
- [18] Chu, Y, Zhao, X, Zou, Y, Xu, W, Song, G, Han, J, & Zhao, Y. (2020). Decoding multiclass motor imagery EEG from the same upper limb by combining Riemannian geometry features and partial least squares regression. *Journal of Neural Engineering*, 17(4), 046029.
- [19] Ieracitano, C., Mammone, N., Hussain, A., & Morabito, F.C. (2022). A novel explainable machine learning approach for EEG-based brain-computer interface systems. *Neural Computing and Applications*, 34, 11347–11360.
- [20] Karimi, F., Kofman, J., Mrachacz-Kersting, N., Farina, D. & Jiang, N. (2017). Detection of Movement Related Cortical Potentials from EEG Using Constrained ICA for Brain-Computer Interface Applications. *Frontiers in Neuroscience*, 11, 356.
- [21] Jeong, J.H., Kwak, N.S., Guan, C., & Lee, S.W. (2020). Decoding Movement-Related Cortical Potentials Based on Subject-Dependent and Section-Wise Spectral Filtering. *IEEE Transactions on Neural Systems and Rehabilitation Engineering*, 28(3), 687-698.
- [22] Shibasaki, H., Hallett, M. (2006). What is the Bereitschaftspotential?. *Clinical Neurophysiology*, 117(11), 2341-2356.
- [23] Li H., et al.. (2018). Combining Movement-Related Cortical Potentials and Event-Related Desynchronization to Study Movement Preparation and Execution. *Frontiers in Neurology*, 9, 822.
- [24] Ofner, P., Schwarz, A., Pereira, J., Wyss, D., Wildburger, R., & Müller-Putz, G.R. (2019). Attempted Arm and Hand Movements can be Decoded from Low-Frequency EEG from Persons with Spinal Cord Injury. *Scientific Reports*, 9, 7134.
- [25] Jacob, J.E., Nair, G.K., Cherian, A., (2019) Iype, T. Application of fractal dimension for EEG based diagnosis of encephalopathy. *Analog Integrated Circuits and Signal Processing*, 100, 429–436.
- [26] Roca, J.L., Bermúdez, G.R., & Martínez, M.F. (2018) Fractal-based techniques for physiological time series: An updated approach. *Open Physics*, 16(1), 741-750.

- [27] Aydin, E.A. (2021). EEG sinyalleri kullanılarak zihinsel iş yükü seviyelerinin sınıflandırılması. *Politeknik Dergisi*, 24(2), 681-689.
- [28] Ergün E., & Aydemir Ö., (2018). Classification of motor imaginary based Near-Infrared spectroscopy signals. 26th Signal Processing and Communications Applications Conference (SIU).
- [29] Esteller, R., Vachtsevanos, G., Echauz, J., Litt, B. (2001). A Comparison of Waveform Fractal Dimension Algorithms. *IEEE Transactions on Circuits and Systems—I: Fundamental Theory and Applications*, 48(2), 177-183.
- [30] Krusienski, D.J., W Sellers, E., Cabestaing, F., Bayoukh, S., McFarland, D.J., Vaughan, T.M., & Wolpaw J.R. (2006). A comparison of classification techniques for the P300 Speller. *Journal of Neural Engineering*, 3(4), 299-305.
- [31] Lotte, F., Congedo, M., L'ecuyer, A., Lamarche, F., & Arnaldi, B. (2007). A review of classification algorithms for EEG-based brain-computer interfaces. *Journal of Neural Engineering*, 4(2), R1-R13.
- [32] Manyakov, N.V., Chumerin, N., Combaz, A., & Van Hulle, (2011). M.M. Comparison of Classification Methods for P300 Brain-Computer Interface on Disabled Subjects, *Computational Intelligence and Neuroscience*, 2011, 19868.
- [33] Cortes C, Vapnik V. (1995). Support-vector networks. *Machine Learning*, 20, 273-297.
- [34] Bishop CM. (2006). *Pattern Recognition and Machine Learning*, New York: Springer.
- [35] Burges, C.J. (1998). A Tutorial on Support Vector Machines for Pattern Recognition. *Data Mining and Knowledge Discovery*, 2, 121-167.
- [36] Eilbeigi, E., & Setarehdan, S.K. (2018). Global optimal constrained ICA and its application in extraction of movement related cortical potentials from single-trial EEG signals. *Computer Methods and Programs in Biomedicine*, 166, 155-169.
- [37] Mammone, N., Ieracitano, C., Morabito, F.C. (2020). A deep CNN approach to decode motor preparation of upper limbs from time-frequency maps of EEG signals at source level. *Neural Networks*, 124: 357-372.



Examining the Models Used for Fake News Detection in the Scope of Social Context

Gülsüm KAYABAŞI KORU^{1*} , Çelebi ULUYOL² 

¹Gazi University, Institute of Informatics, Department of Forensics, 06680 Kavaklıdere/ANKARA

²Gazi University, Institute of Informatics, Department of Forensics, 06680 Kavaklıdere/ANKARA

Graphical/Tabular Abstract

Article Info:

Review article
Received: 19.07.2022
Revision: 28.09.2022
Accepted: 30.11.2022

Highlights

- Social Context
- Deep Learning
- Machine Learning

Keywords

Misinformation
Fabricated News
Fake News Detection
Social Context

In this study, a compilation study was conducted on the social context-based features and models of fake news from a data science perspective..

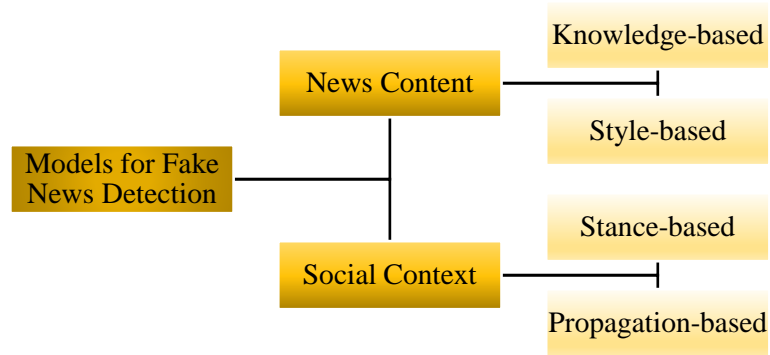


Figure A. Models for fake news detection

Purpose: Social context-based models use relationships between users and posts on a social network to capture relevant information to be used for fake news detection. Such models are posture-based and propagation-based models. Our aim here is to give information about these models used in studies that are frequently encountered in the literature and to compare the results of the study.

Theory and Methods: Detection of fake news based on social context is the second step in research to prevent the spread of fake news. Accordingly, 3 processes are required for fake news detection. These processes are feature extraction, model building, and dataset generation. The study theoretically explains how and with which methods these processes are performed and is supported by the literature.

Results: Studies using the features and models mentioned in the article were examined with both machine learning and deep learning approaches and compared according to performance criteria. Using machine learning models, the study with a rate of 99.2% and the highest performance in comparison of deep learning studies belong to the study with a rate of 95.4%.

Conclusion: In this study, the effect of social context on fake news detection is explained with the contribution of literature. The importance of modeling the social context is demonstrated. Information was provided on how social context information is used to detect fake news. The effect of social context has been examined under three main headings: user-based, post-based and network-based. By giving examples and explanations from each point of view, the necessity of social context in detecting fake news is mentioned to the reader. Machine learning and deep learning models used for fake news detection are compared. In addition, 9 different and famous data sets were compared in terms of information and social context features.



Examining the Models Used for Fake News Detection in the Scope of Social Context

Gülsüm KAYABAŞI KORU^{1*}, Çelebi ULUYOL²

¹Gazi Üniversitesi, Bilişim Enstitüsü, Adli Bilişim Bölümü, 06680 Kavaklıdere/ANKARA

²Gazi Üniversitesi, Bilişim Enstitüsü, Adli Bilişim Bölümü, 06680 Kavaklıdere/ANKARA

Abstract

While in traditional news media, the content of the news is based on fake news detection, social context information in social media can be used to help detect fake news. Considering the social context, the distribution of data on social media and the interaction of online users with each other, it also explains the dissemination of news in the social environment and provides the necessary information to determine whether the news is true or not. Social media supports models based on news content. Developing these models provides some additional resources for researchers. Social context information represents three main topics: user detail, post and network analysis. In this study, a compilation study was conducted on the social context-based features and models of fake news from a data science perspective. Studies using these features and models in the literature have been examined with both machine learning and deep learning approaches and compared according to performance criteria. Using machine learning models, the study with a rate of 99.2% and the highest performance in comparison of deep learning studies belong to the study with a rate of 95.4%. In addition, in the study, 9 known data sets created for feature extraction and fake news detection were analyzed by taking into account the social context features.

Makale Bilgisi

Derleme makalesi
Başvuru: 19.07.2022
Düzeltilme: 28.09.2022
Kabul: 30.11.2022

Keywords

Misinformation
Fabricated News
Fake News Detection
Social Context

Anahtar Kelimeler

Yanlış Bilgilendirme
Uydurma Haber
Sahte Haber Tespiti
Sosyal Bağlam

Sahte Haber Tespiti için Kullanılan Modellerin Sosyal Bağlam Kapsamında İncelenmesi

Öz

Geleneksel haber medyasında, sahte haber tespiti için haberin içeriği esas alınırken, sosyal medyada sosyal bağlam bilgileri sahte haberleri tespit etmeye yardımcı olmak için kullanılabilir. Sosyal bağlam, verilerin sosyal medyada dağıtımı ve çevrimiçi kullanıcıların birbirleri ile etkileşimi de göz önünde bulundurularak haberlerin sosyal çevrede yayılımını da açıklayarak haberlerin doğru olup olmadığını tespit etmek amacıyla gerekli bilgileri sağlamaktadır. Sosyal medya, haber içeriğine dayalı modelleri desteklemektedir. Bu modelleri geliştirmek araştırmacılar için ek bazı kaynaklar sunmaktadır. Sosyal bağlam bilgisi kullanıcı detayı, gönderi ve ağ analizi olmak üzere üç ana başlığı temsil etmektedir. Bu çalışmada veri bilimi perspektifinden sahte haberlerin sosyal bağlama dayalı özellikleri ve modelleri konusunda derleme çalışması yapılmıştır. Literatürde bu özellik ve modelleri kullanan çalışmalar hem makine öğrenmesi hem de derin öğrenme yaklaşımıyla incelenmiş ve performans ölçütlerine göre kıyaslanmıştır. Makine öğrenmesi modellerini kullanarak %99.2 oranına sahip çalışmaya ve derin öğrenme çalışmalarının kıyaslanmasında en yüksek performans %95.4 oranına sahip çalışmaya aittir. Ayrıca çalışmada öznitelik çıkarımı ve sahte haber tespitine yönelik oluşturulan 9 adet bilinen veri setinin sosyal bağlam özellikleri göz önünde bulundurularak analizi yapılmıştır.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Kişilerin bilgi arayışı ve haber elde etme isteği, sosyal medyayı popüler hale getiren etkenler arasında yer almaktadır [1]. Çevrimiçi haber sağlamak ve yaymak, sosyal medya yoluyla daha hızlı ve daha kolay olduğundan sahte haberler, kasıtlı olarak yanlış bilgi dediğimiz dezenformasyon içeren haber makaleleri kapsamında incelenmektedir [2]. Sahte haberlerin yaygınlaşmasıyla bireyler ve toplum ciddi derecede

olumsuz etkilere maruz kalabilmektedir. Yoğun haber tüketimi yapan okuyucular için sahte haberler, haber ekosistemine olan güveni zedelemektedir. Sahte haberler okuyucuları politik veya finansal kazanç maksadıyla kasıtlı olarak önyargılı veya doğru olmayan inançlara ikna etmeye çalışmaktadırlar [3]. Sahte haberler insanların gerçek haberleri yorumlama ve yanıtlama şeklini değiştirerek, doğru olanı olmayandan ayırt etme yeteneklerini engellemektedir. Sahte haberler sadece güveni zedeleme ya da olumsuz duyu geliştirme ile sınırlı kalmayıp, toplumda şiddet olaylarına varacak kadar büyük dalgalanmalara da sebep olabilmektedir. Tarihte bunun örnekleri yaşanmıştır [4]. Bu nedenle, sahte haberlerin nasıl yayıldığını anlamak, etkili ve doğru sahte haber tespiti için veri madenciliği teknikleri geliştirmek ve olumsuz etkileri azaltmak için müdahale etmek büyük önem taşımaktadır [5].

Sahte haberler genellikle kasıtlı olarak ve kesinlikle yanlış olan okuyucuyu yanlış yönlendirebilecek haber makaleleri olarak tanımlanmaktadır [6,7]. Bilginin kötü niyetli olup olmadığını, amacının zarar maksadı içerip içermediğini bilgiyi karakterize ederek bulmak mümkündür. Sahte haberin oluşumunda ve dağıtımında insanların akıllarında veya niyetlerinde belli bir amaç mevcuttur. Bu amaçlara örnek vermek gerekirse:

- insanları, bireyleri, grupları, fikirleri ve gelecekteki eylemleri desteklemeye veya karşı çıkmaya ikna etmek;
- insanların korku, öfke veya neşe gibi duygusal tepkileri üretmesini sağlamak;
- eğitmek;
- utanç verici veya cezai bir fiile olan inanca destek olmak;
- ciddi olmayan konuları abartmak;
- olay ve faaliyetlerin geçmişi konusunda kafa karıştırmak verilebilir [8].

Sahte bir haber makalesinin arkasındaki amaç belirlendikten sonra bu amacın ne kadar başarılı olacağını anlamak daha kolaydır. Karakterize etmeye yardımcı olması için sosyal teorilere dayanan hızlı yayılım ölçümleri kullanılabilir. Sosyal psikoloji, sahte haber tespiti yayılımının itici güçleri için sosyal etkiye (haber makalesinin ne kadar yaygın bir şekilde yayıldığına) ve bir kullanıcının sahip olduğu önceden var olan bilgiye işaret etmektedir [9]. Bir kullanıcının bir haber makalesine güvenmesi, toplumdaki kendisinden istemeden yayılma algısı ve davranışını etkilemektedir. Hesaplamalı sosyal ağ analizi, sahte haberlere maruz kalan bireylerin davranışlarına ve/veya inançlarına sosyal bağlamın etkilerini incelemek maksadıyla kullanılmaktadır [10].

Sahte haberleri etkili bir şekilde, açıklanabilir faktörlerle erken bir aşamada tanımlayabilmek tespit için ilk adımdır. Sahte haberler, haber içeriğinde yanlış iddialar yaymaya çalıştığından, bunu saptamanın en basit yolu, haber doğruluğuna karar vermek için bir haber makalesindeki ana iddiaların doğruluğunu kontrol etmektir. Haber medyalarında sahte haber tespiti, haber içeriği bilgilerinin ayrıntılı araştırılmasına dayanmaktadır. Haber içeriğinde metin, resim, video gibi birden çok yöntem olabilmektedir. Tek veya birleşik modellerin özelliklerini öğrenmek ve sahte haberleri tespit etmek için makine öğrenmesi modelleri oluşturmak maksadıyla farklı yaklaşımlar bulunmaktadır. Haber makalelerinin içeriğiyle doğrudan ilgili özelliklere ek olarak, sosyal medya platformunda haber tüketiminin kullanıcı güdümlü sosyal katılımlarına ek sosyal bağlam özellikleri elde edilmektedir. Sosyal katılımlar, haber makalelerinin doğruluğunu ortaya çıkarmak için yararlı yardımcı bilgiler sağlayan haber yayma sürecini zamansal olarak temsil etmektedir. Genel olarak, sosyal bağlam üç başlığı temsil etmektedir: kullanıcılar, gönderiler ve ağlar.

İlk olarak, sahte haberlerin sosyal botlar veya insan olmayan cyborgs gibi hesaplar aracılığıyla oluşturulup yayılması olası bir durumdur. Bu sayede, kullanıcı profilleri ve davranışlarını kullanıcı bazlı özellikler kullanarak ele geçirmek sahte haber tespiti için faydalıdır [11]. İkinci olarak, kişilerin sahte haberlerle ilgili duygu ve düşüncelerini ifade şeklinin sosyal medya yayınları aracılığıyla şüpheli ve sansasyonel bir tepki şeklinde olması dikkat çekmektedir. Bu nedenle, gönderi tabanlı özelliklerin çıkarılmasının gerekliliğini doğrulamaktadır. Bu işlem sayesinde halktan gelen tepkiler ışığında olası sahte haberlerin tespiti kolaylaşmaktadır. Son olarak, sahte haberleri tespit etmek için ağ tabanlı özelliklerin çıkarılması gerekmektedir. Bu da, sahte haber yayma süreçlerinde yankı odası döngüsü dediğimiz döngünün

oluşturulması ile olmaktadır. Yani, kullanıcıların ilgi alanları, ilgilendikleri konular ve ilişkiler farklı ağ türlerinin sosyal medya üzerinde oluşmasını gerekli kılmıştır [10].

Üretilen verinin çeşitliliğini, hızlı yayılımını ve veri miktarını artıran en önemli sebep sosyal ağların kullanımının artması ve iletişim teknolojilerindeki gelişmenin hızlanmasıdır [12]. Sahte haberler genellikle metin, resimler, videolar vb. dahil çok yönlü bilgiler içermektedir. Bu nedenle, bilginin çok yönlü kullanılması, algılama performansını iyileştirmek bakımından büyük potansiyele sahiptir. İlk olarak, ikili sınıflandırma için sözcüksel özellikler, sözlük, duyarlılık ve okunabilirlik gibi dilsel özelliklerin çıkarılmasına veya sinir ağır yapıları olan evrişimsel sinir ağları ve tekrarlayan sinir ağları ile sinirsel özelliklerin öğrenilmesine odaklanmaktadır. İkincisi, görsel işaretler temel alınarak görsel istatistiksel özellikler, görsel içerik özellikleri ve sinirsel görsel özelliklerden çıkarılmaktadır [13]. Sahte veya gerçek haberlere eklenen istatistikler görsel istatistiksel özellikleri temsil etmektedir. Görsel içerik özellikleri, görüntülerin içeriğini netlik, tutarlılık, çeşitlilik vb. gibi tanımlayan faktörleri gösterir. Sinirsel görsel özellikler evrişimli sinir ağları gibi sinir ağları kullanılarak öğrenilmektedir. Ayrıca, son gelişmeler görsel içerik grafiğini görsel içerikten büyük ölçüde geliştiren sağduyu bilgisini keşfetmek için görsel sahne grafiğini çıkarmayı amaçlamaktadır [14].

Literatürde, sosyal bağlam özelliklerini kullanarak sahte haber tespit eden başarılı çalışmalar mevcuttur. Sosyal bağlamın etkisi düşünülerek sahte haber tespitinde elde edilen başarının kritik yönü sosyal medyada söylentilerin doğruluk sınıflandırması gibi benzer araştırma alanlarında kullanılan bir dizi ortak özellik sunmasıdır [15].

Sahte haber tespiti ile ilgili mevcut çalışmaların çoğu denetimli yöntemlere dayanmaktadır. Haber içeriği [16], kullanıcı profilleri [17], gönderi yayılımı [18] ve sosyal bağlamlar [19] gibi farklı özellikleri dikkate alarak bir sınıflandırma modeli oluşturmayı amaçlamaktadırlar. Bu denetimli yöntemlere sahip çalışmalar sınıflandırma modelini eğitmek için güvenilir bir veri kümesine ihtiyaç duydıklarından kritik bir sınırlama bulundurmaktadır. Ancak, çok sayıda ek açıklama elde etmenin zaman alıcı olması ve yoğun emek istemesinden dolayı bu süreçte haber içeriğinin yanı sıra başka kanıtların da kontrol edilmesi gerekmektedir. Ek açıklamalar elde etmek için kitle kaynak kullanımını yaklaşımdan yararlanmak uzman kontrolünün yükünü hafifletebilir ancak bu açıklamaların kalitesi düşebilmektedir [20].

Sosyal bağlama dayalı yöntemler, kullanıcı profilleri, gönderi içerikleri ve sosyal ağların özelliklerini kullanarak tespit yapmaktadır. Kullanıcı profilleri, kullanıcıların özelliklerini ve kullanıcı güvenilirliğine dayanarak ölçmek için kullanılmaktadır [17]. Her ikisi de etiketli haber içeriği ve sosyal bağlam bilgisi içeren Buzzfeed ve Politifact platformlarında doğruluk kontrolü yapılarak toplanan FakeNewsNet [15,21] isimli kapsamlı sahte haber tespit veri seti mevcuttur. Gönderi içeriği, haberin değişim için üretilen nesnel özelliklerini (ör. gövde metni), sosyal bağlam ise, haber öğelerinin ilgili kullanıcının sosyal etkileşimlerini (ör. Twitter’da kullanıcı gönderme/haber paylaşma) içermektedir. Doğrulanmış web sitelerindeki sahte ve gerçek haberlerle ilgili kullanıcı etkileşimleri, Twitter’ın gelişmiş arama Uygulama Programlama Arayüzü (Application Programming Interface - API) üzerinden 19 adet özellik kullanılarak toplanmıştır. Kullanıcı etkileşimlerini toplamak amacıyla yapılan arama sorguları, başlıklardan meydana gelmiştir. Arama sorgusundan veri ön işleme amacıyla özel karakterler kaldırılmıştır. Haber parçalarını doğrudan yayan sosyal medya gönderileri elde edildikten sonra, bu gönderilere verilen yanıtlar, beğeniler ve yeniden paylaşımlar gibi kullanıcı yanıtları alınmıştır. Haber yayan kullanıcılar için, kullanıcı profilleri, kullanıcı gönderileri ve sosyal ağ bilgileri gibi pek çok meta veri toplanmıştır [21].

Sahte haberleri haber içeriğindeki yanlış iddiaları yaymaya çalıştığından, bunu tespit etmenin en basit yolu, haber makalesindeki ipuçlarını bulmaktır. [15]’de ilk olarak, sahte ve gerçek haber makalelerinin konu dağılımı analiz edilmiştir. Politifact veri setinde sahte ve gerçek haberlerin daha çok siyasi kampanya ile ilgili olduğu görülmüştür. GossipCop veri setinde ise, sahte ve gerçek haberlerin daha çok ünlüler arasındaki ilişki hakkındaki dedikoduları içerdiği gözlemlenmiştir. Ayrıca, sahte ve gerçek haber konularının birbirlerinden farklı olduğu görülmüştür. Bazı haberler için, haber içeriklerinin konularına

bakarak tespit yapmak sahte haber tespiti için yeterli olmamakla birlikte zordur. Bu da sosyal bağlam bilgilerinin kullanılması gerekliliğini doğurmaktadır [15].

Metin madenciliği yöntemleri ve denetimli yapay zeka algoritmalarının birleştirilmesiyle sosyal medyadaki sahte haberlerin tespiti için önerilen modelde metin madenciliği analizini ve denetimli yapay zeka algoritmaları ayrı ayrı kullanılmıştır. Bu hibrit model, üç farklı gerçek dünya veri seti üzerinde test edilmiş, doğruluk, kesinlik, duyarlılık ve f-ölçütü değerlerine göre değerlendirme yapılmıştır. Değerlendirme sonuçlarına göre ortalama performansları hesaplanmıştır. Elde edilen sonuçlara bakıldığında, doğruluk, kesinlik ve f-ölçütü açısından en iyi ortalama değerler Karar Ağacı algoritmasından sağlanmıştır. Duyarlılık metriği açısından ise en iyi algoritmaların ZeroR, Çapraz Doğrulama Parametre Seçimi (Cross Validation Parameter Selection-CVPS) ve Ağırlıklı Örnek İşleyici Sarmalayıcı (Weighted Instances Handler Wrapper -WIHW) algoritmaları olduğu görülmüştür [22].

Sahte haber tespit problemini ilk kez bir optimizasyon problemi olarak ele alan, Gri Kurt Optimizasyon (Grey Wolf Optimization-GWO) ve Salp Sürü Optimizasyon (Salp Swarm Optimization-SSO) adlı iki metasezgisel algoritma kullanan yaklaşımda üç aşama yer almaktadır. Veri ön işleme aşamasından sonra yeni bir sahte haber tespit modeli oluşturulması için GWO ve SSO'ya uyarlanmış ve son olarak test için önerilen modellerini kullanmışlardır. Çalışmaları yedi denetimli yapay zeka algoritması ile karşılaştırılmıştır. Tüm veri setlerinde en iyi doğruluk GWO'dan elde edilmiştir. GWO ayrıca üç veri setinden ikisinde en iyi kesinlik ve f-ölçütü değerlerini vermiştir. SSO, üç veri kümesinden ikisinde hassasiyet açısından tüm algoritmalarından daha iyi performans göstermiştir. GWO algoritmasının SSO algoritması ve diğer yapay zeka algoritmalarından performans olarak daha iyi olduğu görülmüştür. Birçok farklı hedefi aynı anda ve verimli bir şekilde ele alan temsili ve esnek uygunluk fonksiyonu nedeniyle, önerdikleri iki algoritmadan elde edilen sonuçların umut verici olduğu görülmektedir [23].

SSO ve GWO algoritmalarının uyarlandığı sosyal medyadaki sahte haberleri tespit etmek için metin madenciliği ve optimizasyon yöntemlerini birleştiren model oluşturulmuştur. Bu modelde, popüler ve yeni bir çevrimiçi sosyal medya problemi bir optimizasyon problemi olarak ele alınmıştır. Ayrıca önerilen algoritmaların performansını doğrulamak için literatürdeki başka bir çalışmada dört farklı gerçek dünya sahte haber veri seti üzerinde test yapılmıştır. Bu yöntemler arasındaki farklılıkları ayırt etmek amacıyla Friedman testi uygulanmıştır. Elde edilen sonuçların da gerçek dünya veri setlerinde önemli sonuçlar elde ettiği görülmüştür [24].

Sahte haberlerin hükümet ve toplum üzerindeki etkisini belirlemek, anlamak ve sahte haberleri orijinal olanlardan ayırt etmek amacıyla derin öğrenme tabanlı yaklaşımları benimsemişlerdir. Toplumun sahte haberlerin yayılmasına karşı yardımcı olmayı, insanların sahte haber yayıcılarından ve günümüz dünyasındaki yayımlarından haberdar etmeyi amaçlayan çalışmalarında GloVe tekniği kullanmışlardır. Bu teknik sayesinde, kelime yerleştirmeler için her bir kelime vektör biçiminde temsil edilmiştir. Vektör biçimine getirilen veri mimarilerindeki çeşitli seviyelerde Uzun-Kısa Vadeli Bellek (Long Short Term Memory-LSTM) sinir ağı kullanılmıştır. Değerlendirme ölçütü olarak doğruluk seçilmiş ve önerdikleri model ile %99,88 doğruluk elde edilmiştir [25].

Makalenin ikinci bölümünde araştırma sürecinden ayrıntılı olarak bahsedilmiş, üçüncü bölümünde sosyal bağlam kapsamında sahte haber tespiti yapan çalışmaların kullandığı modellerden ve bu modellerin makine öğrenmesi ve derin öğrenme yaklaşımları bakımından incelenmesine yer verilmiş ve dördüncü bölümünde literatürde bilinen 9 veri setinin analizi yapılmıştır.

2. ARAŞTIRMA SÜRECİ (SURVEY PROCESS)

Araştırma süreci, [26,27] çalışmalarında da kullanılan Google Scholar, Science Direct, IEEE Explore, Wiley, Web of Science, Scopus ve ACM Digital Library gibi dijital kütüphanelerden alınan yaptığımız çalışmanın konusuna uygun olan yayınların bir araya getirilmesiyle oluşmaktadır. İngilizce dilinde yazılmış orijinal araştırma ve tarama/derleme makaleleri incelenmiştir. Makaleler, sahte haberlerle ilgili anahtar kelimeler ve “sahte haber”, “aldatmaca”, “yanlış bilgilendirme”, “uydurma haber”, “dezenformasyon”,

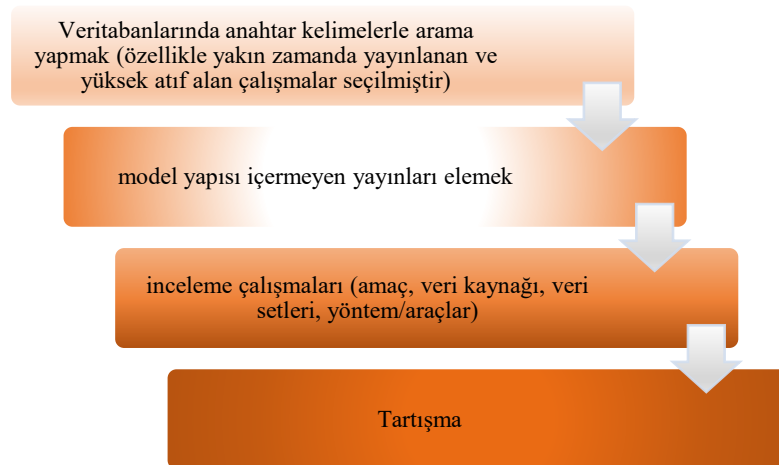
“sosyal bağlam”, “sahte haber tespiti” gibi ilişkili terimler kullanılarak yukarıda bahsi geçen dijital kütüphanelerden elde edilmiştir. Tablo 1’de tüm araştırma ögesi ve zaman aralıklarına karşılık kullanılan anahtar sözcükler sunulmuştur. Burada zaman aralığı olarak 2010 ile 2022 yılları arası seçilmiş ancak son 5 yıla ait yayınlar güncelliğini halen koruyabildiği düşünülerek tercih sebebi olmuştur. Kullanılan anahtar sözcükler birlikte kullanılma (aralarında ve bağlacı bulunan) ve tamamı kullanılan (aralarında veya bağlacı bulunan) şeklinde Tablo 1’de açıklanmıştır. İncelenen yayınlar İngilizce dilinde yazıldığından Türkçe dilindeki karşılıklarıyla birlikte tabloda yerini almıştır

Tablo 1. Arama dizesi içerisinde kullanılan anahtar sözcükler

| Arama Ögesi ve Zaman Aralığı | Kullanılan Anahtar Sözcükler |
|--|---|
| 2010 ile 2022 yılları arasında tüm arama soruları için | <p>‘social context(sosyal bağlam)’ VE (‘social context(sosyal bağlam)’ VEYA ‘fake news detection(sahte haber tespiti)’</p> <p>‘disinformation (dezenformasyon)’ VE (‘social context(sosyal bağlam)’ VEYA ‘fake news detection(sahte haber tespiti)’</p> <p>‘misinformation (yanlış bilgilendirme)’ VE (‘social context(sosyal bağlam)’ VEYA ‘fake news detection(sahte haber tespiti)’</p> <p>‘fabricated news (uydurma haber)’ VE (‘social context(sosyal bağlam)’ VEYA ‘fake news detection(sahte haber tespiti)’</p> <p>‘hoax (aldatmaca)’ VE (‘social context(sosyal bağlam)’ VEYA ‘fake news detection(sahte haber tespiti)’</p> |

Araştırma sürecinde 2010 yılından 2022 yılları arasında yayınlanan ve mükerrer olmayan 1303 makaleye ulaşılmıştır. Makaleler seçilirken yakın zamanda yayınlanana öncelik verilmiştir. Araştırma sürecinin akışı Şekil-1’de gösterilmiştir. Belirtilen kriterlere göre makaleler filtrelendikten sonra 261 makale tam metin incelemesi için değerlendirilmiştir. İçeriğinde model yapısı içermeyen yayınlar elenmiştir. Yayınların sosyal bağlam ile ilgili olmasına dayalı olarak, inceleme çalışmalarında amaç, veri kaynağı, veri setleri ve yöntem/araçlar metodolojik ve sistematik bir organizasyon şeklinde anlatılmıştır.

İncelenen çalışmaların özeti Tablo 2 ve Tablo 3’de model inşa edilmesi başlığının altında, Tablo 4’te ise söz konusu çalışmalarda kullanılan 9 bilinen veri seti sosyal bağlam kapsamında incelenerek literatürdeki veri kümeleri başlığı altında sunulmuştur. Sunulan çalışmanın son olarak sonuç bölümü çalışmamızda yerini almaktadır.



Şekil 1. Araştırma sürecinin akışı

3. SOSYAL BAĞLAMA DAYALI SAHTE HABER TESPİTİ (FAKE NEWS DETECTION BASED ON SOCIAL CONTEXT)

Sahte haber tespit yöntemleri genellikle haber içeriklerini ve sosyal bağlam bilgilerini kullanarak tespit işlemini gerçekleştirmeye odaklıdır [15]. Haber içerikleri, sahte haber ile gerçek haberi ayırt etmeye yönelik ipuçları içermektedir ancak tek başına yeterli değildir. Haber içeriği kadar, haberlerle ilgili sosyal bağlam da, sahte haberlerin tespit edilmesine yardımcı olacak zengin bilgiler içermektedir. Sosyal bağlam özelliklerini kullanan yaklaşımlar; kullanıcı tabanlı, gönderi tabanlı ve ağ tabanlı yaklaşımlardır.

Kullanıcı tabanlı yaklaşımlar, kullanıcı özellikleri ve güvenilirliğini ölçmek maksadıyla kullanıcı profillerinden çıkarılmaktadır [29,17,28]. Kullanıcı özellikleri, Twitter'ın sunmuş olduğu API sayesinde elde edilerek analiz edilebilmektedir [30,31]. Örneğin, Shu vd., sahte haberleri gerçek haberlerden ayırt etmek maksadıyla kullanıcı profillerini çeşitli yönlerden anlamayı önermektedir [29]. Yang vd., kullanıcıların sosyal medyadaki görüşlerini kullanarak ve güvenilirliklerini tahmin ederek denetimsiz bir sahte haber tespit algoritması önermiştir [28]. Gönderi tabanlı özellikler, bakış açısı (duruş) [32], konular [19] veya güvenilirlik [17, 18] bakımından kullanıcıların sosyal tepkisini temsil etmektedir. Ağ tabanlı özellikler [10], yayılma ağı [33] vb. gibi belirli ağlar oluşturularak çıkarılmaktadır. Sosyal bağlamı benimseyen yaklaşımlardan gönderi tabanlı yaklaşım temel olarak duruş tabanlı, duygu tabanlı ve yayılma tabanlı modelleri içermektedir. Duruşa dayalı modeller, haberin doğruluğunu anlamak için kullanıcıların haberlere yönelik görüşlerini kullanmaktadır. Yayılma temelli modeller, haberlerin güvenilirliğinin, çeşitli yayma yöntemlerinin uygulanabileceği ilgili sosyal medya gönderilerinin güvenilirliği ile yüksek oranda ilişkili olduğunu varsaymaktadır [32]. Literatürdeki son çalışmalarda, haberlerin temsil eden zamansal ve dilsel özellikleri öğrenmek maksadıyla derin öğrenme modelleri uygulanmaktadır [32,34]. Shu vd., tıklama tuzağı tespitini iyileştirmeyi sağlamak için eğitim verilerini artırmak maksadıyla yapay (sentetik) veriler oluşturmayı önermiştir. Yayılım temelli yaklaşımları doğrudan karşılaştırmak sadece kullanıcı eylemlerine (haber göndermek, yayınlamak vb.) sahip olan bir sistem için mümkün değildir. Bunun sebebi metinden çıkarılan yayılma sinyallerinin aynı olması ve bu nedenle de etkisiz hale gelmiş olmasıdır [35].

Sosyal bağlama dayalı sahte haberlerin tespiti, sahte haberlerin yayılmasını engellemeye yönelik araştırmaların ikinci adımınıdır. Buna göre sahte haber tespiti için 3 işlem gereklidir. Bu işlemler: özellik çıkarımı, modelin inşa edilmesi ve veriseti oluşturmadır.

3.1. ÖZELLİK ÇIKARIMI (FEATURE EXTRACTION)

Sosyal bağlama dayalı sahte haberlerin tespitine yönelik ilk adım, haber makalesinden özelliklerin çıkarılmasıdır. Bahse konu çalışmaların özet hali Tablo 2 ve Tablo 3'de sunulmuştur. Bir haber makalesi, sosyal bağlamla ilgili aşağıdaki üç özellikten oluşmaktadır:

3.1.1. Kullanıcı Detayları

Yaş, cinsiyet, üyelik, konum, takipçi sayısı, tweet sayısı vb. gibi kullanıcı ayrıntılarından sahte haberlerin tespit edilmesine yardımcı olabilecek özellikler çıkarılabilmektedir [11]. Yang ve diğ. İçerik tabanlı, yayılım tabanlı, uygulama programı tabanlı ve konum tabanlı özelliklerin eşlik ettiği kullanıcı tabanlı özelliklerin bir kombinasyonunu kullanan Sina Weibo adında bir uygulama geliştirmişlerdir [36].

Ayrıca, bu özelliklere dayalı olarak, bir tweet-retweet grafiği oluşturulabilmekte ve belirli bir haber makalesiyle ilgili kullanıcı grubunun özelliklerinin daha iyi anlaşılması için farklı kullanıcılar bir grup altında kümelenebilmektedir [37].

3.1.2. Gönderi Analizi

Kullanıcılar sosyal medyada bir haber okuduktan sonra tepkilerini, duygularını veya düşüncelerini genellikle yorum ya da paylaşım şeklinde ifade etmektedirler. Bu nedenle, gönderilerden özelliklerin çıkarılması, sosyal bağlama dayalı sahte haber tespit sürecinde önemli bir faktör olmaktadır. Jin ve diğ.

duruşun belirli bir haber makalesinin kabul veya reddinin bir göstergesi olduğunu gözlemlemişlerdir [38]. Rubin ve diğ. absürtlük, noktalama işaretleri ve anlambilim gibi özelliklerin bir arada kullanılmasının hiciv içeriğini tahmin etmeye yardımcı olabileceği sonucuna varmıştır [39]. Castillo ve diğ. konu düzeyindeki özellikleri analiz etmiştir [37]. Ma ve diğ. Latent Dirichlet Allocation (LDA)'yı kullanırken, Verma ve diğ. güvenilirliği değerlendirmek maksadıyla görevlerden TF-IDf ve CV gibi özellikleri çıkarmıştır [19,40].

Bununla birlikte, bu tür yaklaşımlar, yayılma sırasında mesaj özelliklerinin değişimini yakalayamamıştır. Bu sorunu en aza indirebilmek amacıyla zaman serisine dayalı yaklaşım formüle edilmiş ve yayılma sırasında söylenti olmayanlara kıyasla söylentilerde bulunan belirli özelliklerin diğerlerine göre farklı olduğunu göstermişlerdir [19].

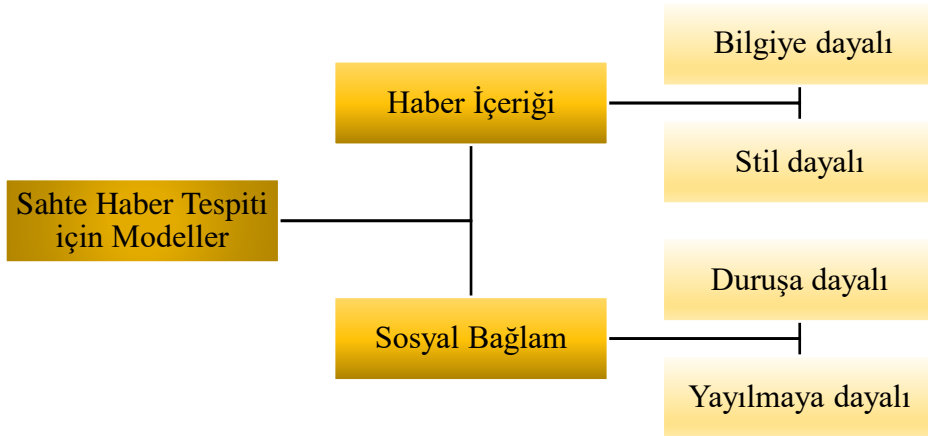
3.1.3. Ağ Analizi

Ağ analizine dayalı yöntemlerde amaç, haber akışını haritalamak ve ilgili kullanıcı kümesini belirlemektir. Düğümlerin bir haberle ilgili gönderileri ve kenarların duruş benzerliğine bağlı olarak ağırlıkları temsil edebileceği durum duruş temellidir. Kwon ve diğ. ağı, haber yayma yörüngelerine dayalı olarak bir ağın kurulduğu bir yayılma temelli eşlik eden takipçi-takip edilen ilişkileri üzerine inşa edildiği, arkadaşlık temelli bir yaklaşım tasarlamışlardır [33]. Örneğin, [38] ve [41], ağın güvenilirliğini belirlemek için kitle kaynaklı bir yaklaşım benimsemektedir. Ruchansky ve diğ., gönderileri benzer makalelerdeyse, kullanıcıların ağ üzerinden bağlandığı eşlik tabanlı bir teknik benimsemiştir [42].

Bu çalışmalardan, içerik tabanlı özelliklerin, kullanıcı ayrıntılarının ve bilginin ağ üzerinden yayılmasının analizinin bir araya getirilmesinin, sosyal bağlama dayalı sahte haber tespiti için çok yönlü ve sağlam bir çözüm sağlayabileceği çıkarılabilmektedir.

3.2. MODEL İNŞA EDİLMESİ (MODEL CONSTRUCTION)

Sahte haber tespiti için inşa edilen modeller iki kategoriye ayrılmaktadır. Bu kategoriler haber içeriği ve sosyal bağlamdır. Biz bu çalışmada sosyal bağlam kategorisine değineceğiz. Sahte haber tespiti için model inşası bakımından sunulan kategoriler Şekil 2'de gösterilmiştir.



Şekil 2. Sahte haberleri tespiti için modeller

Sosyal bağlama dayalı modeller, sahte haberlerin tespiti için kullanılacak ilgili bilgileri yakalamak için bir sosyal ağdaki kullanıcılar ve gönderiler arasındaki ilişkileri kullanır. Bu tür modeller aşağıdaki tiplerden olabilir:

3.2.1 Duruşa Dayalı

Duruşlar (bakış açıları), kullanıcıların haberlere yönelik destekleme, karşı çıkma vb. fikirlerini göstermektedir. Tipik olarak, sahte haberler sosyal medya kullanıcıları arasında tartışmalı görüşlere neden

olabilmektedir; burada sorgulama duruşlarını reddetmenin, iddiaların sahte olduğunu belirtmede çok önemli bir rol oynadığı görülmüştür. Kullanıcılara ait gönderilerin duruşu belirgin ve üstü kapalı olabilmektedir. Belirgin bakış açıları Facebook'un "beğeni" eylemlerine benzer şekilde doğrudan duygu veya fikir ifadesidir. Üstü kapalı bakış açıları ise, sosyal medya paylaşımları incelenerek otomatik olarak çıkarılabilmektedir.

Bu tür modeller, sahte veya gerçek olduğunu doğrulamak maksadıyla bir haber makalesiyle ilgili farklı kullanıcıların görüşlerini almaktadır. Görüşler, belirli bir gönderinin aldığı beğeni sayısından, bir makaleyle ilgili olarak sağlanan yorumlardan oluşabilmektedir. Görüş tespiti için, kullanıcıların açık veya örtük duruşlarını bulmak amacıyla daha fazla madencilik yapılmaktadır. Örneğin, Jin ve diğ., çelişen duruşları analiz ederek haber içeriğini doğrulamak için bir yöntem geliştirmiştir [38]. Başka bir çalışmada Mohammad ve diğ. n-gram ve kelime yerleştirme gibi giriş özellikleri bulunan SVM'ye dayalı daha işlenmiş bir duruş algılama tekniği önermiştir [43].

Kullanıcı meta profili özelliklerini açık ve örtük olmak üzere iki ana açıdan toplamakta ve analiz etmektedir [44]. Açık özellikler, doğrudan sosyal medya sitesi API'si sorgulanarak döndürülen meta verilerden elde edilmektedir. Örtük özellikler doğrudan mevcut değildir, ancak kullanıcı meta bilgilerinden veya geçmiş tweetler gibi çevrimiçi davranışlardan çıkarılmaktadır. Seçilen özellik setleri, hiçbir şekilde tüm olası özelliklerin kapsamlı bir listesi değildir. Ancak, kolayca erişilebilen ve hemen hemen tüm genel kullanıcılar için mevcut olan açık özelliklere ve kullanıcı özelliklerini daha iyi anlamak için literatürde yaygın olarak kullanılan örtük özelliklere sahiptir. İlk olarak, FakeNewsNet verilerine [21] dayanarak sahte ve gerçek haberleri paylaşma olasılığı daha yüksek olan iki kullanıcı alt kümesi seçilmiş ve bu iki küme üzerinden birbirlerinin toplu istatistikleri karşılaştırılmıştır.

Açık Özellikler

Temsili açık profil özneliklerinin listesi aşağıdakileri içerir:

- **Profille İlgili.** Temel kullanıcı açıklama alanları:
 - Doğrulanmış: kullanıcının doğrulanmış bir kullanıcı olup olmadığı;
 - KayıtZamanı: hesabın kaydından bu zamana kadar geçen gün sayısı;
- **İçerikle İlgili.** Kullanıcı aktivitelerinin özellikleri:
 - DurumSayısı: gönderi sayısı;
 - FavoriSayısı: beğeni sayısı;
- **Ağ ile İlgili.** Sosyal medya nitelikleri:
 - TakipçiSayısı: kullanıcıyı takip eden sayısı;
 - TakipEdilenSayısı: kullanıcının takip ettiği kullanıcı sayısı.

Örtük Özellikler

Doğrudan kullanıcı meta verileri aracılığıyla sağlanmayan, ancak kullanıcı demografisini açıklamak ve anlamak için yaygın olarak kullanılan birkaç örtük profil özelliği de kullanılmaktadır [45]. Bu örtük özellikleri denetimsiz bir şekilde tahmin etmek için yaygın olarak kullanılan araçları benimsendiği unutulmamalıdır. Bazı temsili özellikler aşağıdaki gibidir.

- **Yaş:** Araştırmalar, yaşın insanların psikolojisi ve bilişselliği üzerinde büyük etkileri olduğunu göstermektedir.
- **Kişilik:** Kişilik, bir bireyi diğerlerinden farklı kılan özellikleri ifade etmektedir.
- **Siyasi önyargı:** Kullanıcıların profillerini şekillendirmede ve sosyal medyadaki haber tüketim tercihlerini etkilemede siyasi önyargı önemli bir rol oynamaktadır.

DeneySEL olarak yapılan karşılaştırma analizinden, açık ve örtük profil özelliklerinin çoğunun farklı özellik dağılımlarını ortaya çıkardığını ve bu da onları sahtekarlığı tespit etmek için kullanma potansiyelini ortaya koyduğunu gözlemlemekteyiz.

3.2.2. Yayılmaya Dayalı

Bu tür modeller, aralarında bir dereceye kadar benzerlik içeren sosyal medya gönderileri arasındaki ilişkileri ortaya çıkarmaktadır. Haber makalelerinin çeşitli ağlar arasındaki akışını izler ve sahte veya gerçek olup olmadığını doğrulamak için bu ağlarda bulunan kullanıcıların güvenilirliğini kullanır [32]. Yang ve diğ. yayılmaya dayalı bilgiyi inanılabilirliği belirleyen bir özellik olarak değerlendirmiştir [36]. Jin ve diğ. olay, alt olay ve mesaj tabanlı yayılma analizinden oluşan üç katmanlı bir hiyerarşik model önermiştir [46].

Mekansal yayılımı analiz etmenin yanı sıra, birkaç çalışma zamansal yayılmayı da hayati bir güvenilirlik göstergesi olarak değerlendirmiştir. Örneğin, yayılım sırasında zamansal bilgileri yakalamak için zaman serisine dayalı bir yaklaşım tasarlamıştır [19]. Bunun dışında, bazı çalışmalar bir ağda sahte haberlerin yayılımını belirlemek için istatistiksel önlemler uygulamıştır. Örneğin, bir ağda mesaj yayılımının önemini belirlemek için bir parametre olarak temel taklit sayısını elde etmiştir [47].

Makine öğrenimi modelleri kullanılarak sahte haberlerin tespiti için oluşturulan ilgili çalışmaların performans bakımından kıyaslanması Tablo 2’de sunulmuştur. Derin öğrenme modelleri kullanılarak sahte haberlerin tespiti için oluşturulan ilgili çalışmaların performans kıyaslanması Tablo 3’te verilmiştir.

Tablo 2. Makine öğrenmesi yaklaşımlarının performans kıyaslaması

| Model | Metot | Performans |
|------------------------------|-----------------|--------------------------------------|
| Mukherjee ve diğ. (2013)[48] | SVM | Doğruluk=0.861 F1-Skor=0.857 |
| Kwon ve diğ. (2013) [33] | SVM, RF ve DT | Doğruluk=0.897 F1-Skor=0.878 (RF) |
| Castillo ve diğ. (2013) [37] | LR ve RF | F1-Skor=0.824 ROC Alan=0.816 |
| Ma ve diğ. (2015) [19] | SVM | Doğruluk=0.871 F1-Skor=0.87 |
| Rubin ve diğ. (2016) [39] | SVM | Doğruluk=0.87 |
| Granik ve diğ. (2017) [49] | NB | Doğruluk=0.74 |
| Tacchini ve diğ. (2017) [41] | LR ve HBLC | Doğruluk=0.992 (HBLC) |
| Gravanis ve diğ. (2019) [50] | SVM ve AdaBoost | Doğruluk=0.787 |
| Ozbay ve diğ. (2019) [23] | GWO | Doğruluk=0.926 |
| Ozbay ve diğ. (2020) [22] | DT | Doğruluk=0.968 F1-Skor=0.968 |
| Taşkın ve diğ. (2021) [51] | RF | F1-Skor=0.86 |

Tablo 2’de görüldüğü üzere, en iyi performans değeri 0.991 doğruluk değeri ile Tacchini ve diğerlerinin yaptığı çalışmaya aittir. Bu çalışmada kullanılan HBLC (Harmonic boolean label crowdsourcing) sayesinde bu değer elde edilmiştir [41]. Ayrıca en iyi performanslardan biri olan Özbay ve arkadaşlarının çalışmaları ISOT veri seti kullanılarak karar ağacı algoritmasıyla elde edilmiştir [22]. Çalışmada söz konusu veri seti kullanılarak 23 adet algoritma denenmiştir. Karar ağacı algoritması bu algoritmalar içerisinde en iyisi sonucu vermiştir.

Tablo 3. Derin öğrenme yaklaşımlarının performans kıyaslanması

| Model | Metot | Performans |
|-------------------------------|----------------|---------------------------------|
| Long ve diğ. (2017) [52] | LSTM | Doğruluk=0.415 |
| Wang ve diğ. (2017) [16] | CNN ve Bi-LSTM | Doğruluk=0.274 |
| Ruchansky ve diğ. (2017) [42] | RNN | Doğruluk=0.922 F1-Skor=0.924 |
| Roy ve diğ. (2018) [53] | CNN ve Bi-LSTM | Doğruluk=0.45 F1-Skor=0.43 |
| Jwa ve diğ. (2019) [54] | BERT | F1-Skor=0.746 |
| Polignano ve diğ. (2019) [55] | CNN | Doğruluk=0.918 |
| Baruah ve diğ. (2020) [56] | BERT | Doğruluk=0.69 |
| Song ve diğ. (2021) [57] | CNN | Doğruluk=0.922 |
| Paka ve diğ. (2021) [58] | BERT, RoBERT | Doğruluk=0.954 F1-Skor=0.953 |
| Nasir ve diğ. (2021) [59] | CNN, RNN | Doğruluk=0.795 F1-Skor=0.79 |
| Taşkın ve diğ. (2022) [60] | GRU | F1-Skor=0.83 |

Tablo 3 incelendiğinde en düşük performans CNN ve Bi-LSTM metotları kullanılarak Wang ve diğerleri elde etmiştir. Buradaki performans değerinin düşük çıkma sebebi veri setinde aşırı uydurma (overfitting) durumudur [16]. Roy ve arkadaşlarına ait diğer düşük performansın sebebi ise kullandıkları veri setinde anlam bakımından ilişkili sınıfların tahmin sırasını örtüşme yaşamasıdır [53]. Doğruluk performansı 0.954 olan Paka ve arkadaşlarına ait çalışmada BERT kullanılmıştır. BERT, veri setinde bulunan metni çift taraflı incelemekte ve metin içerisindeki herhangi bir kelimenin sağ ve solundaki kelimelerle olan ilişkilerini çok iyi kavrayabilecek bir yapı sunmaktadır [58].

3.3. LİTERATÜRDEKİ VERİ KÜMELERİ

Bu bölümde, sahte haber tespiti çalışmalarında kullanılan mevcut veri setlerinin bir listesi sunulmuştur. Ayrıca bu veri setlerinin açıklamaları ve sosyal bağlama dayalı özelliklerinin karşılaştırılması Tablo-4 de verilmiştir.

Tablo 4. Sahte haber tespiti için oluşturulan veri setlerinin sosyal bağlama dayalı olarak karşılaştırılması

| Veri Seti | Sosyal Bağlam Özelliği | | | Açıklama |
|--------------|------------------------|-----------------|------------|--|
| | Kullanıcı Detayı | Gönderi Analizi | Ağ Analizi | |
| BuzzFeedNews | - | - | - | BuzzFeed'den gerçekliği doğrulanmış 1627 adet haber makalesinden oluşmaktadır. |
| LIAR | - | - | - | PolitiFact'ten bir API kullanılarak çeşitli alanlardan 12836 adet makaleden oluşmaktadır[16]. |
| BS Detector | - | - | - | Belirli bir web sayfasındaki tüm bağlantıları tarayarak ve önceden sağlanan bir alan listesiyle karşılaştırılarak güvenilir olmayan kaynakları tespit eden araç setinin kendi kendine açıklama özelliği ile oluşturulmuştur. |

| | | | | |
|---------------------------|------|------|------|--|
| ISOT | - | - | - | 21417 adet reuters.com'dan alınmış gerçek haber, 23481 adet farklı haber kaynaklarından alınan sahte haberden oluşmaktadır [61,62]. |
| Fake News Challenge (FNC) | - | Evet | - | Siyaset, sağlık, çevre, yaşam tarzı gibi çeşitli konuları içeren eğitim seti 49972, test seti 25413 adet kayıttan oluşmaktadır. |
| CREDBANK | Evet | Evet | - | Ekim 2015'e ait 96 günlük bir süre boyunca çekilen 60 milyon tweetten oluşmaktadır. |
| BuzzFace | - | Evet | - | 1,6 milyon yorum ve 2263 makaleden oluşan BuzzFeed'in bir uzantısıdır [63] |
| FacebookHoax | Evet | Evet | - | 1 milyonun üzerinde beğeniye sahip, bilimsel ve komplo teorileriyle ilgili 15500 gönderiden oluşmaktadır [41] |
| FakeNewsNet | Evet | Evet | Evet | PolitiFact ve GossipCop'tan elde edilen haber-bağlam, sosyal-bağlam ve zamansal bilgiler gibi çeşitli kategorilerdeki bilgileri içeren çok boyutlu bir veri setidir. |

4. SONUÇ (CONCLUSION)

Sahte haberlerin toplumu olumsuz şekilde etkilediği endişesiyle bu sorunu durdurmak maksadıyla önlemler alınması gerekmektedir. Bu makale, kapsamlı bir yayın olmakla birlikte sahte haberlerin üretilmesini ve yayılmasını anlamaya ve azaltılmasına yönelik yapılan araştırmaların ne şekilde ilerlediğine dair bir fikir sunmaktadır. Spesifik olarak, çalışmamızın teoride ve pratikte çeşitli sonuçları bulunmaktadır.

Teoride, bu makale aktarılan bilginin amacına ve türüne dayalı olarak sahte haberlerle ilişkili tüm terimler hakkında bir fikir vermektedir. Sahte haberlerin yayılmasında psikolojik zafiyetlere, toplumsal faktörlere ve sosyal medyanın hayatımızdaki rolüne ışık tutmaktadır. Ayrıca, sahte haberlerin ayırt edilebileceği haber içeriği ve sosyal bağlam gibi çeşitli yönleri araştırmaktadır. Sosyal bağlama dayalı olarak sahte haberlerin tespiti için önceki çalışmalar hakkında kapsamlı bir sunum yapmaktadır. Bu araştırma aracılığıyla, sahte haberleri azaltmaya yönelik tekniklerin çoğunun, denetimli bir yaklaşım izlediği gözlemlenmiştir. Bu makalede, okuyucular arasında sahte haberlere ilişkin sağlam bir bilgi birikimi oluşturabilmek amacıyla kavramlar, uygun alıntılarla desteklenerek mevcut çalışmaların ayrıntılı bir araştırması yapılmıştır. Pratikte, incelenen veri setleri, sınıflandırıcıları geliştirmek ve bu çalışmayı ileriye taşımak isteyen okuyucular için yol gösterici olacaktır.

Bu çalışmada, sosyal bağlamın sahte haber tespiti üzerindeki etkisi literatür katkısıyla anlatılmıştır. Sosyal bağlamı modellemenin önemi gösterilmiştir. Sosyal bağlam bilgilerinin sahte haber tespiti yapmakta nasıl kullanıldığı konusunda bilgilendirme yapılmıştır. Sosyal bağlamın etkisi kullanıcı tabanlı, gönderi tabanlı ve ağ tabanlı olmak üzere üç ana başlıkta incelenmiştir. Her bakış açısından örnekler ve açıklamalar verilerek okuyucuya sahte haber tespitinde sosyal bağlamın gerekliliğinden bahsedilmiştir. Sahte haber tespiti için kullanılan makine öğrenmesi ve derin öğrenme modelleri kıyaslanmıştır. Ayrıca 9 birbirinden farklı ve ünlü veri seti ile ilgili bilgilendirme ve sosyal bağlam özellikleri bakımından kıyaslama yapılmıştır.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Savaş, S. (2020). @Sosyal Medya. Kutlu Yayınevi.
- [2] Çömlekçi, M. F. (2019). Sosyal medyada dezenformasyon ve haber doğrulama platformlarının pratikleri. Gümüşhane Üniversitesi İletişim Fakültesi Elektronik Dergisi, 7(3), 1549-1563.
- [3] Kiraz, E. (2020). Sosyal Medyada Sahte Haberin Yayılmasında Kullanıcı Faktörü. İnönü Üniversitesi İletişim Fakültesi Elektronik Dergisi (İNİF E-Dergi), 5(1), 9-24.

- [4] Savaş, S., & Topaloğlu, N. (2015). Sosyal Medya Verileri Üzerinden Siber İstihbarat Faaliyetleri. VIII. Uluslararası Bilgi Güvenliği Ve Kriptoloji Konferansı, 1-7.
- [5] Shu, K., Wang, S., Lee, D., & Liu, H. (2020). Mining disinformation and fake news: Concepts, methods, and recent advancements. In *Disinformation, Misinformation, and Fake News in Social Media* (pp. 1-19). Springer, Cham.
- [6] Edson, C. T. Jr., Lim, Z.W., & Ling, R. (2018). Defining fake news a typology of scholarly definitions. *Digital journalism*, 6(2):137{153.
- [7] Shu, K., & Liu, H. (2019). Detecting fake news on social media. *Synthesis Lectures on Data Mining and Knowledge Discovery*.
- [8] Hidey, C., T., & Kathleen, M. (2018). Persuasive inuence detection: The role of argument sequencing. In *Thirty-Second AAAI Conference on Artificial Intelligence*.
- [9] Zhou, X., Zafarani, R., Shu, K., & Liu, H. (2019) Fake news: Fundamental theories, detection strategies and challenges. In *WSDM*.
- [10] Shu, K., Bernard, H. R. and Liu, H. (2018). Studying fake news via network analysis: Detection and mitigation. *CoRR*, abs/1804.10233.
- [11] Shu, K., Wang, S., & Liu, H. (2018). Understanding User Profiles on Social Media for Fake News Detection. In *2018 IEEE Conference on Multimedia Information Processing and Retrieval (MIPR)*. IEEE.
- [12] Savaş, S., & Topaloğlu, N. (2016). Siber Güvenlikte Yeni Bir Boyut: Sosyal Medya İstihbaratı. presented at the XVIII. Akademik Bilişim Konferansı, Aydın, 8.
- [13] Cao, J., Guo, J., Li, X., Jin, Z., Guo, H., & Li, J. (2018). Automatic rumor detection on microblogs: A survey. *arXiv preprint arXiv:1807.03505*.
- [14] Bosselut, A., Rashkin, H., Sap, M., Malaviya, C., Celikyilmaz, A., & Choi, Y. (2019). Comet: Commonsense transformers for automatic knowledge graph construction. *arXiv preprint arXiv:1906.05317*
- [15] Shu, K., Sliva, A., Wang, S., Tang, J., & Liu, H. (2017). Fake news detection on social media: A data mining perspective. *ACM SIGKDD explorations newsletter*, 19(1),22-36.
- [16] Wang, W. Y. (2017). "liar, liar pants on fire": A new benchmark dataset for fake news detection. *arXiv preprint arXiv:1705.00648*.
- [17] Castillo, C.; Mendoza, M.; and Poblete, B. (2011). Information credibility on twitter. In *Proceedings of the 20th international conference on World wide web*, 675–684. ACM.
- [18] Wu, L., and Liu, H. (2018). Tracing fake-news footprints: Characterizing social media messages by how they propagate. In *Proceedings of the Eleventh ACM International Conference on Web Search and Data Mining (WSDM)*, 637–645. ACM.
- [19] Ma, J., Gao, W., Wei, Z.; Lu, Y.; and Wong, K.-F. (2015). Detect rumors using time series of social context information on microblogging websites. In *Proceedings of the 24th ACM International on Conference on Information and Knowledge Management*, 1751–1754. ACM.
- [20] Kim, J.; Tabibian, B.; Oh, A.; Schölkopf, B.; and Gomez-Rodriguez, M. (2018). Leveraging the crowd to detect and reduce the spread of fake news and misinformation. In *Proceedings of the Eleventh ACM International Conference on Web Search and Data Mining (WSDM)*, 324–332. ACM.

- [21] Shu, K., Mahudeswaran, D., Wang, S., Lee, D., & Liu, H. (2018). FakeNewsNet: A Data Repository with News Content, Social Context and Dynamic Information for Studying Fake News on Social Media. arXiv preprint arXiv:1809.01286.
- [22] Ozbay, F. A., & Alatas, B. (2020). Fake news detection within online social media using supervised artificial intelligence algorithms. *Physica A: Statistical Mechanics and its Applications*, 540, 123174.
- [23] Ozbay, F. A., & Alatas, B. (2019) "A novel approach for detection of fake news on social media using metaheuristic optimization algorithms." *Elektronika ir Elektrotechnika* 25.4: 62-67.
- [24] Ozbay, F. A., & Alatas, B. (2021). Adaptive Salp swarm optimization algorithms with inertia weights for novel fake news detection model in online social media. *Multimedia Tools and Applications*, 80(26), 34333-34357.
- [25] Chauhan, T., & Palivela, H. (2021). Optimization and improvement of fake news detection using deep learning approaches for societal benefit. *International Journal of Information Management Data Insights*, 1(2), 100051.
- [26] Ansar, W., & Goswami, S. (2021). Combating the menace: A survey on characterization and detection of fake news from a data science perspective. *International Journal of Information Management Data Insights*, 1(2), 100052.
- [27] Kabudi, T., Pappas, I., & Olsen, D. H. (2021). Ai-enabled adaptive learning systems: A systematic mapping of the literature. *Computers and Education: Artificial Intelligence*, 2, 100017.
- [28] Yang, S., Shu, K., Wang, S., Gu, R., Wu, F., and Liu, H. (2019). Unsupervised Fake News Detection on Social Media: A Generative Approach. In *AAAI'19*.
- [29] Shu, K., Mahudeswaran, D., and Liu, H. (2018). FakeNewsTracker: a tool for fake news collection, detection, and visualization. *Computational and Mathematical Organization Theory* (2018), 1–12.
- [30] Savaş, S. (2021, October). Big Data Analysis on Twitter for 2017 Turkey Referendum: TRefendum. In *2021 5th International Symposium on Multidisciplinary Studies and Innovative Technologies (ISMSIT)* (pp. 524-528). IEEE.
- [31] Savaş, S. (2022). Metin madenciliği yöntemiyle dijital katılım analizi ve 2017 Türkiye sosyal medya referandumunu. *Acta Infologica*.
- [32] Karimi, H., Roy, P., Saba-Sadiya, S., and Tang, J. Multi-Source Multi-Class Fake News Detection. In *COLING'18*.
- [33] Kwon, S., Cha, M., Jung, K., Chen, W., and Wang, Y. 2013. Prominent features of rumor propagation in online social media. In *Data Mining (ICDM), 2013 IEEE 13th International Conference on*. IEEE, 1103–1108.
- [34] Wang, Y., Ma, F., Jin, Z., Yuan, Y., Xun, G., Jha, K., Su, L., and Gao, J. EANN: Event Adversarial Neural Networks for Multi-Modal Fake News Detection. In *KDD'18*.
- [35] Shu, K., Zhou, X., Wang, S., Zafarani, R., & Liu, H. (2019, August). The role of user profiles for fake news detection. In *Proceedings of the 2019 IEEE/ACM international conference on advances in social networks analysis and mining* (pp. 436-439).
- [36] Yang, F., Liu, Y., Yu, X., & Yang, M. (2012). Automatic detection of rumor on Sina Weibo. In *Proceedings of the ACM SIGKDD workshop on mining data semantics* (pp. 1–7).

- [37] Castillo, C., Mendoza, M., & Poblete, B. (2013). Predicting information credibility in time-sensitive social media. *Internet Research*.
- [38] Jin, Z., Cao, J., Zhang, Y., & Luo, J. (2016, March). News verification by exploiting conflicting social viewpoints in microblogs. In *Proceedings of the AAAI Conference on Artificial Intelligence* (Vol. 30, No. 1).
- [39] Rubin, V. L., Conroy, N., Chen, Y., & Cornwell, S. (2016). Fake news or truth? Using satirical cues to detect potentially misleading news. In *Proceedings of the second workshop on computational approaches to deception detection* (pp. 7–17).
- [40] Verma, P. K., Agrawal, P., Amorim, I., & Prodan, R. (2021). Welfake: Word embedding over linguistic features for fake news detection. *IEEE Transactions on Computational Social Systems*.
- [41] Tacchini, E., Ballarin, G., Della Vedova, M. L., Moret, S., & de Alfaro, L. (2017). Some like it hoax: Automated fake news detection in social networks. *arXiv preprint arXiv:1704.07506*
- [42] Ruchansky, N., Seo, S., & Liu, Y. (2017). CSI: A hybrid deep model for fake news detection. In *Proceedings of the 2017 ACM on conference on information and knowledge management* (pp. 797–806).
- [43] Mohammad, S. M., Sobhani, P., & Kiritchenko, S. (2017). Stance and sentiment in tweets. *ACM Transactions on Internet Technology (TOIT)*, 17(3), 1–23.
- [44] Shu, K., Wang, S., & Liu, H. (2019, January). Beyond news contents: The role of social context for fake news detection. In *Proceedings of the twelfth ACM international conference on web search and data mining* (pp. 312-320).
- [45] Schwartz, H. A., Eichstaedt, J. C., Kern, M. L., Dziurzynski, L., Ramones, S. M., Agrawal, M., ... & Ungar, L. H. (2013). Personality, gender, and age in the language of social media: The open-vocabulary approach. *PloS one*, 8(9), e73791.
- [46] Jin, Z., Cao, J., Jiang, Y. & Zhang, Y. “News credibility evaluation on microblog with a hierarchical propagation model,” In *Data Mining (ICDM), 2014 IEEE International Conference, 2014*, 230–239.
- [47] Shrivastava, G., Kumar, P., Ojha, R. P., Srivastava, P. K., Mohan, S., & Srivastava, G. (2020). Defensive modeling of fake news through online social networks. *IEEE Transactions on Computational Social Systems*, 7(5), 1159–1167.
- [48] Mukherjee, A., Venkataraman, V., Liu, B., & Glance, N. (2013, June). What yelp fake review filter might be doing? In *Proceedings of the international AAAI conference on web and social media* (Vol. 7, No. 1).
- [49] Granik, M., & Mesyura, V. (2017, May). Fake news detection using naive Bayes classifier. In *2017 IEEE first Ukraine conference on electrical and computer engineering (UKRCON)* (pp. 900-903). IEEE.
- [50] Gravanis, G., Vakali, A., Diamantaras, K., & Karadais, P. (2019). Behind the cues: A benchmarking study for fake news detection. *Expert Systems with Applications*, 128, 201-213.
- [51] Taşkın, S. G., Küçüksille, E. U., & Topal, K. Twitter üzerinde Türkçe sahte haber tespiti. *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 23(1), 151-172.
- [52] Long, Y., Lu, Q., Xiang, R., Li, M., & Huang, C. R. (2017, November). Fake news detection through multi-perspective speaker profiles. In *Proceedings of the eighth international joint conference on natural language processing (volume 2: Short papers)* (pp. 252-256).

- [53] Roy, A., Basak, K., Ekbal, A., & Bhattacharyya, P. (2018). A deep ensemble framework for fake news detection and classification. arXiv preprint arXiv:1811.04670.
- [54] Jwa, H., Oh, D., Park, K., Kang, J. M., & Lim, H. (2019). exbake: Automatic fake news detection model based on bidirectional encoder representations from transformers (bert). *Applied Sciences*, 9(19), 4062.
- [55] Polignano, M., de Pinto, M. G., Lops, P., & Semeraro, G. (2019, September). Identification Of Bot Accounts In Twitter Using 2D CNNs On User-generated Contents. In *Clef (working notes)*.
- [56] Baruah, A., Das, K. A., Barbhuiya, F. A., & Dey, K. (2020, September). Automatic Detection of Fake News Spreaders Using BERT. In *CLEF (Working Notes)*.
- [57] Song, C., Ning, N., Zhang, Y., & Wu, B. (2021). A multimodal fake news detection model based on crossmodal attention residual and multichannel convolutional neural networks. *Information Processing & Management*, 58(1), 102437.
- [58] Paka, W. S., Bansal, R., Kaushik, A., Sengupta, S., & Chakraborty, T. (2021). Cross-SEAN: A cross-stitch semi-supervised neural attention model for COVID-19 fake news detection. *Applied Soft Computing*, 107, 107393.
- [59] Nasir, J. A., Khan, O. S., & Varlamis, I. (2021). Fake news detection: A hybrid CNN-RNN based deep learning approach. *International Journal of Information Management Data Insights*, 1(1), 100007.
- [60] Taskin, S. G., Kucuksille, E. U., & Topal, K. (2022). Detection of Turkish Fake News in Twitter with Machine Learning Algorithms. *Arabian Journal for Science and Engineering*, 47(2), 2359-2379.
- [61] Ahmed, H., Traore, I., & Saad, S. (2017, October). Detection of online fake news using n-gram analysis and machine learning techniques. In *International conference on intelligent, secure, and dependable systems in distributed and cloud environments* (pp. 127-138). Springer, Cham.
- [62] Ahmed, H., Traore, I., & Saad, S. (2018). Detecting opinion spams and fake news using text classification. *Security and Privacy*, 1(1), e9.
- [63] Santia, G., & Williams, J. (2018). BuzzFace: A news veracity dataset with facebook user commentary and egos. In *Proceedings of the international AAAI conference on web and social media: vol. 12*.



The Parametric Design of a Photovoltaic Power System over a Parking Lot

Ege Batu ELTEZ¹ Koray ÜLGEN^{1,*}

¹Ege University Solar Energy Institute, 35100, Bornova/İZMİR

Article Info

Research article
Received:05/09/2022
Revision:22/11/2022
Accepted:17/12/2022

Keywords

Parametric Design
Photovoltaic
Shadow Analysis
Parking Lot Sesign
Grasshopper

Abstract

The effective planning of urban areas is important in terms of improving both the urban density and the traffic problem. Parking lots should be arranged to manage spaces and traffic at the points where the population is highly dense. On the other hand, installing rooftop solar energy plants over parking lots are highly advantageous in terms of renewable energy production. During the design process of such urban power plants, the area-energy optimization and the shading caused by surrounding buildings have direct effect on overall performance. In this study, firstly a parking lot was designed on an empty parcel within the urban area of Izmir province, with the capacity of 1.704 vehicles, 64 motorcycles and 64 electric vehicle charging stations. In addition, a solar power plant was planned over the parking lot canopies, then a power system was designed by selecting the proper photovoltaic panels and inverters. On the parametric simulation software, which was used to determine the system performance, the solar radiation and shadow simulations on the designed parking lot were run. After that, the electricity generation performances were investigated and comparisons between the parking lot parcels and the selected dates were made. In the conclusion, it was found that 7.006 photovoltaic panels placed over the canopies with an area of 24.995 m² are able to generate 8.084 MWh/year electricity.

1. INTRODUCTION

The demand for housing, industry, transportation, agriculture, etc. increases as a result of the high population growth rate. Concordantly, the demand for energy also increases day by day. By year 2021, the largest shares in energy production are respectively 31% petroleum, 27% coal and 24% natural gas. By the same year, the share of renewable energy sources is only 12,63% of the total. In detail, 6,83% of renewable energy sources is hydraulic energy, 2,98% is wind power and only 1,65% is solar energy. In addition, 0,47% is the share of other renewable sources (geothermal, wave energy, etc.) while the modern bio-fuels are only 0,70% [1] [2]. There are many negative effects of using fossil sources for the energy production on such a scale. First of all, the limited resources of fossil fuels are undesirable for sustainability. Moreover, the usage of these sources causes noxious gases to be released into the atmosphere and causes global warming.

The usage of the renewable energy sources as an alternative to the fossil fuels are far below the potential. This situation is more distinct for the solar energy. One of the most important parameters of the solar energy generation is the annual solar radiation values. For example, Germany has 2,75 – 3,35 kWh/m² annual solar radiation values and with the 58.728 MW installed solar power capacity, it generated 50.000 GWh energy in 2021 [3]. Meanwhile, Turkey has 3,13 – 5,26 kWh/m² annual solar radiation values but it only owns 7.813 MW installed capacity and generated 12.965 GWh energy in 2021 [4]. As seen in the given data, even though Turkey has high hours of sunshine, it does not use its potential sufficiently. In Izmir province, where this study was done, the annual solar radiation values are between 4,36 – 5,00 kWh/m². By year 2021, the city has installed solar power capacity of 300 MW [5]. Therefore, the solar energy plants that could be installed here can be considered more efficient compared to Turkey's average.

Solar power plants are able to be installed various places where the conditions are met. Even in urban areas, there are many ideal places for applications. Photovoltaic panels can be installed on places such as rooftops, facade elements or parking lot canopies to generate electricity. These applications add alternative function

to the installed structure and prevent wasting of space [6]. Especially in large parking lots, efficient use of dead space is significant for urban development [7]. The most important problem for solar power plants in urban areas is shading. Geographical formations, trees and surrounding buildings may cast shadows on PV panels and cause efficiency losses [8]. For example, 20-30% shadow formation on a panel may result 40% loss in output power and this may also affect the PV string [9]. Therefore, solar energy investments in urban areas require decent shadow and efficiency analysis while considering all the factors affecting the site selection.

In this study, a parking lot was designed within the urban area of Izmir province and a solar power plant was planned over the parking lot canopies. After that, the efficiency of the power plant, energy generation values, shadow formation, and solar radiation values on the system were investigated with the simulations on Grasshopper, which is parametric design software. As the Grasshopper plugins, Ladybug and Honeybee were used for energy simulations and Elk was used for modeling the Geographic Information System (GIS) data [10]. This type of software analyzes many different data and variable that affects each other. Thus, they aim to find accurate results in a shorter time and shorten the decision-making process.

2. MATERIALS AND METHODS

2.1. Study Area Selection and Parking Lot Design

Within the scope of this study, a parcel was chosen as the project area in İzmir province, Karşıyaka, Mavişehir district. On this parcel, two equal parking lots with dimensions of 120 x 200 m and an area of 24.000 m² for each were planned. The existing path was kept and two parking lots were planned as the North and South parking lots. The reasons for choosing this district as the study field are the population and vehicle density, also the parking lot demand due to the several facilities such as shopping centers, sports halls and schools [11] (Figure 1). Moreover, it has been estimated that the study field has high solar potential due to its size and the limited number of surrounding shading factors.



Figure 1. Satellite image of the project area and surrounding [12]

During the design process of the parking lots, parking spaces and canopies, the latest building bylaws and Neufert building design criteria were consulted [13] [14]. Considering dimensions and constraints in the parking lot design, the greater value was chosen between both sources. As the result, the parking lot with spaces for 1704 cars (144 disabled), 64 motorcycles and 64 electric vehicle charging stations were designed. This parking lot area was divided into two parcels as North and South. The canopies are designed with a 5,6° slope to south, to get the solar radiation at a steeper angle. The PV panels aren't placed at optimum angles for the region. Instead, the maximum number of panels is aimed [15] [16]. In addition, stormwater build-up was prevented and the high-ceiled parking lots for larger vehicles such as vans, trucks, etc. were provided.

2.2. Climatic Data of the Region

The efficiency of PV panels depends on various meteorological parameters. The most important ones are temperature, wind velocity and solar radiation values [17]. Thus, the energy simulations on Grasshopper requires climatic data for calculations. The EPW (EnergyPlus Weather) files are one of the easiest methods that can be chosen for this purpose. The EPW files contain data such as temperature, humidity, solar radiation, wind velocity and direction and precipitation. These are recorded hourly in specific regions for a whole year [18]. The closest EPW location to the study area is Çiğli district, which is a few kilometers away. Therefore, it is chosen for the simulations (Table 1).

Table 1. Monthly average climatic data of Çiğli/Izmir [19]

| Months | Temperature | | | Humidity | Wind Velocity | Solar Radiation | | |
|--------|-------------|-------|-------|----------|---------------|---------------------|--------|---------|
| | Ave. | Max. | Min. | | | Total | Direct | Diffuse |
| | (°C) | | | (%) | (m/s) | (W/m ²) | | |
| 1 | 8,14 | 20,40 | -5,00 | 65,06 | 3,76 | 87,50 | 42,63 | 44,86 |
| 2 | 9,63 | 18,00 | -4,00 | 69,84 | 3,51 | 119,22 | 55,76 | 63,46 |
| 3 | 13,19 | 25,00 | 0,00 | 61,30 | 3,89 | 169,54 | 88,66 | 80,89 |
| 4 | 16,06 | 29,00 | 7,00 | 58,75 | 3,54 | 237,28 | 140,45 | 96,83 |
| 5 | 21,55 | 34,00 | 7,20 | 57,61 | 3,30 | 257,24 | 142,36 | 114,88 |
| 6 | 24,77 | 35,00 | 13,00 | 49,17 | 4,13 | 314,57 | 216,74 | 97,83 |
| 7 | 27,83 | 37,00 | 17,00 | 50,20 | 3,38 | 323,46 | 242,50 | 80,97 |
| 8 | 27,84 | 38,00 | 17,60 | 46,97 | 3,81 | 287,89 | 212,46 | 75,43 |
| 9 | 22,99 | 34,00 | 13,00 | 60,18 | 3,28 | 223,23 | 150,77 | 72,45 |
| 10 | 18,30 | 27,20 | 2,00 | 67,36 | 2,33 | 160,83 | 101,68 | 59,15 |
| 11 | 13,41 | 24,00 | 2,00 | 72,16 | 2,83 | 106,02 | 59,02 | 47,00 |
| 12 | 9,89 | 20,00 | -3,00 | 70,28 | 3,29 | 82,42 | 42,97 | 39,45 |

2.3. Photovoltaic System Selection

In order to run photovoltaic energy simulations on Grasshopper software, the number and some required data of the PV panels and inverters must be entered. However, a system design is required for the accurate data inputs. While creating a photovoltaic system, there are some limitations and criterions that must be considered. These may vary according to the specifications of the selected system components such as panels and inverters [20]. The PV systems in the study were designed considering the criterions. First of all, a 660 Wp mono-crystalline PV panel with 21% efficiency were selected to be mounted on the canopies and the same type of panel was used in all strings (Table 2).

Table 2. Specifications of the selected PV panel [21]

| Model | ECO-660M-66UHC (660 W Mono-crystalline) |
|---|---|
| Dimensions (L x W x H) | 2411 x 1303 x 35 mm |
| Max. Power | 660 Wp |
| Open-Circuit Voltage (Voc) | 46,03 V |
| Voltage at Max. Power (Vmpp) | 38,08 V |
| Short-Circuit Current (Isc) | 18,73 A |
| Current at Max. Power (Impp) | 17,33 A |
| Max. System Voltage (V _{max}) | 1.500 V |
| Panel Efficiency (%) | %21,01 |

The PV systems are divided as Type-1 and Type-2 for both the North and South parking lots (Figure 2). The number and connections of the panels in these systems were decided by the calculations made according to specifications of the selected PV panel and inverter. In the Type-1 system, there are 31 panels

connected in series and 5 strings connected in parallel on a canopy. This system was formed on all the 21 same sized canopies in the parking lot. Each of these strings are connected to a container type inverter with 24 DC inputs. The purpose of that is to minimize the efficiency losses caused by the parallel connection of many inverters [22] (Table 3).

The Type-2 system is placed on the long canopies in both parking lots. There are 2 systems consisting of 31 panels connected in series and 4 strings connected in parallel. This system is connected to a different inverter. The purpose of this to separate the EV charging stations in the North parking lot from the main system. Moreover, the PV system on the canopies in the South parking lot with the maximum hours of shading is also separated from the main system to prevent systemic losses and to achieve better management (Table 3).

Table 3. Selected inverters and their specifications [21]

| Model | SG2500HV-MV-20 (Type-1) | SC60HV (Type-2) |
|-------------------------|-------------------------|--------------------|
| Dimensions (L x W x H) | 6058 x 2438 x 2896 mm | 600 x 278 x 800 mm |
| Max. PV Input Voltage | 1.500 V | 1.500 V |
| Max. PV Input Current | 3.508 A | 96,6 A |
| Max. AC Output Current | 2886 A | 79,3 A |
| AC Output Power | 2750 kVA | 66 kVA |
| Inverter Efficiency (%) | %98,7 | %98,5 |

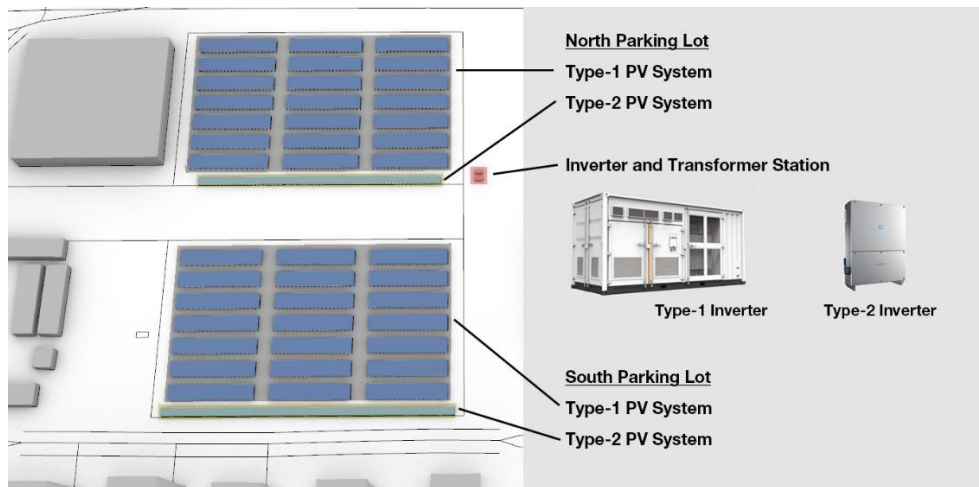


Figure 2. The PV systems in the parking lots

2.4. Simulations on the Parametric Design Software

The parametric design gives an opportunity to define relations between the various parameters of models and allows them to be modified interactively. When something is modified, the rest of the model reacts and updates itself according to pre-defined associative rules [23]. Some different software can be found for the parametric design. Within the scope of this study, some simulations were run on Grasshopper, which is a visual programming based parametric design software, in order to analyze different factors [24].

Basically, Grasshopper works on the “boxes and arrows” basis. On the interface of the visual programming software, boxes, objects and texts are basically considered as “input” or “restraints”. These components can be connected with arrows, which are like virtual cables. Thus, the relation between these components is defined [25]. Rather than the script-based coding, this system reduces the work load and can be learned faster. One of the important points for the simulations to run properly is to define the entered data as inputs and restraints according to necessities of the setup. In addition, there are many plugins for the Grasshopper for different purposes such as modelling, architecture, energy, engineering, etc.

First step of the simulations for this study is modelling the chosen area. For this purpose, the spatial data of the parcels, buildings and roads in the district were acquired from OpenStreetMap, which is an open-source mapping platform [26] [27]. These data didn't have the height information of the buildings in the district; therefore, the height values were defined by counting the stories and entered manually to the model. Later on, the parking lot parcels and parking space markings were added. After the addition of the canopies over the parking lots, their proper positions and heights were set [28]. At this point, designing and positioning the models properly is essential to achieve the accurate results (Figure 3).

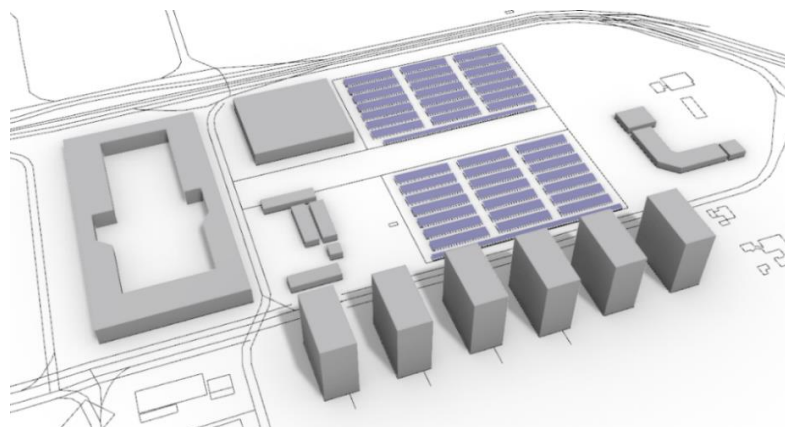


Figure 3. The model of the parking lots, canopies and surrounding buildings, created on the Elk plug-in of Grasshopper

Four different simulations were run on Grasshopper software with Ladybug and Honeybee plugins for the study. These are the parking lot shadow simulations, photovoltaic panel surfaces shadow simulations, solar radiation simulations and photovoltaic energy generation simulations. To get the climatic data, the EPW file for Çiğli district, which was given in Section 2.2, were used [29]. The inputs, test surfaces and time periods chosen for the simulations can be seen in Table 4.

Table 4. Chosen inputs, test surfaces and time periods for different simulation types

| Simulation Type | Inputs | Shading Elements | Test Surfaces | Simulation Dates |
|---------------------------------------|----------------|-----------------------|------------------|--|
| Parking Lot Shadow Simulations | EPW | Canopies | Parking Lot Area | Dec. 21 st , June 21 st (Time: 12:00) |
| PV Panel Surface Shadow Simulations | EPW | Surrounding Buildings | Canopies | Dec. 21 st , June 21 st , March 21 st , Sep. 23 rd (Hourly) |
| Solar Radiation Simulations | EPW | Surrounding Buildings | Canopies | Dec. 21 st , June 21 st , March 21 st , Sep. 23 rd Annual (Hourly) |
| PV Electricity Generation Simulations | EPW, PV Specs. | Surrounding Buildings | Canopies | Dec. 21 st , June 21 st , March 21 st , Sep. 23 rd Annual (Hourly) |

3. RESULTS AND DISCUSSIONS

In this section, the results of the simulations were evaluated, which was done to analyze the performance of a solar energy plant over a parking lot with Izmir province's climatic conditions. Hereinbelow the study was examined in detail as the parking lot design, shadow analysis, solar radiation analysis and power plant energy generation evaluation [30].

3.1. Parking Space Shadow Simulations

The parking space shadow simulations were done to analyze the shadows on the parking spaces casted by canopies. Thus, the functionality of the designed canopies was explored. For these simulations, December 21st 12:00 and June 21st 12:00 were selected as the day and time. Hence, the days with lowest and highest sun angle for the region were able to be analyzed. In both scenarios, it was found out that the canopies are able to cast enough shadow on the parking spaces (Figure 4).

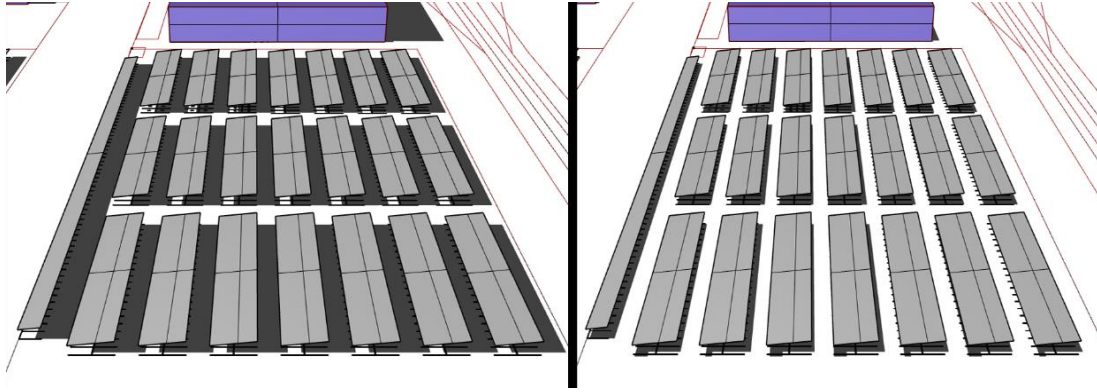


Figure 4. Parking lot shadow simulation results (Left: Dec. 21st, 12:00; Right: June 21st, 12:00)

3.2. Photovoltaic Panel Surfaces Shadow Simulations

In these simulations, the shadows on the parking lot canopies (hence on the PV panels) that were cast by surrounding buildings were analyzed. These shadows directly affect the overall performance of the PV panels. As the simulation dates, the 24-hour time period on December 21st and June 21st, also on March 21st and September 23rd (the equinox days) were selected. The result was given as hourly sunshine duration and shadow formation visuals (Figure 5-6-7).

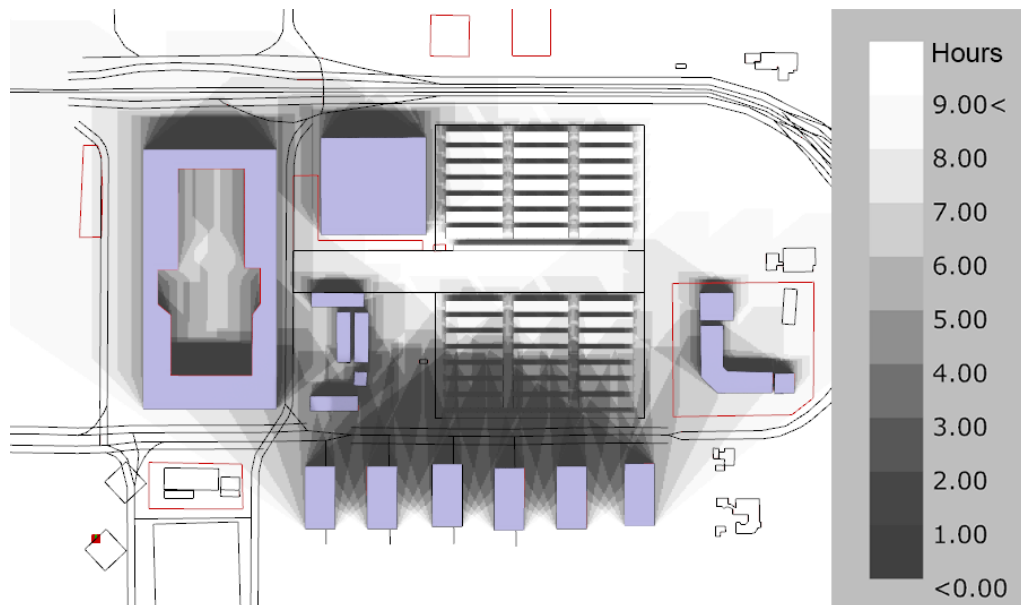


Figure 5. Hourly sunlight duration and shadow formation on the parking lot on December 21st

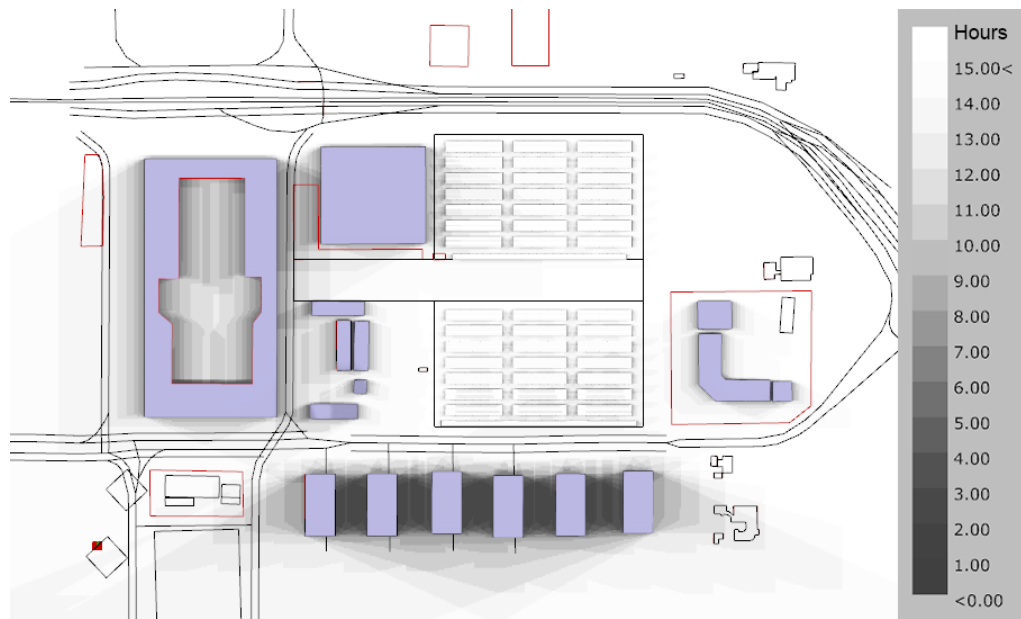


Figure 6. Hourly sunlight duration and shadow formation on the parking lot on June 21st

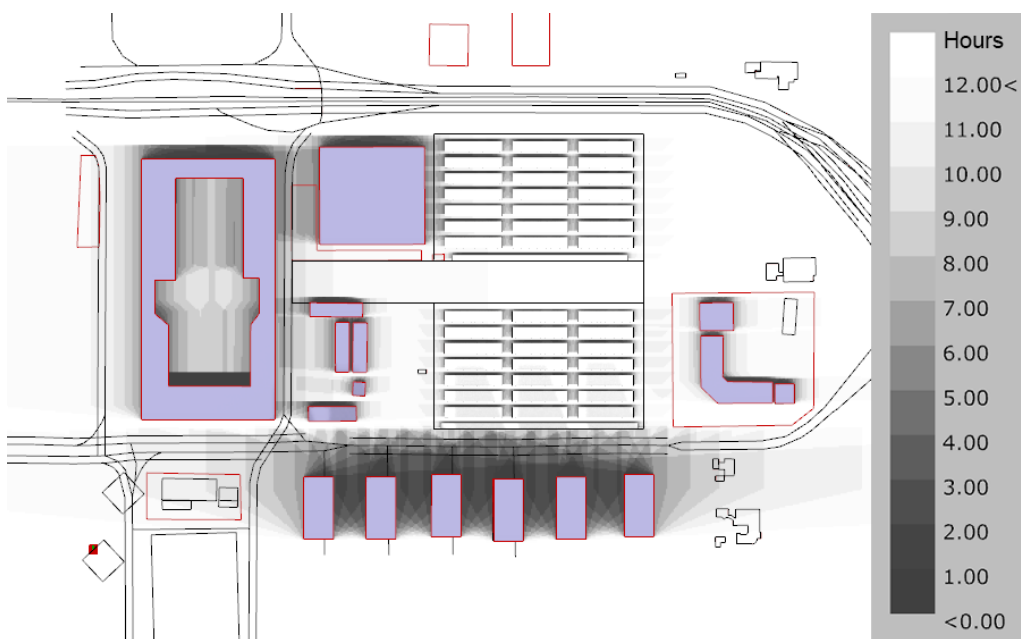


Figure 7. Hourly sunlight duration and shadow formation on the parking lot on March 21st and September 23rd

As seen in the simulation results, on December 21st, the shadows of the high apartment blocks located in the South of the study area are able to reach the middle rows of the South parking lot. Therefore, there is also shadow formation on the PV panels located in that part. The simulations on June 21st indicated that there are no shadows on the parking lot and PV panels cast by surrounding buildings. On the equinox days, the shadows of the apartment blocks aren't able to reach the parking lot and there is also no significant shadow cast on the PV panels. Grasshopper software processes the shadows with the same method in the following solar radiation and PV simulations.

3.3. Solar Radiation Simulations

These simulations show the solar radiation values on the selected surfaces and determined dates. The amount of solar radiation directly affects the PV panel efficiency and the energy generation amounts.

Therefore, the values on the parking lot canopies (hence on the PV panels) were taken into consideration. As the simulation dates, December 21st (Figure 8), June 21st (Figure 9), the equinox days (March 21st and September 23rd) and annual period were selected. These simulations were run on hourly periods and the results were given as 24 hours total (8760 hours total for annual simulations) (Table 5).

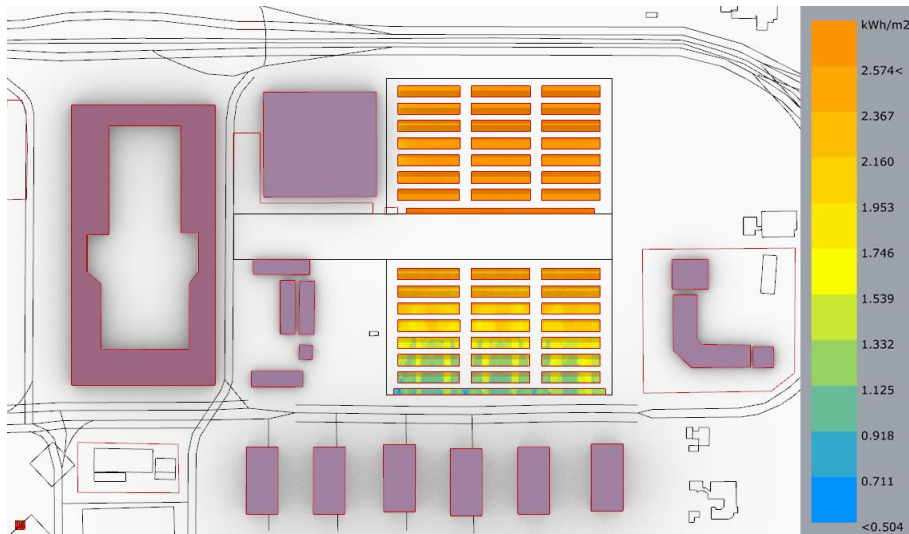


Figure 8. Total solar radiation values on the parking lot on December 21st

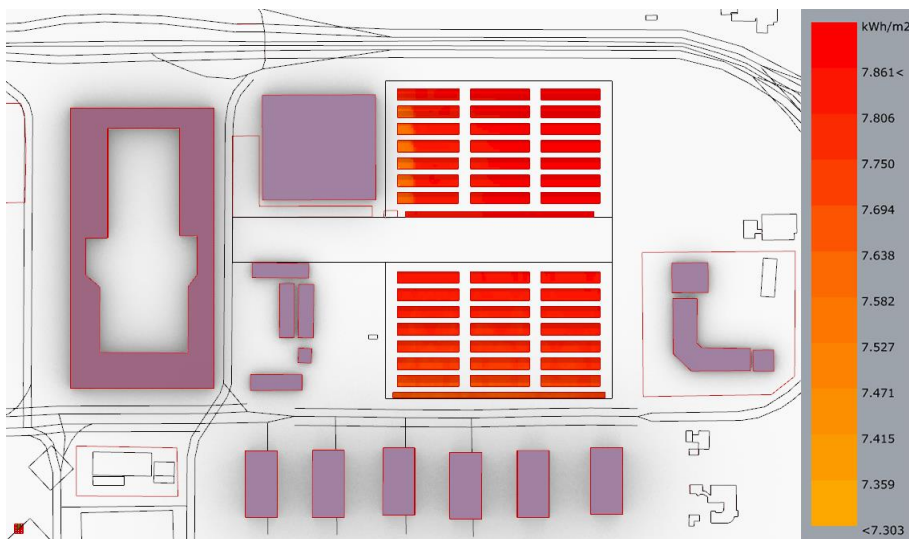


Figure 9. Total solar radiation values on the parking lot on June 21st

Table 5. Solar radiation values on the parking lot canopies on selected dates

| | Dec. 21 st | March 21 st | June 21 st | Sep. 23 st | Annual |
|---------------------------------------|--------------------------|------------------------|-----------------------|-----------------------|---------------------------|
| | (kWh/m ² day) | | | | (MWh/m ² year) |
| Parking Lots Total | 2,11 | 5,34 | 7,65 | 3,97 | 1,71 |
| North Parking Lot (N) | 2,51 | 5,44 | 7,48 | 4,04 | 1,75 |
| South Parking Lot (S) | 1,71 | 5,23 | 7,83 | 3,91 | 1,66 |
| Difference of Park. Lots (N-S) | 0,80 (N) | 0,21 (N) | 0,35 (S) | 0,13 (N) | 0,09 (N) |

When the values are examined, it can be seen that the North parking lot receives more radiation compared to the South parking lot on most of the days and in the annual total. Only on June 21st, the South parking lot gets higher values. The reason for that is the shadow of the sports hall, which is close to the North parking lot, forms on the panels for a short time. On December 21st, when the sun rays have the lowest angle, the difference between the two parking lots increases. The most important reason here is the shadow cast by the high apartment blocks on the South of the parking lot parcel.

3.4. Photovoltaic Energy Generation Simulations

The photovoltaic power generation simulations on Grasshopper are done as defining climatic data, shading and surrounding factors, PV system specifications, and test surfaces. Therefore, the results of these simulations are parallel to the solar radiation simulation results on the same chosen dates. The flowchart that shows the relation between the data used in the photovoltaic energy simulations can be seen in Figure 10.

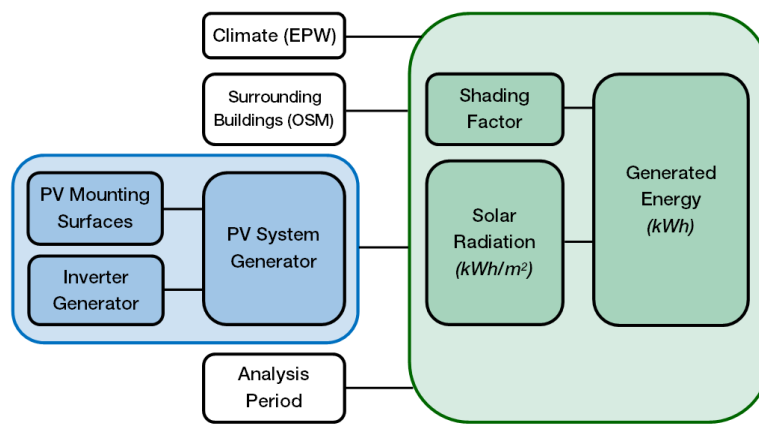


Figure 10. Flowchart of the Grasshopper PV energy generation simulations

Five different time periods were once again used in these simulations. These are December 21st, March 21st, June 21st, September 23rd and the annual total. In addition to solar radiation simulations, the results were evaluated separately for Type-1 and Type-2 systems in the North and South parcels. These simulation results show the total generated energy on the selected days. Same as the solar radiation simulations, they are also run at hourly intervals and the results are given as 24 hours total (8760 hours annual). The simulation results can be seen in Table 6.

Table 6. Energy generation simulation results of the PV power systems designed on the parking lots

| | Dec. 21 st | Mar. 21 st | June 21 st | Sep. 23 rd | Annual |
|--------------------------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|------------------|
| | (kWh/day) | | | | (MWh/year) |
| North Parking Lot | | | | | |
| Type-1 Syst. (2.148,30 kWp) | 5.591,43 | 11.938,16 | 17.238,18 | 8.569,21 | 3.851 |
| Type-2 Syst. (163,68 kWp) | 427,20 | 912,50 | 1.314,77 | 655,35 | 294 |
| North Total (<i>N</i>) | 6.018,63 | 12.850,66 | 18.552,95 | 9.224,56 | 4.145 |
| South Parking Lot | | | | | |
| Type-1 Syst. (2148,30 kWp) | 3.720,92 | 11.910,13 | 17.203,79 | 8.474,85 | 3.694 |
| Type-2 Syst. (163,68 kWp) | 153,24 | 845,83 | 1.304,62 | 605,74 | 245 |
| South Total (<i>S</i>) | 3.874,16 | 12.755,96 | 18.508,41 | 9.080,59 | 3.939 |
| N+S Total | 9.892,79 | 25.606,62 | 37.061,36 | 18.305,15 | 8.084 |
| N-S Difference | 2.144,47 (<i>N</i>) | 94,70 (<i>N</i>) | 44,54 (<i>N</i>) | 143,97 (<i>N</i>) | 206 (<i>N</i>) |

When the results are examined, it is found that the Type-1 and Type-2 systems in the North parking lot generated more energy compared to the same systems in the South parking lot. Moreover, it can be seen that the difference between the two parking lots increased in the summer months and decreased in the winter months. The percental comparison of these simulations can be found in the next section.

3.5. Percentage Comparison of the PV Simulation Results

In this section, the results found in the previous section (Table 6) are converted to percentages to make comprehensible comparisons. Thus, the effects of the surrounding buildings and shadows on the energy generation of the PV systems, on different dates would be able to be comprehended. The percental comparison of the PV simulations can be seen in Figure 11.

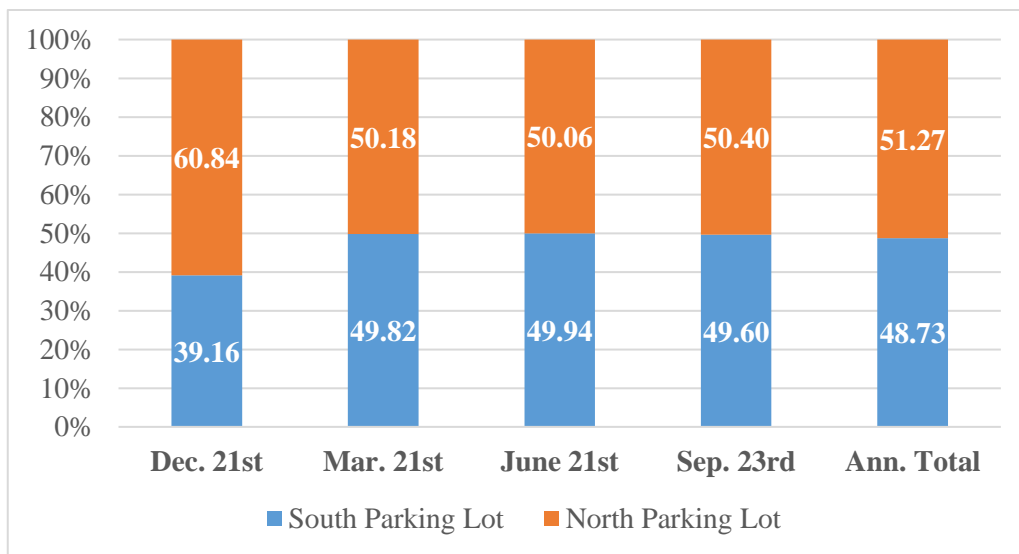


Figure 11. Percentage distribution of the North and South PV energy generation simulations

As seen in the results, the simulation day when the North and South parking lots generate the closest values is June 21st with a difference of 0,12% (44,56 kWh/day). On the other hand, the most different results are generated on December 21st with a difference of 21,68% (2.114,47 kWh/day). As predicted, the difference increase between percentages is caused by the shadows of the apartment blocks in the South.

In addition, there is one more point that should be considered. In the solar radiation simulations, the whole surface of canopies is chosen as the test surface. However, in the PV energy simulations, the panels are considered aligned in the center of the canopies. Since the area covered with panels are smaller than the canopy area, there are empty spaces left around the panels. On June 21st the shadow of the sports hall was cast on the canopies next to it but they are not able to reach the PV panels. Accordingly, it is possible to see a more systematic change in the PV energy simulation results compared to solar radiation simulations.

4.CONCLUSIONS

In the scope of this study, a designed parking lot and integrated solar energy plant have been investigated in terms of vehicle capacity and electricity generation performance. The project was considered a noticeable facility in order to solve the parking problem in the district with its spaces for 1704 vehicles, 64 motorcycles and 64 electric vehicle charging stations. Besides, it offers renewable solutions for future necessities with the expandable capacity of the charging stations.

Considering the results of the simulations, there is no significant shadow formation cast by surrounding buildings found in the summer months, according to shadow simulations. In the winter months, when sun rays have a lower angle, the shadows of the buildings are only formed on one parking lot parcel. However, the solar energy plants in the two parking lots were planned separately and the facility in the other parcel is able to keep functioning.

Since Izmir province is located in a region with a high number of sunshine hours, high solar radiation values are measured. As a result of simulations, the solar radiation values up to 1.774 kWh/m² in annual total were calculated on the canopies with 24.995 m² area. When considering the importance of solar radiation in the electric generation of PV panels, a facility installed in such a large area would be defined as a significant renewable energy source. With the energy generation simulations, it was determined that 8.084 MWh/year of electricity is able to be generated by the 7.006 units of 660 Wp PV panels installed on the canopies. In the district where the solar power plant is designed (Mavişehir), the population is 14.129 and there are 11.626 lots with an electricity subscription by the year 2021. The electricity consumption of the neighborhood is approximately 41.853 MWh/year [31]. As the proposed plant is able to generate 8.084 MWh/year, it can cover around 19,32% of the total demand. Therefore, it can be stated that, this power plant is able to be a significant facility for the electricity demand of the region. Since this facility uses a renewable energy source instead of fossil fuels, it will contribute to preventing environmental pollution and carbon emissions.

This study also aims to demonstrate the importance of simulation software at the design stage of renewable energy applications. The usage of this kind of software helps save time and money as they shorten the decision-making process. Moreover, they help to define possible problems and provide better system optimization. Especially, on parametric design software like Grasshopper, many different data and factors can be combined to run simultaneously for more complex analysis. Thus, the results of simulations are more accurate and closer to actual scenarios compared to standard simulation methods.

ACKNOWLEDGEMENTS

This article was written based on the thesis study named “Parametric Design of Photovoltaic Power System over Parking Lot” which was conducted at Ege University Graduate School of Natural and Applied Sciences, Department of Solar Energy as the MSc. thesis in 2022.

REFERENCES

- [1] Smil, V., 2017, Energy Transitions: Global and National Perspectives, ABC-CLIO, 2:282p.
- [2] BP, 2021, Statistical Review of World Energy 2021, BP p.l.c., London, 60 p.
- [3] Umweltbundesamt (UBA), 2022, Renewable Energies in Germany Data on the Development in 2021, UBA, Dessau-Roßlau, 28 p.
- [4] EÜAŞ, 2021, 2021 Yılı Faaliyet Raporu, 71s. (Accessed: November 15th, 2022).
- [5] İzenerji, 2021, “Güneş Enerjisi”, <https://www.izenerji.com.tr/tr/icerik/gunes-enerjisi>, (Accessed: November 16th, 2022).
- [6] Martín-Chivelet, N., Gutiérrez, J. C., Alonso-Abella, M., Chenlo, F., Cuenca, J., 2018, Building Retrofit with Photovoltaics: Construction and Performance of a BIPV Ventilated Façade, *Energies*, 11(7):1719, <https://doi.org/10.3390/en11071719>.
- [7] Pantic, A., Jovanovic, D. D., Mitkovic, P., Paunovic, M. L. and Mitkovic, M., 2020, Solar parking canopy as a part of energy efficient urban planning, *ICUP2020*, 179-186 p.
- [8] Adak, S., Cangı, H. ve Yılmaz, A. S., 2019, Fotovoltaik sistemin çıkış gücünün sıcaklık ve ışımaya bağlı matematiksel modellenmesi ve simülasyonu, *Uluslararası Mühendislik Araştırma ve Geliştirme Dergisi*, 11(1):316-327 s., doi:10.29137/umagd.456988.
- [9] Anand, V. P., Priyan O. B. and Pesala B., 2014, Effect of shading losses on the performance of solar module system using MATLAB simulation, *2014 IEEE 2nd International Conference on Electrical Energy Systems (ICEES)*, Chennai, India, 61-64 pp., doi:10.1109/ICEES.2014.6924142.

- [10] Horkai, A. and Fejes, P., 2021, Creating city models in Archicad software environment, *The International Journal of Engineering and Science (IJES)*, 10(01):11-17 p., doi:10.9790/1813-1001011117.
- [11] Ulvi, H. ve Akdemir, F., 2019, Türkiye'de otopark planlama ve yönetimi üzerine bir değerlendirme, *Artium*, 7(2):147-154 s.
- [12] Google Earth, 2020, <https://earth.google.com/web> (Accessed: January 22nd, 2021).
- [13] Resmî Gazete, 2018, "Otopark Yönetmeliği", 30340, <https://www.resmigazete.gov.tr/eskiler/2018/02/20180222-7.htm> (Accessed: March 19th, 2021).
- [14] Neufert, E., 2014, Neufert Yapı Tasarımı, Beta, İstanbul, 566 p.
- [15] Kaçan, E. ve Ülgen, K., 2013, Güneş enerjisi toplayıcılarında eğim ve yönlendirmenin yararlanabilirliğe etkisi, *Gazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 27(4).
- [16] Ülgen, K., 2006, Optimum tilt angle for solar collectors, *Energy Sources, Part A*(13):1171-1180 p, doi:10.1080/00908310600584524.
- [17] Selbaş, R. and Çetin, H., 2022, Fotovoltaik güneş sanrallerinin verimlerinin değişiminin incelenmesi, *Uluslararası Sürdürülebilir Mühendislik ve Teknoloji Dergisi*, 6(1):10-17 p.
- [18] Bianchi, C. and Smith, A., 2019, Localized Actual Meteorological Year File Creator (LAF): A tool for using locally observed weather data in building energy simulations, *SoftwareX*, 10., doi:10.1016/j.softx.2019.100299.
- [19] Climate.OneBuilding, "WMO Region 6-Europe, TUR-Turkey, IZ-Izmir", http://climate.onebuilding.org/WMO_Region_6_Europe/TUR_Turkey/index.html#IDIZ_Izmir (Erişim tarihi: 16.01.2021).
- [20] Altıncık, S., Karadeniz, S. and Altıncık, A., 2022, Photovoltaic system design and analysis at faculty scale, *Journal of Naval Sciences and Engineering*, 18(1):91-120 p.
- [21] ENF Solar, 2022, "Solar Trade Platform and Directory of Solar Companies", <https://www.enfsolar.com/> (Accessed: February 11th, 2022).
- [22] Younas, U., Akdemir, B. and Kulaksız, A. A., 2019, Modeling and simulation of a grid-connected pv system under varying environmental conditions, *International Journal of Energy Applications and Technologies*, 6(1):17-23 p, doi:10.31593/ijeat.526377.
- [23] Jabi, W., 2013, Parametric Design for Architecture, Laurence King Publishing, London, doi: 10.1260/1478-0771.11.4.465.
- [24] Mackey, C. and Sadeghipour, R. M., 2017, The tool(s) vs. the toolkit, *Design Modeling Symposium*, Paris, France, Aug 18-20 2017.
- [25] Bragg, S.D. and Driskill, C.G., 1994, Diagrammatic-graphical programming languages and DoD-STD-2167A, *Proceedings of AUTOTESTCON '94*, 211–220 p., doi:10.1109/AUTEST.1994.381508.
- [26] OpenStreetMap, 2021, <https://www.openstreetmap.org/query?lat=38.47157&lon=27.07662#map=17/38.47323/27.08023>, (Accessed: February 24th, 2021).
- [27] Aslan, S. ve Aydar, U., 2022, Çanakkale ili merkez ilçesinin otopark sorununun coğrafi bilgi sistemleri (CBS) ile analizi ve çözüm önerileri, *Türkiye Coğrafi Bilgi Sistemleri Dergisi*, 4(1):34-46 p, doi: 10.56130/tucbis.1040112.

[28] Güner, S. ve Muharremođlu, A., 2020, Bir havalimanı otoparkına kurulabilecek fotovoltaik üretim sisteminin tasarımı ve enerji analizi, *Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 19:182-188 s., doi: 10.31590/ejosat.713529.

[29] EnergyPlus, 2021, <https://energyplus.net/> (Accessed: October 20th, 2021).

[30] Eltez, E. B., 2022, Otopark Üstü Fotovoltaik Güç Sisteminin Parametrik Tasarımı, Yüksek Lisans Tezi, Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 65 s.

[31] GDZ Elektrik Dağıtım A.Ş., 2021, “Kurumsal”, <https://www.gdzelektrik.com.tr/tr/corporate/kurumsal-4>, (Accessed: November 21st, 2021).



Determining Empty Parking Spaces and Giving Directions to The User with The Mobile Application

Ahmet Basri ALTAY¹ Ayşe DEMİRHAN^{1,*}

¹Gazi University, Faculty of Technology, Department of Electrical and Electronics Engineering, 06500, Yenimahalle/ANKARA

Graphical/Tabular Abstract

Article Info:

Research article
Received: 09.09.2022
Revision: 14.10.2022
Accepted: 02.12.2022

Highlights

- Parking Space Detection
- Object Detection with Background Removal Algorithms
- Giving Directions To Empty Parking Spaces With Mobile Application

Keywords

Parking Space
OpenCV
Kotlin
Mobile Application
Background Subtraction
Haar Cascade

In this study, a mobile application has been developed using Kotlin where users can easily find empty parking spaces and get directions to the selected one.

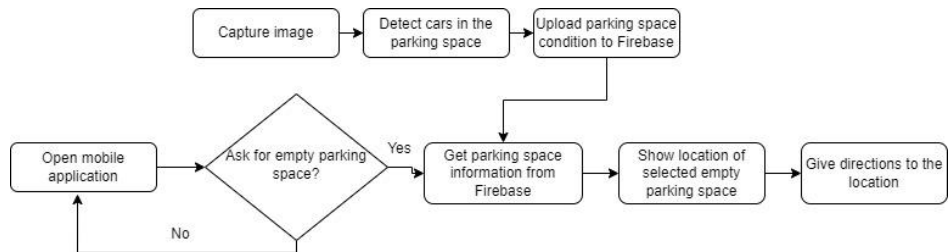


Figure A. Summary workflow block diagram

Purpose: Purpose of this study is to develop a mobile application that gives information of the empty parking spaces and directions to the selected empty parking space among available ones. Cameras that are nearby the different parking spaces are used for this purpose. Images obtained from the cameras are processed to detect the places where the vehicles can park and the information of the empty parking spaces are reported to the user. Then, the user is provided with the opportunity to choose the appropriate one from the empty parking spaces and get directions to that point.

Theory and Methods: Haar cascade classifier was used to detect empty parking spaces and background deletion algorithms are also used to detect parked cars. Obtained data was uploaded to Firebase service, which is a mobile and web application development platform. When the user wants to find a parking space in the mobile application, the necessary data is retrieved from the Firebase platform, and the location of the empty parking spaces is displayed to the user, and the user can get directions to the location that belongs to the selected empty parking space.

Results: The proposed system in the study was tested with images taken from different parking regions and 100% success was achieved. The test of the system was made with the videos taken within the scope of the study. As there is currently no access to street cameras, currently testing of the software has been done by phone video recording of various streets and parking lots. In this way, 25 videos were shot and tried, and in all of these trials, occupied and empty parking spaces were successfully detected. Since the proposed system works based on object detection, it is not affected by weather conditions as long as it does not block the view of the camera. While the system works with full efficiency in daylight, it will not work efficiently if there is a lighting problem in the parking area when it gets dark.

Conclusion: Developed mobile application has the capacity to prevent unnecessary fuel and time loss by eliminating the problem of drivers searching for parking spaces. This application also has the capacity to help reduce traffic congestion by removing vehicles that create congestion in traffic to search for parking spaces. One of the steps that can be taken for the development of the application is to mark the parking place as full in the database if the user marks the parking place they want to go, in order to prevent the application from working more healthily and to eliminate the possibility of filling the parking space they plan to go to if the application becomes widespread. Thus, another user will not be offered the same place and the probability of that parking lot to get full will decrease.



Determining Empty Parking Spaces and Giving Directions to The User with The Mobile Application

Ahmet Basri ALTAY² Ayşe DEMİRHAN^{1,*}

¹Gazi University, Faculty of Technology, Department of Electrical and Electronics Engineering, 06500, Yenimahalle/ANKARA

Abstract

Today, the population density is increasing day by day and the number of vehicles in cities is increasing accordingly. For this reason, finding a parking space has become very difficult for drivers. Drivers staying in traffic to find a parking space both compress traffic and cause unnecessary fuel costs. In this study, an application has been developed where users can easily find a parking space and choose among the empty parking spaces. Cameras on the street, cameras placed for security or satellite images can be used for this study. By processing the obtained images, the places where the vehicles can park are determined and the information of the empty ones is sent to the user. Then, the user is provided with the opportunity to choose the appropriate one from the empty parking spaces and get directions to that point. Two methods were used for image processing and detection of empty parking spaces. The first of these methods detects vehicles using the background deletion algorithms, the second method uses the Haar cascade classifier. After these determinations are made, information is obtained whether the parking spaces are full or empty. The mobile application was developed with the Kotlin software language on the Android Studio platform.

Makale Bilgisi

Araştırma makalesi
Başvuru: 09.09.2022
Düzeltilme: 14.10.2022
Kabul: 02.12.2022

Keywords

Parking Space
OpenCV
Kotlin
Mobile Application
Background Subtraction
Haar Cascade

Anahtar Kelimeler

Park Yeri
OpenCV
Kotlin
Mobil Uygulama
Arka Plan Çıkarma
Haar Cascade

Boş Park Yerlerinin Tespiti ve Kullanıcıya Mobil Uygulama İle Yol Tarifi Verilmesi

Öz

Günümüzde nüfus yoğunluğu her geçen gün hızla artmakta ve buna bağlı olarak şehirlerdeki araçların sayısı da artış göstermektedir. Bu nedenle park yeri bulmak sürücüler için oldukça zorlu bir hal almıştır. Sürücülerin park yeri bulmak için trafikte kalması hem trafiği daha da sıkıştırmakta hem de gereksiz yakıt masrafına sebep olmaktadır. Bu çalışmada kullanıcıların kolayca park yeri bulabilecekleri ve boş park yerleri içerisinde seçim yapabilecekleri bir uygulama geliştirilmiştir. Sokakta bulunan kameralardan, güvenlik için yerleştirilmiş kameralardan ya da uydu görüntülerinden bu çalışma için yararlanılabilir. Elde edilen görüntüler işlenerek araçların park edebileceği yerler tespit edilmekte ve kullanıcıya boş olanların bilgisi iletilmektedir. Ardından kullanıcıya boş park yerlerinden kendisine uygun olanı seçme ve o noktaya yol tarifi alma imkânı sağlanmaktadır. Görüntünün işlenmesi ile boş park yerlerinin tespiti için iki yöntemden yararlanılmıştır. Bu yöntemlerden ilki arka plan silme algoritmaları kullanılarak, ikincisi ise Haar cascade sınıflandırıcısı kullanılarak araçların tespit edilmesidir. Bu tespitlerin yapılmasının ardından park yerlerinin dolu veya boş olduğu bilgisi elde edilmektedir. Mobil uygulama, Kotlin yazılım dili ile Android Studio platformu kullanılarak geliştirilmiştir.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Özellikle büyük şehirlerde park yeri bulmak sürücülerin trafikte yaşadığı büyük bir problem haline gelmiştir [1]. 2017'de yayınlanan bir rapora göre Amerika'da park yeri aramanın maliyeti yıllık 73 milyar dolardır [2]. Günümüzde hızlı nüfus artışına bağlı olarak artan araç sayıları nedeniyle şehirlerde oluşan park yeri problemlerini çözmek için hem yatay hem de dikey alanın daha etkin kullanılması amacıyla teknolojik gelişmeler ışığında çeşitli otopark sistemleri geliştirilmiştir [3]. Ayrıca geliştirilen birçok değişik

yöntemle boş park yerleri tespit edilmeye çalışılmaktadır. Boş park yerlerinin tespiti için çeşitli sensörler kullanılabilir. Bu sensörler ve kullandıkları yöntemler Tablo 1’de verilmiştir [4].

Tablo 1. Boş park yerlerinin tespitinde kullanılan sensörler [4]

| <i>Sensör</i> | <i>Yöntem</i> |
|-------------------------|--------------------------|
| <i>Kızılötesi</i> | <i>Işık</i> |
| <i>Elektromanyetik</i> | <i>Elektromanyetik</i> |
| <i>Piezoelektrik</i> | <i>Mekanik, titreşim</i> |
| <i>Mikrodalga radar</i> | <i>Mikrodalga</i> |
| <i>Manyetometre</i> | <i>Manyetik</i> |
| <i>RFID</i> | <i>Radyo dalgaları</i> |
| <i>Kamera</i> | <i>Görüntü işleme</i> |

Bu çalışmada kamera görüntülerinin işlenmesi yoluyla boş park yerlerinin tespiti üzerinde çalışılmıştır. Bu yöntemin seçilmesinin sebepleri; diğer sistemlere göre daha ekonomik olması, kötü hava koşullarından daha az etkileniyor olması ve günümüzde hali hazırda birçok yere yerleştirilmiş olan kameraların kullanılabilir olmasıdır.

Kameraları ve görüntü işlemeyi kullanarak boş park yeri bulma ve nesne tespiti için yapılmış benzer çalışmalar literatürde bulunmaktadır. Bu çalışmaların çoğunda nesne tespiti derin öğrenme yöntemleri kullanılarak yapılmıştır. Gökçe ve Sonugür hareketli nesnelerin sınıflandırılması için kullanılan yöntemleri karşılaştırmış ve hangi yöntemin ne gibi üstünlükleri olduğunu belirlemeye çalışmışlardır [5]. Şenel ve Tokat ise görüntü işleme yöntemleri ile ortamdaki insanların tespit edilmesi ve insan yoğunluğunun hesaplanması üzerine çalışmışlardır. Benzer şekilde birçok çalışma Haar cascade uygulaması ile yüz ve araç tespiti gibi işlemler için görüntü işlemeden faydalanmıştır [6]. Bu alandaki çalışmalar genel olarak 3 başlıkta sınıflandırılabilir. 1) Bir sinir ağı eğiterek nesne tespiti ve park yerinin bu yolla bulunması, 2) Arka plan silme teknikleri ile nesnelerin tespiti ve maske yöntemleri ile park yerinin doluluğu ya da boşluğunun bulunması, 3) Eğitilmiş hazır ağları Haar cascade yapısı şeklinde kullanarak boş park yerlerinin bulunmasıdır.

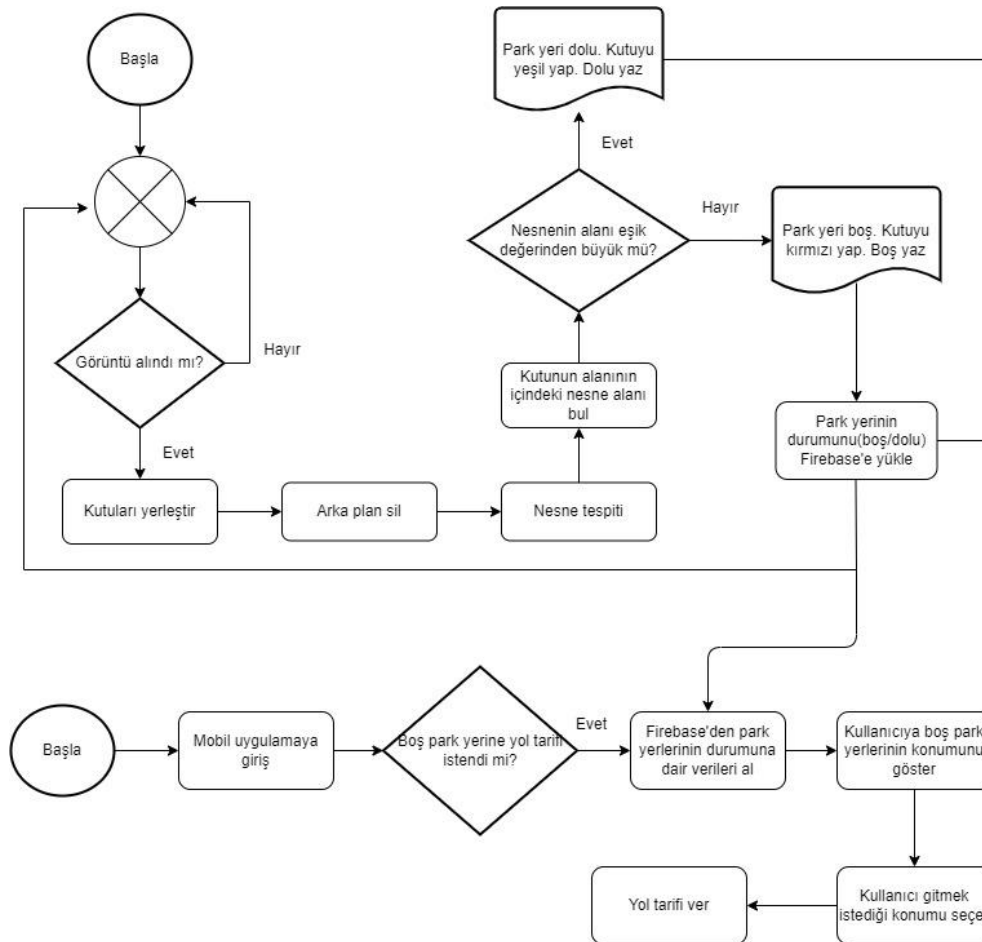
Nesne tespiti ve boş park yeri bulunması konusunda pek çok görüntü işleme çalışması yapılmıştır. Bu çalışmalardan büyük çoğunluğunda derin öğrenme yöntemleri kullanılırken [7]-[11] bazılarında ise yalnızca görüntü işleme yöntemleri kullanılarak park yeri durumunun tespiti sağlanmıştır. Dikbayır ve Bülbül evrişimli sinir ağları ve YOLO algoritmasını kullanarak bir araç tespit uygulaması geliştirilmişlerdir [9]. Amato ve diğerleri akıllı bir kamera üzerinde çalışan bir evrişimli sinir ağı sınıflandırıcısını kullanarak gerçek zamanlı otopark doluluk tespiti yapan bir çalışma gerçekleştirmiştir [10]. Wu ve diğerleri jeomanyetik alan değişimlerine dayalı park alanlarındaki araçların varlığını tespit eden akıllı bir park sistemi sunmuştur [12]. Kayış ve diğerleri ise bir web uygulaması ile kapalı alanlarda binaları modellemiş ve bir mobil uygulama ile modellenen binaları 2B düzlemde gözlemlemiştir [13]. Görüntü işleme çalışmalarının dışında boş park yerlerinin tespiti için elektronik sensörler de kullanılmaktadır [12]. Ancak sensör kullanılan yöntemde her park yeri için ayrı bir sensöre ihtiyaç duyulduğu ve sensörlerin maliyeti fazla olduğu için görüntü işleme ile bu işlemi gerçekleştirmek daha avantajlıdır. Görüntü işleme yöntemleri ile görüntülerde kenar tespiti ve arka plan silme fonksiyonu ile nesne tespiti ve takibi yapılabilmektedir [14]-[16]. Görüntü işleme yöntemleri ile nesne tespiti ve takibi yapabilen farklı birçok çalışma ile bu çalışmaların kıyaslandığı yayınlar da mevcuttur [4],[17]. Chowdhury ve diğerleri araç hırsızlığını önlemek amacıyla kapalı otoparklar için bir mobil uygulama geliştirmişlerdir. Bu uygulama aracılığıyla otoparka giren araç bilgileri görüntü işleme yöntemleri ile alındıktan sonra otoparktan çıkış için araç sahibinin mobil uygulama aracılığıyla onay vermesi sağlanmıştır [18]. Lopez ve diğerleri web bağlantılı bir kameradan canlı görüntüleri işleyerek belirli bir park yerinin her bir alanında bir aracın bulunup bulunmadığını tespit eden ve bu bilgiyi bir mobil uygulama aracılığıyla kullanıcıya sunan bir çalışma gerçekleştirmişlerdir [19].

Bu çalışmada boş park yerlerinin tespiti için Haar cascade sınıflandırıcı kullanılmıştır. Aynı zamanda arka plan silme algoritmalarından da nesne tespiti için faydalanılmıştır. İki farklı yöntemin kullanılmasının nedeni ikisinin de birbirine karşı avantajları bulunmasıdır. Bu sebeple iki yönteme de park yerlerinin boşluğu veya doluluğunun tespitini sağlamak amacıyla yer verilmiştir. Yapılan bu tespitten sonra ise elde edilen veriler bir mobil ve web uygulaması geliştirme platformu olan Firebase servisine yüklenmiştir. Mobil uygulamada kullanıcı park yeri bulmak istediği zaman Firebase platformundan gerekli olan veriler çekilerek kullanıcıya boş park yerlerinin konumu gösterilmekte ve kullanıcı içlerinden istediğini belirleyerek o konuma yol tarifi alabilmektedir.

Önerilen sistem literatürdeki benzer çalışmalarla karşılaştırıldığında harici bir sensör kullanılmayarak sadece gerçek zamanlı kamera görüntüleri üzerinde çalışma, gerçek zamanlı sonuç üretme, park yeri doluluk durumunu anlık olarak veri tabanında tutma, boş park yerlerini harita üzerinde gösterme ve seçilen boş park yerine yol tarifi verme konularında üstünlükleri vardır.

2. MATERYAL VE METOTLAR (MATERIALS AND METHODS)

Bu çalışmada görüntü işleme algoritması OpenCV kütüphaneleri kullanarak PyCharm IDE'si üzerinde geliştirilmiştir. OpenCV nesne tanıma, yüz tespiti, videodaki hareketleri algılama, şablon ve şekil eşleştirme ve kamera kalibrasyonu gibi görüntü işleme ile ilgili birçok fonksiyonu optimize edilmiş şekilde içinde bulundurmaktadır [20, 21]. Çalışmadaki hem görüntü işleme hem de mobil uygulama işlem adımlarını gösteren blok diyagram Şekil 1'de verilmiştir.



Şekil 1. İş akış blok diyagramı

Mobil uygulamayı geliştirmek için Android Studio IDE'si üzerinden Kotlin dili kullanılmıştır. Kotlin ile Java'ya nazaran daha kısa ve sade kodlama yapmak mümkündür. Kullanıcılara daha hızlı çalışma imkânı sağlamaktadır. Kotlin ile JVM, Android, tarayıcı, web ve gömülü sistem uygulamaları geliştirilebilmektedir. Android Studio anında çalıştırma özelliği ile emülatör üzerinde çalışan uygulamanın

hızlı bir şekilde yansıtılmasını sağlayarak düzenleme, derleme ve çalıştırma süreçlerini hızlandırmaktadır. Kodlarda yapılan her adımı uygulama üzerinden görebilme imkânı sağlar [22].

Çalışmada veritabanı yönetimi için Firebase platformu kullanılmıştır. Uygulamanın gerçek zamanlı veritabanı yönetimi, kullanıcı giriş yetkilendirmesi ve depolama özelliklerinden yararlanılmıştır.

PyCharm'da görüntü işlenerek elde edilen park yerlerinin durumları ve koordinatları Firebase'e yüklendikten sonra mobil uygulamadan bu verilere erişim sağlanmıştır. Benzer şekilde Kotlin ile de kullanıcı bilgileri Firebase'e yüklenmiş ve kullanıcı giriş yaparken kontrol edilmesi sağlanmıştır.

2.1. PyCharm'da Yapılan İşlemler (Transactions Performed In PyCharm)

Bu çalışma için herhangi bir sokakta kamera görüntüsü alınan araçlar ve park yeri olarak uygun olabilecek bölgeleri gösteren görüntüler işlenmiştir. Bu görüntülere bir örnek Şekil 2'de verilmiştir. İşlenen görüntüler ile park yerlerinin dolu veya boş olma durumu tespit edilmiştir. Bu işlem PyCharm IDE'sinde OpenCV kütüphanesi ve Python dili kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Park yerlerinin dolu veya boş olma durumunu tespit etmek için arka plan çıkarma ve Haar cascade sınıflandırıcısı olmak üzere iki temel yol izlenmiştir.



Şekil 2. Örnek park yeri görüntüsü

Park Alanlarının Tespiti (Detection of Parking Spaces)

Park yeri olarak kullanılabilir bölgelere manuel olarak dikdörtgen kutular yerleştirilmiştir. Şekil 3'te 2 adet park yeri için görüntüye yerleştirilmiş 2 kutu görülmektedir. Bu kutuların konumları araçların park edebileceği noktalara göre ayarlanmıştır. Kutular park yeri olarak kullanılacak bölgenin görüntüsüne göre önceden belirlenmektedir. Kutuların sayısı ve konumu park yeri alanının büyüklüğüne ve yerleşimine göre kullanılabilir park alanı sayısına ayarlanmaktadır. Sistem, görüntülerine ulaşılabilen herhangi bir kameranın görüş alanı içerisinde bulunan ve önceden kutu yerleştirme işlemi yapılmış her noktada kullanılabilir özelliktedir. Kutu büyüklüğü kameranın görüş açısından standart bir binek aracının sığabileceği boyutlarda belirlenmektedir. Park yerlerinin etrafındaki araç trafiğinin park yeri alanını gösteren kutu bölgesini etkilemediğinden uygulamanın çalışması üzerinde bir etkisi yoktur.



Şekil 3. Kutuların Görüntüye Yerleştirilmesi

Arka Plan Çıkarma (Background Subtraction)

Kameradan alınan görüntülerde peş peşe devamlı bir görüntü akışı söz konusudur. Akan görüntülerde sabit olan kısımlar ve hareket eden nesnelere mevcuttur. Görüntü içinde bulunan nesnelere konumu değiştiği takdirde önceki ve sonraki konumdaki piksel değerleri değişir. Piksellerde oluşan bu farklılıklar sayesinde arka planın tespiti yapılarak hareket halindeki nesnelere ayırımının yapılması mümkündür.

Şekil 4’te Şekil 2’de verilen sokak görüntüsünün arka plan silme yöntemi uygulanmış hali gösterilmektedir.



Şekil 4. Görüntüden arka planı silme

Arka plan silme işleminde ön plan ve arka planı bölütleme için Gauss karışımı (Mixture of Gaussian) [23], adaptif Gauss karışımı [24], k-en yakın komşu [25], istatistiksel arka plan görüntüsü tahmini ve piksel başına Bayes bölütlemesi [26] algoritmaları kullanılabilir. Arka plan silme işlemi için bu çalışmada k-en yakın komşu algoritması kullanılmıştır. K-en yakın komşu algoritması sınıflandırılacak veri örneğini mevcut eğitim örnekleriyle karşılaştırarak ona en yakın örnekleri bulan, parametrik olmayan denetimli bir sınıflandırıcıdır. Algoritmanın bir sonraki adımı, k-en yakın eğitim örneklerinin etiketleri arasında en fazla tekrar eden değeri sınıflandırılacak veri örneğinin sınıf etiketi olarak atamaktır. K değeri, sınıflandırma için bulunan özellik uzayındaki en yakın eğitim örneklerinin sayısı olan algoritmanın anahtar parametresidir. K-en yakın komşu algoritmasının tahmin performansı, eğitim verilerinin boyutu ile artar. K-en yakın komşu algoritmasının temel dezavantajı, yüksek hesaplama gereksinimlerine sahip olmasıdır fakat kararlı bir performans göstermesi nedeniyle çeşitli görüntü işleme görevlerinde tercih edilmektedir [27].

Haar Cascade Sınıflandırıcısı (Haar Cascade Classifier)

Haar cascade, Viola ve Jones tarafından yayımlanan ve görüntülerdeki nesnelere tespit için önerilen etkili bir yöntemdir [28]. Makine öğrenimine dayalı bir yaklaşım olan Haar cascade yapıları görüntüyü tarayarak genellikle önceden belirlenmiş olan nesnelere tespit etmeye çalışır [29]. Bu çalışmada araç tespit işlemleri için eğitilmiş bir Haar cascade algoritması kullanılmıştır [30]. Bu algoritma ile görüntü taranmış ve bu tarama araç tespitinde kullanılmıştır. Haar cascade sınıflandırıcısı kullanılmasının nedeni nesne tespitinde arka plan silme yöntemine göre daha başarılı bir şekilde çalışmasıdır. Bunun sebebi ise arka plan silme yönteminin hareket eden nesnelere tespitine daha uygun olmasıdır. Haar cascade sınıflandırıcıda görüntünün işlenmesi zaman almaktadır ve bu sebeple anlık veri alma işleminde gecikmeler yaşanabilmektedir. Fakat arka plan silme yöntemi ile görüntü işleme daha hızlı gerçekleştirilebilir. Bu nedenle çalışmada iki sistemden de yararlanılmıştır.

Nesnelerin bu iki yöntemle tespitinden sonra park yerinin durumu belirlenmiştir. Bunun için görüntünün üzerinde olası park yerlerine kutular yerleştirilmiştir. Bu kutuların özelliği içine beyaz piksel girdiği takdirde bu durumu tespit etmesidir. Burada üzerinde çalışılan görüntü Şekil 2’de verilen örnek görüntüdür. Beyaz pikseller ise görüntüde bir araç veya nesnenin var olması sonucu oluşmaktadır. Eğer kutunun alanının içinde belirli bir eşik değerin üzerinde beyaz piksel varsa park yerinin durumu dolu, eşik değerinin altında beyaz piksel mevcut ise park yeri boş olarak tespit edilmektedir. Bu nedenle iki araçlık yere park etme durumunda sistemde her iki park yeri de dolu olarak görünecektir.

Kutuların işleyişini daha iyi anlayabilmek için Şekil 5 ve Şekil 6 incelenebilir. Şekil 5’te nesne tespit işlemi sonucunda görüntüde bulunan bölgeler beyaz kareler ile gösterilmiştir. Şekil 6’da ise görüntüde tespit edilen nesne bölgeleri üzerine kutu alanları bindirildiğinde elde edilen sonuç yer almaktadır. Eğer tespit edilen nesne kutunun alanı içinde değilse bu nesne göz ardı edilmekte ve park yerlerini etkilememektedir. Park yeri, kutu alanı içinde yer alan nesne bölgelerinin toplam alanı deneysel olarak belirlenen bir eşik değerinin üzerindeyse dolu değilse boş olarak etiketlenmektedir. Bu çalışmada eşik değeri olarak %70 kullanılmıştır. %70’in altında doluluk oranı olduğunda bölge içerisindeki nesne araç olarak tanınmamaktadır.



Şekil 5. Nesne tespit işlemi sonucu



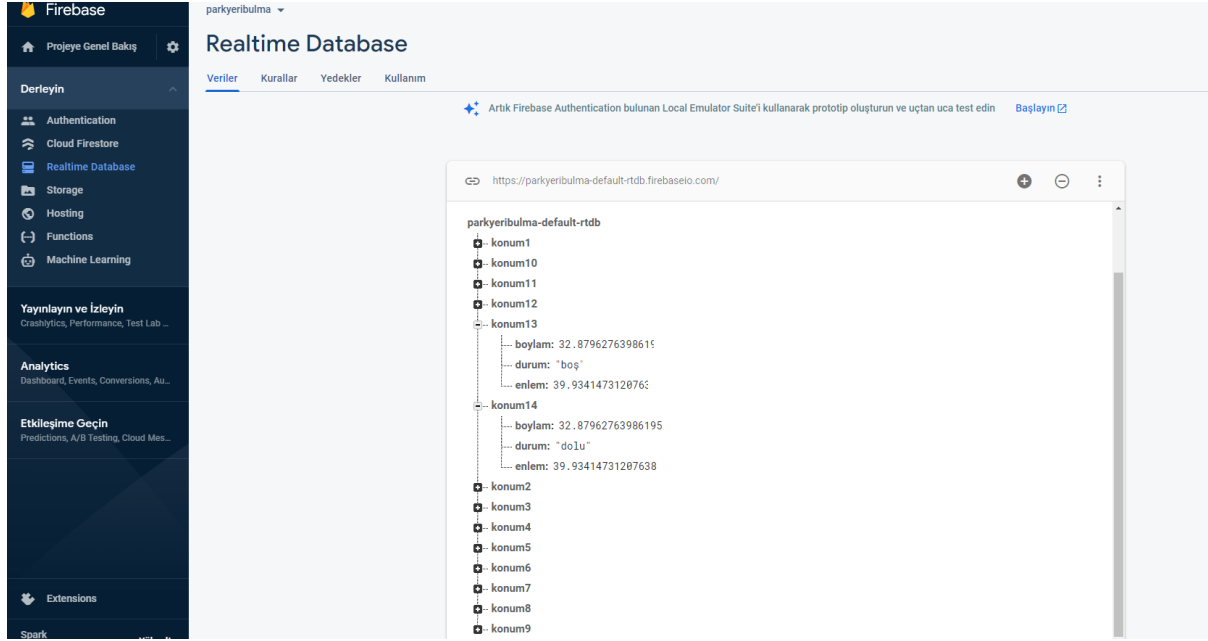
Şekil 6. Nesne bölgeleri ve kutu alanları

Bu işlemler sonucunda park yerlerinin durumu dolu veya boş şeklinde belirlenmektedir (Şekil 7). Bu görüntüde kırmızı ve yeşil ile işaretlenmiş kareler kutulardır. Kutu park yeri boş ise kırmızı, dolu ise yeşil olarak gösterilmiştir. Mavi ile gösterilen olan kutular ise nesne tespitten elde edilmiş olan karelerdir.

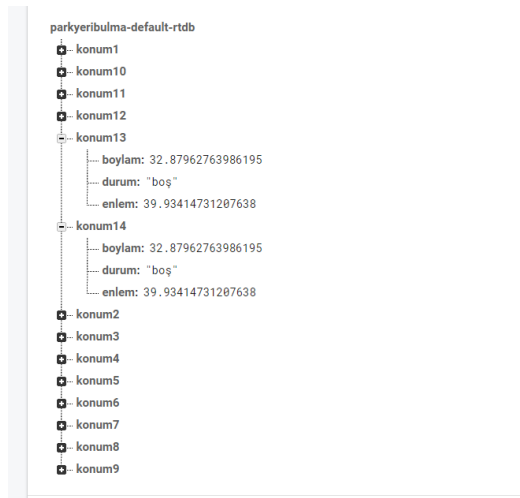


Şekil 7. Park yerlerinin durumu

Bu kısımda araçların tespiti yapılırken elde edilen sonuçlar eş zamanlı olarak Firebase’de bulunan Realtime Database’e yüklenmektedir. Bu verilerle beraber görüntünün işlendiği yerin konum bilgileri de Firebase’e iletilmektedir. Şekil 8 (a)’da Firebase ortamında oluşturulan veritabanı görülmektedir. Burada önemli olan nokta park yerinin durumunda herhangi bir değişiklik olduğu anda bunun Firebase’e iletilecek olmasıdır. Bu sayede kullanıcılar uygulamadan anlık olarak doğru bir şekilde park yerlerinin bilgisini alabilecektir. Şekil 8 (a) ve Şekil 8 (b) kıyaslanarak Firebase’de park yerinin durumunun nasıl değiştiği görülebilir. Şekil 8 (a)’da görülen “konum 14” Şekil 2’de verilen örnek görüntüdeki beyaz aracın bulunduğu konumu temsil etmektedir ve “dolu” etiketine sahiptir. Şekil 2’deki araç bölgeden ayrıldığında Şekil 8 (b)’de “konum 14”ün etiketi “boş” şeklinde güncellenmiştir.



(a)



(b)

Şekil 8. (a) Firebase ve Realtime veritabanı, (b) Park yeri durumu değişiminin veritabanına yansımaları

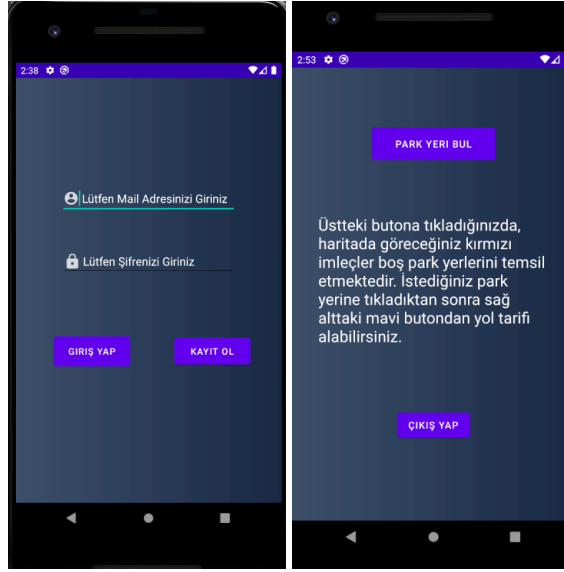
2.2. Android Studio’da Yapılan İşlemler (Transactions Performed in Android Studio)

Bu çalışmanın mobil uygulama kısmı Kotlin dili kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Uygulama geliştirilirken Android Studio’ya ait olan emülatör kullanılmıştır. Kullanılan emülatör sayesinde uygulama anlık olarak kontrol edilerek geliştirilme imkânına sahip olunmuştur.

Uygulama ilk defa açıldığında bir kullanıcı adı ve şifre ile giriş yapılması ya da kayıt olunması gerekmektedir. Bu arayüz Şekil 9 (a)’da görülmektedir.

Girilen kullanıcı bilgileri Firebase’e gönderilmekte ve orada tutulmaktadır. Bu sayede kullanıcının bir sonraki girişinde şifre ve kullanıcı ismi kontrol edilebilmektedir. Giriş yapıldıktan sonra ise Şekil 9 (b)’de görülen arayüz ile karşılaşmaktadır. Bu arayüzde kullanıcıya uygulamanın kullanımı hakkında bir bilgilendirme verilmektedir. Bilgilendirmede kullanıcıya bir sonraki adımda ne yapması gerektiği anlatılmaktadır. Bu bilgilendirme metni dışında ekranda iki adet buton bulunmaktadır. “PARK YERİ BUL” butonu kullanıcıyı bir sonraki arayüze geçirmekte “ÇIKIŞ YAP” butonu ise kullanıcının çıkış yapmasını sağlamaktadır. Çıkış butonuna basılmadığı sürece uygulama kapatılsa dahi sonraki girişlerde kullanıcı tanınmakta ve tekrar mail adresi ve şifre bilgisi girmesine gerek kalmamaktadır. Eğer kullanıcı yeni bir

hesap açmak ya da başka bir sebeple çıkış yapmak isterse çıkış butonunu kullanarak uygulamadan ayrılabilir ve bir daha giriş yapmak istediğinde kullanıcı bilgilerini girerek giriş yapabilir.

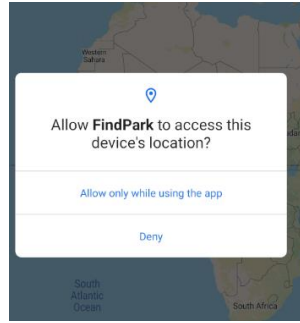


(a)

(b)

Şekil 9. (a) Kullanıcı girişi ve kayıt için arayüz (b) Kullanıcı arayüzü

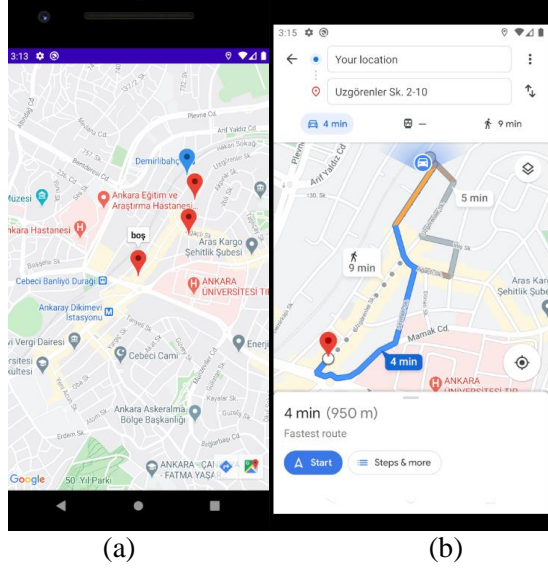
Kullanıcı "PARK YERİ BUL" butonuna tıkladığı zaman uygulama boş park yerlerini görüntüleyeceği arayüze geçiş yapmaktadır. Park yerlerinin konumları ve durumları Firebase'de tutulmaktadır. Park yeri bulma butonuna basıldığı an Firebase'den veriler alınmakta ve boş olan park yerleri için haritada imleçler eklenmektedir. Eğer uygulamanın ilk açılışı ise kullanıcıdan konumunun kullanılması amacıyla izin istenmektedir. Daha önce bu izin verildiyse bu ekranla tekrar karşılaşılmamaktadır. Şekil 10'de konum izni isteme ekranı yer almaktadır.



Şekil 10. Kullanıcıdan konum bilgileri için izin alınma ekranı

Eğer uygulamanın cihazın konumuna erişmesine izin verilirse harita görünümü açılmakta ve boş olan park yerleri ve kullanıcının konumu haritada görülmektedir. Şekil 11 (a)'da boş park yerlerini haritada gösteren örnek bir görüntü yer almaktadır. Kullanıcı boş park yerlerini gösteren herhangi bir imlece tıkladıktan sonra sağ altta yer alan mavi butona tıklarsa seçtiği boş park yeri konumuna yol tarifi alabilmektedir.

Araç hareketliliği ve trafik yoğunluğu önerilen sistemin çalışmasını etkilememektedir. Kullanıcı uygulamaya giriş yaptığı zaman park yerinin durumunu mevcut şartlarda dolu ya da boş olarak görmektedir. Kullanıcıyı boş park yerine yönlendiren yol tarifi ekran görüntüsü Şekil 11 (b)'te verilmiştir.



Şekil 11. (a) Kullanıcının konumunun ve boş park yerlerinin görüldüğü arayüz, (b) Yol tarifi ekranı

3. 3. BULGULAR VE TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSSION)

Bu çalışma ile kamera görüntülerine erişilebilen ve Bölüm 2.1’de verilen kutu yerleştirme işlemi yapılmış çeşitli bölgelerde araçların park etmesi için uygun olan alanların tespiti yapılarak park yeri durumlarının boş ya da dolu olduğu bilgisi oluşturulmuştur. Önerilen sistem farklı noktalara yerleştirilecek çok sayıda kameradan aynı anda görüntü alarak yol tarifi verme kapasitesine sahiptir. Sistem bir ağa bağlı olarak görüntü aktarımı yapacağı için kapsadığı alan yerleştirilecek kamera sayısına bağlı olarak ağ bağlantısı olan yerlerde artırılabilir. Bu bilgilerden kendini güncelleyebilen bir veritabanı oluşturulmuştur. Geliştirilen mobil uygulama ile verilerin gerektiği zaman kullanıcıya harita üzerinden gösterilmesi ve kullanıcının kolaylıkla park yerlerinin konumuna dair bilgi sahibi olması sağlanmıştır. Kullanıcıya park yerlerinin yol tarifini sunarak park yerine ulaşması kolaylaştırılmıştır.

Çalışmada önerilen sistem farklı bölgelerden alınan görüntüler ile denenmiş ve %100 başarı elde edilmiştir. Sistemin testi çalışma kapsamında çekilen videolar ile yapılmıştır. Sokak kameralarına hali hazırda erişim bulunmadığı için şu anda yazılımın testleri çeşitli sokak ve park yerlerinin telefon ile video kaydına alınması ile yapılmıştır. Bu şekilde 25 adet video çekilip denenmiştir ve bu denemelerin hepsinde dolu ve boş park yerleri başarılı ile tespit edilmiştir.

Şekil 12’de farklı park yerleri için sistemden elde edilen park yeri tespit sonuçları verilmiştir. Şekilde içi dolu kırmızı dikdörtgen alanlar boş park yerlerini ve içi dolu yeşil dikdörtgen alanlar dolu park yerlerini göstermektedir. Sonuç görüntülerinde görülen diğer küçük dikdörtgenler ise görüntüde tespit edilen nesnelere göstermekte ve sistem tarafından park alanını gösteren kutu bölgeleri içinde araç ifade edecek belirli bir alandan küçük oldukları için dikkate alınmamaktadırlar.

Önerilen sistem nesne tespiti temelli çalıştığından kameranın görüşünü kapatmadığı sürece hava koşullarından etkilenmemektedir. Sistem gün ışığında tam verimle çalışmaktayken hava karardığında eğer park alanında aydınlatma sorunu varsa verimli çalışmayacaktır. Sokak lambası ya da park yerinin aydınlatması yeterli ise sistem sorunsuz çalışmaktadır. Sistemin bir diğer dezavantajı da sisteme dâhil edilecek yeni park yerleri için ilk etapta kutu bölgelerinin manuel olarak belirlenmesi gerekliliğidir.



Şekil 12. Farklı park yerleri için sistemden elde edilen park yeri tespit sonuçları

Uygulamada anlık olarak veri aktarımının güncellenme süresi toplamda yaklaşık 2.5 saniye sürmektedir. Firebase'in güncellenmesi 1 saniye, görüntünün işlenip Firebase'e bilgiyi iletmesi ise 1,5 saniye sürmektedir.

4. SONUÇ VE ÖNERİLER (CONCLUSION AND RECOMMENDATIONS)

Bu çalışmada sürücülerin park yeri arama sorununu ortadan kaldırarak gereksiz yakıt ve zaman kaybı önleme kapasitesine sahip bir uygulama geliştirilmiştir. Bu uygulama park yeri aramak için trafikte yoğunluk yaratmakta olan araçları trafikten çıkararak trafik yoğunluğunu azaltmaya da yardım olma kapasitesine sahiptir.

Uygulamanın geliştirilmesi için atılabilecek adımlardan biri uygulamanın yaygınlaşması durumunda hem uygulamanın daha sağlıklı çalışması hem de kullanıcıların gitmeyi planladıkları park yerinin dolma ihtimalini ortadan kaldırmak için kullanıcının gitmek istediği park yerini işaretlemesi durumunda o park yerinin veritabanında dolu olarak işaretlenmesidir. Böylece başka bir kullanıcıya aynı yer önerilmeyecek ve o park yerinin dolma ihtimali düşecektir.

Teknolojinin ilerlemesi ile uydulardan alınan görüntülerin bu alanda kullanılması mümkün olsa da günümüzde anlık uydu görüntüleri daha ziyade askeri alanda kullanılmaktadır ve anlık olarak alınan

görüntülerin netliği yeterli olmayabilmektedir. Ancak ilerleyen günlerde uydu görüntüleri üzerinde de çalışma imkânı olacağı düşünülmektedir.

Görüntü işleme yöntemleri ile park yeri bulma uygulaması günümüzde yaygınlaşan otonom araçlar için de büyük fayda sağlama kapasitesine sahiptir. Uygulama otonom araca gideceği yerde önceden park yeri bulabilme ve rezerve edebilme imkânı sağlayabilmesi bakımından büyük kolaylık getirecektir.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Önder, H. G., Kaplan, H. (2017). Ankara’da park et-devam et sisteminin modellenmesi ile yolculuk değişimine bağlı emisyon azaltımının ölçülmesi. Gazi University Journal of Science Part C: Design and Technology, 5, 139-152.
- [2] İnternet: Inrix, “Searching for Parking Costs Americans \$73 Billion a Year”, inrix.com/press-releases/parking-pain-us/, Son Erişim Tarihi: 08.09.2022.
- [3] Dudaklı, N., Baykasoğlu, A. (2020). Tam otomatik otopark sistemlerinde operasyonel planlama ve kontrol problemleri üzerine bir inceleme. Gazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi, 35, 2239-2254.
- [4] Akıncı, F. C., Karakaya, M. (2017). Şehirlerin dijital dönüşümü: görüntü işleme yöntemlerinin boş park yerlerinin tespitinde kullanılması. TBD 34. Ulusal Bilişim Sempozyumu, Ankara, Türkiye, 20-21.
- [5] Gökçe, B., Sonugür, G. (2018) İnsansız kara araçlarından kamera ile görüntülenen hareketli nesnelerin sınıflandırılması amacıyla geliştirilen görüntü işleme tabanlı yöntemlerin karşılaştırılması. Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi, 015901, 1118-1129.
- [6] Şenel, F. A., Tokat, S. (2012) Görüntü işleme teknikleri kullanılarak bir ortamın insan yoğunluğunun hesaplanması. ELECO'2012 Elektrik - Elektronik ve Bilgisayar Mühendisliği Sempozyumu, Bursa, Türkiye, 613-617.
- [7] Savaş, B. K., İlkin, S., Becerikli, Y. (2016) The realization of face detection and fullness detection in medium by using Haar cascade classifiers. 24th Signal Processing and Communication Application Conference (SIU), Zonguldak, Türkiye, 2217-2220.
- [8] Daş, R., Polat, B., Tuna, G. (2019) Derin öğrenme ile resim ve videolarda nesnelerin tanınması ve takibi. Fırat Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 31, 571-581.
- [9] Dikbayır, H., Bülbül, H. (2020) Derin öğrenme yöntemleri kullanarak gerçek zamanlı araç tespiti. TÜBAV Bilim Dergisi, 13, 1-14.
- [10] Amato, G., Carrara, F., Falchi, F., Gennaro, C., Meghini, C., Vario, C. (2016) Car parking occupancy detection using smart camera networks and deep learning. 21th IEEE Symposium on Computers and Communication, Messina, Italy, 1212-1217.
- [11] Almeida, P. R. L., Oliveira, L. S., Britto, Jr. A. S., Silva, Jr. E. J., Koerich, A. L. (2015) PKLot–A robust dataset for parking lot classification. Expert Systems with Applications, 42, 4937-4949.
- [12] Wu, X., Wang, Y., Chen, H., Shu, L. (2015) A parking management system based on background difference detecting algorithm. 11th International Conference on Heterogeneous Networking for Quality, Reliability, Security and Robustness, Taipei, Taiwan, 246-250.
- [13] Kayış, O., Çakmak, Y., Utku, S. (2018) Mobil cihazlar kullanılarak kapalı alanlarda navigasyon sistemi. Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 24, 238-245.
- [14] Karasulu, B. (2013) Videolardaki hareketli nesnelerin tespit ve takibi için uyarlanabilir arkaplan çıkarımı yaklaşımı tabanlı bir sistem. Uludağ Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi, 18, 93-110.

- [15] Karaköse, M., Baygın, M., Aydın, İ., Sarımaden, A., Akın, E. (2016) Endüstriyel sistemlerde arkaplan çıkarımı tabanlı hareketli nesne tespiti ve sayılması için yeni bir yaklaşım. Muş Alparslan Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi, 4, 373-381.
- [16] Solak, S., Altınışık, U. (2018) Görüntü işleme teknikleri ve kümeleme yöntemleri kullanılarak fındık meyvesinin tespit ve sınıflandırılması. Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 22, 56-65.
- [17] Hanbay, K., Üzen, H. (2017) Nesne tespit ve takip metotları: kapsamlı bir derleme. Türk Doğa ve Fen Dergisi, 6, 40-49.
- [18] Chowdhury, T., Rahman, S. A., Islam, F., Mallick, R. (2019) Automated Car Parking System with Increased Security by Digital Image Processing, Brac University, Department of Computer Science and Engineering.
- [19] Lopez, M., Griffin, T., Ellis, K., Enem, A., Duhan, C (2019) Parking lot occupancy tracking through image processing. EPiC Series in Computing, 58, 265–270.
- [20] Kuyumcu, B. (2018) OpenCV Görüntü İşleme ve Yapay Öğrenme, Level Kitap, İstanbul, Türkiye.
- [21] Eldem, A., Eldem, H., Palalı, A. (2017) Görüntü işleme teknikleriyle yüz algılama sistemi geliştirme. Bitlis Eren Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi, 6, 44-48.
- [22] İnternet: Webtekno/Konaray O, “Adım Adım Google Android Studio: Nedir, Nasıl Kullanılır?”, <https://www.webtekno.com/google-Android-stuido-indir-h92271.html>, Son Erişim Tarihi: 02.02.2022.
- [23] KaewTraKulPong, P., Bowden, R. (2002) An Improved Adaptive Background Mixture Model for Real-Time Tracking with Shadow Detection. Editors: Remagnino, P., Jones, G. A., Paragios, N., Regazzoni, C. S., Video-Based Surveillance Systems, Springer, Boston, Massachusetts, USA, 135-144.
- [24] Zivkovic, Z. (2004) Improved adaptive Gaussian mixture model for background subtraction. 17th International Conference on Pattern Recognition, Cambridge, UK, 28-31.
- [25] Zivkovic, Z., Heijden, F van der. (2006) Efficient adaptive density estimation per image pixel for the task of background subtraction. Pattern Recognition Letters, 27, 773-780.
- [26] Godbehere, A., Matsukawa, A., Goldberg, K. (2012) Visual tracking of human visitors under variable-lighting conditions for a responsive audio art installation. American Control Conference, Montreal, Canada, 4305-4312.
- [27] Simaremare, H., Melwanda, H., Abdillah, A. (2017) The comparison of vehicle speed accuracy using video based mixture of Gaussian 2 method and k-nearest neighbor method. Seminar Nasional Teknologi Informasi Komunikasi dan Industri, Endonezya, 1-5.
- [28] Viola, P., Jones, M. J. (2004) Robust real-time face detection. International Journal of Computer Vision, 57, 137–154.
- [29] Dandıl, E., Özkul, İ. (2019) Futbol Maçları İçin Bilgisayarlı Görü Destekli Gol Karar Sistemi(GolKaSis): Bir Prototip Çalışma. Gazi University Journal of Science Part C: Design and Technology, 7, 213-224.
- [30] İnternet: OpenCV, “CascadeClassifier”, https://docs.OpenCV.org/3.4/db/d28/tutorial_cascade_classifier.html, Son Erişim Tarihi: 08.09.2022.



Superhydrophobic Surface Development with Biomimetic Approach

Kurtuluş DEĞER^{1,*} Hüdayim BAŞAK¹

¹Gazi University, Faculty of Technology, Department of Industrial Design Engineering, 06500, Yenimahalle/ANKARA

Graphical/Tabular Abstract

Article Info:

Review article
Received: 07.12.2022
Revision: 28.12.2022
Accepted: 10.01.2023

Highlights

- There has not been a universal consensus on the definition of superhydrophobicity.
- Biomimetics is a versatile approach in terms of designing superhydrophobic surfaces.
- Two-step method based on 3D printing and electrospinning with a polymer-carbon nanotube nanocomposite coating material is viable for fabricating a lotus inspired biomimetic superhydrophobic surface

Keywords

Biomimetics
Superhydrophobic surfaces
3D printing
Electrospinning
Carbon nanotube

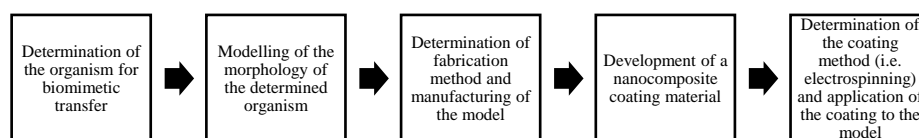


Figure A. Steps of the approach used in the fabrication of superhydrophobic surface

Purpose: This study explores the viability of a two-step method for fabricating a superhydrophobic surface.

Theory and Methods: Lotus is a well-known plant for its superhydrophobic leaves. The superhydrophobicity property of the plant is attributed to the two-tier; micro-nano hierarchical structures placed on its leaves. This property of the lotus leaf can be transferred to artificial models mimicking the structures via the design of the morphology. A two-step method based on emerging technologies, namely, 3D printing and electrospinning, including the development of a nanocomposite coating material that comprises a polymer and carbon nanotubes, could be feasible to obtain a superhydrophobic surface.

Results: Superhydrophobicity could be defined essentially using the contact angle, on the other hand, contact angle hysteresis or sliding angle is the other parameters used in addition to the contact angle. The understanding of hydrophobicity has unfolded in time with the contribution of biomimetics and new findings such as the roughness phenomenon. Biomimetic approach, a number of 3D printing techniques, electrospinning technique, and nanocomposite materials are used in the development of superhydrophobic surfaces.

Conclusion: It is concluded that a two-step method based on 3D printing and electrospinning, including the development of a nanocomposite coating material is viable to mimic the morphology of the lotus leaf and ultimately create a biomimetic superhydrophobic surface.



Superhydrophobic Surface Development with Biomimetic Approach

Kurtuluş DEĞER^{1,*} Hüdayim BAŞAK¹

¹Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Endüstriyel Tasarım Mühendisliği Bölümü, 06500, Yenimahalle/ANKARA

Abstract

Biomimetic approach provides new opportunities in the design research field, and superhydrophobic surface design is one of them. The geometrical and chemical properties of a surface are the main determinative factors for the superhydrophobicity. In this regard biomimetic approach, could be employed for transferring the geometrical properties of a superhydrophobic surface in the nature to a designed superhydrophobic surface. The selection of a suitable manufacturing method is important for manufacturing a designed model to have the specified geometrical properties. The selection of the material is important as for the surface to possess the required chemical properties. In this study, manufacturing a superhydrophobic surface by employing biomimetic approach is discussed. In this framework, the theoretical background of the superhydrophobicity concept that has emerged over the years is investigated; applicability of a set of methods for obtaining a superhydrophobic surface composed of the processes of manufacturing a model with a three-dimensional printer, developing a carbon nanotube-based nanocomposite material, and coating the surface by electrospinning using the developed nanocomposite material is evaluated.

Makale Bilgisi

Derleme makalesi
Başvuru: 07.12.2022
Düzeltilme: 28.12.2022
Kabul: 10.01.2023

Keywords

Biomimetics
Superhydrophobic surfaces
3D printing
Electrospinning
Carbon nanotube

Anahtar Kelimeler

Biomimetik
Süperhidrofobik yüzeyler
3B baskı
Elektrospinning
Karbon nanotüp

Biomimetik Yaklaşımla Süperhidrofobik Yüzey Geliştirilmesi

Öz

Biomimetik yaklaşım, tasarım araştırmaları alanında yeni olanaklar sunmakta olup süperhidrofobik yüzey tasarımı bu alanlardan bir tanesidir. Bir yüzeyin geometrik ve kimyasal özellikleri süperhidrofobisite için belirleyici olan asli faktörlerdir. Bu çerçevede biomimetik yaklaşım, doğadaki süperhidrofobik bir yüzeyin geometrik özelliklerinin tasarlanan süperhidrofobik bir yüzeye aktarılmasında kullanılabilir. Tasarlanan modelin, belirlenen geometrik özelliklere sahip olacak şekilde imal edilebilmesi için uygun bir imalat yönteminin seçilmesi önemlidir. Yüzeyin gerekli kimyasal özelliklere sahip olabilmesi içinse malzeme seçimi önemli olmaktadır. Bu çalışmada, biomimetik yaklaşım kullanılarak süperhidrofobik yüzey imal edilmesi konusu ele alınmıştır. Bu çerçevede, süperhidrofobisite kavramının yıllar içinde gelişen teorik altyapısı incelenmiş olup üç boyutlu yazıcı ile model imal edilmesi, karbon nanotüp esaslı nanokompozit malzeme geliştirilmesi ve geliştirilen nanokompozit malzeme kullanılarak elektrospinning ile yüzey kaplanması işlemlerinden oluşan bir yöntemler bütünü süperhidrofobik yüzey imal edilmesinde uygulanabilirliği değerlendirilmiştir.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Hidrofobisite, bir cisme ait yüzeyin su ile teması halinde, ıslanma durumunu tanımlamakta kullanılan bir özelliktir. Cisim yüzeyi-su damlası temasında, su damlasının yüzeye olan fiziksel temasının durumuna göre yüzey süperhidrofilik, hidrofilik, hidrofobik veya süperhidrofobik olarak sınıflandırılmaktadır.

Doğada, çeşitli canlılarda süperhidrofobisite özelliğine rastlanmaktadır. Bitkilerde, süperhidrofobisite özelliği çoğunlukla bitki yapraklarında görülmekte olup bu bitkilerden en çok bilinenleri lotus (*Nelumbo nucifera* Gaertn.) [1] ve salvinia (*Salvinia molesta*) [2] bitkileridir. Hayvanlarda ise gecko canlısının ayak kısmında [3] olduğu gibi çeşitli organlarda süperhidrofobisite özelliği bulunabilmektedir. Canlılarda

rastlanan süperhidrofobisite özelliği, biomimetik aktarım için geniş olanaklar sağlamaktadır. Genel itibarıyla, bu özelliklerin aktarımı sayesinde biomimetik süperhidrofobik yüzeyler elde etmek mümkün olmakla birlikte bu alanda ileri düzeyde çalışmalara ihtiyaç bulunmaktadır.

Biomimetik süperhidrofobik yüzey geliştirilmesi çalışmasında ilk adım doğada bulunan, aktarımın gerçekleştirileceği süperhidrofobik özellik gösteren organizmanın belirlenmesidir. Organizmaya ait hangi yapısal özelliklerin, organizmanın süperhidrofobisite özelliği üzerinde etkili olduğu incelendikten sonra, aktarımın gerçekleştirilmesinin uygun olacağı biomimetik düzey belirlenir. Form düzeyinde [4] aktarım yapılması halinde, yüzey bu forma uygun olarak tasarlanır.

Biomimetik süperhidrofobik yüzey geliştirilmesinde, tasarlanan biomimetik modelin imalat işlemi bir sonraki adımdır. Bir yüzeyin süperhidrofobisite özelliği üzerinde belirleyici olan iki temel faktör, yüzeyin geometrik ve kimyasal özellikleridir. Geometrik özellik çerçevesinde, tasarımı gerçekleştirilmiş olan modele ait dokunun boyutları dikkate alınarak makro/mezo/mikro/nano ölçeklerinden uygun olanı belirlenir ve belirlenen ölçekte imalata elverişli olan bir yöntem seçilir. Kimyasal özellik kapsamında ise serbest yüzey enerjisi değeri dikkate alınmaktadır. Bu bakımdan, modelin imalatı için seçilen malzemenin serbest yüzey enerjisi değerinin düşük olması, modelin hidrofobisitesine katkı sağlamaktadır.

İmalat için seçilen yöntemin uygulanması sonucunda her zaman süperhidrofobik model elde etmek mümkün olmayabilmektedir. Bu nedenle, modelin süperhidrofobisite özelliğine sahip olması için ek bir yonteme ihtiyaç duyulabilmektedir. Bu duruma verilebilecek bir örnek, model yüzeyinin hidrofobik bir malzemeyle kaplanması olmaktadır. Öte yandan, kaplama yapılması durumunda modelde kullanılan malzemelerden farklı malzemeler kullanılması ve ayrıca kaplama malzemesi geliştirilmesi de gerekebilmektedir, dolayısıyla süperhidrofobik yüzey imalatında diğer bir ek işleme daha ihtiyaç duyulmaktadır.

Bu derleme çalışmasında, süperhidrofobik yüzey imalatı için uygun bir yöntem bütünün belirlenmesi konusu değerlendirilmiştir. Çalışma kapsamında, öncelikle süperhidrofobisite kavramı ele alınmış olup 3B baskı yöntemiyle süperhidrofobik model imal edilmesi, kaplama malzemesi olarak poliviniliden florür (PVDF)-karbon nanotüp (CNT) nanokompozit malzemesi geliştirilmesi ve modelin elektrospinning kaplama yöntemiyle kaplanmasından oluşan yöntemler bütününü incelenmiştir. Şekil 1'de bu çalışmada incelenen, süperhidrofobik yüzey imalatında yer alan yöntemler bütününe ait olan adımlar gösterilmiştir.



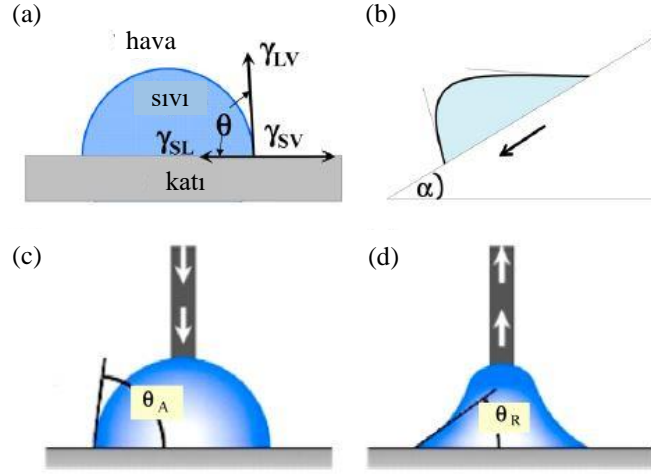
Şekil 1. Süperhidrofobik yüzey imalatında kullanılan yaklaşıma ait adımlar

2. SÜPERHİDROFOBİSİTE VE BİOMİMETİK SÜPERHİDROFOBİK YÜZEYLER (SUPERHYDROPHOBICITY AND BIOMIMETIC SUPERHYDROPHOBIC SURFACES)

2.1. Süperhidrofobisite Olgusunun Teorik Altyapısı (The Theoretical Background of Superhydrophobicity Phenomenon)

Islanma ve süperhidrofobisite olgularının araştırılması iki yüz yıl kadar önce [5] başlamış olup bu konudaki teorik ve ampirik araştırmalar günümüzde de devam etmektedir. Bu çerçevede araştırma konusu, katı bir yüzeye temas eden su damlasının davranışı olup bu konu çok boyutludur. Araştırmalar, katı cismin özellikle yüzeyine ait fiziksel ve kimyasal özellikler ve su damlasının statik ve dinamik davranışı üzerinde yoğunlaşmıştır.

Genel olarak, literatürde yer alan süperhidrofobisite tanımlamalarında, temas açısı (CA) asıl tanımlayıcı parametre olarak ele alınmakla birlikte bu çerçevede temas açısı karmaşası (CAH) ve kayma açısı (SA) ek parametreler olarak değerlendirilmektedir, Şekil 2’de bu açılar gösterilmiştir [6].



Şekil 2. Çeşitli temas açılarına ait şematik: (a) statik (görünür) temas açısı θ , (b) kayma açısı α , (c) ilerleme temas açısı θ_A , (d) gerileme temas açısı θ_R (temas açısı karmaşası: $(\theta_A - \theta_R)$ [6]

Bir katının veya sıvının yüzeyinde yer alan bir atom ya da molekülün komşuluğunda bulunan atomlarla arasındaki bağların sayısı, iç kısmında yığın içinde bulunanlara kıyasla daha az olup yüzey oluşumunda enerji harcanmaktadır [7]. Sıvılarda, etkileşim kaynaklı fark enerji, yüzey gerilimi γ_{LV} olarak ortaya çıkmakta olup serbest sıvının yüzey alanını azaltmaya çalışır, küre aynı hacimdeki geometrik şekiller arasında en az alana sahip olanı olması bakımından sıvı, küre şeklini almaya çalışır, öte yandan yer çekimi ve damlanın bir yüzeye temas halinde olması durumundaki katı-sıvı etkileşimi nedeniyle damlada distorsiyon oluşur [8].

Katı bir yüzey üzerinde yer alan denge halindeki bir damla için üç farklı yüzey geriliminden bahsedilebilir. Damla, katı, sıvı ve hava (buhar) arasında oluşan gerilimlerin etkisinde olup denge halindedir. Bu çerçevede, katı-gaz yüzeyleri arasındaki gerilim γ_{SV} , katı-sıvı yüzeyleri arasındaki gerilim γ_{SL} , sıvı-hava yüzeyleri arasındaki gerilim ise γ_{LV} olmaktadır. Young tarafından CA, belirtilen üç farklı yüzey gerilimine bağlı olarak tarif edilmiştir (Eş. 1) [9], burada statik CA [7] veya diğer bir ifadeyle denge CA durumu sözü konusudur [8].

$$\cos \theta_e = \frac{\gamma_{SV} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LV}} \quad (1)$$

Young denklemi düzgün ve homojen yapıdaki ideal yüzeyler için önerilmiştir, öte yandan gerçekte katı yüzeyler pürüzlüdür [10]. Pürüzlü yüzeyler için iki farklı ıslanma durumu tanımlanmıştır [11]. Bu eşitliklerden ilki olan homojen ıslanma rejimi [12], Wenzel tarafından [13, 14] tanımlanmış olup araştırmacı, Young tarafından öne sürülen eşitliği modifiye ederek eşitliğe pürüzlülük parametresini de dâhil etmiştir (Eş. 2).

$$\cos \theta_W = r \cos \theta_e \quad (2)$$

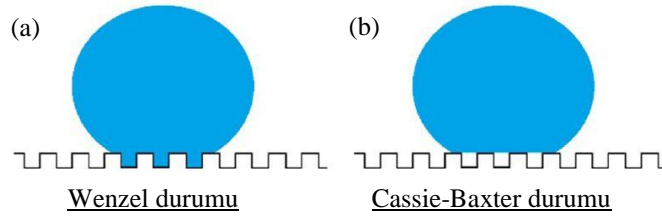
Wenzel eşitliğinde katıya ait pürüzlülük r ile ifade edilmekte olup bu çerçevede pürüzlülük, gerçek alan değerinin, izdüşüm (projeksiyon) [15] alanının değerine olan oranı olmaktadır. Bu eşitlikte θ_W ise Wenzel CA, diğer bir adlandırmayla görünür CA [11] olmaktadır.

Cassie-Baxter [16, 17], pürüzlü yüzeylerde ıslanma ile ilgili ikinci durum olarak heterojen ıslanma rejimini [12] tanımlamışlardır, bu durumu ifade eden eşitlik, (Eş. 3) ile verilmiştir.

$$\cos \theta_{CB} = f_s \cos \theta_e - (1 - f_s) \quad (3)$$

Bu formülde f_s , sıvı tarafından ıslatılan katı yüzeyinin iz düşüm alanının oranı [18], θ_{CB} ise Cassie-Baxter CA, diğer bir ifadeyle görünür CA [11] olmaktadır.

Wenzel durumunda sıvı, pürüzlü yüzeydeki boşlukları doldurmaktadır ancak Cassie durumunda pürüzlü substrat üzerinde kompozit bir yüzey oluşturmakta ve boşlukları doldurmamaktadır [19], Şekil 3 [20].



Şekil 3. (a) Wenzel durumunda su damlası ve (b) Cassie-Baxter durumunda su damlası [20]

Yüzeyin ıslanma durumuna göre yer aldığı kategorinin belirlenmesi için esas itibariyle CA değerlendirilmektedir. Bu çerçevede, süperhidrofilik yüzeyde ölçülen CA değeri 0° değerine yakın olmaktadır [21]. Yüzey, $(CA) < 90^\circ$ olması durumunda hidrofilik, $90^\circ < (CA) < 150^\circ$ olması durumunda hidrofobik, $(CA) > 150^\circ$ olması durumunda ise süperhidrofobik yüzey kategorisinde yer almaktadır [6].

Gerçek bir ıslanma sisteminde, yarı dengeli durumlara ait birden çok CA olduğu gösterilmiştir [22]. Söz konusu CA'lerden en yüksek değere sahip olan ilerleme CA, en düşük değere sahip olan ise gerileme CA olarak adlandırılmış olup [18] ilerleme CA ve gerileme CA değerleri arasındaki fark CAH olarak adlandırılmaktadır (Bkz. Şekil 2), dolayısıyla CA, ilerleme CA ve gerileme CA arasında yer alan bir değere sahiptir [10].

Eğimli bir yüzey üzerinde bulunan damla iki farklı türde davranış sergileyebilmektedir. Damla, yüzey üzerinde kayabilir veya yuvarlanabilir [23]. SA, eğimli bir levhanın üzerinde yer alan belirli bir ağırlığa sahip olan damlanın levhadan aşağı doğru kaymaya başladığı kritik açı olarak tanımlanmaktadır [24]. Öte yandan, yuvarlanma açısı su damlasının yüzey üzerinde yuvarlanmaya başladığı eğim açısı olmaktadır [25]. Tipik olarak yuvarlanma sadece süperhidrofobik yüzeyde meydana gelirken kayma, eğer damla hareket edebiliyorsa diğer yüzeylerde meydana gelmektedir [11]. Öte yandan, Minghao vd.'ye göre [26] ıslanma olgusunu incelemek için geliştirilen teorilerde, bir damlanın hidrofobik bir yüzey üzerindeki kayma davranışı ve süperhidrofobik bir yüzey üzerindeki yuvarlanma davranışı arasındaki farklılık dikkate alınmamıştır.

Süperhidrofobisite tanımlaması için CA temel parametre olarak ele alınmakla birlikte literatürdeki tanımlamalar farklılıklara sahiptir. Bilimsel çevreler tarafından geniş ölçekte kabul edilmiş, açık ve tek bir tanımlama bulunmamaktadır [27]. Bhushan ve Nosonovsky'ye göre CA geleneksel olarak kullanılan bir parametre olmakla birlikte Wenzel ve Cassie modellerinin yanı sıra çeşitli modlar ve rejimler bulunduğundan bir yüzeyin ıslanma durumu sadece CA parametresi ile belirlenemez [28]. SA parametresi tanımlama için kullanılan ek parametrelerden bir tanesidir. Guo ve Liu, $(CA) > 150^\circ$ ve $(SA) < 10^\circ$ olan bir yüzeyin yaygın olarak süperhidrofobik yüzey olarak adlandırıldığını öne sürmüşlerdir [29].

CAH parametresi de CA parametresiyle birlikte bir yüzeyin süperhidrofobisite durumunu tanımlamakta kullanılan diğer bir ek parametredir. Süperhidrofobisite, pürüzlü yüzey üzerinde bulunan damlaların yüksek CA ve düşük CAH değerine sahip olması durumu olarak değerlendirilmektedir [30]. Bununla birlikte, Roach, Shirtcliffe ve Newton'a göre $(CA) > 150^\circ$ ve $(CAH) < \sim 10^\circ$ olması durumunda, yüzey için süperhidrofobik terimi kullanılmalıdır ancak bu terim popüler görüş birliği temelinde anlam kazanmaya başlamıştır [31]. Öte yandan, henüz CAH için belirleyici olan nedenler anlaşılabilir değildir [10].

$(CAH) < 10^\circ$ olması durumunda damla yüzeyden yuvarlanmakta iken $(CAH) > 10^\circ$ olması durumunda, $(CA) > 150^\circ$ olsa dahi damla yüzeye yapışma eğilimine sahiptir [32]. Wenzel durumunda, CAH değeri yüksek olup su damlaları yüzeyde kaymamaktadır ve bu bakımdan SA, yüksek CAH değeri için iyi bir ölçü olmamaktadır, buna karşın Cassie durumunda su damlaları katı yüzeyler üzerinde kolayca yuvarlanabilmektedir ve bu durumda SA, CAH'ı yansıtabilir [33]. Süperhidrofobisite davranışı ile ilişkilendirilen Cassie durumunda su damlası düşük SA ($< 10^\circ$) değerine sahiptir [34].

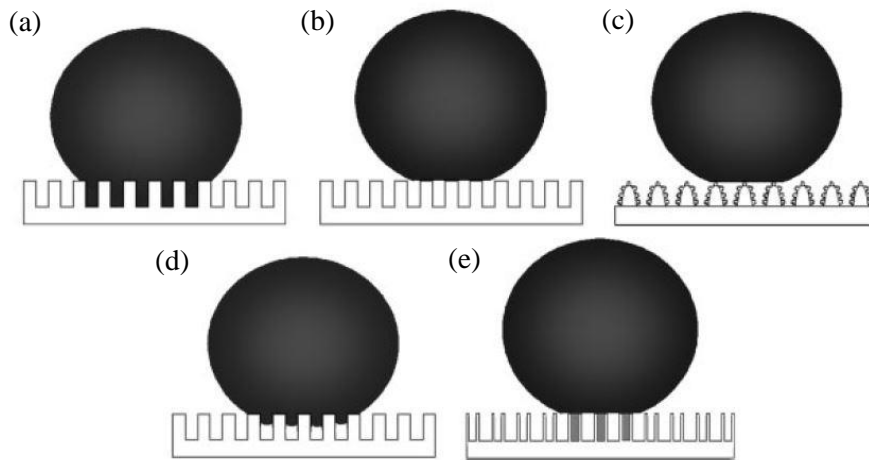
Wenzel ve Cassie-Baxter yaklaşımlarının, yüzey ıslanması olgusunun incelenmesi bakımından uygun yaklaşımlar olması konusunda literatürde farklı görüşler mevcuttur. Extrand'a göre Cassie-Baxter

yaklaşımının yüzeyin detaylarını dikkate almadan uygulanması hataya yol açabilmektedir ve gerek Wenzel yaklaşımı gerek Cassie-Baxter yaklaşımı keskin kenarların etkisini dikkate almamaktadır [35]. Gao ve McCarthy bir katının ıslanmasının, karmaşık bir olgu olmadığını ve ıslanma olgusunu ilerleme CA ve gerileme CA perspektifinde ele almanın faydalı olduğunu öne sürmüşlerdir [36]. Gao ve McCarthy'e göre ilerleme CA, gerileme CA ve CAH davranışı yalnızca üç faz temas çizgisinde meydana gelen sıvı ve katı etkileşimlerine bağlı olup temas çevresi dâhilindeki arayüz alanıyla ilgili değildir ve Wenzel ve Cassie eşitlikleri, bu yaklaşımların hatalarının bilincinde olarak kullanılmalıdır [37]. Ancak, Gao ve McCarthy tarafından ileri sürülen bu çıkarıma karşı çeşitli yönlerden konuyu ele alan yaklaşımlar da öne sürülmüştür [38-41].

Henüz bir damlanın, bir yüzeyden aşağı doğru yuvarlanma mekanizması tam olarak anlaşılammıştır ve sadece başlangıç noktasının; hidrofobik bir yüzey üzerindeki damlanın denge durumunun iyi anlaşılması, bu dinamik nitelikteki prosesin tam olarak anlaşılmasını sağlayabilir [12]. Godeau vd.'ye göre Wenzel ve Cassie-Baxter durumları ekstrem durumlar olup özellikle yüksek düzeyde karmaşaya sahip olan yüzeyler için ara durumların var olması da olasılık dahilindedir [42]. Gao vd.'ye göre hiyerarşik protrüzyonlara sahip olan bir yüzeyde yarı dengeli halde Wenzel-Cassie-Baxter ya da Cassie-Baxter-Wenzel durumları da oluşmaktadır [43].

2.2. Süperhidrofobite/Hidrofobisite Özelliğine Sahip Olan Canlılar (Living Organisms with Superhydrophobic/Hydrophobic Property)

Doğada, çeşitli canlı türlerinde süperhidrofobisite/hidrofobisite özelliğine rastlanmaktadır. Bu canlılara ait olan çeşitli mekanizmalar süperhidrofobisite/hidrofobisite özelliği üzerinde etkili olmaktadır. Wang ve Jiang süperhidrofobik yüzeyler için CAH detayları bakımından beş farklı durumun mümkün olabileceğini öne sürmüşlerdir, bu durumlar Wenzel durumu, Cassie durumu, Lotus durumu, Wenzel ve Cassie durumları arasındaki geçiş durumu ve Gecko durumu olmaktadır, Şekil 4 [33].



Şekil 4. Süperhidrofobik bir yüzeye ait farklı durumlar (a) Wenzel durumu, (b) Cassie süperhidrofobik durumu, (c) "Lotus" durumu (Cassie süperhidrofobik durumuna ait spesifik bir hal), (d) Wenzel ve Cassie durumları arasındaki geçiş durumu, (e) Gecko durumu (Polistren (PS) nanotüp yüzey). Gri renkli alan kapalı havayı temsil etmekte olup diğer hava cepleri atmosferle devamlılık hali göstermektedir (açık durum) [33]

Bir yüzeyde kimyasal özelliğe bağlı olarak CA değeri en fazla 119° değerine ulaşabilmektedir ve bu değerden daha yüksek olan CA değerleri için yüzey pürüzlülüğünün katkısı gerekmektedir [44]. Nosonovsky'e göre [45] biomimetik süperhidrofobik bir yüzey, hidrofobik kaplamaya ve yüksek pürüzlülük faktörüne sahip olmalı, yüksek CA değeri sağlamalı ve kompozit arayüz oluşturabilmelidir, stabil bir kompozit arayüz içinse mikro ölçekli pütürler ve çukurlar üzerinde yer alan nano ölçekli çıkıntılardan oluşan hiyerarşik pürüzlülük yapısı gereklidir. Artan pürüzlülük, mikro ve nano yapılardan oluşan hidrofobik bir yüzeyde CA değerini arttırmaktadır [46]. Biomimetik süperhidrofobik yüzeyler üzerindeki çalışmalar, pürüzlü yüzeyler üzerinde yoğunlaşmıştır. Pürüzlülük etkisi, özellikle hiyerarşik pürüzlülük bakımından incelenmiştir. Bu çalışmalarda daha çok bitkiler araştırılmıştır.

Lotus bitkisi yaprak yüzeyi, su ile kendiliğinden temizlenme özelliğine sahiptir ve dolayısıyla kir tutmamaktadır, bu özellik “lotus efekti” olarak adlandırılmaktadır [1, 47]. Lotus efekti, yaprak yüzeyinde mikro ve nano ölçekli yapıların birlikte bulunması sayesinde oluşmaktadır [48]. Bu durum, iki kademeli hiyerarşik pürüzlülük olarak da tarif edilebilir, iki kademeli hiyerarşi Wenzel ve Cassie durumları arasındaki enerji farkını yükselterek süperhidrofobisite durumunu stabilize etmektedir [49]. Jeong vd.’ye göre [50] ikili pürüzlülük yapısına sahip olan hidrofobik bir yüzeyde Cassie-Cassie ve Cassie-Wenzel olmak üzere iki tür ıslanma durumu bulunabilmekte olup mikro yapılar statik CA için belirleyici olurken nano yapılar CAH ve ıslanma durumu değişimi için belirleyici olmaktadır. Feng vd.’ye göre [48] nano yapılar yüksek CA değerine sahip olan süperhidrofobik yüzeylerin fabrikasyonu için önemliyken çok ölçekli yapılar SA değerini azaltabilmektedir.

Lotus efekti benzeri özellikler, diğer çeşitli bitkilerde [51, 52] ve kelebek [53] ve suda koşanlar (*Gerris remigis*) gibi bazı hayvanlarda da görülmektedir, suda koşanlar canlısının bacaklarında yer alan mikro setae ve mikro setaede yer alan nano olukların oluşturduğu hiyerarşik yapı, bu canlının süperhidrofobik özellik göstermesinde önemli bir etkidir [54]. Kendini temizleme özelliği olan bitkilerde, hiyerarşik pürüzlülük kademeleri dört adede kadar mevcut olabilmekte ve kir partiküllerinin adezyonunu minimize etmektedir [55].

Hiyerarşik pürüzlülüğün süperhidrofobisite üzerindeki etkisi konusunda farklı görüşler de öne sürülmüştür, örneğin Guo ve Liu’ya göre bitki yaprakları ele alındığında, yüksek CA ve düşük SA değerlerine sahip olan süperhidrofobik yüzeyler için hiyerarşik mikro ve nano yapıların mevcudiyeti zorunlu olmayıp mikro çizgi geometrisi de yüzeyde süperhidrofobisitenin sağlanmasını temin etmektedir [29].

Gecko canlısının ayaklarında bulunan setae yapıları süperhidrofobisite özelliğine sahiptir [3] ve canlının ayaklarında yer alan keratin kıl/setae yapılarının adeziv özelliğe sahip olduğu bulunmuştur [56]. Gecko canlısının ayaklarının sahip olduğu adeziv özellik, ayakların çok ölçekli yapısı ve yüksek yoğunluğa sahip olan nano sütun yapıları birlikteliği ile ilgilidir [57] ve adeziv özellik dikkate alınarak bu süperhidrofobik durum “gecko durumu” olarak adlandırılmıştır [33].

Feng vd. ise “taç yaprağı efekti” olgusunu tanımlamışlardır, bu durumda taç yaprağında bulunan mikro papillalar ve nano kıvrımlar süperhidrofobisite için yeterli pürüzlülüğün yanı sıra suya karşı yüksek adeziv kuvvet de sağlamaktadırlar [58]. Öte yandan, Liu vd.’ye göre [59] katı-sıvı adezyonu, CAH parametresi kullanılarak değerlendirilse de, bu değerlendirmede adezyon normal kuvvetini de dikkate almak gerekmektedir. Bhushan ve Her [60] taç yaprağının ıslanma davranışının, taç yaprağı yüzeyindeki mikro yapıların merkez eksenini mesafelerinin, lotus bitkisinden daha fazla olmasından kaynaklandığı öne sürmüşlerdir; “Cassie empenye” ıslanma rejimi olarak adlandırılan bu durumda su, mikro yapılar arasına nüfuz ederken nano yapılar arasına kısmen nüfuz etmektedir ve yüzeydeki ıslanma alanı, Wenzel rejiminden daha az değerleyken Cassie-Baxter rejiminden daha yüksek değerdedir.

Salvinia bitkisi, ıslanmadan üst kısmında uzun süreli su tutabilmekte olup bu özellik “salvinia efekti” olarak adlandırılmıştır, yaprak yüzeyi hiyerarşik mimariye sahip olup yaprak yüzeyinde kompleks, elastik yumurta çırpacağı biçiminde tüyler ve bu tüyleri kaplayan nanoskopik vaks kristalleri bulunmakta olup bu tüylerin terminal hücreleri vaksla kaplı değildir ve hidrofilik özelliğe sahiptir [2]. Literatürde, süperhidrofobik/hidrofobik özelliğe sahip olan canlı türleri ve bunların biomimetik uygulamaları ile ilgili araştırmaları kapsayan çeşitli bilimsel derleme çalışmaları mevcut olup bu çerçevedeki araştırmalar devam etmektedir [61-67]. Süperhidrofobisite/hidrofobisite özelliğine sahip olan canlılardan bazıları, anizotropik özellik gösteren pirinç yaprağı (*Oryza sativa* L.) [29, 48], güve gözü (*Attacus atlas*) [68], (*P. cynthia ricini*) [69], [70], sivrisinek gözü (*C. pipiens*) [71], güvercin kanadı [72], Namib çöl böceği kanadı (*Stenocara* sp.) [73, 74], kül çiçeği yaprağı (*Senecio cineraria*) [75], yaprak zararlısı kanadı (*Alnetoidia alneti*, *Athysanus argentarius*, *Cicadella viridis*) [76] ve springtail canlısı derisi (*Hypogastura viatica*, *Isotomurus praxis*, *Onychiurus* sp., *Folsomia quadrioculata*, *Anurophorus septentrionalis*, *Desoria olivacea*, *Archisotoma besselsi*, *Orchessella flavescens*, *Anurophorus laricis*, *Isotoma anglicana*) olmaktadır [77].

3. SÜPERHİDROFOBİK YÜZEY İMALATINDA 3B BASKI YÖNTEMİNİN KULLANIMI (USE OF 3D PRINTING METHOD IN THE SUPERHYDROPHOBIC SURFACE MANUFACTURING)

Süperhidrofobik yüzey imalatında çok çeşitli yöntemler kullanılmaktadır. Süperhidrofobik yüzey imalatı yöntemleri aşağıdan-yukarıya, yukardan-aşağıya ve bunların birleşimi olmak üzere sınıflandırılabilir [78]. Bu çerçevede, aşağıdan-yukarıya olan yöntemler kolloidal birleşimler, katman katman biriktirme ve kimyasal biriktirme yöntemleridir. Yukarıdan-aşağıya olan yöntemler ise plazma işlemi, template bazlı teknikler ve litografi olmaktadır. Öte yandan, Kaur, Mamur ve Magdassi'ye göre [79] bu yöntemler bazen birlikte kullanılabilirliğinden [80-83] yöntem kategorisi bakımından net bir ayırım bulunmamaktadır.

Süperhidrofobik yüzey imalatında kullanılan yöntemlerden bazıları nanoparçacık ve polimer karışımıyla nanokompozit geliştirilmesi [84, 85], pulse elektro biriktirme [86], basit biriktirme [87], doğrudan mikrodalga ışınlama [88], lazer yazıcıyla işlem [89], pikosaniye lazer tekstürleme [90], nanosaniye fiber lazer tekstürleme [91], iyon ışını ile işlem [92], ıslak kimyasal kendiliğinden düzenlenme [93], spreyleme [94, 95], kolloidal litografi [96], fotolitografi [97], faz ayırma [98, 99], kimyasal buhar biriktirme [100], kendiliğinden düzenlenme [101, 102], ıslak aşındırma [103, 104], kalıplama [105, 106], sol-jel [107, 108], litografi [109], vakum filtrasyonu [110] ve soft litografi [111] olmaktadır.

3B baskı yöntemi gelişmekte olan bir imalat yöntemi olup günümüzde mikro ve nano ölçekte imalat için de kullanılmaya başlanmıştır. Örneğin, 3B baskı yöntemi katı-sıvı temasıyla ilgili olan mikroakışkan sistemlerin imalatında yeni mikrofabrikasyon yöntemlerinden bir tanesi [112] olarak öne çıkmaktadır.

Her çeşit uygulamaya ait olan tüm gereksinimlerin sadece bir 3B baskı cihazı veya prosedürü tarafından karşılanabildiği universal bir 3B baskı tekniği prosesi ideal olmakla birlikte bunun gerçekleştirilmesi hemen hemen imkânsız gibidir [113]. Bu çerçevede, biomimetik ve süperhidrofobik yüzeyler bazı durumlarda mikro/nano ölçekte imalat gerektirebilmektedir ve 3B baskı tekniklerinden olan eriyik biriktirme yöntemi (FDM), iki fotonla polimerizasyon (2PP), stereolitografi (SLA) ve dijital ışık işleme (DLP) gibi teknikler bu yüzeylerin imalatında kullanım alanına sahiptir. Bu tekniklerden bir diğeri olan inkjet 3B baskı tekniği yüksek çözünürlüğün yanı sıra orta düzeyde yüzey kalitesine sahip olan bir teknolojidir [114]; polyjet teknolojisi ise bu grupta yer almakta ve mikrofabrikasyon işleminde kullanılmaktadır [115].

3B baskı işlemi sonucunda yüzeylerde süperhidrofobisite özelliği sağlanamaması durumunda ek işlemler de uygulanabilmektedir. Genel itibariyle, 3B baskı yöntemi ile imal edilmiş bir yüzeye belirli bir fonksiyonellik özelliğini kazandırmak için yüzey aşılama, kendiliğinden düzenlenme polimerizasyonu, biriktirme ve aşındırma gibi modifikasyon işlemleri [116] veya kaplama gibi ek bir işlem de uygulanabilmektedir.

Kotz vd.'ye göre 3B baskı yaklaşımı, polimer yüzeylerin biçimlendirilmesi ve dolayısıyla ıslanabilirlik bakımından performanslarının geliştirilmesi için adapte edilebilir bir yaklaşımdır [117]. Literatürde, biomimetik esinlenmeyle veya biomimetik esinlenme olmadan çeşitli 3B baskı teknikleri kullanılarak geliştirilmiş süperhidrofobik/hidrofobik özelliğe sahip olan yüzeyler, objeler ve membranlarla ilgili çalışmalar bulunmaktadır.

FDM teknolojisi süperhidrofobik yüzey geliştirilmesinde gerek model gerek kalıp imalatında kullanılmaktadır, çalışmalarda genel olarak polilaktik asit (PLA) malzemesi tercih edilmektedir. Kang, Hyeon ve So [118] FDM teknolojisi ve PLA malzeme kullanarak kalıplar elde etmişler ve bu kalıpları kullanarak yüksek hidrofobisite değerine sahip olan polidimetilsiloksan (PDMS) yüzeyler imal etmişlerdir. Xing vd. [119] lotus bitkisi yaprağından esinlenerek çalışmalarında yağ-su ayrıştırma işlemi için PLA malzemeyle FDM tekniği kullanarak yüzey elde etmişler ve yüzeye kimyasal aşındırma ve PS nanokürelerle dekorasyon işlemleri uygulayarak biomimetik süperhidrofobik membran imal etmişlerdir. Kang, Sung ve So [120] FDM teknolojisi ile PLA malzeme bazlı kalıplar elde etmişler ve bu kalıpları kullanarak PDMS malzeme ile süperhidrofobik yüzeyler imal etmişlerdir. Sung vd. [121] FDM teknolojisiyle PLA malzeme ile kalıplar elde etmişler ve bu kalıpları kullanarak PDMS malzemeyle süperhidrofobik yüzeyler geliştirmişlerdir.

SLA tekniği kullanılan çeşitli çalışmalarda mikro ölçekte imalat gerçekleştirilmiştir, çalışmalarda ayrıca ek tekniklerin de kullanıldığı görülmektedir. Credi vd. [122] SLA tekniğiyle iki farklı perfloroeter (PFPE) malzemenin karışımını kullanarak yüksek hidrofobisite özelliğine sahip olan yüzeyler imal etmişlerdir.

Zhang vd. [123] SLA tekniğiyle politetrafloroetilen (PTFE) malzeme kullanarak süperhidrofobik mikro yapılar imal etmişlerdir. Aldhalei ve Tsai [124] ticari bir SLA tekniğiyle imal ettikleri mikro tekstürleri mum isı veya oktadesiltriklorosilan (OTS) ile kaplayarak süperhidrofobik yüzeyler elde etmişlerdir. Bonilla-Cruz vd. [125] SLA tekniği kullanarak fotopolimerizasyon işlemine uygun bir malzemeyle farklı geometrilere sahip olan sütun dizileri imal etmişler, yüzeylerde silanlama işlemi gerçekleştirmişler ve böylece süperhidrofobik yüzeyler elde etmişlerdir.

Mayoussi vd. [126] flor içeren monomer malzeme ve porojen karışımı kullanarak SLA tekniği ile mikronaltı poroziteye sahip olan süperhidrofobik membranlar imal etmişlerdir. Wang vd. [113] SLA 3B baskı tekniği ile akrilat bazlı öncül polimer ve başlatıcı malzeme kullanarak kafes geometrisine sahip olan bir model imal etmişler ve bu modele yüzeyde başlatılan atom transfer radikal polimerizasyon tekniği kullanarak süperhidrofobisite özelliği kazandırmışlardır. Yin vd. [127] springtail canlısının derisinden esinlenerek projeksiyon mikro SLA tekniğiyle difenil (2, 4, 6-trimetil benzoil) fosfin oksit (TPO), lauril metakrilat ve metakrilat oligomerler malzemelerinden oluşan bir reçine kullanarak süperhidrofobik yüzey imal etmişlerdir. Yan vd. [128] SLA tekniğiyle ve kimyasal buhar depolama yöntemiyle OTS kullanarak modifikasyon işlemiyle hidrofobik yağ sıyrıcı imal etmişlerdir.

Graeber vd. [129] 2PP tekniği ile makro dokuya sahip olan yüzey elde etmek için bir kalıp imal etmişler ve bu kalıbı kullanarak PDMS malzeme ile yüzey elde edip PTFE malzeme kullanarak spreyleme yöntemiyle yüzeye kaplama işlemi uygulamışlar ve süperhidrofobisite özelliği kazandırmışlardır. Tricinci vd. [130] 2PP yöntemiyle epoksi bazlı fotorezist malzeme kullanarak salvinia bitkisinden esinle yüksek hidrofobisite özelliğine sahip olan biomimetik yüzey imal etmişlerdir.

DLP tekniği kullanılan çalışmalarda süperhidrofobik yüzey imalatında genel olarak polimer malzemeler tercih edilmekle birlikte monomer ve seramik malzemeler de kullanılmıştır. Kaur, Marmur ve Magdassi [79] akrilik bazlı baskı malzemesi geliştirdikleri çalışmalarında, DLP tekniği kullanarak süperhidrofobik objeler imal etmişlerdir ve baskı malzemesine eklenen hidrofobik isli silika nanoparçacıklarının oranının ve sütun dizilimi tasarımının süperhidrofobisite üzerindeki etkisini araştırmışlardır. Jin vd. [131] DLP tekniği ve seramik malzeme kullanarak elde ettikleri yüzeyleri daldırmalı kaplama yöntemiyle SiO₂ ile kaplamışlar ve böylece yağ-su ayrıştırma işlevi olan süperhidrofobik malzeme elde etmişlerdir. Dong vd. [132] DLP 3B baskı tekniği ve monomerler kullanarak yığın nanogözenekli yapıya sahip olan süperhidrofobik objeler imal etmişlerdir.

Süperhidrofobik yüzey imalatında farklı 3B baskı teknikleri de bir arada kullanılabilir. Farrell vd. [133] sol-jel, kalıpta fotokimyasal polimerizasyon tekniği, DLP tekniği ve 2PP tekniği kullanarak silikat aerogeller imal etmişler ve yüzeyde gaz-fazlı hidrofobizasyon ek işlemi uygulayarak süperhidrofobisite özelliği elde etmişlerdir.

Süperhidrofobik yüzey imalatında FDM, SLA, 2PP ve DLP yöntemlerinin yanı sıra diğer çeşitli 3B baskı yöntemleri de kullanılmıştır. Yang vd.'ye göre [134] süperhidrofobik sütun imalatı için substrat olarak genelde metal olmayan malzemeler kullanılmaktadır ve çeşitli metal malzemeler üzerinde süperhidrofobik sütun imalatı, geliştirilmesi gereken bir alandır. Bu çerçevede araştırmacılar çalışmalarında, menisküsle sınırlandırılmış 3B elektrokimyasal baskı tekniğiyle bakır substratlar üzerinde bakır sütunlar imal ederek bu bakır sütunların yüzeylerini floroalkilsilan (FAS) çözeltisi ile işleme tabi tutmuşlar ve süperhidrofobisite özelliği elde etmişlerdir. Chen vd. [135] özel formüle edilmiş PDMS bazlı malzeme ve doğrudan mürekkep yazma tekniği ve tuz yıkama işlemiyle süperhidrofobik silikon köpük imal etmişlerdir. Yang vd. [136] yağ-su ayrıştırma ve mikro damla kontrolü işlemlerinde kullanmak amacıyla salvinia bitkisi yaprağından esinlenerek daldırmalı yüzey biriktirme 3B baskı tekniğiyle E-glass polimer malzeme ve çok duvarlı karbon nanotüp (MWCNT) malzemedan oluşan kompozit reçine kullanarak süperhidrofobik yüzey dokusu elde etmişlerdir.

Literatürde süperhidrofobik yüzey imal etmek amacıyla araştırmacıların kendilerinin geliştirdikleri 3B baskı tekniğini kullandıkları çalışmalar da bulunmaktadır. Lv vd. [137] kendilerinin geliştirdikleri mikro nozül, vidalı mil tahrikli sıvı dağıtıcı ve bilgisayar kontrollü 3 aksta hareket edebilen platformdan oluşan 3B baskı sistemiyle PDMS ve silika nanoparçacık malzeme kullanarak yağ-su ayrıştırma için

süperhidrofobik membranlar imal etmişlerdir. Barahman ve Lyons [138] geliştirmiş oldukları robotik yayıcıya sahip olan bir 3B baskı sistemi kullanarak PDMS malzemeyle sütun dizilerinden oluşan süperhidrofobik anizotropik yüzeyler imal etmişlerdir. Zhang vd. [139] optik 3B mikro-baskı tekniğiyle PTFE ve poli(etilen glikol) diakrilat (PEGDA) bazlı malzeme kullanarak süperhidrofobik mikro yapılar imal etmişlerdir.

Tablo 1. Literatürde yer alan 3B baskı tekniği kullanılan çeşitli süperhidrofobisite/hidrofobisite çalışmalarına ait özet tablosu

| Araştırmalar | 3B Baskı Tekniği | Malzemeler | Ek işlemler | Biomimetik yaklaşım |
|--------------|---|--|--|---------------------|
| [119] | FDM | PLA | Kimyasal aşındırma ve PS nano-kürelerle dekorasyon | Lotus bitkisi |
| [127] | Projeksiyon mikro SLA | TPO, lauril metakrilat ve metakrilat oligomerler | Mevcut değil | Springtail |
| [130] | 2PP | Epoksi bazlı fotorezist | Mevcut değil | Salvinia |
| [132] | DLP | Monomerler | Mevcut değil | Mevcut değil |
| [133] | Kalıpta fotokimyasal polimerizasyon, DLP ve 2PP | Tetraetoksisisilan, akriloksi propil trimetoksisisilan | Yüzeyde gaz-fazlı hidrofobizasyon | Mevcut değil |
| [134] | Menisküsle sınırlanmış elektrokimyasal sistem | Bakır | FAS çözeltisi ile işlem | Mevcut değil |
| [135] | Doğrudan mürekkep yazma | PDMS bazlı malzeme | Tuz yıkama işlemi | Mevcut değil |
| [136] | Daldırmalı yüzey biriktirme | E-glass polimer malzeme ve MWCNT | Mevcut değil | Salvinia bitkisi |
| [137] | Mikro nozül, vidalı mil tahrikli sıvı dağıtıcı ve bilgisayar kontrollü 3 aksta hareket edebilen platformdan oluşan sistem | PDMS ve silika nanoparçacıklar | Mevcut değil | Mevcut değil |
| [138] | Robotik yayıcıya sahip olan sistem | PDMS | Mevcut değil | Mevcut değil |
| [139] | Optik 3B mikro-baskı | PTFE ve PEGDA | Mevcut değil | Mevcut değil |

4. KARBON NANOTÜPLER, NANOKOMPOZİTLER VE ELEKTROSPİNNİNG (CARBON NANOTUBES, NANOCOMPOSITES AND ELECTROSPINNING)

4.1. Süperhidrofobik Yüzey Geliştirilmesinde Karbon Nanotüpler (Carbon Nanotubes for the Development of the Superhydrophobic Surfaces)

Yüzey kaplama, süperhidrofobik yüzey imalatında kullanılan bir yöntemdir. Yüzey kaplama işleminde tek bir malzemenin kullanımının yanı sıra nanokompozit malzemelerin kullanımı da bir seçenek olmaktadır. Nanomalzemeler, pürüzlülüğe katkı sağlamaları sebebiyle özellikle lotus efektinin sağlanması bakımından süperhidrofobik yüzey imalatında kullanım alanına sahiptir. Nanomalzemeler yeterince küçük boyutlarda olduğundan doğal yüzeylerin simüle edilmesinde kullanılabilirler [140], diğer bir deyişle bu yönleriyle biomimetik yaklaşımın yüzey kaplama işleminde uygulanmasında bir seçenek olmaktadır. Karbon bazlı çeşitli nanomalzemeler mevcut olup CNTler, karbon siyahı ve grafen bunlardan bazılarıdır ve polimer bazlı süperhidrofobik nanokompozit malzeme geliştirilmesi çerçevesinde bu malzemeler nano doldurucu olarak kullanılabilir [141].

Bir nanomalzeme türü olan CNTler, gerek münferit biçimde kullanım gerek kompozit biçiminde kullanım olmak üzere süperhidrofobik yüzey geliştirilmesi çerçevesinde araştırılmaktadır. Bu çerçevede CNT için temel özellikler tür (tek duvarlı ya da çok duvarlı), boyutlar (uzunluk ve çap değeri), karışım içinde kullanılacaksa karışım içindeki oran, modifiye edilme durumu, yüzey üzerindeki yerleşim şekli (hizalanmış ya da rastgele biçimde) ve kullanım şekli (hazır olarak kullanım ya da yüzeyde büyütülme) olmaktadır. CNT doğası gereği hidrofilik özellikte olmakla birlikte ((CA)<86°) CNTlerin farklı yüzey topografilerinde tekstür oluşturacak şekilde düzenlenerek uygulanmaları hidrofilik, hidrofobik veya süperhidrofobik gibi farklı ıslanma durumlarını oluşturabilmektedir [142].

Spreyleme yöntemi, CNT içeren süperhidrofobik yüzey imalatında tercih edilen yöntemlerden bir tanesidir. Çeşitli çalışmalarda, spreyleme yöntemiyle ek işlem olmaksızın sadece CNT içeren süperhidrofobik yüzeyler geliştirilmiştir. Yang vd. [143] spreyleme yöntemiyle, ek bir kimyasal modifikasyon işlemi gerçekleştirilmeden MWCNTler kullanarak süperhidrofobik film imal etmişlerdir. Jung ve Bhushan [144] soft litografi tekniğiyle oluşturulmuş mikro yapılara sahip yüzey üzerinde, spreyleme tekniğiyle, katalizör

eşliğinde kimyasal buhar biriktirme tekniğiyle elde edilmiş kompozit MWCNTler biriktirerek süperhidrofobik yüzey elde etmişlerdir.

Spreyleme yöntemi CNT bazlı nanokompozit yüzey imalatında da tercih edilebilmekte olup çeşitli çalışmalarda, CNT'lerin nanokompozit içindeki oranının süperhidrofobisite üzerindeki etkisi ve hiyerarşik pürüzlülük oluşturmaya olan katkısı araştırılmıştır. Song, Shen ve Meng [145] modifiye edilmiş MWCNT ve PS karışımıyla spreyleme tekniği kullanılarak lotus efektine sahip olan süperhidrofobik kompozit kaplama elde etmişlerdir, araştırmacılara göre PS, mikro yapıların oluşumunu sağlarken MWCNTler nano yapıların oluşumunu sağlamıştır. Han vd. [146] ince MWCNT, silan sol ve isli silika malzeme karışımı kullanarak spreyleme yöntemiyle süperhidrofobik filmler imal etmişlerdir. Kim ve Cho [147] PS ve MWCNT malzeme kullanarak spreyleme tekniği ile süperhidrofobik yüzey imal etmişlerdir, ayrıca araştırmacılar çalışmada farklı MWCNT oranlarının süperhidrofobisite üzerindeki etkisini de araştırmışlardır. Wang vd. [148] CNT ve perfloro alkoksi (PFA) karışımı kullanarak spreyleme yöntemiyle hiyerarşik yapısal karakteristiğe sahip olan süperhidrofobik kompozit kaplamalar geliştirmişlerdir, çalışmada ayrıca karışımdaki farklı CNT oranlarının süperhidrofobisite üzerindeki etkisi araştırılmıştır.

Yang vd. [149] PS ile işlevselleştirilmiş MWCNTler kullanarak spreyleme yöntemiyle süperhidrofobik nanokompozit film imal etmişlerdir. Zhang vd. [150] bisfenol A diglisidil eter (BADGE) epoksi resini ve MWCNTler kullanarak tek adımdan oluşan spreyleme yöntemiyle süperhidrofobik nanokompozit kaplama geliştirmişlerdir, araştırmacılar farklı oranlarda MWCNT kullanılarak hazırlanan karışımların CA değeri ve yüzey pürüzlülüğü üzerindeki etkisini araştırmışlardır. Zhang, Teo ve Yang [151] spreyleme yöntemi kullanarak MWCNT ve PDMS karışımıyla süperhidrofobik kompozit kaplamalar imal etmiş olup karışımdaki MWCNT'lerin farklı kütsel oranlarının hidrofobisite ve mikro/nano yapı üzerindeki etkisini araştırmışlardır. Zhu vd. [152] spreyleme yöntemiyle MWCNT'den oluşan yüzey oluşturmuş ve bu yüzeyi florlanmış silan malzemesiyle kaplayarak yüzeye süperhidrofobisite özelliği kazandırmışlardır.

Kimyasal buhar biriktirme yöntemi, gerek CNT büyütme işlemi için gerek süperhidrofobik yüzey imalatı için kullanılan yöntemlerden bir tanesidir. Bu çerçevede, CNTler ek bir işlem olmaksızın doğrudan kullanılarak süperhidrofobik yüzey elde edilebilmektedir. Wang vd. [153] su destekli ısı kimyasal buhar biriktirme yöntemiyle Si substrat üzerinde MWCNT dizileri büyütmüşler ve süperhidrofobik yüzey elde etmişlerdir. Chen vd. [154] lotus bitkisinden esinlenerek derin reaktif iyon aşındırma yöntemiyle mikro sütunlara işlem uygulamışlar ve bu sütunlar üzerinde plazma destekli kimyasal buhar biriktirme yöntemiyle kısa CNTler büyüterek bunları 1-hekzadekantiyol ile kaplamışlar ve iki kademeli pürüzlülüğe sahip olan süperhidrofobik yüzey elde etmişlerdir. Wang vd. [155] su destekli ısı kimyasal buhar biriktirme yöntemi kullanarak hizalanmış üniform MWCNTler büyütmüşler, ayrıca spin kaplama, fotolitografi ve katalizör kaplama yöntemleriyle tekstüre sahip olan bir yüzey elde ederek bu yüzeyde kimyasal buhar biriktirme yöntemi kullanarak hizalanmış MWCNTler büyütmüşler ve her iki yaklaşımla da süperhidrofobik yüzeyler elde etmişlerdir.

CNT içeren bir yüzeye hidrofobik malzemeyle kaplama yapılarak veya işlevselleştirme işlemi uygulanarak da hidrofobisite özelliğinde iyileştirme sağlanmaktadır. Huang vd. [156] kimyasal buhar biriktirme yöntemiyle elde ettikleri hizalanmış CNTleri filtreli katodik vakum ark yöntemiyle ZnO ile kaplayarak süperhidrofobik film imal etmişlerdir. Lau vd. [157] plazma destekli kimyasal buhar biriktirme tekniğiyle dikey hizalanmış CNT ormanı imal etmişler ve bunları sıcak filament kimyasal buhar biriktirme tekniğiyle PTFE malzemeyle kaplayarak süperhidrofobik yüzey elde etmişlerdir. Joseph vd. [158] plazma destekli kimyasal buhar biriktirme tekniğiyle CNT ormanları oluşturmuşlar, tiyoller kullanarak işlevselleştirme işlemi gerçekleştirmişler ve böylece süperhidrofobisite özelliği elde etmişlerdir.

CNTler kullanılarak gerçekleştirilen süperhidrofobik yüzey geliştirme çalışmalarında spreyleme ve kimyasal buhar biriktirme yöntemleri haricinde diğer bazı yöntemler de tercih edilmiştir. Hong ve Uhm [159] düşük basınçlı CF₄ glow deşarj plazma ile CNT malzemede florinasyon işlemi gerçekleştirmişler, malzeme üzerinde pürüzlülük sağlamışlar ve süperhidrofobik özellik elde etmişlerdir. Li vd. [160] demir ftalosiyanın malzemenin piroliziyle bal peteği geometrisine benzeyen hizalanmış CNT'lerden oluşan süperhidrofobik film imal etmişlerdir. Luo vd. [110] vakum filtrasyon yöntemi kullanarak CNT ve nafion malzemeleriyle süperhidrofobik esnek polimer kompozit film imal etmişlerdir.

Meng ve Park [161] MWCNT malzemeye florinizasyon işlemi uygulamışlar, cam bir substratı daldırmalı kaplama yöntemiyle bu malzeme ile kaplamışlar ve böylece süperhidrofobik film elde etmişlerdir. Zhao vd. [162] sol-jel tekniği kullanarak MWCNT ve SiO₂ kompozit malzemesi imal etmişler ve viniltrioksasilan malzemeyle kompozit malzemeyi modifiye ederek süperhidrofobik yüzey elde etmişlerdir. Zhu vd. [163] kontrol modeli olarak silikon yüzeyde fotolitografi ile mikro ölçekli doku oluşturmuşlar, ikinci olarak silikon yüzey üzerinde hizalanmış CNT büyütmüşler ve iki kademeli pürüzlülüğe sahip olan model imal etmişler, üçüncü olarak mikro ölçekli dokuya sahip olan yüzeyde CNT büyütmüşler ve bu modellerin yüzeylerini florokarbon ile kaplayarak süperhidrofobik yüzeyler elde etmişlerdir.

Süperhidrofobik yüzey imalatında CNTler yüzeyin kendisinin yanı sıra şablon olarak ya da patern transferi için de kullanılabilir. Han vd. [164] plazma daldırma iyon implantasyonu yöntemiyle CNT ormanlarını şablon olarak kullanarak amorf karbon ve CNT'lerden oluşan bir süperhidrofobik nanokompozit malzeme geliştirmişlerdir. Sunden vd. [165] dikey biçimde hizalanmış CNT'lerden oluşan bir paterni düşük basınçlı sıcak baskı tekniğiyle polikarbonat substrat üzerine transfer ederek 168° CA değerine sahip olan film elde etmişlerdir.

Tablo 2. Literatürde yer alan CNT/MWCNT bazlı süperhidrofobik yüzey geliştirilen çeşitli çalışmalara ait özet tablosu

| Araştırmalar | İmalat tekniği | Malzemeler | Ek işlemler | Biomimetik yaklaşım |
|--------------|---|---------------------------|--|---------------------|
| [143] | Spreyeme | MWCNT | Mevcut değil | Mevcut değil |
| [153] | Su destekli ısı kimyasal buhar biriktirme | MWCNT | Mevcut değil | Mevcut değil |
| [157] | Plazma destekli kimyasal buhar biriktirme | CNT | Sıcak filament kimyasal buhar biriktirme tekniğiyle PTFE ile kaplama | Mevcut değil |
| [159] | Düşük basınçlı CF ₄ glow deşarj plazma ile florinizasyon | CNT | Mevcut değil | Mevcut değil |
| [160] | Piroliz | CNT | Mevcut değil | Bal peteği |
| [110] | Vakum filtrasyon | CNT ve nafion | Mevcut değil | Mevcut değil |
| [161] | Daldırmalı kaplama | MWCNT | Florinizasyon | Mevcut değil |
| [162] | Sol-jel | MWCNT ve SiO ₂ | Viniltrioksasilan ile modifikasyon | Mevcut değil |
| [164] | Plazma daldırma iyon implantasyonu ile CNT ormanlarının şablon olarak kullanımı | Amorf karbon ve CNT | Mevcut değil | Mevcut değil |
| [165] | Düşük basınçlı sıcak baskı tekniğiyle CNT paterni transferi | CNT ve Polikarbonat | Mevcut değil | Mevcut değil |

4.2. Elektrosinning Yöntemiyle Süperhidrofobik Yüzey İmalatı (Fabrication of Superhydrophobic Surface via Electrospinning Method)

Süperhidrofobik yüzey imalatında kullanılan yöntemlerden bir tanesi elektrosinning yöntemidir. Bu çerçevede elektrosinning asıl yöntem olarak kullanılabilir gibi ek bir yöntem olarak da kullanılabilir. Elektrosinning yöntemiyle bir yüzeyde mikro ve nano fiber dokusu oluşturulabilir. Elektrosinning yöntemi, fiberlerin bileşenlerini, bir başka deyişle rastgele dağılmış ya da tasarımla hizalanmış olarak bulunmaları durumunu ve fiber kimyasal kompozisyonunu ve morfolojisini değiştirmeye imkân tanıması bakımından doğadaki mikro ve nano yapıların oluşturulması ve dolayısıyla biomimetik için uygun bir yöntem olmaktadır [166].

PVDF, elektrosinning işlemiyle süperhidrofobik yüzey geliştirilmesinde araştırılan bir polimer malzeme türüdür. Zhou ve Wu [167] elektrosinning yöntemi kullanarak PVDF/dimetilformamid (DMF)/aseton solüsyonu ile 153° temas açısına sahip olan ultra ince fiber membranlar imal etmişlerdir, araştırmacılara göre solüsyondaki PVDF konsantrasyonu ayarlanarak kontrol edilebilen fiberlerin yüzey morfolojisi ve fiber çapı, membranların süperhidrofobisitesi üzerinde önemli bir role sahiptir. Le, Le ve Park [168] PVDF kullanarak elektrosinning yöntemiyle lotus yaprağına benzeyen ve CA değeri 148,5° olan hidrofobik yüzey imal etmişlerdir, araştırmacılar ayrıca PVDF malzemesine asetik asit ve tetrabutyl amonyum klorür (TBAC) katkı maddelerinin eklenmesinin CA değeri üzerindeki etkisini de araştırmışlardır.

PVDF bazlı süperhidrofobik yüzey geliştirilmesinde biomimetik aktarımdan da faydalanılmakta olup ek malzeme/nanomalzemesler kullanılabilmekte ve çeşitli modifikasyon işlemleri de uygulanabilmektedir. Cui vd. [169] PVDF ve stearik asit karışımıyla elektrospinning yöntemi kullanarak süperhidrofobik nanofiber kaplama imal etmişlerdir. Liao, Wang ve Fane [170] elektrospinning ve yüzey modifikasyonu yöntemlerini kullanarak yüzeyi modifiye edilmiş ve bütünsel olarak modifiye edilmiş süperhidrofobik PVDF membranlar imal etmişlerdir, araştırmacılar dopaminle yüzey aktivasyonu, gümüş nanoparçacık biriktirme ve hidrofobik işleme yüzey modifikasyonu yöntemlerini kullandıkları çalışmada, yüzeyi modifiye edilmiş membrana ait CA değeri $158^{\circ} \pm 3^{\circ}$, SA değeri 10° değerinden daha az olmakta iken bütünsel olarak modifiye edilmiş membranda ise bu değerler $153^{\circ} \pm 4^{\circ}$ ve 10° değerinden daha az olmaktadır.

Wang vd. [171] elektrospinning yöntemiyle epoksi-siloksan kullanılarak modifiye edilmiş SiO_2 nanoparçacıkları ve PVDF kullanarak lotus efektini taklit eden süperhidrofobik membran imal etmişlerdir, araştırmacılara göre karışımdaki nanoparçacık oranı ile CA ve SA değerleri kontrol edilebilmektedir. Liu vd. [172] elektrospinning yöntemiyle PVDF malzemesine ZnO nanoparçacıklar ekleyerek ve PVDF malzemesini amonyak malzemesi ve/veya 1H, 1H, 2H, 2H-perflorodesiltrietoksilan (POTS) malzemesi ile modifiye ederek süperhidrofobik membranlar elde etmişlerdir, araştırmacılar çalışmada karışımdaki değişen nanoparçacık oranının hidrofobisite üzerindeki etkisini de araştırmışlardır. Chen ve Kim [173] florlanmış silan malzemeyle işlevselleştirilmiş PVDF/graft PVDF kullanarak elektrospinning işlemiyle süperhidrofobik membranlar imal etmişlerdir.

Elektrospinningle eş zamanlı olarak farklı bir yöntem uygulanması da araştırılan konulardan bir tanesi olmaktadır, Su vd. [174] aynı anda elektrosprey yöntemiyle silika/dimetilasetamid (DMAc) kolloidler kullanarak ve elektrospinning yöntemiyle PVDF/DMAc solüsyonu kullanarak süperhidrofobik membranlar imal etmişlerdir.

Literatürde PVDF malzemesinin yanı sıra elektrospinning yöntemiyle farklı polimer malzemeler kullanılarak süperhidrofobik yüzey geliştirilmiş olan çalışmalar da bulunmaktadır. Zhan vd. [175] iki farklı oranda hazırladıkları PS solüsyonlarıyla birden fazla nozül kullanarak elektrospinning yöntemiyle boncuk yapısına sahip olan fiberler ve mikro-fiberler olmak üzere iki form içeren fiberler elde ederek süperhidrofobik filmler imal etmişlerdir, araştırmacılara göre süperhidrofobisite üzerinde boncuk yapısına sahip olan fiberler etkili olmuştur. Xue vd. [176] çalışmalarında polihedral oligomerik silseskuioksan (POSS)-polimetilmetakrilat (PMMA) kopolimer malzeme sentezlemişler ve sentezlenen malzemeyle, elektrospinning yöntemi kullanarak nanofibriller içeren nanofiber yapısına ve 165° CA ve 6° SA değerlerine sahip olan süperhidrofobik membran elde etmişlerdir. Bu kapsamdaki çeşitli çalışmalarda biomimetik yaklaşım da kullanılmıştır. Zhu vd. [177] basit bir elektrospinning yöntemi ile polianilin (PANI) ve PS malzeme kullanarak lotus yaprağı yapısına benzer kompozit süperhidrofobik film üretmişlerdir. Jiang, Zhao ve Zhai [178] elektrospinning yöntemi ile PS malzeme kullanarak $160,4^{\circ} \pm 1,2^{\circ}$ CA değerine sahip olan lotus yaprağına benzer süperhidrofobik kompozit film imal etmişlerdir.

Kang vd. [179] PS malzemesi ile kloroform, tetrahidrofur ve DMF kullanarak farklı çözeltiler hazırlamışlardır, bunlardan DMF kullanılan çözeltiyle gerçekleştirilen elektrospinning işlemi sonucunda $154,2^{\circ} \pm 0,7^{\circ}$ CA değerine sahip olan membran elde etmişlerdir, araştırmacılara göre membran yüzeyi, hiyerarşik yapı olgusu açısından lotus yaprağına benzemektedir. Acatay vd. [180] termoset polimer sentezlemişler ve elektrospinning yöntemiyle lotus yaprağını taklit ederek süperhidrofobik yüzeyler imal etmişlerdir, araştırmacılara göre polimer solüsyonunun viskozite değeri fiber şeklini etkilemektedir ve boncuk yapısı oranı arttıkça CA değeri artmaktadır. Heng vd. [181] PMMA ve heksafenilsilol malzemeleri kullanarak elektrospinning yöntemiyle lotus yaprağı yapısına benzer, $115^{\circ} \pm 2,8^{\circ}$ CA değerine sahip olan hidrofobik membran imal etmişlerdir. Zhao vd. [182] lotus yaprağından esinlenerek elektrospinning yöntemiyle polivinil alkol (PVA), silika jel ve silikon nanoparçacıklardan oluşan bir karışım kullanarak ve sonrasında kalsinasyon ek işlemi ve FAS ile yüzey modifikasyonu ek işlemi uygulayarak esnek süperhidrofobik membranlar imal etmiş olup bu membranlara ait en yüksek CA değeri 155° olmaktadır.

Wu vd. [183] polivinil butiral malzeme kullanarak elektrospinning yöntemiyle bambu yapraklarının, kaz tüylerinin, lotus yapraklarının ve suda koşanlar canlısının bacağına yapısını taklit etmişler ve hidrofobik özelliğe sahip olan yüzeyler elde etmişlerdir ve bu yüzeylerden bazıları anisotropi özelliğine sahiptir. Lin vd. [184] lotus yaprağından ve kül çiçeği yaprağından esinlenerek PS malzeme ve silika nanoparçacıklar

kullanarak elektrospinning yöntemiyle 157,2° CA değerine ve 2,2° CAH değerine sahip olan süperhidrofobik yüzey imal etmişlerdir.

Li vd. [185] kül çiçeği yapraklarından esinlendikleri çalışmalarında dört-jet elektrospinning yöntemi kullanarak poliamid fiberler ve PS fiberlerin karışımından oluşan süperhidrofobik fiber hasır imal etmişlerdir. Miyauchi, Ding ve Shiratori [186] kül çiçeği bitkisinin yaprağından esinlenmişler ve PS malzeme kullanarak 159,5° CA değerine sahip olan süperhidrofobik fiber hasır yüzey imal etmişlerdir. Gong vd. [187] florlanmış polimid kullanarak elektrospinning yöntemiyle taç yaprağı efekti özelliğine ve 157,8° CA değerine sahip olan süperhidrofobik hasır elde etmişlerdir. Yoon, Park ve Kim [188] modifiye edilmiş elektrospinning yöntemiyle poli(ϵ -kaprolakton) (PCL) malzeme kullanarak salvinia natans bitkisine benzer süperhidrofobik yüzey imal etmişlerdir.

Nanokarbon malzemeler ve dolayısıyla CNTler elektrospinning işleminde mekanik, elektrik ve ısı fonksiyonlar gibi çeşitli fonksiyonlarda iyileştirme sağlanması amacıyla polimerlere eklenerek kullanılmaktadır, öte yandan CNTler nano ölçekte üstün özelliklere sahip olmalarına rağmen bu özellikler, endüstriyel bakımdan önemli ölçekteki uygulamalara yeterli biçimde aktarılamamıştır [189].

PVDF ve CNT nanokompozitleri elektronik, enerji ve membran teknolojileri gibi alanlarda kullanılmaktadır [190]. PVDF ve CNTler çeşitli yöntemler uygulanarak süperhidrofobik yüzey geliştirilmesinde kullanılmıştır. Bu yöntemler; faz ayırma yöntemi [191], jel oluşturma ve dondurarak kurutma [192] ve spreyl kaplama [193] gibi çeşitli yöntemlerdir. Buna karşın, elektrospinning yöntemi çerçevesinde PVDF ve CNT kompozitleri daha çok süperhidrofobisite/hidrofobisite dışındaki bazı fonksiyonlar bakımından incelenmiştir. Bunlar piezoelektrik özellik ve Young Modülü değeri [194], polimorfik davranış ve piezoelektrik özellik [195], polimorfik davranış ve kristal yönelimi [196], iletkenlik [197], iletkenlik ve Young Modülü değeri [198], Young Modülü değeri, sertlik, çekme dayanımı ve uzama [199] ve kristallilik ve polar faz içeriği [200] olmaktadır.

5. SONUÇ VE ÖNERİLER (CONCLUSION AND RECOMMENDATIONS)

Bir yüzeyin süperhidrofobisite özelliğiyle ilgili olan temel konulardan bir tanesi, süperhidrofobisite olgusunun tanımlanmasıdır. Literatürde çeşitli tanımlamalar yer almakla birlikte genel olarak kabul görmüş bir tanımlamanın olmadığı anlaşılmaktadır. Konu hakkında teorik ve ampirik çalışmalar uzunca bir süredir gerçekleştirilmektedir. İlgili çalışmalar incelendiğinde üzerinde uzlaşılan tek parametrenin CA olduğu görülmektedir. Konu hakkındaki çalışmalar ilerledikçe CA parametresine ek olarak tanımlayıcı ek parametreler de önerilmiştir. Bu parametreler CAH ve SA olmaktadır. Örnek olarak yakın geçmişte lotus efektinin bulunması, kendi kendini temizleyen yüzeylerin süperhidrofobisite yaklaşımı çerçevesinde incelenmesini sağlamış, konu hakkında çok sayıda bilimsel çalışma yapılmış ve bu çalışmalarda CAH ve SA parametrelerinin önemi vurgulanmıştır.

Tarihsel çerçevede, gerek teorik yaklaşımla gerek ampirik yaklaşımla hidrofobisite üzerine yapılmış olan çalışmalar ele alındığında, süperhidrofobisite tanımlamasını etkileyen iki temel faktörün damlanın statik/dinamik durumu ve yüzey pürüzlülüğü olduğu görülmektedir.

Hidrofobisite olgusu çerçevesinde bağıntıların oluşturulduğu ilk çalışma Young tarafından yapılan çalışma olarak gösterilmektedir. Öte yandan Young, çalışmasında yüzey pürüzlülüğü konusuna değinmemiştir. Pürüzlülük konusu daha sonra, Wenzel ve Cassie-Baxter tarafından yapılan çalışmalarda ele alınmıştır. Ancak Wenzel ve Cassie-Baxter yaklaşımlarında da daha sonradan bulunan lotus efekti için esas teşkil eden hiyerarşik pürüzlülük konusu yer almamaktadır. Buna ek olarak, söz konusu her üç yaklaşımda da statik ıslanma durumu incelenmiş olup bu yaklaşımlar dinamik ıslanma kavramını kapsamamaktadır.

Biomimetik yaklaşım süperhidrofobik yüzey geliştirilmesinde doğada süperhidrofobik/hidrofobik özelliğe sahip olan çok sayıda canlı olması nedeniyle önemlidir. Süperhidrofobisite için ilk tanımlama lotus efekti ile başlamış daha sonra taç yağrağı etkisi, salvinia etkisi ve gecko durumu keşfedilmiştir. Bu gelişmeler doğada daha farklı süperhidrofobisite olgularının da bulunma ihtimali olduğunu göstermektedir. Öte yandan, bu durum süperhidrofobisite özelliğinin tanımlanması üzerinde de etkili olmaktadır, örneğin lotus efektinde damla yüzeyden belirli bir eğimde ayrılırken taç yaprağı etkisinde adeziv özellik öne çıkmaktadır

ve yüzey kendini temizleme özelliğine sahip değildir, her iki durumda da $(CA) > 150^\circ$ olmasına rağmen CAH değerleri lotus efektinde düşük ancak taç yaprağı etkisi durumunda yüksek olmaktadır. Dolayısıyla doğada yeni keşfedilen örneklerin süperhidrofobisite olgusunun teorik altyapısını da etkilediği görülmektedir. Bu çerçevede, süperhidrofobik yüzey geliştirilmesi alanında biomimetik yaklaşımla ilgili yapılacak bilimsel çalışmalar, bu alana katkı sağlayacaktır.

3B baskı yönteminin süperhidrofobik yüzey imalatında kullanılması henüz yeni bir yaklaşım olup farklı teknikler üzerinde çalışılmaktadır. Bu konudaki temel kısıt, bu yönteme ait birçok teknik bulunmasına rağmen mikro ve nano ölçekte yazım işlemi için sadece belirli tekniklerin efektif olarak kullanılabilmesidir. Öte yandan, nano ölçekte yazım işleminde olduğu gibi düşük ölçekteki bir yazım işleminde, deneyler için gerekli olan küçük boyutlardaki bir numunenin dahi yazım işlemi çok uzun sürelerle gereksinim duyulabilir. Sonuç olarak yazım işleminin çok küçük boyutlarda gerçekleştirilmesi bir çözüm olarak olası olsa da, bu durumda ise yüzeyin çoğaltılması için çeşitli ek yöntemlere gereksinim duyulabilir.

Düşük ölçekte 3B yazım işlemi için SLA, 2PP ve DLP teknikleri öne çıkmaktadır. Bununla birlikte, polyjet yönteminin bu yöntemlere nazaran süperhidrofobik yüzey imalatında kullanımının avantajlarının ve dezavantajlarının deneysel olarak araştırılması da bu alandaki bilimsel çalışmalara katkı sağlayacaktır. Örneğin polyjet yöntemi hız bakımından avantaja sahip olmakla birlikte bazı ticari polyjet 3B yazıcılarda baskı malzemelerinin standart olması fonksiyonel ürün imalatında dezavantajlı bir durum oluşturmaktadır. Dolayısıyla, hidrofobik özelliğe sahip olan bir malzemenin kullanıcı tarafından geliştirilerek belirtilen özellikteki bir polyjet 3B yazıcıda kullanılması mümkün olmamaktadır. Bu nedenle, gerek mikro ölçekli morfolojinin oluşturulması gerek malzeme kaynaklı kısıtlar nedeniyle polyjet 3B tekniğiyle baskı sonrasında ek işlem uygulanmadan doğrudan süperhidrofobik bir yüzey elde edilmesi olasılığı zayıf olmaktadır.

Süperhidrofobik yüzey geliştirilmesinde malzeme seçimi birçok nedenle önemli bir konudur. Malzemenin düşük serbest yüzey enerjisine sahip olması temel tercih faktörü olmaktadır. Bunun yanı sıra, seçilen yöntemlerin uygulanabilmesi için malzemenin elverişli olması da gerekmektedir. Genel olarak polimerler ve bu çerçevede bir polimer malzeme olan PVDF, elektrospinning işleminde kullanılabilmesi ve nanoparçacıklarla nanokompozit oluşturmaya elverişli bir malzeme olması nedeniyle uygun bir malzeme olmaktadır.

Süperhidrofobik yüzey araştırmalarında çeşitli nanomalzemelerin kullanımı üzerinde durulmuştur. Bu nanomalzemelerin çözelti içindeki oranlarının süperhidrofobisite performansı üzerindeki etkisinin araştırılması optimum bir aralığın belirlenmesi bakımından önemlidir. Bu noktadaki esas zorluk nanokompozit imalatında kullanılacak çok sayıda ana malzeme, nanomalzeme ve çözücü malzeme olmasıdır. Söz konusu malzemelerin karışımdaki oranlarının belirlenmesi önemlidir ve belirleme işlemi deneysel çalışma gerektirmektedir. Ayrıca, kaplama için kullanılacak yöntem çerçevesinde bu malzemelerin göstereceği performans ise konunun diğer bir boyutudur.

Süperhidrofobik yüzey imalatında elektrospinning yöntemi, çeşitli avantajları bakımından tercih edilmektedir. Bu yöntemle süperhidrofobik yüzey imalatında gerekli olan mikro ve nano ölçekteki yüzey yapıları fiber formunda elde edilebilmektedir. Malzeme karışım oranları ve karışımda kullanılan ek malzemeler gibi çeşitli faktörler elektrospinning sonucunda imal edilen fiber yüzeyin hidrofobisitesi üzerinde etkili olmaktadır. Bu çerçevede, bu yöntem daha çok membran araştırmalarında kullanılmıştır. Yöntemin farklı yöntemlerle birlikte kullanılması ile ilgili çalışmalar daha nadir olup bu yöntemin 3B baskı yöntemini tamamlayıcı olarak kullanılması konusunda gerçekleştirilecek araştırmalara ihtiyaç bulunmaktadır.

PVDF ve CNT nanokompozitleriyle ilgili literatürde çalışmalar bulunmakla birlikte bu çalışmalarda elektrospinning yöntemi daha nadir olarak kullanılmıştır. Buna ilaveten elektrospinning işleminde PVDF ve CNT malzemeleri kullanılan çalışmalarda, imal edilen modeller fonksiyonellik çerçevesinde mekanik ve elektriksel özellikler yönünden incelenmekle birlikte çalışmalar çoğunlukla süperhidrofobisite özelliği üzerinde durmamıştır. Bu nedenle elektrospinning yöntemi ile PVDF ve CNT kullanılarak süperhidrofobik yüzey geliştirilmesi bilimsel araştırma potansiyeli olan bir konu olmaktadır.

Sonuç olarak 3B baskı yöntemlerinin kullanıldığı süperhidrofobik yüzey imalatında her ne kadar işlem adımlarının azaltılması önemli bir faktör olarak ele alınsa da, 3B baskı yöntemlerinin günümüzdeki teknolojik seviyesi bakımından bu her zaman mümkün görünmemektedir. Analitik bir yaklaşımla, biomimetik yüzey seçimi→biomimetik modelin 3B polijet teknolojisi ile imal edilmesi→nanokompozit malzeme geliştirilmesi→elektrospinning yöntemiyle geliştirilen nanokompozit malzemenin yüzeye kaplanması teknikler bütünü gerçekleştirilebilme potansiyeli olan bir yöntemdir.

Biomimetik yaklaşım temelli bir morfolojinin modele aktarılması, modelin 3B baskı teknolojisi kullanılarak imalatı, elektrospining işlemiyle süperhidrofobik yüzey imal etme amaçlı olarak nadiren araştırılmış polimer malzeme ve nano malzeme karışımıyla bir nanokompozit kaplama malzemesi geliştirilerek modelin kaplanması ve karışımdaki nanomalzeme oranının süperhidrofobisite üzerindeki etkisinin araştırılması bilimsel özgün değer oluşturmaktadır.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGMENTS)

Yazarlar bu çalışmayı Bilimsel Araştırma Projesiyle (ID:7547) destekleyen Gazi Üniversitesi'ne teşekkür ederler.

KISALTMALAR (ABBREVIATIONS)

| | |
|-------|--|
| 2PP | İki fotonla polimerizasyon |
| 3B | Üç boyutlu |
| BADGE | Bisfenol A diglisidil eter |
| CA | Temas açısı |
| CAH | Temas açısı karmaşası |
| CNT | Karbon nanotüp |
| DLP | Dijital ışık işleme |
| DMAc | Dimetilasetamid |
| DMF | Dimetilformamid |
| FAS | Floroalkilsilan |
| FDM | Eriyik biriktirme yöntemi |
| MWCNT | Çok duvarlı karbon nanotüp |
| OTS | Oktadesiltriklorosilan |
| PANI | Polianilin |
| PCL | Poli(ϵ -kaprolakton) |
| PDMS | Polidimetilsiloksan |
| PEGDA | Poli(etilen glikol) diakrilat |
| PFA | Perfloro alkoksi |
| PFPE | Perfloroeter |
| PLA | Polilaktik asit |
| PMMA | Polimetilmetakrilat |
| POSS | Polihedral oligomerik silseskuiokzan |
| POTS | 1H, 1H, 2H, 2H-perflorodesiltrioksilan |
| PS | Polistren |

| | |
|------|---|
| PTFE | Politetrafloroetilen |
| PVA | Polivinil alkol |
| PVDF | Poliviniliden florür |
| SA | Kayma açısı |
| SLA | Stereolitografi |
| TBAC | Tetrabütil amonyum klorür |
| TPO | Difenil (2, 4, 6-trimetil benzoil) fosfin oksit |

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Barthlott W. and Neinhuis C., “Purity of the sacred lotus, or escape from contamination in biological surfaces”, *Planta*, 202(1): 1–8, (1997), doi: 10.1007/s004250050096.
- [2] Barthlott W., Schimmel T., Wiersch S., Koch K., Brede M., Barczewski M., Walheim S., Weis A., Kaltenmaier A., Leder A. and Bohn H. F., “The Salvinia Paradox: Superhydrophobic Surfaces with Hydrophilic Pins for Air Retention Under Water”, *Advanced Materials*, 22(21): 2325–2328, (2010), doi: 10.1002/adma.200904411.
- [3] Autumn K., Sitti M., Liang Y. A., Peattie A. M., Hansen W. R., Sponberg S., Kenny T. W., Fearing R., Israelachvili J. N. and Full R. J., “Evidence for van der Waals adhesion in gecko setae”, *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 99(19): 12252–12256, (2002), doi: 10.1073/pnas.192252799.
- [4] Muisenberg S., Appelman J. and Baumeister D., “Biomimicry: Design and innovation that help reach eco-effective solutions”, Green ICT & Energy: From Smart to Wise Strategies, *CRC Press*, London, (2013), doi: 10.1201/b16361.
- [5] Gao L., McCarthy T. J. and Zhang X., “Wetting and Superhydrophobicity”, *Langmuir*, 25(24): 14100–14104, (2009), doi: 10.1021/la903043a.
- [6] Law K. Y., “Definitions for Hydrophilicity, Hydrophobicity, and Superhydrophobicity: Getting the Basics Right”, *The Journal of Physical Chemistry Letters*, 5(4): 686–688, (2014), doi: 10.1021/jz402762h.
- [7] Nosonovsky M. and Bhushan B., “Superhydrophobic surfaces and emerging applications: Non-adhesion, energy, green engineering”, *Current Opinion in Colloid and Interface Science*, 14(4): 270–280, (2009), doi: 10.1016/j.cocis.2009.05.004.
- [8] Shirtcliffe N. J., McHale G., Atherton S. and Newton M. I., “An introduction to superhydrophobicity”, *Advances in Colloid and Interface Science*, 161(1–2): 124–138, (2010), doi: 10.1016/j.cis.2009.11.001.
- [9] Young T., “An essay on the cohesion of fluids”, *Philosophical Transactions of the Royal Society of London*, 95: 65–87, (1805 III), doi: 10.1098/rstl.1805.0005.
- [10] Zhu J. and Dai X., “A new model for contact angle hysteresis of superhydrophobic surface”, *AIP Advances*, 9(6): 065309(1-6), (2019), doi: 10.1063/1.5100548.
- [11] Zhang X., Wang L. and Levänen E., “Superhydrophobic surfaces for the reduction of bacterial adhesion”, *RSC Advances*, 3(30): 12003-12020, (2013), doi: 10.1039/C3RA40497H.
- [12] Marmur A., “Wetting on Hydrophobic Rough Surfaces: To Be Heterogeneous or Not To Be?”, *Langmuir*, 19(20): 8343–8348, (2003), doi: 10.1021/la0344682.

- [13] Wenzel R. N., “Resistance of Solid Surfaces to Wetting by Water”, *Industrial and Engineering Chemistry*, 28(8): 988–994, (1936), doi: 10.1021/ie50320a024.
- [14] Wenzel R. N., “Surface Roughness and Contact Angle”, *The Journal of Physical and Colloid Chemistry*, 53(9): 1466–1467, (1949), doi: 10.1021/j150474a015.
- [15] Bico J., Marzolin C. and Quéré D., “Pearl drops”, *Europhysics Letters (EPL)*, 47(2): 220–226, (1999), doi: 10.1209/epl/i1999-00548-y.
- [16] Cassie A. B. D. and Baxter S., “Wettability of porous surfaces”, *Transactions of the Faraday Society*, 40: 546-551, (1944), doi: 10.1039/TF9444000546.
- [17] Cassie A. B. D., “Contact angles”, *Discussions of the Faraday Society*, 3: 11-16, (1948), doi: 10.1039/DF9480300011.
- [18] Marmur A., “Super-hydrophobicity fundamentals: implications to biofouling prevention”, *Biofouling*, 22(2): 107–115, (2006), doi: 10.1080/08927010600562328.
- [19] Patankar N. A., “On the Modeling of Hydrophobic Contact Angles on Rough Surfaces”, *Langmuir*, 19(4):1249-1253, (2003), doi: 10.1021/la026612+.
- [20] Darmanin T. and Guittard F., “Superhydrophobic and superoleophobic properties in nature”, *Materials Today*, 18(5): 273–285, (2015), doi: 10.1016/j.mattod.2015.01.001.
- [21] Ueda E. and Levkin P. A., “Emerging Applications of Superhydrophilic-Superhydrophobic Micropatterns”, *Advanced Materials*, 25(9): 1234–1247, (2013), doi: 10.1002/adma.201204120.
- [22] Johnson R. E. and Dettre R. H., “Contact Angle Hysteresis I. Study of an idealized rough surface”, Contact Angle, Wettability, and Adhesion, Advances in Chemistry Series 43, ACS, Washington, DC, (1964), doi: 10.1021/ba-1964-0043.
- [23] Khandelwal M. and Sharma C. S., “Nature Inspires”, *Resonance*, 26(9): 1279–1285, (2021), doi: 10.1007/s12045-021-1229-6.
- [24] Miwa M., Nakajima A., Fujishima A., Hashimoto K. and Watanabe T., “Effects of the Surface Roughness on Sliding Angles of Water Droplets on Superhydrophobic Surfaces”, *Langmuir*, 16(13): 5754–5760, (2000), doi: 10.1021/la991660o.
- [25] Marmur A., “The Lotus Effect: Superhydrophobicity and Metastability”, *Langmuir*, 20(9): 3517–3519, (2004), doi: 10.1021/la036369u.
- [26] Minghao R., Chengxia Y., Yuan F., Kaikai Z., Yaqin R., Jie W., Hong Y. and Yinfeng L., “Model for Rolling Angle”, *The Journal of Physical Chemistry C*, 116(15): 8449–8455, (2012), doi: 10.1021/jp210261b.
- [27] Li W. and Amirfazli A., “Superhydrophobic Surfaces: Adhesive Strongly to Water?”, *Advanced Materials*, 19(21): 3421–3422, (2007), doi: 10.1002/adma.200601764.
- [28] Bhushan B. and Nosonovsky M., “The rose petal effect and the modes of superhydrophobicity”, *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 368(1929): 4713–4728, (2010), doi: 10.1098/rsta.2010.0203.
- [29] Guo Z. and Liu W., “Biomimic from the superhydrophobic plant leaves in nature: Binary structure and unitary structure”, *Plant Science*, 172(6): 1103–1112, (2007), doi:10.1016/j.plantsci.2007.03.005.
- [30] Patankar N. A., “Hysteresis with Regard to Cassie and Wenzel States on Superhydrophobic Surfaces”, *Langmuir*, 26(10): 7498–7503, (2010), doi: 10.1021/la904286k.

- [31] Roach P., Shirtcliffe N. J. and Newton M. I., “Progress in superhydrophobic surface development”, *Soft Matter*, 4(2): 224–240, (2008), doi: 10.1039/B712575P.
- [32] Balu B., Breedveld V. and Hess D. W., “Fabrication of “Roll-off” and “Sticky” Superhydrophobic Cellulose Surfaces via Plasma Processing”, *Langmuir*, 24(9): 4785–4790, (2008), doi: 10.1021/la703766c.
- [33] Wang S. and Jiang L., “Definition of Superhydrophobic States”, *Advanced Materials*, 19(21): 3423–3424, (2007), doi: 10.1002/adma.200700934.
- [34] Bhagat S. D. and Gupta M. C., “Superhydrophobic microtextured polycarbonate surfaces”, *Surface and Coatings Technology*, 270: 117–122, (2015), doi: 10.1016/j.surfcoat.2015.03.013.
- [35] Extrand C. W., “Model for Contact Angles and Hysteresis on Rough and Ultraphobic Surfaces”, *Langmuir*, 18(21): 7991–7999, (2002), doi: 10.1021/la025769z.
- [36] Gao L. and McCarthy T. J., “Wetting 101”, *Langmuir*, 25(24): 14105–14115, (2009), doi: 10.1021/la902206c.
- [37] Gao L. and McCarthy T. J., “How Wenzel and Cassie Were Wrong”, *Langmuir*, 23(7): 3762–3765, (2007), doi: 10.1021/la062634a.
- [38] McHale G., “Cassie and Wenzel: Were They Really So Wrong?”, *Langmuir*, 23(15): 8200–8205, (2007), doi: 10.1021/la7011167.
- [39] Marmur A. and Bittoun E., “When Wenzel and Cassie Are Right: Reconciling Local and Global Considerations”, *Langmuir*, 25(3): 1277–1281, (2009), doi: 10.1021/la802667b.
- [40] Panchagnula M. V. and Vedantam S., “Comment on How Wenzel and Cassie Were Wrong by Gao and McCarthy”, *Langmuir*, 23(26): 13242–13242, (2007), doi: 10.1021/la7022117.
- [41] Nosonovsky M., “On the Range of Applicability of the Wenzel and Cassie Equations”, *Langmuir*, 23(19): 9919–9920, (2007), doi: 10.1021/la701324m.
- [42] Godeau G., Laugier J. P., Orange F., Godeau R. P., Guittard F. and Darmanin T., “A travel in the Echeveria genus wettability’s World”, *Applied Surface Science*, 411: 291–302, (2017), doi: 10.1016/j.apsusc.2017.03.192.
- [43] Gao N., Yan Y. Y., Chen X. Y. and Mee D. J., “Superhydrophobic surfaces with hierarchical structure”, *Materials Letters*, 65(19–20): 2902–2905, (2011), doi: 10.1016/j.matlet.2011.06.088.
- [44] Nishino T., Meguro M., Nakamae K., Matsushita M. and Ueda Y., “The Lowest Surface Free Energy Based on –CF₃ Alignment”, *Langmuir*, 15(13): 4321–4323, (1999), doi: 10.1021/la981727s.
- [45] Nosonovsky M., “Multiscale Roughness and Stability of Superhydrophobic Biomimetic Interfaces”, *Langmuir*, 23(6): 3157–3161, (2007), doi: 10.1021/la062301d.
- [46] Bhushan B., Jung Y. C. and Koch K., “Micro-, nano- and hierarchical structures for superhydrophobicity, self-cleaning and low adhesion”, *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 367(1894): 1631–1672, (2009), doi: 10.1098/rsta.2009.0014.
- [47] Neinhuis C. and Barthlott W., “Characterization and Distribution of Water-repellent, Self-cleaning Plant Surfaces”, *Annals of Botany*, 79(6): 667–677, (1997), doi: 10.1006/anbo.1997.0400.
- [48] Feng L., Li S., Li Y., Li H., Zhang L., Zhai J., Song Y., Liu B., Jiang L. and Zhu D., “Super-Hydrophobic Surfaces: From Natural to Artificial”, *Advanced Materials*, 14(24): 1857–1860, (2002), doi: 10.1002/adma.200290020.

- [49] Su Y., Ji B., Zhang K., Gao H., Huang Y. and Hwang K., “Nano to Micro Structural Hierarchy Is Crucial for Stable Superhydrophobic and Water-Repellent Surfaces”, *Langmuir*, 26(7): 4984–4989, (2010), doi: 10.1021/la9036452.
- [50] Jeong H. E., Kwak M. K., Park C. I. and Suh K. Y., “Wettability of nanoengineered dual-roughness surfaces fabricated by UV-assisted capillary force lithography”, *Journal of Colloid and Interface Science*, 339(1): 202–207, (2009), doi: 10.1016/j.jcis.2009.07.020.
- [51] Otten A. and Herminghaus S., “How Plants Keep Dry: A Physicist’s Point of View”, *Langmuir*, 20(6): 2405–2408, (2004), doi: 10.1021/la034961d.
- [52] Lee H. J. and Michielsen S., “Lotus effect: Superhydrophobicity”, *Journal of the Textile Institute*, 97(5): 455–462, (2006), doi: 10.1533/joti.2006.0271.
- [53] Zheng Y., Gao X. and Jiang L., “Directional adhesion of superhydrophobic butterfly wings”, *Soft Matter*, 3(2): 178–182, (2007), doi: 10.1039/B612667G.
- [54] Gao X. and Jiang L., “Water-repellent legs of water striders”, *Nature*, 432(7013): 36, (2004), doi: 10.1038/432036a.
- [55] Koch K., Bohn H. F. and Barthlott W., “Hierarchically Sculptured Plant Surfaces and Superhydrophobicity”, *Langmuir*, 25(24): 14116–14120, (2009), doi: 10.1021/la9017322.
- [56] Autumn K., Liang Y. A., Hsieh S. T., Zesch W., Chan W. P., Kenny T. W., Fearing R. and Full R. J., “Adhesive force of a single gecko foot-hair”, *Nature*, 405(6787): 681–685, (2000), doi: 10.1038/35015073.
- [57] Liu K., Du J., Wu J. and Jiang L., “Superhydrophobic gecko feet with high adhesive forces towards water and their bio-inspired materials”, *Nanoscale*, 4(3): 768–772, (2012), doi: 10.1039/C1NR11369K.
- [58] Feng L., Zhang Y., Xi J., Zhu Y., Wang N., Xia F. and Jiang L., “Petal Effect: A Superhydrophobic State with High Adhesive Force”, *Langmuir*, 24(8): 4114–4119, (2008), doi: 10.1021/la703821h.
- [59] Liu M., Zheng Y., Zhai J. and Jiang L., “Bioinspired Super-antiwetting Interfaces with Special Liquid–Solid Adhesion”, *Accounts of Chemical Research*, 43(3): 368–377, (2010), doi: 10.1021/ar900205g.
- [60] Bhushan B. and Her E. K., “Fabrication of Superhydrophobic Surfaces with High and Low Adhesion Inspired from Rose Petal”, *Langmuir*, 26(11): 8207–8217, (2010), doi: 10.1021/la904585j.
- [61] Si Y., Dong Z. and Jiang L., “Bioinspired Designs of Superhydrophobic and Superhydrophilic Materials”, *ACS Central Science*, 4(9): 1102–1112, (2018), doi: 10.1021/acscentsci.8b00504.
- [62] Yu C., Sasic S., Liu K., Salameh S., Ras R. H. and van Ommen J. R., “Nature–Inspired self–cleaning surfaces: Mechanisms, modelling, and manufacturing”, *Chemical Engineering Research and Design*, 155: 48–65, (2020), doi: 10.1016/j.cherd.2019.11.038.
- [63] Webb H. K., Crawford R. J. and Ivanova E. P., “Wettability of natural superhydrophobic surfaces”, *Advances in Colloid and Interface Science*, 210: 58–64, (2014), doi: 10.1016/j.cis.2014.01.020.
- [64] Liu K. and Jiang L., “Bio-inspired design of multiscale structures for function integration”, *Nano Today*, 6(2): 155–175, (2011), doi: 10.1016/j.nantod.2011.02.002.
- [65] Liu K., Yao X. and Jiang L., “Recent developments in bio-inspired special wettability”, *Chemical Society Reviews*, 39(8): 3240–3255, (2010), doi: 10.1039/B917112F.

- [66] Barthlott W., Mail M. and Neinhuis C., “Superhydrophobic hierarchically structured surfaces in biology: evolution, structural principles and biomimetic applications”, *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 374(2073): 20160191(1-41), (2016), doi: 10.1098/rsta.2016.0191.
- [67] Sethi S. K. and Manik G., “Recent Progress in Super Hydrophobic/Hydrophilic Self-Cleaning Surfaces for Various Industrial Applications: A Review”, *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 57(18): 1932–1952, (2018), doi: 10.1080/03602559.2018.1447128.
- [68] Ko D. H., Tumbleston J. R., Henderson K. J., Euliss L. E., DeSimone J. M., Lopez R. and Samulski E. T., “Biomimetic microlens array with antireflective “moth-eye” surface”, *Soft Matter*, 7(14): 6404–6407, (2011), doi: 10.1039/C1SM05302G.
- [69] Kuo W. K., Hsu J. J., Nien C. K. and Yu H. H., “Moth-Eye-Inspired Biophotonic Surfaces with Antireflective and Hydrophobic Characteristics”, *ACS Applied Materials & Interfaces*, 8(46): 32021–32030, (2016), doi: 10.1021/acsami.6b10960.
- [70] Min W. L., Jiang B. and Jiang P., “Bioinspired Self-Cleaning Antireflection Coatings”, *Advanced Materials*, 20(20): 3914–3918, (2008), doi: 10.1002/adma.200800791.
- [71] Gao X., Yan X., Yao X., Xu L., Zhang K., Zhang J., Yang B. and Jiang L., “The Dry-Style Antifogging Properties of Mosquito Compound Eyes and Artificial Analogues Prepared by Soft Lithography”, *Advanced Materials*, 19(17): 2213–2217, (2007), doi: 10.1002/adma.200601946.
- [72] Bormashenko E., Bormashenko Y., Stein T., Whyman G. and Bormashenko E., “Why do pigeon feathers repel water? Hydrophobicity of penna, Cassie–Baxter wetting hypothesis and Cassie–Wenzel capillarity-induced wetting transition”, *Journal of Colloid and Interface Science*, 311(1): 212–216, (2007), doi: 10.1016/j.jcis.2007.02.049.
- [73] Parker A. R. and Lawrence C. R., “Water capture by a desert beetle”, *Nature*, 414(6859): 33–34, (2001), doi: 10.1038/35102108.
- [74] Zhai L., Berg M. C., Cebeci F. Ç, Kim Y., Milwid J. M., Rubner M. F. and Cohen R. E., “Patterned Superhydrophobic Surfaces: Toward a Synthetic Mimic of the Namib Desert Beetle”, *Nano Letters*, 6(6): 1213–1217, (2006), doi: 10.1021/nl060644q.
- [75] Gu Z. Z., Wei H. M., Zhang R. Q., Han G. Z., Pan C., Zhang H., Tian X. J. and Chen Z. M., “Artificial silver ragwort surface”, *Applied Physics Letters*, 86(20): 201915(1-3), (2005), doi: 10.1063/1.1931054.
- [76] Rakitov R. and Gorb S. N., “Brochosomal coats turn leafhopper (Insecta, Hemiptera, Cicadellidae) integument to superhydrophobic state”, *Proceedings of the Royal Society B: Biological Sciences*, 280(1752): 20122391(1-9), (2013), doi: 10.1098/rspb.2012.2391.
- [77] Gundersen H., Leinaas H. P. and Thaulow C., “Surface Structure and Wetting Characteristics of Collembola Cuticles”, *PLoS ONE*, 9(2): e86783(1-11), (2014), doi: 10.1371/journal.pone.0086783.
- [78] Celia E., Darmanin T., Taffin de Givenchy E., Amigoni S. and Guittard F., “Recent advances in designing superhydrophobic surfaces”, *Journal of Colloid and Interface Science*, 402: 1–18, (2013), doi: 10.1016/j.jcis.2013.03.041.
- [79] Kaur G., Marmur A. and Magdassi S., “Fabrication of superhydrophobic 3D objects by Digital Light Processing”, *Additive Manufacturing*, 36: 101669(1-10), (2020), doi: 10.1016/j.addma.2020.101669.
- [80] Asmatulu R., Ceylan M. and Nuraje N., “Study of Superhydrophobic Electrospun Nanocomposite Fibers for Energy Systems”, *Langmuir*, 27(2): 504–507, (2010), doi: 10.1021/la103661c.

- [81] Zhang Z., Ge B., Men X. and Li Y., “Mechanically durable, superhydrophobic coatings prepared by dual-layer method for anti-corrosion and self-cleaning”, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 490: 182–188, (2016), doi: 10.1016/j.colsurfa.2015.11.049.
- [82] Xiu Y., Liu Y., Hess D. W. and Wong C. P., “Mechanically robust superhydrophobicity on hierarchically structured Si surfaces”, *Nanotechnology*, 21(15): 155705(1-5), (2010), doi: 10.1088/0957-4484/21/15/155705.
- [83] Buck M. E., Schwartz S. C. and Lynn D. M., “Superhydrophobic Thin Films Fabricated by Reactive Layer-by-Layer Assembly of Azlactone-Functionalized Polymers”, *Chemistry of Materials*, 22(23): 6319–6327, (2010), doi: 10.1021/cm102115e.
- [84] Hsiang H. I., Liang M. T., Huang H. C. and Yen F. S., “Preparation of superhydrophobic boehmite and anatase nanocomposite coating films”, *Materials Research Bulletin*, 42(3): 420–427, (2007), doi: 10.1016/j.materresbull.2006.07.006.
- [85] Wang X., Li X., Lei Q., Wu Y. and Li W., “Fabrication of superhydrophobic composite coating based on fluorosilicone resin and silica nanoparticles”, *Royal Society Open Science*, 5(7): 180598(1-15), (2018), doi: 10.1098/rsos.180598.
- [86] Jiang S., Guo Z., Gyimah G. K., Zhang C. and Liu G., “Preparation of Biomimetic Superhydrophobic Surface by a Facile One-step Pulse Electrodeposition”, *Procedia CIRP*, 68: 237–241, (2018), doi: 10.1016/j.procir.2017.12.055.
- [87] Karmouch R. and Ross G. G., “Superhydrophobic wind turbine blade surfaces obtained by a simple deposition of silica nanoparticles embedded in epoxy”, *Applied Surface Science*, 257(3): 665–669, (2010), doi: 10.1016/j.apsusc.2010.07.041.
- [88] Lee E. and Lee K. H., “Facile fabrication of superhydrophobic surfaces with hierarchical structures”, *Scientific Reports*, 8: 4101(1-7), (2018), doi: 10.1038/s41598-018-22501-8.
- [89] Ngo C. V. and Chun D. M., “Laser Printing of Superhydrophobic Patterns from Mixtures of Hydrophobic Silica Nanoparticles and Toner Powder”, *Scientific Reports*, 6: 36735(1-9), (2016), doi: 10.1038/srep36735.
- [90] Serles P., Nikumb S. and Bordatchev E., “Superhydrophobic and superhydrophilic functionalized surfaces by picosecond laser texturing”, *Journal of Laser Applications*, 30(3): 032505(1-6), (2018), doi: 10.2351/1.5040641.
- [91] Ta V. D., Dunn A., Wasley T. J., Li J., Kay R. W., Stringer J., Smith P. J., Esenturk E., Connaughton C. and Shephard J. D., “Laser textured superhydrophobic surfaces and their applications for homogeneous spot deposition”, *Applied Surface Science*, 365: 153–159, (2016), doi: 10.1016/j.apsusc.2016.01.019.
- [92] Lee Y., Yoo Y., Kim J., Widhiarini S., Park B., Park H. C., Yoon K. J. and Byun D., “Mimicking a Superhydrophobic Insect Wing by Argon and Oxygen Ion Beam Treatment on Polytetrafluoroethylene Film”, *Journal of Bionic Engineering*, 6(4): 365–370, (2009), doi: 10.1016/S1672-6529(08)60130-4.
- [93] Li Y., Huang X. J., Heo S. H., Li C. C., Choi Y. K., Cai W. P. and Cho S. O., “Superhydrophobic Bionic Surfaces with Hierarchical Microsphere/SWCNT Composite Arrays”, *Langmuir*, 23(4): 2169–2174, (2007), doi: 10.1021/la0620758.
- [94] Deng W., Long M., Zhou Q., Wen N. and Deng W., “One-step preparation of superhydrophobic acrylonitrile-butadiene-styrene copolymer coating for ultrafast separation of water-in-oil emulsions”, *Journal of Colloid and Interface Science*, 511: 21–26, (2018), doi: 10.1016/j.jcis.2017.09.070.

- [95] Cho Y. S., Ahn S. H. and Lee S. H., “Fabrication and analysis of PMMA, ABS, PS, and PC superhydrophobic surfaces using the spray method”, *Journal of the Korean Physical Society*, 63(2): 218–224, (2013), doi: 10.3938/jkps.63.218.
- [96] Li Y., Zhang J., Zhu S., Dong H., Jia F., Wang Z., Tang Y., Zhang L., Zhang S. and Yang B., “Bioinspired Silica Surfaces with Near-Infrared Improved Transmittance and Superhydrophobicity by Colloidal Lithography”, *Langmuir*, 26(12): 9842–9847, (2010), doi: 10.1021/la100183y.
- [97] Xiu Y., Zhu L., Hess D. W. and Wong C. P., “Relationship between Work of Adhesion and Contact Angle Hysteresis on Superhydrophobic Surfaces”, *The Journal of Physical Chemistry C*, 112(30): 11403–11407, (2008), doi: 10.1021/jp711571k.
- [98] Fan Z. P., Liu W. L., Wei Z. J., Yao J. S., Sun X. L., Li M. and Wang X. Q., “Fabrication of two biomimetic superhydrophobic polymeric surfaces”, *Applied Surface Science*, 257(9): 4296–4301, (2011), doi: 10.1016/j.apsusc.2010.12.039.
- [99] Aruna S. T., Binsy P., Richard E. and Basu B. J., “Properties of phase separation method synthesized superhydrophobic polystyrene films”, *Applied Surface Science*, 258(7): 3202–3207, (2012), doi: 10.1016/j.apsusc.2011.11.064.
- [100] Liu H., Feng L., Zhai J., Jiang L. and Zhu D., “Reversible Wettability of a Chemical Vapor Deposition Prepared ZnO Film between Superhydrophobicity and Superhydrophilicity”, *Langmuir*, 20(14): 5659–5661, (2004), doi: 10.1021/la036280o.
- [101] Lim H. S., Han J. T., Kwak D., Jin M. and Cho K., “Photoreversibly Switchable Superhydrophobic Surface with Erasable and Rewritable Pattern”, *Journal of the American Chemical Society*, 128(45): 14458–14459, (2006), doi: 10.1021/ja0655901.
- [102] Lai Y., Lin C., Wang H., Huang J., Zhuang H. and Sun L., “Superhydrophilic–superhydrophobic micropattern on TiO₂ nanotube films by photocatalytic lithography”, *Electrochemistry Communications*, 10(3): 387–391, (2008), doi: 10.1016/j.elecom.2007.12.020.
- [103] Qi D., Lu N., Xu H., Yang B., Huang C., Xu M., Gao L., Wang Z. and Chi L., “Simple Approach to Wafer-Scale Self-Cleaning Antireflective Silicon Surfaces”, *Langmuir*, 25(14): 7769–7772, (2009), doi: 10.1021/la9013009.
- [104] Pan L., Dong H. and Bi P., “Facile preparation of superhydrophobic copper surface by HNO₃ etching technique with the assistance of CTAB and ultrasonication”, *Applied Surface Science*, 257(5): 1707–1711, (2010), doi: 10.1016/j.apsusc.2010.09.001.
- [105] Feng J., Huang M. and Qian X., “Fabrication of Polyethylene Superhydrophobic Surfaces by Stretching-Controlled Micromolding”, *Macromolecular Materials and Engineering*, 294(5): 295–300, (2009), doi: 10.1002/mame.200800331.
- [106] Jeong H. E., Lee S. H., Kim J. K. and Suh K. Y., “Nanoengineered Multiscale Hierarchical Structures with Tailored Wetting Properties”, *Langmuir*, 22(4): 1640–1645, (2006), doi: 10.1021/la0526434.
- [107] Basu B. J., Hariprakash V., Aruna S. T., Lakshmi R. V., Manasa J. and Shruthi B. S., “Effect of microstructure and surface roughness on the wettability of superhydrophobic sol–gel nanocomposite coatings”, *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 56(3): 278–286, (2010), doi: 10.1007/s10971-010-2304-8.
- [108] Huang W. H. and Lin C. S., “Robust superhydrophobic transparent coatings fabricated by a low-temperature sol–gel process”, *Applied Surface Science*, 305: 702–709, (2014), doi: 10.1016/j.apsusc.2014.03.179.

- [109] Chen M. H., Hsu T. H., Chuang Y. J. and Tseng F., “Dual hierarchical biomimic superhydrophobic surface with three energy states”, *Applied Physics Letters*, 95(2): 023702(1-3), (2009), doi: 10.1063/1.3180114.
- [110] Luo C., Zuo X., Wang L., Wang E., Song S., Wang J., Wang J., Fan C. and Cao Y., “Flexible Carbon Nanotube–Polymer Composite Films with High Conductivity and Superhydrophobicity Made by Solution Process”, *Nano Letters*, 8(12): 4454–4458, (2008), doi: 10.1021/nl802411d.
- [111] Xi J. and Jiang L., “Biomimic Superhydrophobic Surface with High Adhesive Forces”, *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 47(17): 6354–6357, (2008), doi: 10.1021/ie071603n.
- [112] Tseng P., Murray C., Kim D. and Di Carlo D., “Research highlights: printing the future of microfabrication”, *Lab on a Chip*, 14(9): 1491-1495, (2014), doi: 10.1039/C4LC90023E.
- [113] Wang X., Cai X., Guo Q., Zhang T., Kobe B. and Yang J., “i3DP, a robust 3D printing approach enabling genetic post-printing surface modification”, *Chemical Communications*, 49(86): 10064–10066, (2013), doi: 10.1039/C3CC45817B.
- [114] Bhushan B. and Caspers M., “An overview of additive manufacturing (3D printing) for microfabrication”, *Microsystem Technologies*, 23(4): 1117–1124, (2017), doi: 10.1007/s00542-017-3342-8.
- [115] Balakrishnan H. K., Badar F., Doeven E. H., Novak J. I., Merenda A., Dumée L. F., Loy J. and Guijt R. M., “3D Printing: An Alternative Microfabrication Approach with Unprecedented Opportunities in Design”, *Analytical Chemistry*, 93(1): 350–366, (2020), doi: 10.1021/acs.analchem.0c04672.
- [116] Jiang P., Ji Z., Wang X. and Zhou F., “Surface functionalization – a new functional dimension added to 3D printing”, *Journal of Materials Chemistry C*, 8(36): 12380–12411, (2020), doi: 10.1039/D0TC02850A.
- [117] Kotz F., Risch P., Helmer D. and Rapp B. E., “High-Performance Materials for 3D Printing in Chemical Synthesis Applications”, *Advanced Materials*, 31(26): 1805982(1-7), (2019), doi: 10.1002/adma.201805982.
- [118] Kang B., Hyeon J. and So H., “Facile microfabrication of 3-dimensional (3D) hydrophobic polymer surfaces using 3D printing technology”, *Applied Surface Science*, 499: 143733(1-8), (2020), doi: 10.1016/j.apsusc.2019.143733.
- [119] Xing R., Huang R., Qi W., Su R. and He Z., “Three-dimensionally printed bioinspired superhydrophobic PLA membrane for oil-water separation”, *AIChE Journal*, 64(10): 3700–3708, (2018), doi: 10.1002/aic.16347.
- [120] Kang B., Sung J. and So H., “Realization of Superhydrophobic Surfaces Based on Three-Dimensional Printing Technology”, *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing-Green Technology*, 8(1): 47–55, (2021), doi: 10.1007/s40684-019-00163-9.
- [121] Sung J., Lee H. M., Yoon G. H., Bae S. and So H., “One-Step Fabrication of Superhydrophobic Surfaces with Wettability Gradient Using Three-Dimensional Printing”, *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing-Green Technology*, (2022), doi: 10.1007/s40684-022-00418-y.
- [122] Credi C., Levi M., Turri S. and Simeone G., “Stereolithography of perfluoropolyethers for the microfabrication of robust omniphobic surfaces”, *Applied Surface Science*, 404: 268–275, (2017), doi: 10.1016/j.apsusc.2017.01.208.
- [123] Zhang Y., Yin M. J., Ouyang X., Zhang A. P. and Tam H. Y., “3D μ -printing of polytetrafluoroethylene microstructures: A route to superhydrophobic surfaces and devices”, *Applied Materials Today*, 19: 100580(1-9), (2020), doi: 10.1016/j.apmt.2020.100580.

- [124] Aldhalei A. and Tsai P. A., “Fabrication of Transparent and Microstructured Superhydrophobic Substrates Using Additive Manufacturing”, *Langmuir*, 37(1): 348–356, (2021), doi: 10.1021/acs.langmuir.0c02945.
- [125] Bonilla-Cruz J., Sy J. A. C., Lara-Ceniceros T. E., Gaxiola-López J. C., García V., Basilia B. A. and Advincula R. C., “Superhydrophobic μ -pillars via simple and scalable SLA 3D-printing: the staircase effect and their wetting models”, *Soft Matter*, 17(32): 7524–7531, (2021), doi: 10.1039/D1SM00655J.
- [126] Mayoussi F., Doeven E. H., Kick A., Goralczyk A., Thomann Y., Risch P., Guijt R. M., Kotz F., Helmer D. and Rapp B. E., “Facile fabrication of micro-/nanostructured, superhydrophobic membranes with adjustable porosity by 3D printing”, *Journal of Materials Chemistry A*, 9(37): 21379–21386, (2021), doi: 10.1039/D1TA03352B.
- [127] Yin Q., Guo Q., Wang Z., Chen Y., Duan H. and Cheng P., “3D-Printed Bioinspired Cassie–Baxter Wettability for Controllable Microdroplet Manipulation”, *ACS Applied Materials & Interfaces*, 13(1): 1979–1987, (2021), doi: 10.1021/acsami.0c18952.
- [128] Yan C., Ji Z., Ma S., Wang X. and Zhou F., “3D Printing as Feasible Platform for On-Site Building Oil-Skimmer for Oil Collection from Spills”, *Advanced Materials Interfaces*, 3(13): 1600015(1-7), (2016), doi: 10.1002/admi.201600015.
- [129] Graeber G., Martin Kieliger O. B., Schutzius T. M. and Poulikakos D., “3D-Printed Surface Architecture Enhancing Superhydrophobicity and Viscous Droplet Repellency”, *ACS Applied Materials & Interfaces*, 10(49): 43275–43281, (2018), doi: 10.1021/acsami.8b16893.
- [130] Tricinci O., Terencio T., Mazzolai B., Pugno N. M., Greco F. and Mattoli V., “3D Micropatterned Surface Inspired by *Salvinia molesta* via Direct Laser Lithography”, *ACS Applied Materials & Interfaces*, 7(46): 25560–25567, (2015), doi: 10.1021/acsami.5b07722.
- [131] Jin Z., Mei H., Yan Y., Pan L., Liu H., Xiao S. and Cheng L., “3D-printed controllable gradient pore superwetting structures for high temperature efficient oil-water separation”, *Journal of Materiomics*, 7(1): 8–18, (2021), doi: 10.1016/j.jmat.2020.07.002.
- [132] Dong Z., Vuckovac M., Cui W., Zhou Q., Ras R. H. A. and Levkin P. A., “3D Printing of Superhydrophobic Objects with Bulk Nanostructure”, *Advanced Materials*, 33(45): 2106068(1-10), (2021), doi: 10.1002/adma.202106068.
- [133] Farrell E. S., Ganonyan N., Cooperstein I., Moshkovitz M. Y., Amouyal Y., Avnir D. and Magdassi S., “3D-printing of ceramic aerogels by spatial photopolymerization”, *Applied Materials Today*, 24: 101083(1-8), (2021), doi: 10.1016/j.apmt.2021.101083.
- [134] Yan D., Wang Y., Liu J., Zhao D., Ming P. and Song J., “Electrochemical 3D printing of superhydrophobic pillars with conical, cylindrical, and inverted conical shapes”, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 625: 126869(1-9), (2021), doi: 10.1016/j.colsurfa.2021.126869.
- [135] Chen Q., Zhao J., Ren J., Rong L., Cao P. F. and Advincula R. C., “3D Printed Multifunctional, Hyperelastic Silicone Rubber Foam”, *Advanced Functional Materials*, 29(23): 1900469(1-9), (2019), doi: 10.1002/adfm.201900469.
- [136] Yang Y., Li X., Zheng X., Chen Z., Zhou Q. and Chen Y., “3D-Printed Biomimetic Super-Hydrophobic Structure for Microdroplet Manipulation and Oil/Water Separation”, *Advanced Materials*, 30(9): 1704912(1-11), (2017), doi: 10.1002/adma.201704912.
- [137] Lv J., Gong Z., He Z., Yang J., Chen Y., Tang C., Liu Y., Fan M. and Lau W. M., “3D printing of a mechanically durable superhydrophobic porous membrane for oil–water separation”, *Journal of Materials Chemistry A*, 5(24): 12435–12444, (2017), doi: 10.1039/C7TA02202F.

- [138] Barahman M. and Lyons A. M., “Ratchetlike Slip Angle Anisotropy on Printed Superhydrophobic Surfaces”, *Langmuir*, 27(16): 9902–9909, (2011), doi: 10.1021/la201222a.
- [139] Zhang Y., Yin M., Xia O., Zhang A. P. and Tam H. Y., “Optical 3D μ -printing of polytetrafluoroethylene (PTFE) microstructures”, *2018 IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems*, Belfast, UK, 37-40, (2018), doi: 10.1109/MEMSYS.2018.8346475.
- [140] Gao N. and Yan Y., “Characterisation of surface wettability based on nanoparticles”, *Nanoscale*, 4(7): 2202–2218, (2012), doi: 10.1039/C2NR11736C.
- [141] Asthana A., Maitra T., Büchel R., Tiwari M. K. and Poulikakos D., “Multifunctional Superhydrophobic Polymer/Carbon Nanocomposites: Graphene, Carbon Nanotubes, or Carbon Black?”, *ACS Applied Materials & Interfaces*, 6(11): 8859–8867, (2014), doi: 10.1021/am501649w.
- [142] Liu H., Zhai J. and Jiang L., “Wetting and anti-wetting on aligned carbon nanotube films”, *Soft Matter*, 2(10): 811–821, (2006), doi: 10.1039/B606654B.
- [143] Yang J., Zhang Z., Men X., Xu X. and Zhu X., “Reversible Superhydrophobicity to Superhydrophilicity Switching of a Carbon Nanotube Film via Alternation of UV Irradiation and Dark Storage”, *Langmuir*, 26(12): 10198–10202, (2010), doi: 10.1021/la100355n.
- [144] Jung Y. C. and Bhushan B., “Mechanically Durable Carbon Nanotube–Composite Hierarchical Structures with Superhydrophobicity, Self-Cleaning, and Low-Drag”, *ACS Nano*, 3(12): 4155–4163, (2009), doi: 10.1021/nn901509r.
- [145] Song H. J., Shen X. Q. and Meng X. F., “Superhydrophobic Surfaces Produced by Carbon Nanotube Modified Polystyrene Composite Coating”, *Journal of Dispersion Science and Technology*, 31(11): 1465–1468, (2010), doi: 10.1080/01932690903269628.
- [146] Han J. T., Kim S. Y., Woo J. S. and Lee G. W., “Transparent, Conductive, and Superhydrophobic Films from Stabilized Carbon Nanotube/Silane Sol Mixture Solution”, *Advanced Materials*, 20(19): 3724–3727, (2008), doi: 10.1002/adma.200800239.
- [147] Kim H. K. and Cho Y. S., “Fabrication of a superhydrophobic surface via spraying with polystyrene and multi-walled carbon nanotubes”, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 465: 77–86, (2015), doi: 10.1016/j.colsurfa.2014.10.029.
- [148] Wang K., Hu N. X., Xu G. and Qi Y., “Stable superhydrophobic composite coatings made from an aqueous dispersion of carbon nanotubes and a fluoropolymer”, *Carbon*, 49(5): 1769–1774, (2011), doi: 10.1016/j.carbon.2010.12.063.
- [149] Yang J., Zhang Z., Men X. and Xu X., “Fabrication of stable, transparent and superhydrophobic nanocomposite films with polystyrene functionalized carbon nanotubes”, *Applied Surface Science*, 255(22): 9244–9247, (2009), doi: 10.1016/j.apsusc.2009.07.010.
- [150] Zhang F., Qian H., Wang L., Wang Z., Du C., Li X. and Zhang D., “Superhydrophobic carbon nanotubes/epoxy nanocomposite coating by facile one-step spraying”, *Surface and Coatings Technology*, 341: 15–23, (2018), doi: 10.1016/j.surfcoat.2018.01.045.
- [151] Zhang H. F., Teo M. K. and Yang C., “Superhydrophobic carbon nanotube/polydimethylsiloxane composite coatings”, *Materials Science and Technology*, 31(14): 1745–1748, (2015), doi: 10.1179/1743284714Y.0000000752.
- [152] Zhu X., Zhang Z., Ge B., Men X. and Zhou X., “Fabrication of a superhydrophobic carbon nanotube coating with good reusability and easy repairability”, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 444: 252–256, (2014), doi: 10.1016/j.colsurfa.2013.12.066.

- [153] Wang Z., Lopez C., Hirsra A. and Koratkar N., “Impact dynamics and rebound of water droplets on superhydrophobic carbon nanotube arrays”, *Applied Physics Letters*, 91(2): 023105(1-3), (2007), doi: 10.1063/1.2756296.
- [154] Chen C. H., Cai Q., Tsai C., Chen C. L., Xiong G., Yu Y. and Ren Z., “Dropwise condensation on superhydrophobic surfaces with two-tier roughness”, *Applied Physics Letters*, 90(17): 173108(1-3), (2007), doi: 10.1063/1.2731434.
- [155] Wang Z., Koratkar N., Ci L. and Ajayan P. M., “Combined micro-/nanoscale surface roughness for enhanced hydrophobic stability in carbon nanotube arrays”, *Applied Physics Letters*, 90(14): 143117(1-3), (2007), doi: 10.1063/1.2720761.
- [156] Huang L., Lau S. P., Yang H. Y., Leong E. S. P., Yu S. F. and Prawer S., “Stable Superhydrophobic Surface via Carbon Nanotubes Coated with a ZnO Thin Film”, *The Journal of Physical Chemistry B*, 109(16): 7746–7748, (2005), doi: 10.1021/jp046549s.
- [157] Lau K. K. S., Bico J., Teo K. B. K., Chhowalla M., Amaratunga G. A. J., Milne W. I., McKinley G. H. and Gleason K. K., “Superhydrophobic Carbon Nanotube Forests”, *Nano Letters*, 3(12): 1701–1705, (2003), doi: 10.1021/nl034704t.
- [158] Joseph P., Cottin-Bizonne C., Benoît J. M., Ybert C., Journet C., Tabeling P. and Bocquet L., “Slippage of Water Past Superhydrophobic Carbon Nanotube Forests in Microchannels”, *Physical Review Letters*, 97(15):156104(1-4) (2006), doi: 10.1103/PhysRevLett.97.156104.
- [159] Hong Y. C. and Uhm H. S., “Superhydrophobicity of a material made from multiwalled carbon nanotubes”, *Applied Physics Letters*, 88(24): 244101(1-3), (2006), doi: 10.1063/1.2210449.
- [160] Li S., Li H., Wang X., Song Y., Liu Y., Jiang L. and Zhu D., “Super-Hydrophobicity of Large-Area Honeycomb-Like Aligned Carbon Nanotubes”, *The Journal of Physical Chemistry B*, 106(36): 9274–9276, (2002), doi: 10.1021/jp0209401.
- [161] Meng L. Y. and Park S. J., “Effect of fluorination of carbon nanotubes on superhydrophobic properties of fluoro-based films”, *Journal of Colloid and Interface Science*, 342(2): 559–563, (2010), doi: 10.1016/j.jcis.2009.10.022.
- [162] Zhao L., Xu W. H., Liu J. Q., Liu W. L., Yao J. S., Li M., Wang X. Q. and Wu Y. Z., “Superhydrophobic surface fabricated by modifying silica coated multiwalled carbon nanotubes composites”, *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 69(1): 107–113, (2013), doi: 10.1007/s10971-013-3192-5.
- [163] Zhu L., Xiu Y., Xu J., Tamirisa P. A., Hess D. W. and Wong C. P., “Superhydrophobicity on Two-Tier Rough Surfaces Fabricated by Controlled Growth of Aligned Carbon Nanotube Arrays Coated with Fluorocarbon”, *Langmuir*, 21(24):11208-11212, (2005), doi: 10.1021/la051410+.
- [164] Han Z. J., Tay B. K., Shakerzadeh M. and Ostrikov K., “Superhydrophobic amorphous carbon/carbon nanotube nanocomposites”, *Applied Physics Letters*, 94(22): 223106(1-3), (2009), doi: 10.1063/1.3148667.
- [165] Sunden E., Moon J. K., Wong C. P., King W. P. and Graham S., “Microwave assisted patterning of vertically aligned carbon nanotubes onto polymer substrates”, *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures*, 24(4): 1947-1950, (2006), doi: 10.1116/1.2221320.
- [166] Lin J., Wang X., Ding B., Yu J., Sun G. and Wang M., “Biomimicry via Electrospinning”, *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, 37(2): 94–114, (2012), doi: 10.1080/10408436.2011.627096.

- [167] Zhou Z. and Wu X. F., “Electrospinning superhydrophobic–superoleophilic fibrous PVDF membranes for high-efficiency water–oil separation”, *Materials Letters*, 160: 423–427, (2015), doi: 10.1016/j.matlet.2015.08.003.
- [168] Lee M. S., Lee T. S. and Park W. H., “Highly hydrophobic nanofibrous surfaces generated by poly(vinylidene fluoride)”, *Fibers and Polymers*, 14(8): 1271–1275, (2013), doi: 10.1007/s12221-013-1271-4.
- [169] Cui M., Xu C., Shen Y., Tian H., Feng H. and Li J., “Electrospinning superhydrophobic nanofibrous poly(vinylidene fluoride)/stearic acid coatings with excellent corrosion resistance”, *Thin Solid Films*, 657: 88–94, (2018), doi: 10.1016/j.tsf.2018.05.008.
- [170] Liao Y., Wang R. and Fane A. G., “Engineering superhydrophobic surface on poly(vinylidene fluoride) nanofiber membranes for direct contact membrane distillation”, *Journal of Membrane Science*, 440: 77–87, (2013), doi: 10.1016/j.memsci.2013.04.006.
- [171] Wang S., Li Y., Fei X., Sun M., Zhang C., Li Y., Yang Q. and Hong X., “Preparation of a durable superhydrophobic membrane by electrospinning poly (vinylidene fluoride) (PVDF) mixed with epoxy–siloxane modified SiO₂ nanoparticles: A possible route to superhydrophobic surfaces with low water sliding angle and high water contact angle”, *Journal of Colloid and Interface Science*, 359(2): 380–388, (2011), doi: 10.1016/j.jcis.2011.04.004.
- [172] Liu Z., Wang H., Wang E., Zhang X., Yuan R. and Zhu Y., “Superhydrophobic poly(vinylidene fluoride) membranes with controllable structure and tunable wettability prepared by one-step electrospinning”, *Polymer*, 82: 105–113, (2016), doi: 10.1016/j.polymer.2015.11.045.
- [173] Chen Y. and Kim H., “Preparation of superhydrophobic membranes by electrospinning of fluorinated silane functionalized poly(vinylidene fluoride)”, *Applied Surface Science*, 255(15): 7073–7077, (2009), doi: 10.1016/j.apsusc.2009.03.043.
- [174] Su C., Li Y., Dai Y., Gao F., Tang K. and Cao H., “Fabrication of three-dimensional superhydrophobic membranes with high porosity via simultaneous electrospinning and electrospinning”, *Materials Letters*, 170: 67–71, (2016), doi: 10.1016/j.matlet.2016.01.133.
- [175] Zhan N., Li Y., Zhang C., Song Y., Wang H., Sun L., Yang Q. and Hong X., “A novel multinozzle electrospinning process for preparing superhydrophobic PS films with controllable bead-on-string/microfiber morphology”, *Journal of Colloid and Interface Science*, 345(2): 491–495, (2010), doi: 10.1016/j.jcis.2010.01.051.
- [176] Xue Y., Wang H., Yu D., Feng L., Dai L., Wang X. and Lin T., “Superhydrophobic electrospun POSS-PMMA copolymer fibres with highly ordered nanofibrillar and surface structures”, *Chemical Communications*, 42: 6418–6420, (2009), doi: 10.1039/B911509A.
- [177] Zhu Y., Zhang J., Zheng Y., Huang Z., Feng L. and Jiang L., “Stable, Superhydrophobic, and Conductive Polyaniline/Polystyrene Films for Corrosive Environments”, *Advanced Functional Materials*, 16(4): 568–574, (2006), doi: 10.1002/adfm.200500624.
- [178] Jiang L., Zhao Y. and Zhai J., “A Lotus-Leaf-like Superhydrophobic Surface: A Porous Microsphere/Nanofiber Composite Film Prepared by Electrohydrodynamics”, *Angewandte Chemie International Edition*, 43(33): 4338–4341, (2004), doi: 10.1002/anie.200460333.
- [179] Kang M., Jung R., Kim H. S. and Jin H. J., “Preparation of superhydrophobic polystyrene membranes by electrospinning”, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 313–314: 411–414, (2008), doi: 10.1016/j.colsurfa.2007.04.122.
- [180] Acatay K., Simsek E., Ow-Yang C. and Menciloglu Y. Z., “Tunable, Superhydrophobically Stable Polymeric Surfaces by Electrospinning”, *Angewandte Chemie International Edition*, 43(39): 5210–5213, (2004), doi: 10.1002/anie.200461092.

- [181] Heng L., Wang X., Dong Y., Zhai J., Tang B. Z., Wei T. and Jiang L., “Bio-Inspired Fabrication of Lotus Leaf Like Membranes as Fluorescent Sensing Materials”, *Chemistry – an Asian Journal*, 3(6): 1041–1045, (2008), doi: 10.1002/asia.200700394.
- [182] Zhao F., Wang X., Ding B., Lin J., Hu J., Si Y., Yu J. and Sun G., “Nanoparticle decorated fibrous silica membranes exhibiting biomimetic superhydrophobicity and highly flexible properties”, *RSC Advances*, 1(8): 1482-1488, (2011), doi: 10.1039/C1RA00605C.
- [183] Wu H., Zhang R., Sun Y., Lin D., Sun Z., Pan W. and Downs P., “Biomimetic nanofiber patterns with controlled wettability”, *Soft Matter*, 4(12): 2429-2433, (2008), doi: 10.1039/B805570J.
- [184] Lin J., Cai Y., Wang X., Ding B., Yu J. and Wang M., “Fabrication of biomimetic superhydrophobic surfaces inspired by lotus leaf and silver ragwort leaf”, *Nanoscale*, 3(3): 1258-1262, (2011), doi: 10.1039/C0NR00812E.
- [185] Li X., Ding B., Lin J., Yu J. and Sun G., “Enhanced Mechanical Properties of Superhydrophobic Microfibrous Polystyrene Mats via Polyamide 6 Nanofibers”, *The Journal of Physical Chemistry C*, 113(47): 20452–20457, (2009), doi: 10.1021/jp9076933.
- [186] Miyauchi Y., Ding B. and Shiratori S., “Fabrication of a silver-ragwort-leaf-like super-hydrophobic micro/nanoporous fibrous mat surface by electrospinning”, *Nanotechnology*, 17(20): 5151–5156, (2006), doi: 10.1088/0957-4484/17/20/019.
- [187] Gong G., Wu J., Liu J., Sun N., Zhao Y. and Jiang L., “Bio-inspired adhesive superhydrophobic polyimide mat with high thermal stability”, *Journal of Materials Chemistry*, 22(17): 8257-8262, (2012), doi: 10.1039/C2JM16503A.
- [188] Yoon H., Park J. H. and Kim G. H., “A Superhydrophobic Surface Fabricated by an Electrostatic Process”, *Macromolecular Rapid Communications*, 31(16): 1435–1439, (2010), doi: 10.1002/marc.201000131.
- [189] Lee J. K. Y., Chen N., Peng S., Li L., Tian L., Thakor N. and Ramakrishna S., “Polymer-based composites by electrospinning: Preparation & functionalization with nanocarbons”, *Progress in Polymer Science*, 86: 40–84, (2018), doi: 10.1016/j.progpolymsci.2018.07.002.
- [190] Begum S., Kausar A., Ullah H. and Siddiq M., “Potential of Polyvinylidene Fluoride/Carbon Nanotube Composite in Energy, Electronics, and Membrane Technology: An Overview”, *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 55(18): 1949–1970, (2016), doi: 10.1080/03602559.2016.1185630.
- [191] Wu T., Pan Y. and Li L., “Fabrication of superhydrophobic hybrids from multiwalled carbon nanotubes and poly(vinylidene fluoride)”, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 384(1–3): 47–52, (2011), doi: 10.1016/j.colsurfa.2011.03.015.
- [192] Yu Y., Chen H., Liu Y., Craig V. S. J., Li L. H., Chen Y. and Tricoli A., “Porous carbon nanotube/polyvinylidene fluoride composite material: Superhydrophobicity/superoleophilicity and tunability of electrical conductivity”, *Polymer*, 55(22): 5616–5622, (2014), doi: 10.1016/j.polymer.2014.08.062.
- [193] Chakradhar R. P. S., Prasad G., Bera P. and Anandan C., “Stable superhydrophobic coatings using PVDF–MWCNT nanocomposite”, *Applied Surface Science*, 301: 208–215, (2014), doi: 10.1016/j.apsusc.2014.02.044.
- [194] Liu Z. H., Pan C. T., Lin L. W. and Lai H. W., “Piezoelectric properties of PVDF/MWCNT nanofiber using near-field electrospinning”, *Sensors and Actuators A: Physical*, 193: 13–24, (2013), doi: 10.1016/j.sna.2013.01.007.

- [195] Ahn Y., Lim J. Y., Hong S. M., Lee J., Ha J., Choi H. J. and Seo Y., “Enhanced Piezoelectric Properties of Electrospun Poly(vinylidene fluoride)/Multiwalled Carbon Nanotube Composites Due to High β -Phase Formation in Poly(vinylidene fluoride)”, *The Journal of Physical Chemistry C*, 117(22): 11791–11799, (2013), doi: 10.1021/jp4011026.
- [196] Huang S., Yee W. A., Tjiu W. C., Liu Y., Kotaki M., Boey Y. C. F., Ma J., Liu T. and Lu X., “Electrospinning of Polyvinylidene Difluoride with Carbon Nanotubes: Synergistic Effects of Extensional Force and Interfacial Interaction on Crystalline Structures”, *Langmuir*, 24(23): 13621–13626, (2008), doi: 10.1021/la8024183.
- [197] Seoul C., Kim Y. T. and Baek C. K., “Electrospinning of poly(vinylidene fluoride)/dimethylformamide solutions with carbon nanotubes”, *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 41(13): 1572–1577, (2003), doi: 10.1002/polb.10511.
- [198] Wang S. H., Wan Y., Sun B., Liu L. Z. and Xu W., “Mechanical and electrical properties of electrospun PVDF/MWCNT ultrafine fibers using rotating collector”, *Nanoscale Research Letters*, 9(1): 522(1-7), (2014), doi: 10.1186/1556-276X-9-522.
- [199] Liu Z. H., Pan C. T., Lin L. W., Li H. W., Ke C. A., Huang J. C. and Wang P. S., “Mechanical properties of piezoelectric PVDF/MWCNT fibers prepared by flat/hollow cylindrical near-field electrospinning process”, *The 8th Annual IEEE International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems*, Suzhou, China, 707-710, (2013), doi: 10.1109/NEMS.2013.6559827.
- [200] Liu X., Xu S., Kuang X. and Wang X., “Ultra-long MWCNTs highly oriented in electrospun PVDF/MWCNT composite nanofibers with enhanced β phase”, *RSC Advances*, 6(108): 106690–106696, (2016), doi: 10.1039/C6RA24195F.

Determination of Maximum Load Levels That Can Be Connected to IEEE 14 Bus System

Uğur FESLİ^{1,*}  M.Bahadır ÖZDEMİR²  Şaban ÖZDEMİR³ 

¹Gazi University, Technical Sciences Vocational School, Department of Electronics and Automation, 06374, Yenimahalle/ANKARA

²Gazi University, Faculty of Technology, Department of Energy Systems Engineering, 06500, Yenimahalle/ANKARA

³Gazi University, Faculty of Technology, Department of Electrical-Electronics Engineering, 06500, Yenimahalle/ANKARA

Graphical/Tabular Abstract

Article Info:

Research article

Received: 12.12.2022

Revision: 29.12.2022

Accepted: 03.01.2023

Highlights

- Digsilent
- PowerFactory
- Loadability
- Newton Raphson
- Python

Keywords

Power Systems,
Voltage Stability,
Load Flow Analysis

In this study, the maximum loading levels of each bus in IEEE 14 bus system are determined by changing the load values in the system. Line loading levels, bus voltages and generator loading parameters were used to determine the maximum loading level.

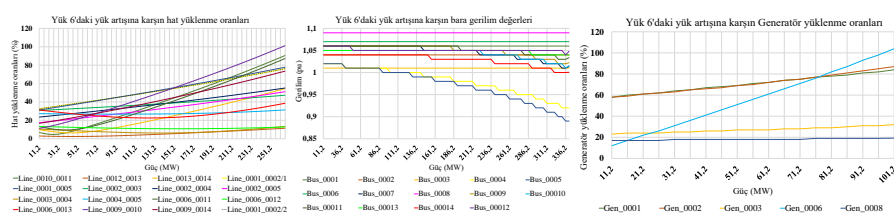


Figure A. The effect of the increase in the loading values (Load_0006) connected to Bus 6 (Bus_0006) on system parameters, a: Line loading rates, b: Bus voltage values, c: Generator loading rates

Purpose: In this study, the effects of newly connected loads to the power systems were investigated by considering the line loading levels, bus voltages and generator loading parameters. The main aim is to determine the maximum loading values of each bus.

Theory and Methods: A Python code sequence is used to change the value of the loads. In this concept, the standard values of the loads defined in the IEEE 14 bus system are taken from the model in the Digsilent PowerFactory program. Thereafter, the code sequence increases the values of all loads step by step. The value of the load is increased by 5 MW in each step. Also, it is tested whether the bus voltage value, line loading ratio and generator loading ratio are within the limits. When one of the considered parameters is out of the desired limits, the simulation is stopped and the data are recorded.

Results: As a result of the simulation studies the maximum loading value for each bus has been determined. Each newly added load affects the three considered parameters. The results show that adding new loads more affects the voltage drop in some buses, while it affects generator and line loading in some buses.

Conclusion: This paper presents the determination of the maximum loading levels of each bus in IEEE 14 bus system to use in the planning process of power systems. Since the load values affect the bus voltages, line loading ratio and generator loading ratio, these three parameters are considered as the limitations in simulation studies. The maximum loading value of each bus is determined by simulation studies.



Determination of Maximum Load Levels That Can Be Connected to IEEE 14 Bus System

Uğur FESLİ^{1,*} M.Bahadır ÖZDEMİR² Şaban ÖZDEMİR³

¹Gazi Üniversitesi, Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu, Elektronik ve Otomasyon Bölümü, 06374, Yenimahalle/ANKARA

²Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Enerji Sistemleri Mühendisliği, 06500, Yenimahalle/ANKARA

³Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Elektrik Elektronik Mühendisliği, 06500, Yenimahalle/ANKARA

Abstract

The generators in power systems are operated at maximum capacity to use energy sources efficiently. Therefore, the fluctuations in power systems may cause stability problems in terms of rotor angle, voltage and frequency. Especially, new loads are added to power systems when planning to install new industrial or residential areas. In this study, the maximum loading level of IEEE 14 bus system is determined by changing the load values in the system. Line loading levels, bus voltages and generator loading parameters are used in determining the maximum loading level. The system is simulated in DIGSILENT PowerFactory software. The value of a load is increased step by step until exceeds the limits of line loading. The load value is increased by using Python script which works interactively with the DIGSILENT PowerFactory. Similarly, the same analyzes are repeated for bus voltages and generator loading. The maximum loading level is determined depending on the load value which causes exceeds the line loading level, bus voltage limit, or loading limit of generators. Thus, the attainable maximum loading level of the IEEE 14 bus system is achieved by considering three parameters that affect the voltage stability. Simulation results show that the restrictive parameter for loading is dependent on the place of new loads in the power system.

Makale Bilgisi

Araştırma makalesi
Başvuru: 12.12.2022
Düzeltilme: 29.12.2022
Kabul: 03.01.2023

Keywords

*Power Systems,
Voltage Stability,
Load Flow Analysis*

Anahtar Kelimeler

*Güç Sistemleri,
Gerilim Kararlılığı,
Yük Akış Analizi*

IEEE 14 Bara Sistemine Bağlanabilecek Maksimum Yük Seviyelerinin Belirlenmesi

Öz

Güç sistemlerindeki generatörler, enerji kaynaklarını verimli kullanmak için maksimum kapasitede çalıştırılır. Bu nedenle, güç sistemlerindeki dalgalanmalar rotor açısı, gerilim ve frekans açısından kararlılık sorunlarına neden olmaktadır. Özellikle yeni endüstriyel veya yerleşim alanlarının kurulması planlanırken güç sistemlerine yeni yükler eklenir. Bu çalışmada, sistemdeki yük değerleri değiştirilerek IEEE 14 bara sisteminin maksimum yük seviyesi belirlenmiştir. Maksimum yüklenme seviyesinin belirlenmesinde hat yüklenme seviyeleri, bara gerilimleri ve generatör yüklenme parametreleri kullanılmıştır. Sistem benzetimi DIGSILENT PowerFactory yazılımında yapılmıştır. Bir yükün değeri, hat yüklenme limitlerini aşınca kadar adım adım artırılmıştır. Yük değeri, DIGSILENT PowerFactory ile etkileşimli çalışan Python kod dizimi kullanılarak artırılmıştır. Benzer şekilde bara gerilimleri ve generatör yüklenmeleri için de aynı analizler tekrarlanmıştır. Maksimum yüklenme seviyesi, hat yüklenme seviyeleri, bara gerilimleri veya generatör yüklenmesinin maksimum sınırını aşan yük değerine bağlı olarak belirlenmiştir. Böylece, IEEE 14 bara sisteminin ulaşılabilecek maksimum yüklenme seviyeleri, gerilim kararlılığını etkileyen üç parametre dikkate alınarak elde edilmiştir. Simülasyon sonuçları, yüklenme için kısıtlayıcı parametrenin, güç sistemindeki yeni yüklerin yerine bağlı olduğunu göstermektedir.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Günümüz güç sistemleri, yük artışı ve iletim hattı kapasitesinin maksimum verimde kullanılması nedeniyle mevcut sınırlara daha yakın çalışmaktadır. Güç sisteminin bu koşullarda çalıştırılması, şebekenin gerilim kararlılığını tehlikeye atabilir ve gerilim düşmelerine neden olabilir [1]. Gerilim kararlılığı, normal

koşullarda çalışan bir güç sisteminin bir bozulma meydana geldikten sonra tüm baralarda kabul edilebilir seviyelerde gerilimleri sürdürme yeteneğidir [2]. Dünya genelinde elektrik güç sistemlerindeki yük ile birlikte üretim ihtiyacın artması; mevcut sistemlerin işletmesi ve yeni sistemlerin planlanmasında çok yönlü analizlerin yapılmasını zorunlu kılmaktadır. Güç sistemleri, değişken parametrelerde çalışan doğrusal olmayan sistemlerdir. Sistemde bulunan üretim birimleri ve yüklerin devreye alınıp çıkarılmasına bağlı olarak sistem parametreleri değişkenlik gösterir. Bu nedenle, lineer olmayan, zamana bağlı olarak değişen yük miktarı güç sistemlerinin işletilmesinde ve gerilim kararlılığını analiz etmede önemli bir ölçüt olmaktadır. Bu sebeple bir sisteminin yanlış planlanması ve analizi sistemde kararsızlıklara yol açabilmektedir. Meydana gelen gerilim kararsızlığı ile güç sistemlerinde kesintiler ve bu kesintilerden meydana gelen ekonomik kayıplar olmaktadır [3]. Güç sistemlerinin analizi için kullanılan klasik hesaplamalar yerini günümüzde teknolojik gelişmelerde bağlı olarak yazılımlar ve benzetim programları kullanımı almıştır. Özellikle, güç sistemleri üzerine yapılan çalışmalar incelendiğinde yük akışı analizlerinde nümerik yöntemlerin kullanılması dikkat çekmektedir [4].

Bir güç sisteminin kararlılığının incelenmesinde sistemin kabul edilebilir çalışma şartları altında bulunması, en yüksek verimlilikte çalışması ve herhangi bir bozucu etki olması durumunda yeniden dengeli, kararlı duruma gelebilmesi değerlendirilir. Bu inceleme ve değerlendirmelerin gerçekleştirilmesi için IEEE tarafından belirlenen standartlara uygun olarak yapılması gerekmektedir. Bu standartlar, elektrik şebekesinin yük dengesizliği, yük akışı, enerji akışı, güç kalitesi, hat yüklenme oranı, gerilim dalgalanması vb. parametrelerinin teorik olarak olması gereken alt ve üst limitlerini tayin etmektedir. Güç sistemlerinde referans olarak alınan IEEE bara sistemleri, küresel teknolojilerin ihtiyaçlarını karşılar, geliştirir ve iletir. Böylece, geniş bir teknoloji yelpazesinde endüstri standartlarının işlevselliğini, yeteneklerini, güvenliğini ve birlikte çalışabilirliğini yönlendirerek sistemlerin kararlı ve uyum içinde çalışmasını sağlar. Minimum güvenlik marjının değerlendirilmesi için güç sistemi maksimum yükleme koşulunun hesaplanması gereklidir. Minimum güvenlik marjı, sistem operatörleri tarafından güç sistemi güvenliğini sürdürmek için düzeltici eylemler sağlamak üzere uygulanan temel bir kriterdir [5].

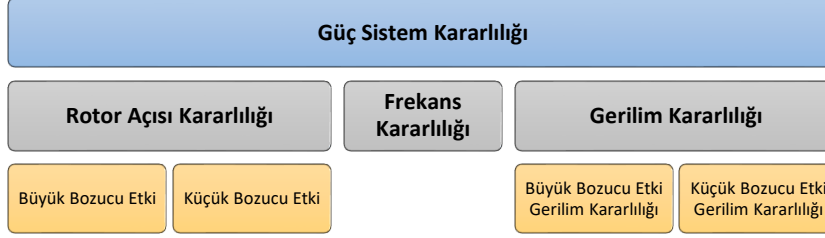
Güç sistemlerine entegre edilen yenilenebilir enerji ve diğer üretim kaynaklarından dolayı güç akışı ve gerilim profilleri önemli ölçüde değişiklik göstermektedir. Bu durum gerilim kararlılığı problemlerine yol açmaktadır [6]–[8]. Güç sistemlerinde maksimum yükleme durumunun değerlendirilmesi için iki temel yaklaşım vardır. Bunlar doğrudan yöntemler ve dolaylı yöntemlerdir [9]. Güç sisteminin lineer dinamik model analizi ile birlikte güç akış hesaplamaları da yaygın olarak uygulanmaktadır [9], [10]. Dolaylı yöntemlerde güç akış hesaplamaları gerilim kararlılığı için yaygın kullanılmakla birlikte dinamik sistemlerde hesaplamalar oldukça fazladır [11]. IEEE'nin farklı sayılarda bara test sistemleri için Gauss-Seidel ve Newton-Raphson metotlarını gerilim genlikleri ve açı değerleri göz önünde bulundurularak yapılmıştır [12]. Buna benzer diğer çalışmalarda genel olarak farklı metotlar, bu metotların iterasyon süreleri ve sayıları karşılaştırılmıştır [13]. Gerilim kararlılığını değerlendirmek için başka bir yaklaşım, bir bara veya hatta bağlı bulunan donanımlarla gerilim kararlılık indeksini belirlemektir. Gerilim kararlılık indeksleri, sistem baralarının çalışma esnasında davranışı hakkında bilgi sağlar [14].

Yapılan literatür araştırmaları sonucunda, güç sistemlerinde herhangi bir bozucu etki veya değişiklik meydana geldiğinde sistem kararlılığının etkilendiği tespit edilmiştir. Literatürde mevcut çalışmalarda özel senaryolar kullanılarak tek yüklenme durumu için sonuçlar elde edilmiştir. Bu makalede, IEEE 14 bara sisteminin gerilim kararlılığı, üretim kapasitesi ve hat yüklenme kapasiteleri göz önünde bulundurularak maksimum yükleme değerleri belirlenmiştir. Benzetim ortamında oluşturulan model ile mevcut yüklerin değeri adım adım artırılarak etkileri gözlemlenmiştir. Benzetim çalışmaları sonucunda elde edilen sonuçlar üzerinden hangi bara veya hattın yüklenmelerden olumsuz etkilendiği veya sınırların dışına çıktığı bulunmuştur. Literatürde mevcut çalışmalardan farklı olarak, IEEE 14 bara sisteminde yer alan tüm yükler için aynı testler yapılmış ve olabilecek maksimum seviyeleri tespit edilmiştir. Böylece, bölgesel olarak eklenecek yüklerin sistem kararlılığını nasıl etkileyeceği üzerine bir ön çalışma yapılmıştır.

Makalenin ikinci bölümünde güç sistemlerinin kararlılık unsurları ve bunların tespitinde kullanılan analiz yöntemleri açıklanmıştır. Üçüncü bölümde ise yük akışının analizi yük akış analizi yöntemleri, bara türleri ve IEEE 14 bara sistemi hakkında bilgiler verilmiştir. Benzetim çalışmalarından elde edilen sonuçların verildiği dördüncü bölümde, sistem kararlılığının yük değişimlerinden nasıl etkilendiği elde edilen veriler kullanılarak açıklanmıştır.

2. SİSTEM KARARLILIĞI UNSURLARI VE ANALİZ YÖNTEMLERİ(SYSTEM STABILITY ELEMENTS AND ANALYSIS METHODS)

Güç sistemlerinin sürekliliği ve değişen çalışma koşulları altında güç akışını düzenli bir şekilde sürdürmesi genel bir kararlılık ifadesi olarak belirtilebilir. Bu sistemlerde gerilim kararlılığı esas problem olsa da gerçek sistemlerde farklı birçok problem meydana gelmektedir. Geniş bir alanda düşünülecek olursa güç sistemlerinin kararsızlığı farklı sebeplerden ve bunların etkisiyle geniş alanlarda daha farklı bozucu etkiler ortaya çıkmaktadır. Güç sistemlerinde kararlılık sınıflandırılıp alt başlıklara Şekil 2.1'deki gibi ayrılabilir [1], [2].



Şekil 1. Güç sistem kararlılığı sınıflandırması

Rotor Açısı Kararlılığı: Birbirine bağlı sistemlerde (enterkonnekte) generatörlerin, herhangi bir bozucu etki sonrasında senkronizasyonda kalabilme becerileridir [1].

Frekans Kararlılığı: Üretilen güç ve sistemdeki yüklerin gücü arasında dengesizlik meydana gelmesi durumunda, güç sisteminin mevcut frekansı sabit tutabilmesidir. Çoğu zaman frekans kararlılığı sorunları, koruma ve kontrol donanımlarının zamanında tepki verememesi veya yeteri kadar üretim yapılamamasından oluşmaktadır.

Gerilim Kararlılığı: Bu kararlılık güç sistemlerde planlanma yapılırken ve sonrasında işletilmesi esnasında dikkat edilmesi gereken en önemli unsurlardan biridir. Bu kararlılık bir sisteminin yük talebi ile orantılı olarak güç sisteminde üretilen güç ve yük merkezlerine ulaştırılan güç dengelerinin sağlanmasıdır. Mevcut güç sistemlerine sürekli olarak yeni ve farklı değerlerdeki yükler ve bu yükleri karşılayabilecek üreteçler ilave edilmektedir. Buna bağlı olarak güç sistemlerinin çalışma şartları sürekli değişmektedir. Sisteme dâhil olan yeni üretim birimleri ve yüklerle rağmen güç sistemindeki gerilim düşümü veya yükselmesi referans alınan sınır değerleri arasında kalıyorsa gerilim kararlılığı sağlanmaktadır. Sistemde bulunan bileşenlerin (bara, generatörler, iletim hatları, trafolar, yükler vb.) bazı durumlarda devre dışı olması, yüklenmedeki artma ile ya da bunlardan farklı olarak gerilim kontrolünün yeterli olmayışıyla gerilim düşümü meydana gelirse sistem kararsız duruma geçecektir. Baralarda ihtiyaç duyulan yük değerindeki artış zamanla değişmektedir. Bu değişkenlikte yük artışına bağlı olarak da bara gerilimi düşme eğilimi gösterir. Baralardaki gerilim değerinin yük artışına bağlı olarak belli bir değerin altına düşmesi sistemin kararlı çalışması açısından büyük önem arz etmektedir. Bu değer bara geriliminin alt sınırıdır. Bu kritik değerin aşılması durumunda sistemde bazı bölgelerin, iletim hatlarının aşırı yüklenmesi, üretimin yetersiz kalması, sistemde bazı elemanların devre dışı kalması gibi durumlar yaşanır. Bu kararsızlık çoğu zaman aşırı yüklenen, yeterli reaktif güce sahip olmayan sistemlerde meydana gelmektedir.

Güç sistemlerinde gerilim kararlılığına etki eden faktörler, yük talebinin artması, iletim hatlarının kapasitesi ve üretilen güç değerleri olarak sıralanabilir. Güç sisteminde kararlılık analizlerinin yapılabilmesi için kararlılığa etki edebilecek değişkenlerin her birinin dikkate alınması gerekmektedir. Gerilim kararsızlığının olduğu sistemlerde sorunun kaynağı genel olarak baralara aşırı yüklerin bağlanması, sistemde üretim yapan generatörlerin yetersiz kalması ve taşıma hatlarının kapasitesinden fazla yüklenmesidir. Gerilim kararlılığını etkileyen ve sistemin kararsızlığa düşmesine sebep olan diğer faktörler:

1. Sistemde üretilen gücün, yük talebine karşılık verememesi,
2. Üretim merkezleri ile yük birimleri arasındaki mesafelerin fazla olması,
3. Gerilimin düşmesi durumunda trafolarla kademelerin değişmesi,
4. Kontrol mekanizmalarının düzgün çalışmaması,
5. Yetersiz reaktif yük dengelemesi

olarak sıralanabilir. Birinci, maddede belirtilen sebeplerden dolayı güç talebi karşılanmadığında aşırı yüklenmeden kaynaklı enerji kaynaklarında gerilim azalmaları meydana gelmektedir. Dolayısıyla güç sisteminin gerilimi de azalmaktadır. Ayrıca ekonomik sebeplerden dolayı, enerji sistemleri maksimum yüklenebilirlik sınırlarında veya yakın değerlerde işletilmektedirler ve her zaman yeni kaynak eklemek mümkün olmamaktadır. Bunun bir sonucu olarak, sistemde kararsızlık meydana gelmektedir. Bu makalede yapılan analizler 14 Baralı bir güç sisteminin gerilim kararlılığı açısından yapılmıştır. Böylelikle sistemde üretilen güç ve yük talebi dengesi incelenmiştir.

2.1. Gerilim Kararlılığı Analizlerinde Kullanılan Metotlar (Methods Used in Stress Stability Analysis)

Gerilim kararlılığı dinamik bir olaydır. Bunun yanında birçok uygulamada sürekli hal çalışma analizleri kullanılmaktadır. Sürekli hal gerilim kararlılığı incelemelerinde, yük akışı denklemleri güç sistemlerini açıklamak amacı ile kullanılır. Literatürde farklı gerilim kararlılığı analiz yöntemleri bulunmakla beraber, bu çalışmalarda bazı yöntemler kullanılarak gerilim kararlılığı için kritik değerlere doğrudan ulaşılmış, bazıları ise değer olarak değil yaklaşımsal olarak referans noktalarına ulaşmıştır. Tablo 1'de gerilim kararlılık analizlerinde kullanılan statik yöntemler gösterilmiştir [15].

Tablo 1. Gerilim kararlılık analizi uygulamalarında statik yöntem çeşitleri ve kullanım amaçları [15]

| Metot/Yöntem | Kullanım amacı |
|------------------------------|--|
| Yük akışı analizi | Yük akış analizi ile güç sistemlerinde bulunan bütün baraların gerilim açısı değerleri, gerilim genlik değerleri, iletim hatlarında akan aktif güçleri ve reaktif güçleri, ayrıca hatlar üzerindeki meydana gelen kayıplar bulunabilir. |
| P-V Eğrileri Q-V Eğrileri | Güç sistemlerinde meydana gelen/gelebilecek gerilim çökmesi olaylarının tespit edilmesinde ve bu gerilim çökme noktasından önce baralar arasında iletilen maksimum gücün hesaplanması için kullanılmaktadır. İhtiyaç duyulan kompanzasyon sistemlerinin hesaplanmasında ve sistem üzerine etkilerinin incelenmesinde kullanılır. |
| Sürekli yük akışı analizi | Sürekli yük akışı analizi güç sistemlerinde işletme noktalarının belirlenmesidir. Sürekli yük akışında çözüm bu işletme noktalarının oluşturduğu dizidir. Yük akışı tekniğinde tahmin düzeltme basamağı esas alınmıştır. |
| L İndisi | Güç sisteminin gerilim kararlılığı ve kararsızlık kritik değerine olan yakınlığı incelenmektedir. |
| Çatallaşma analizi | Yük artışıyla sistemin denge noktalarının çatallaşması ile güç sisteminde kararlılığın kaybolması durumlarını inceler. |
| Bara indirgeme analizi | Bara indirgeme analizi ile ayırık yük akışı yapılır ve tüm baralar için gerilim ve güç değerleri tanımlanır. Bunun için generatörlerin reaktif güç sınırları göz önünde bulundurulur. |

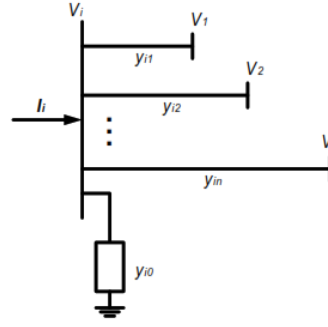
2.1.1. Yük Akış Analizi (Load Flow Analysis)

Bir güç sisteminde yapılan yük akış analizi ile sistemin o andaki genel durumu incelenir. Yük akışı analizi sonucunda sistemde bulunan tüm baraların gerilim genlik değerleri ve gerilim açısı değerleri, baralar arasındaki iletim hatları üzerinden akan aktif ve reaktif güçler ile birlikte hatlar üzerindeki kayıpları belirlenebilmektedir. Bu analize bazı kabuller yapılarak başlanır. Buna kabuller;

1. Güç sistemindeki generatörler ihtiyaç tüm yükleri ve hatlarda meydana gelen kayıpları karşılar.
2. Sürekli hal koşulları altında çalışan güç sistemi üç fazlı ve dengeli yüklenmiştir.

Burada kullanılan güç ifadeleri doğrusal olmayan eşitliklerdir ve bu yüzden eşitliklerin çözümünde en fazla iki yaklaşım kullanılmaktadır. Bu yaklaşımdan ilki Gauss-Seidel, ikincis ise Newton Raphson

algoritmalarıdır. Newton Raphson algoritmasına göre akış denklemlerini çıkartabilmek için bara sayısı i olan örnek bir güç sistemi Şekil 2’de verilmiştir.



Şekil 2. i adet baraya sahip örnek bir güç sistemi

Kirshoff akımlar kanununa göre baraya giren akımlar yazılırsa;

$$I_i = y_{i0}V_i + y_{i1}(V_i - V_1) + y_{i2}(V_i - V_2) + \dots + y_{in}(V_i - V_n) \quad (1)$$

şeklinde olur. Burada admitans değerleri,

$$Y_{ii} = y_{i0} + y_{i1} + y_{i2} + \dots + y_{in} \quad (2)$$

$$Y_{i1} = -y_{i1} \quad (3)$$

$$Y_{i2} = -y_{i2} \quad (4)$$

$$Y_{in} = -y_{in} \quad (5)$$

olarak elde edilir. Akım değerini aşağıdaki denklemlerle buluruz.

$$I_i = Y_{ii}V_i + Y_{i1}V_1 + Y_{i2}V_2 + \dots + Y_{in}V_n \quad (6)$$

veya

$$I_i = Y_{ii}V_i + \sum_{\substack{k=0 \\ k \neq 1}}^n Y_{ik}V_k \quad (7)$$

i . baradan hatta verilen aktif ve reaktif güçler yazılırsa

$$P_i - Q_i = V_i I_i$$

$$I_i = \frac{P_i - jQ_i}{V_i^*} \quad (8)$$

Denklem 7 ve denklem 8 birleştirildiğinde

$$I_i = Y_{ii}V_i + \sum_{\substack{k=0 \\ k \neq 1}}^n Y_{ik}V_k = \frac{P_i - jQ_i}{V_i^*} \quad (9)$$

Bu eşitlikten de baraya ait gerilim değeri bulunmaktadır.

$$V_i = \frac{1}{Y_{ii}} \left[\frac{P_i - jQ_i}{V_i^*} - \sum_{\substack{k=0 \\ k \neq 1}}^n Y_{ik}V_k \right] \quad (10)$$

Denklem 8’den verilen güçler bulunursa aşağıdaki eşitlik elde edilecektir.

$$P_i - jQ_i = |V_i|^2 |Y_{ii}| \cos \theta_{ii} + j |V_i|^2 |Y_{ii}| \sin \theta_{ii} + \sum_{\substack{k=0 \\ k \neq 1}}^n |Y_{ik}| |V_i| |V_k| \cos(\theta_{ik} + \delta_k - \delta_i) + j \sum_{\substack{k=0 \\ k \neq 1}}^n |Y_{ik}| |V_i| |V_k| \sin(\theta_{ik} + \delta_k - \delta_i) \quad (11)$$

Bu denklemlerde

$$Y_{ii} = |Y_{ii}| \angle \theta_{ii}, \quad Y_{ik} = |Y_{ik}| \angle \theta_{ik}, \quad V_i = |V_i| \angle \delta_i, \quad V_i^* = |V_i| \angle -\delta_i, \quad V_k = |V_k| \angle \delta_k$$

Reel ve sanal kısımlar ayrıldığında güç sisteminde baraya giren veya çıkan aktif güçler ve reaktif güçler elde edilmiş olur [16].

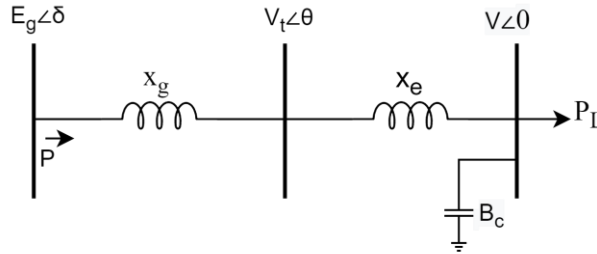
$$P_i = \sum_{k=1}^n |Y_{ik}| |V_i| |V_k| \cos(\theta_{ik} + \delta_k - \delta_i) \quad (12)$$

$$Q_i = - \sum_{k=1}^n |Y_{ik}| |V_i| |V_k| \sin(\theta_{ik} + \delta_k - \delta_i) \quad (13)$$

Bu denklemler kullanılarak tüm güçler bulunup, aynı zamanda sistemdeki kayıplarda hesaplanabilir.

2.1.2. P-V Eğrileri (P-V Curves)

Güç sistemlerinde fazla yüklenme durumuna geçildiğinde veya generatör üretim kapasitesi azaldığında bu bir kararlılık sorununu birlikte getirecektir. Sabit bir güç katsayısı altında hat başı gerilimi belirli bir değerde sabit tutulmak şartıyla, hat sonunda yük barasına bağlı yük ile baradan çekilen aktif güç değeri kademeli olarak artırılır. Bu şekilde hat sonundaki yük barasının gerilim genlik değerinin değişimi gözlemlenir. Bu yöntemle güç sisteminde P-V eğrilerini elde edilmektedir. Sistemin kritik değerlerinden olan yük barasının aktif gücü ve gerilim genlik değeri bulunur. Şekil 3’de tek generatörlü bir yük barası modeli görülmektedir.



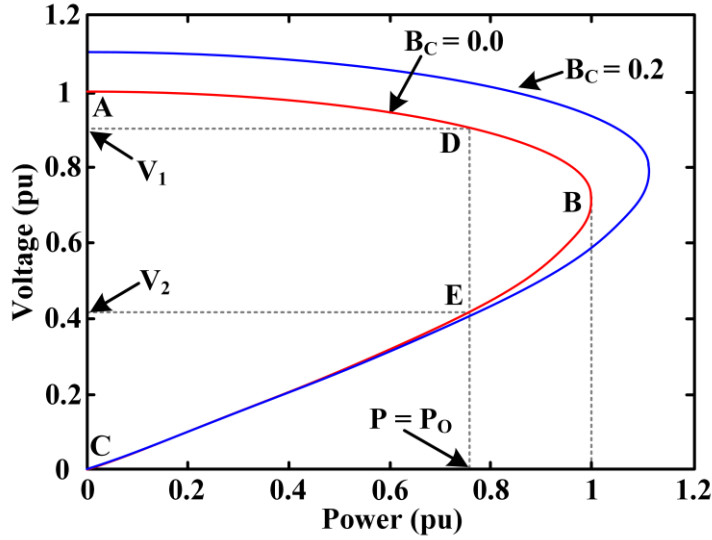
Şekil 3. Tek generatörlü yük barası eşdeğer devresi

Şekil 3’te yer alan eşdeğer devrede, giriş barasının gerilim değeri (E_g), çıkış barasında P_L aktif güç değerine sahip bir yük ve hattın toplam seri reaktansı ($X = X_e + X_g$) görülmektedir. Ayrıca şönt kapasitörü B_c ile ifade edilmiştir. Bu eşdeğer devreden giriş gücü ve yük gerilimi sırasıyla,

$$P = \frac{E_g^2 \sin 2\delta}{2x(1-B_c X)} = P_L \quad (14)$$

$$V = \frac{E_g \cos \delta}{(1-B_c X)} \quad (15)$$

ile hesaplanabilir. B_c nin olmadığı ve 0.2 olduğu durumlar için bir P-V grafiği Şekil 4’te görülmektedir. Burada $E_g=1.0$ pu ve $X=0.5$ pu kabul edilmektedir. $P=P_0$ sabit bir yük gücü için V_1 ve V_2 gerilimleri uygulanmıştır. Literatürde, genellikle yüksek voltajlı çözüm V_1 ’in kararlı olduğu, düşük voltajlı çözüm ise V_2 ’nin kararsız olduğunu belirtilir. Bu ifade, sistem dinamiklerine dayalı bir açıklama gerektirir. P-V eğrisinin (B-C) alt kısmının kararsız olduğunu söylemek yanlış olur. Gerçekte, B-C bölgesi “güç kontrolsüzlüğüne” karşılık gelir ve maksimum yüklenebilirlik B noktası tarafından belirlenir. Güç sisteminde yük barasının aktif güç değeri (B noktası), düzenli olarak kademeli bir şekilde artırılmasıyla belirlenir. Bu nokta sistemin maksimum yüklenebilirlik seviyesini ifade etmektedir.



Şekil 4. P-V grafiği

Bu makalede, Şekil 4'teki P-V grafiği göz önünde bulundurularak maksimum yüklenme oranları her bir güç barası için ayrı ayrı değerlendirilmiştir. Böylece, sistemin bara yük değerlerine bağlı olarak maksimum çalışma kapasiteleri tespit edilmiştir.

3. YÜK AKIŞI ANALİZİ VE IEEE 14 BARA SİSTEMİ (LOAD FLOW ANALYSIS AND IEEE 14 BUS SYSTEM)

Güç akışı hesaplaması, tüm baralardaki gerilim genliğini, açısını ve tüm kollardaki güç akışını hesaplamak için elektrik güç sisteminin kararlı durum analizidir. Yük akış analizi, farklı çalışma koşulları ve ekipman konfigürasyonu altında güç sistemlerinin planlanması, tasarımı ve çalıştırılması sürecinde önemli bir araçtır. Yük akışı hesaplamalarına dayanarak;

- i. Hat yüklenmeleri ve kayıpları
- ii. Generatör yüklenmeleri
- iii. Bara gerilim düşümleri
- iv. İki veya daha fazla şebeke arasındaki güç alışverişi,
- v. Bara ve generatörlerin kararlı çalışma aralığı

gibi farklı sonuçlar tahmin edilebilir. Yük akışı sonuçları genellikle, RMS simülasyonu ve harmonik analizi gibi diğer hesaplamalar için başlangıç durumu olarak gereklidir; ayrıca beklenmedik durum ve güvenilirlik analizi için çoklu yük akışı hesaplaması gereklidir. Güç sistemi üzerinde yapılacak bu analizler için baralar en kritik noktalar olarak tanımlanabilir. Çünkü üreteçlerde üretilen güçler veya yükler baralar üzerinde birleştirilmektedir.

3.1. Bara Tipleri (Busbar Types)

Bir güç sisteminin analiz etmek için ağ baraları üç tipe ayrılarak bilinmeyen değişkenlerin sayısı denklem sayısına indirgenmiştir. Bunlar, Yük baraları (PQ bara), Üretim baraları (PV bara) ve Salınım/Gevşek bara (SL bara) olarak adlandırılır. Bu baralarla ilgili bilinen ve bilinmeyen parametreler Tablo 2'de tanımlanmıştır. Salınım barası (SL), gerilim büyüklüğü ve açısının belirlenen değerde sabit tutulduğu baralardır. Aynı zamanda gevşek bara olarak da adlandırılır. Salınım barasının açısı, şebekede bir referans açısı görevi görür.

Gerilim büyüklüğünün kontrol edildiği veya sabit tutulduğu bara üretim barası veya generatör barası (PV) olarak adlandırılır. Generatör barasında sadece aktif güç ve gerilim büyüklüğü bilinen miktar olarak verilir;

böylece gerilim açısı ve reaktif güç için güç denklemi çözülür. Aktif güç üretimi yapan bir enerji kaynağına bağlı bara genellikle PV bara olarak tanımlanır.

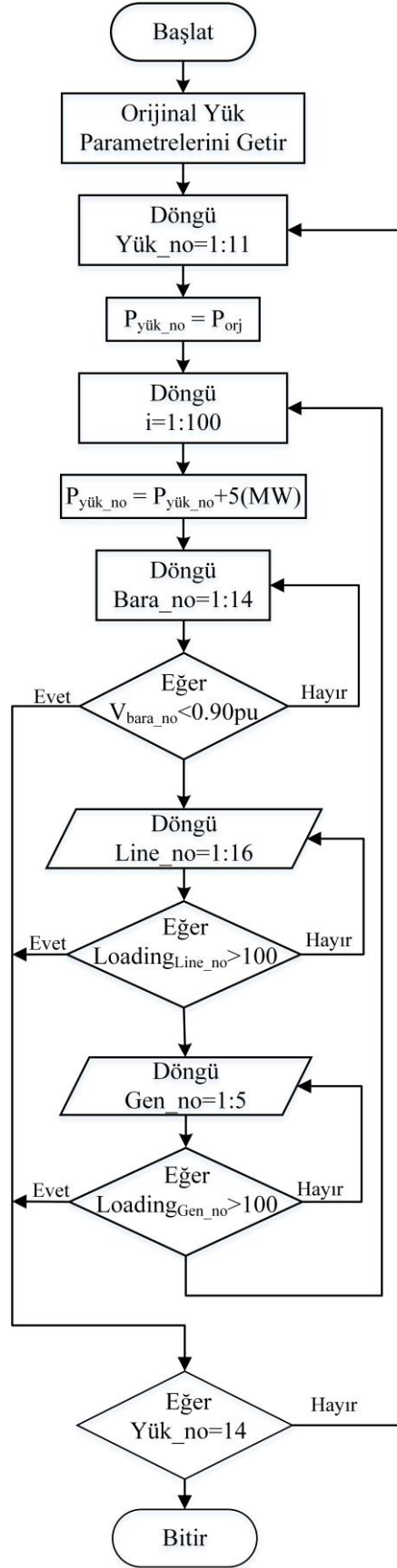
Gerilim büyüklüğü ve açısının kontrol edilmediği veya tanımsız olduğu tüm baralara yük barası (PQ bara) denir. Yük barasına enjekte edilecek veya tüketilecek olan sabit güç verilir; bilinmeyen miktarda gerilim büyüklüğü ve açısı daha sonra hesaplanır.

Tablo 2. Bara tipleri ve ilgili parametreler

| Bara Tipi | Bilinen Parametreler | Bilinmeyen Parametreler |
|---|------------------------------------|--|
| Salınım Barası /Gevşek Bara (Slack Bus) | U, δ (Gerilim ve faz açısı) | P, Q (Aktif ve reaktif güç) |
| Üretim Barası (Genarator Bus) | P, U (Gerilim ve aktif güç) | Q, δ (Reaktif güç ve faz açısı) |
| Yük Barası (Load Bus) | P, Q (Aktif ve reaktif güç) | U, δ (Gerilim ve faz açısı) |

Tanımlarından anlaşılacağı üzere baralarda güç akışının hesaplanması ve analiz edilmesi en önemli unsurdur. Güç akışı Denklemleri (12) ve (13) doğrusal olmayan fonksiyonlardır; bu nedenle, çözümü bulmak için sayısal yineleme yöntemi gereklidir. Doğrusal olmayan denklemi çözmek için farklı yöntemler mevcuttur, ancak yük akışı hesaplaması benzetim ortamında DIgSILENT PowerFactory programında, yük akışı çözümünü hesaplamak için Newton–Raphson yöntemi kullanılmaktadır. Böylece güç sistemi üzerindeki hat yüklenmeleri, generatör yüklenmeleri, bara gerilim değerleri düşmeleri ve yüklenmeleri görülmektedir.

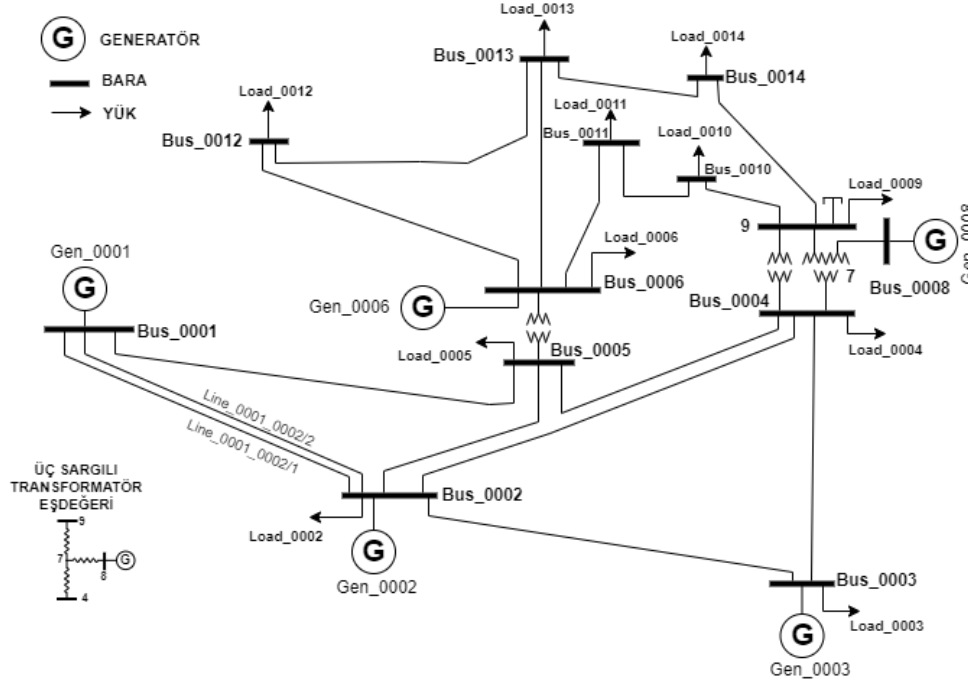
Bu çalışmada, güç akışının yüklerin değerine bağlı olarak incelenmesi için bir Python kod dizimi kullanılmıştır. Kod dizimine ait akış diyagramı Şekil 5'te verilmiştir. Öncelikle, IEEE 14 bara sisteminde tanımlı yüklerin standart değerleri DIgSILENT PowerFactory programında yer alan modelden alınmaktadır. Tüm yüklerin (Bkz. Tablo 5) değerlerini sırayla artırmak için yazılım ilk döngüye girmektedir. Devamında, yük değerini artırmadan önce standart değer $P_{yük_no}$ değişkenine atanarak başlangıç yüklenme seviyesi belirlenmektedir. İkinci döngüde ise yükün değeri 5'er MW artırılmaktadır. Yük değerinin her artışı için bara gerilim değeri (V_{bara_no}), hat yüklenme oranı ($Loading_{Line_no}$) ve generatör yüklenme ($Loading_{Gen_no}$) oranlarının sınırların içerisinde olup olmadığı sınanmaktadır. Eşik değerinin dışına çıkan bir parametre olduğunda sonraki yük için aynı işlemler yapılmak üzere kod dizimi ilk döngüye geçiş yapmaktadır. Böylece, tüm yükler için kritik seviyeler belirlenmektedir.



Şekil 5. Python kod dizimi akış şeması

3.2. IEEE 14 Bara Sistem Modeli ve Özellikleri (IEEE 14 Busbar System Model and Features)

Bu çalışmada, IEEE 14 bara sistemine ek yükler dahil edilerek maksimum yüklenme kapasiteleri belirlenmiştir. IEEE 14 bara sistem modeli Şekil 6’da verilmiştir. IEEE 14 baralı standart test sisteminde 5 baraya generatör bağlanarak üretim (PV) ve diğer 9 baraya yük bağlanarak yük (PQ) barası olarak belirlenmiştir. Ayrıca IEEE 14 baralı güç sisteminde toplam 16 hat bulunmaktadır.



Şekil 6. IEEE 14 Baralı test sistemi

Bara sisteminin standart değerleri aşağıdaki tablolarda sunulmuştur. Tablo 3’te IEEE 14 bara güç sistemine ait baraların parametre değerlerini, Tablo 4’te güç sisteminin hat parametre değerlerini, Tablo 5’te güç sisteminin yük parametre değerlerini, Tablo 6’da güç sisteminde yer alan generatör baralarının parametreleri verilmiştir.

Tablo 3. IEEE 14 bara parametreleri

| Bara No | Bara tipi | Bara aktif gücü (MW) | Bara reaktif gücü (Mvar) | Bara gerilim genliği (pu) | Bara gerilim açısı | Bara geriliminin üst eşik değeri (pu) | Bara geriliminin alt eşik değeri (pu) |
|---------|-----------|----------------------|--------------------------|---------------------------|--------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|
| 1 | SB | 0 | 0 | 1.06 | 0 | 1.06 | 0.94 |
| 2 | PV | 21.7 | 12.7 | 1.04 | -4.98 | 1.06 | 0.94 |
| 3 | PV | 94.2 | 19 | 1.01 | -12.7 | 1.06 | 0.94 |
| 4 | PQ | 47.8 | -3.9 | 1.01 | -10.3 | 1.06 | 0.94 |
| 5 | PQ | 7.6 | 1.6 | 1.02 | -8.78 | 1.06 | 0.94 |
| 6 | PV | 11.2 | 7.5 | 1.07 | -14.2 | 1.06 | 0.94 |
| 7 | PQ | 0 | 0 | 1.06 | -13.4 | 1.06 | 0.94 |
| 8 | PV | 0 | 0 | 1.09 | -13.4 | 1.06 | 0.94 |
| 9 | PQ | 29.5 | 16.6 | 1.05 | -14.9 | 1.06 | 0.94 |
| 10 | PQ | 9 | 5.8 | 1.05 | -15.1 | 1.06 | 0.94 |
| 11 | PQ | 3.5 | 1.8 | 1.05 | -14.8 | 1.06 | 0.94 |
| 12 | PQ | 6.1 | 1.6 | 1.05 | -15.1 | 1.06 | 0.94 |
| 13 | PQ | 13.5 | 5.8 | 1.05 | -15.2 | 1.06 | 0.94 |
| 14 | PQ | 14.9 | 5 | 1.03 | -16 | 1.06 | 0.94 |

Tablo 4. IEEE 14 bara hat bilgileri

| Hat adı | Hat no | | R (mΩ/m) | X (mΩ/m) | Z (mΩ/m) |
|------------------|------------------|------------------|-------------|-------------|-------------|
| | Hat başı bara no | Hat sonu bara no | | | |
| Line_0001_0002/1 | 1 | 2 | 6.753 | 20.619 | 21.697 |
| Line_0001_0002/2 | 1 | 2 | 6.753 | 20.619 | 21.697 |
| Line_0001_0005 | 1 | 5 | 9.414 | 38.862 | 39.986 |
| Line_0002_0003 | 2 | 3 | 8.187 | 34.494 | 35.452 |
| Line_0002_0004 | 2 | 4 | 10.125 | 30.722 | 32.347 |
| Line_0002_0005 | 2 | 5 | 9.922 | 30.296 | 31.880 |
| Line_0003_0004 | 3 | 4 | 11.675 | 29.800 | 32.005 |
| Line_0004_0005 | 4 | 5 | 2.326 | 7.337 | 7.697 |
| Line_0006_0011 | 6 | 11 | 1.034 | 2.166 | 2.400 |
| Line_0006_0012 | 6 | 12 | 1.338 | 2.785 | 3.090 |
| Line_0006_0013 | 6 | 13 | 0.720 | 1.418 | 1.591 |
| Line_0009_0010 | 9 | 10 | 0.346 | 0.920 | 0.983 |
| Line_0009_0014 | 9 | 14 | 1.384 | 2.944 | 3.253 |
| Line_0010_0011 | 10 | 11 | 0.893 | 2.091 | 2.274 |
| Line_0012_0013 | 12 | 13 | 2.405 | 2.176 | 3.244 |
| Line_0013_0014 | 13 | 14 | 1.861 | 3.789 | 4.222 |

Tablo 5. IEEE 14 bara yük bilgileri

| Yük Bilgileri | | | |
|----------------------|-----------|-----------------|---------------------|
| Bağlı olduğu bara No | Yük adı | Aktif gücü (MW) | Reaktif gücü (Mvar) |
| 2 | Load_0002 | 21.7 | 12.7 |
| 3 | Load_0003 | 94.2 | 19 |
| 4 | Load_0004 | 47.8 | -3.9 |
| 5 | Load_0005 | 7.6 | 1.6 |
| 6 | Load_0006 | 11.2 | 7.5 |
| 9 | Load_0009 | 29.5 | 16.6 |
| 10 | Load_0010 | 9 | 5.8 |
| 11 | Load_0011 | 3.5 | 18 |
| 12 | Load_0012 | 6.1 | 1.6 |
| 13 | Load_0013 | 13.5 | 5.8 |
| 14 | Load_0014 | 14.9 | 5 |

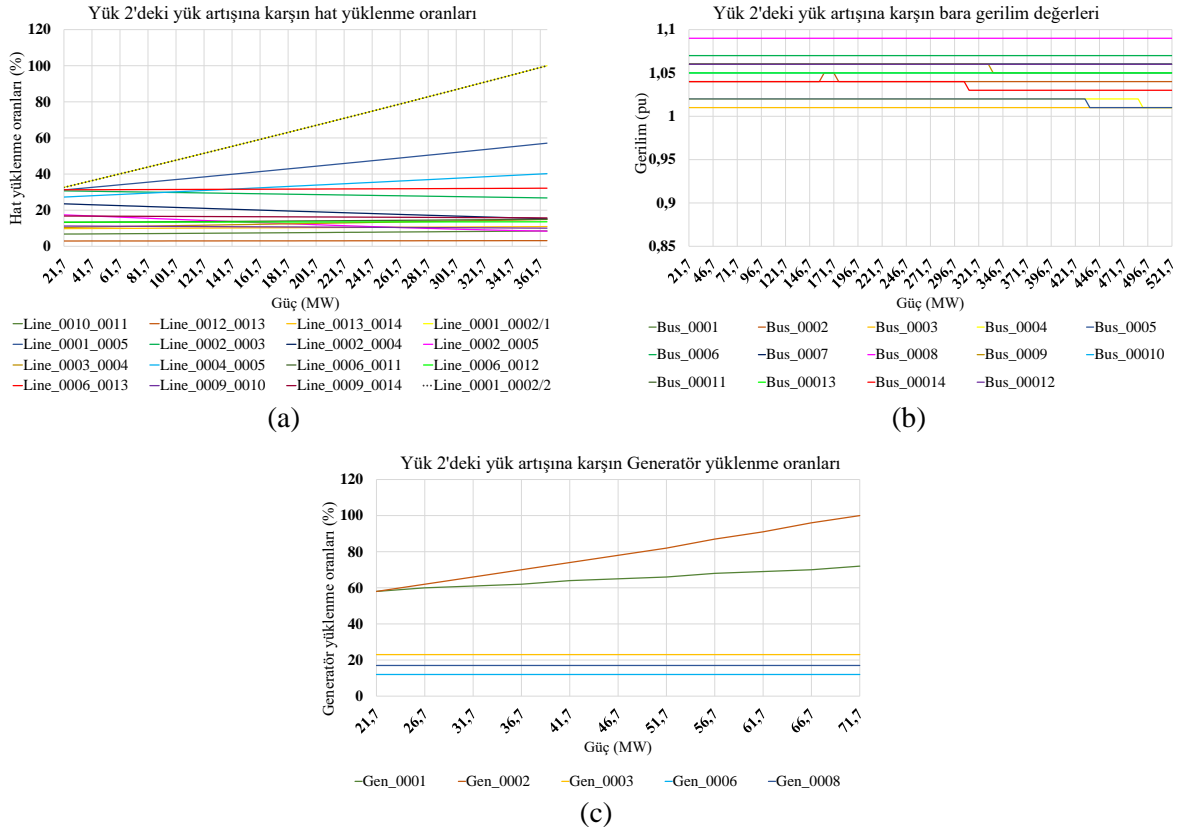
Tablo 6. IEEE 14 bara generatör bilgileri

| Bağlı olduğu bara No | Generatör adı | Aktif gücü (MW) | Gerilim değeri (pu) | Maksimum Aktif Gücü (MW) | Minimum Aktif Gücü (MW) | Reaktif Gücü (Mvar) | Maksimum Reaktif Gücü (Mvar) | Minimum Reaktif Gücü (Mvar) |
|----------------------|---------------|-----------------|---------------------|--------------------------|-------------------------|---------------------|------------------------------|-----------------------------|
| 1 | Gen_0001 | 232.4 | 1.06 | 200 | 50 | -16.9 | 100 | -40 |
| 2 | Gen_0002 | 40 | 1.04 | 80 | 20 | -42.4 | 50 | -40 |
| 3 | Gen_0003 | 0 | 1.01 | 50 | 15 | -23.4 | 40 | 0 |
| 6 | Gen_0006 | 0 | 1.07 | 35 | 10 | 12.2 | 24 | -6 |
| 8 | Gen_0008 | 0 | 1.09 | 30 | 10 | 17.4 | 24 | -6 |

4. BENZETİM SONUÇLARI (SIMULATION RESULTS)

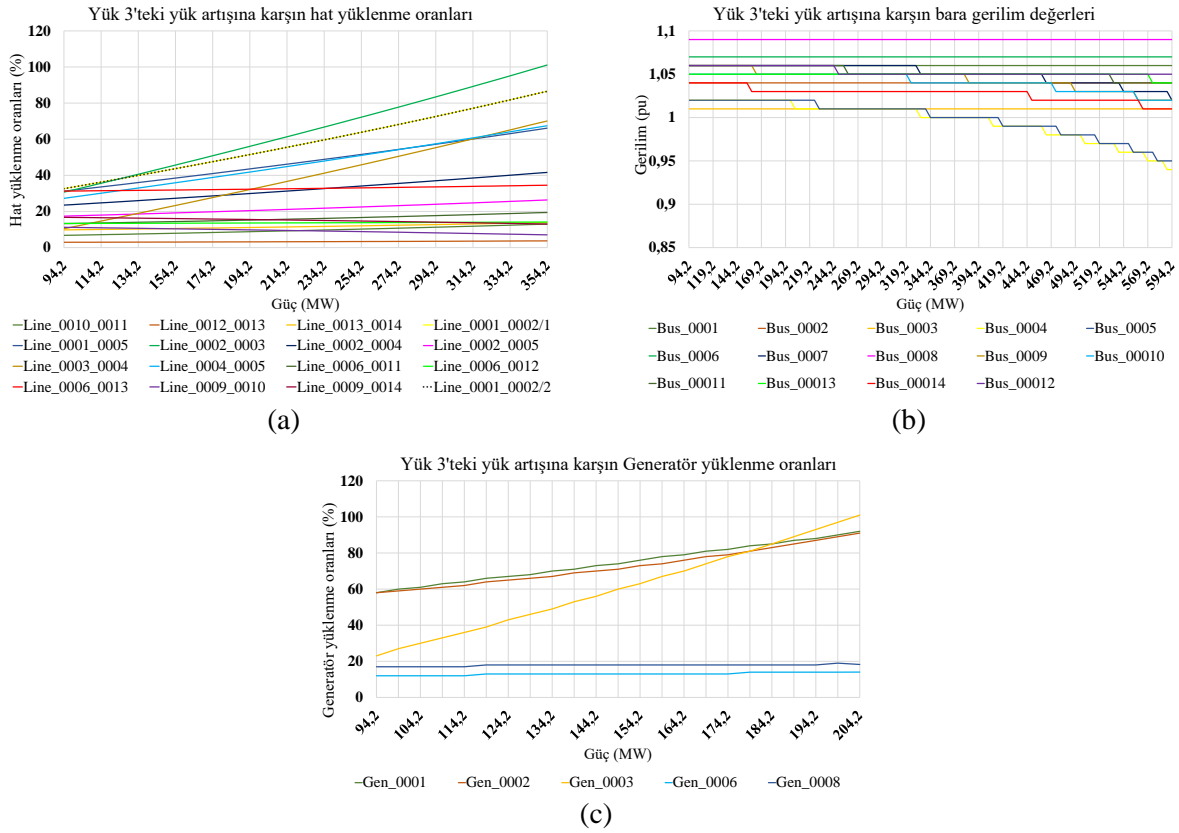
Şekil 6'da yer alan IEEE 14 bara sistemi modeli Tablo 3-6'da verilen parametreler kullanılarak DIGSILENT PowerFactory ortamında oluşturulmuştur. Yüklenme kapasitesinin belirlenmesi için, farklı baralara bağlı Tablo 5'teki 11 adet yükün değeri ayrı ayrı artırılarak sistem analizi gerçekleştirilmiştir. Elde edilen benzetim sonuçları doğrultusunda her yük artışına karşılık hat, bara ve generatörlerdeki yüklenme oranları incelenmiştir. Dolayısıyla, her yük artışının sistem kararlılığına etkisi elde edilmiştir. Bu veriler doğrultusunda, baralara bağlanacak yükün maksimum değeri sistem kararlılığı göz önünde bulundurularak tespit edilmiştir. Bu çalışmada, hatların maksimum yüklenme değeri %100, bara gerilim eşik değerleri ± 0.1 pu, maksimum generatör yüklenme oranı ise %100 olacak şekilde sistem kararlılığı sınırları belirlenmiştir.

Bara 2'ye bağlı yük değerindeki artışın sistem parametreleri üzerindeki etkisi Şekil 7'de verilmiştir. Şekil 7(a)'da yer alan grafikte görüldüğü üzere, IEEE 14 bara sisteminde 21.7MW olan Yük 2 (Load_002) değeri 361.7MW'a yükselinceye kadar tüm hat yüklenme oranları sınır değer (100%) altında kalmaktadır. Ancak, bu durum ilgili yük değerinin maksimum değerini belirlemede yeterli olmayıp, sistem kararlılığı ve bağlı alıcıların normal çalışma koşullarını sürdürmesi açısından bara gerilimlerinin de incelenmesi gerekmektedir. Şekil 7(b)'de verilen sonuçlardan görüldüğü üzere, bara gerilimleri geniş bantta yapılan güç değişiminden çok az oranda etkilenmektedir. Bununla birlikte incelenmesi gereken diğer bir husus ise sistemde yer alan enerji kaynaklarının yeterliliğidir. Şekil 7(c)'de verilen sonuçlardan görüldüğü üzere, Yük 2'nin değeri 71.7MW'a ulaştığında Generatör 2'nin (Gen_0002) yüklenme oranı maksimum olmaktadır. Daha önce bahsedildiği üzere, yük değerinin sınırı belirlenirken Şekil 7'de yer alan üç unsur birlikte değerlendirilmelidir. Dolayısıyla, sistem çalışma limitleri en erken Şekil 7(c)'deki generatör yüklenme oranları açısından aşıldığı için, Yük 2'nin olabilecek maksimum değeri 71.7MW'tan küçük seçilmelidir. Diğer bir deyişle, Yük 2'nin bulunduğu baraya 50MW'tan küçük olacak şekilde yük eklemek IEEE 14 bara sisteminin çalışmasını bozmamaktadır.



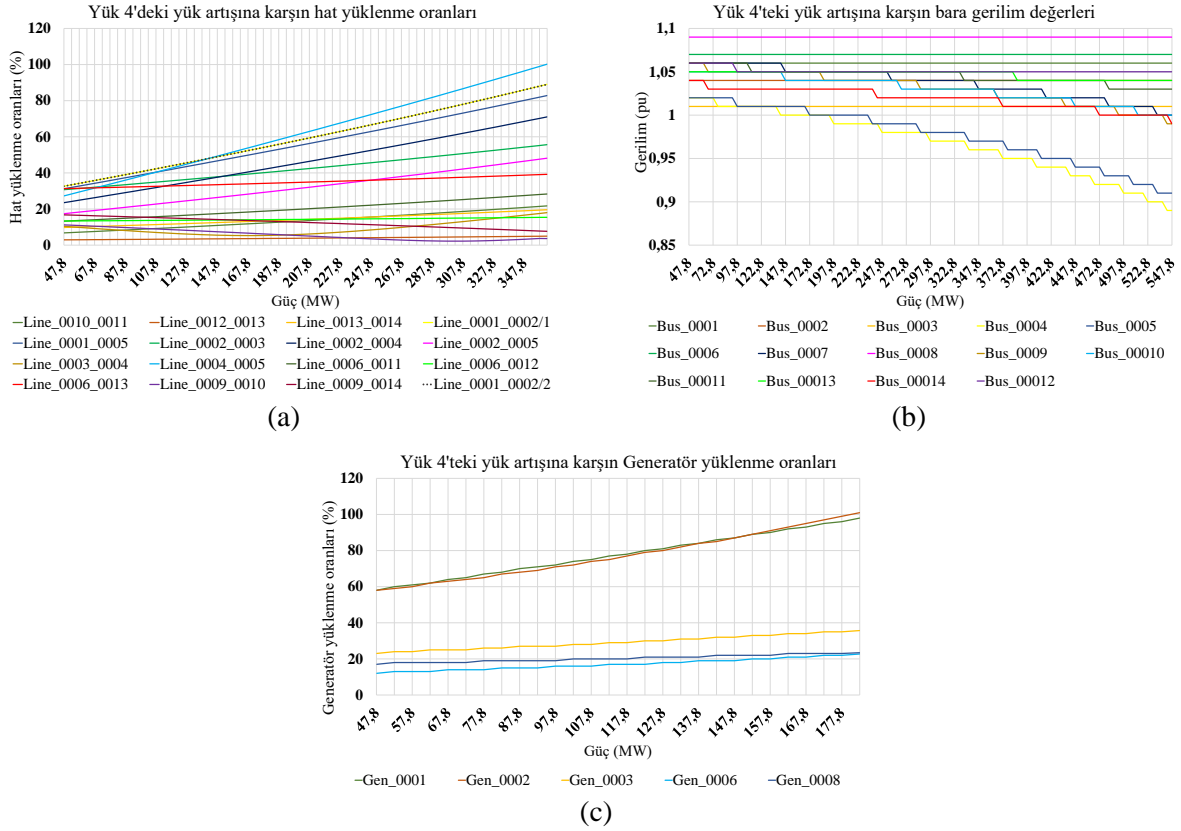
Şekil 7. Bara 2'ye (Bus_0002) bağlı yük (Load_0002) değerindeki artışın sistem parametreleri üzerindeki etkisi, a: Hat yüklenme oranları, b: Bara gerilim değerleri, c: Generatör yüklenme oranları

Bara 3'e bağlı yük (Load_0003) değerindeki artışın sistem parametreleri üzerindeki etkisi Şekil 8'de verilmiştir. IEEE 14 bara sisteminde 94,2MW olan Yük 3 değeri 5MW'lık artırımlarla hat yüklenmesi, generatör yüklenmesi ve bara gerilim düşümleri kademeli olarak izlenmiştir. Bu farklı yük değerlerinde ortaya çıkan durumlar incelenecek olursa; Şekil 8(a)'da verilen sonuçlara göre bara yük değeri 354,2MW'a yükselince Bara 2 ve Bara 3 arasındaki iletim hattı olan Line_0002-0003 hat yüklenme oranı sınır değerine çıkmaktadır. Bu yük artışları ile Şekil 8(b)'de verilen sonuçlara bakacak olursak, bara gerilimleri de etkilenmektedir. Buna göre Yük 2 değeri 594.2MW olduğunda Bara 4 gerilim değeri 0.95pu altına düşerek eşik değer altına düşmektedir. Son olarak Şekil 8(c)'de verilen sonuçlara bakacak olursak Yük 3, 204.2MW değerine ulaştığında Generatör 3'ün(Gen_0003) yüklenme oranı maksimum olmaktadır. Bu üç durum birlikte değerlendirildiğinde IEEE 14 bara sisteminde Yük 3 başlangıç değeri 94.2MW olarak alındığında sistemin kararlı çalışması için maksimum 204MW'lık bir yük altında çalıştırılması gerekmektedir. Bu sonuca göre Bara 3'e eklenebilecek maksimum yük miktarı 110MW görülmektedir. Sonuç olarak, Bara 3'e bağlı yük değerinin artışı sonucunda kritik seviyeyi aşan ilk bileşenin generatör yüklenme oranı olduğu belirtilebilir.



Şekil 8. Bara 3 (Bus_0003)'e bağlı yük (Load_0003) değerindeki artışın sistem parametreleri üzerindeki etkisi, a: Hat yüklenme oranları, b: Bara gerilim değerleri, c: Generatör yüklenme oranları

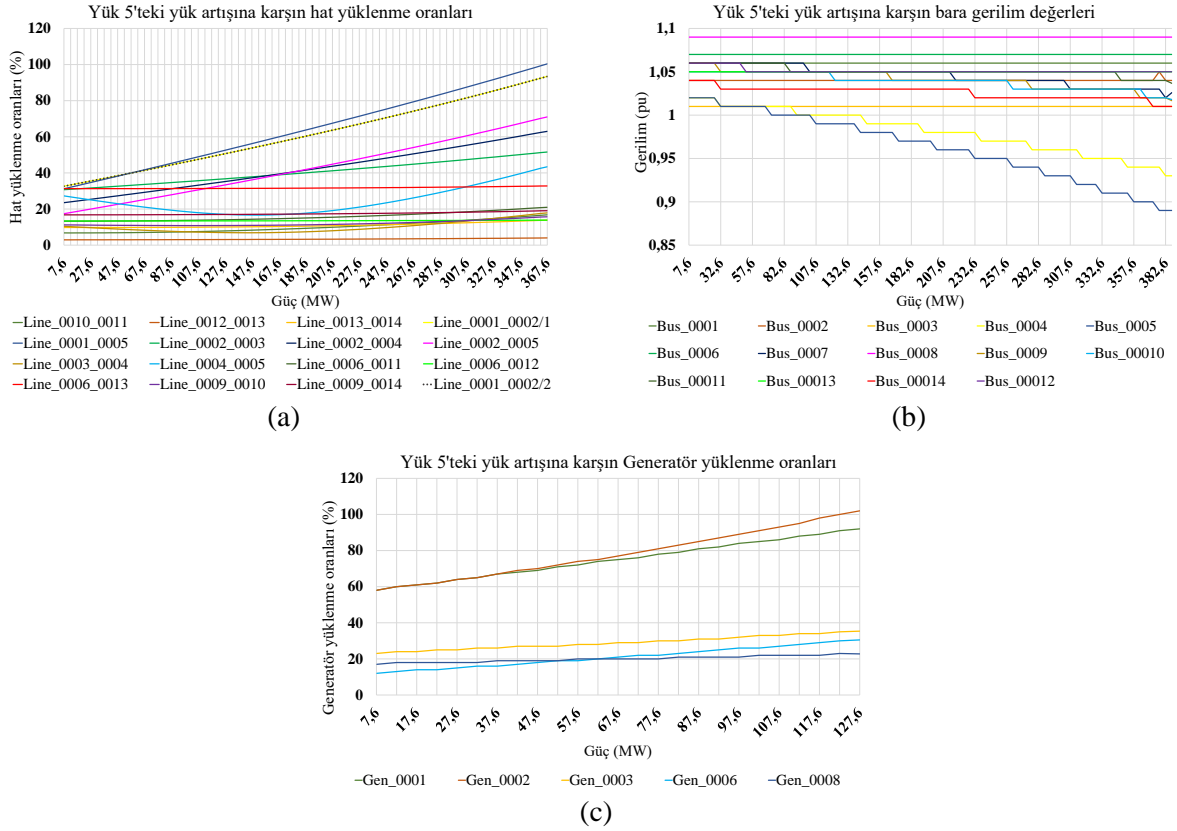
Önceki testlerde olduğu üzere, Bara 4'e (Bus_0004) bağlı yük (Load_0004) değerindeki artışın sistem parametreleri üzerindeki incelenmiş ve sonuçlar Şekil 9'da verilmiştir. IEEE 14 bara sisteminde 47,8MW olan Yük 4 değerinde kademeli artış yapılarak elde edilen Şekil 9(a)'dan görüldüğü üzere, özellikle 4 numaralı baraya bağlantısı olan hatlardaki yüklenme oranları daha fazladır. Artışlar gözlemlendiğinde 362.8MW yük değerine ulaşıldığında, Line_0004_0005 hattında yüklenme oranı %100,21 olmaktadır. Şekil 9(b)'de ise 547,8MW değerinde Bara 4'ün gerilim değeri 0,89pu'a düşmüştür. Şekil 9(c)'deki generatör yüklenme oranlarına bakıldığında, Yük 4'ün değeri 182.9 MW'a ulaştığında Gen_0002 generatörünün yüklenme oranı %101 olmaktadır. Önceki sonuçlarda yapılan çıkarımlara benzer şekilde, sistemin kararlı çalışması için Bara 4'e eklenebilecek maksimum yük değerinin 182 MW olabileceği söylenebilir. Önceki sonuçlara benzer olarak, Bara 4'ün yüklenme seviyesini sınırlayan ilk faktörün generatör yüklenme oranı olduğu söylenebilir.



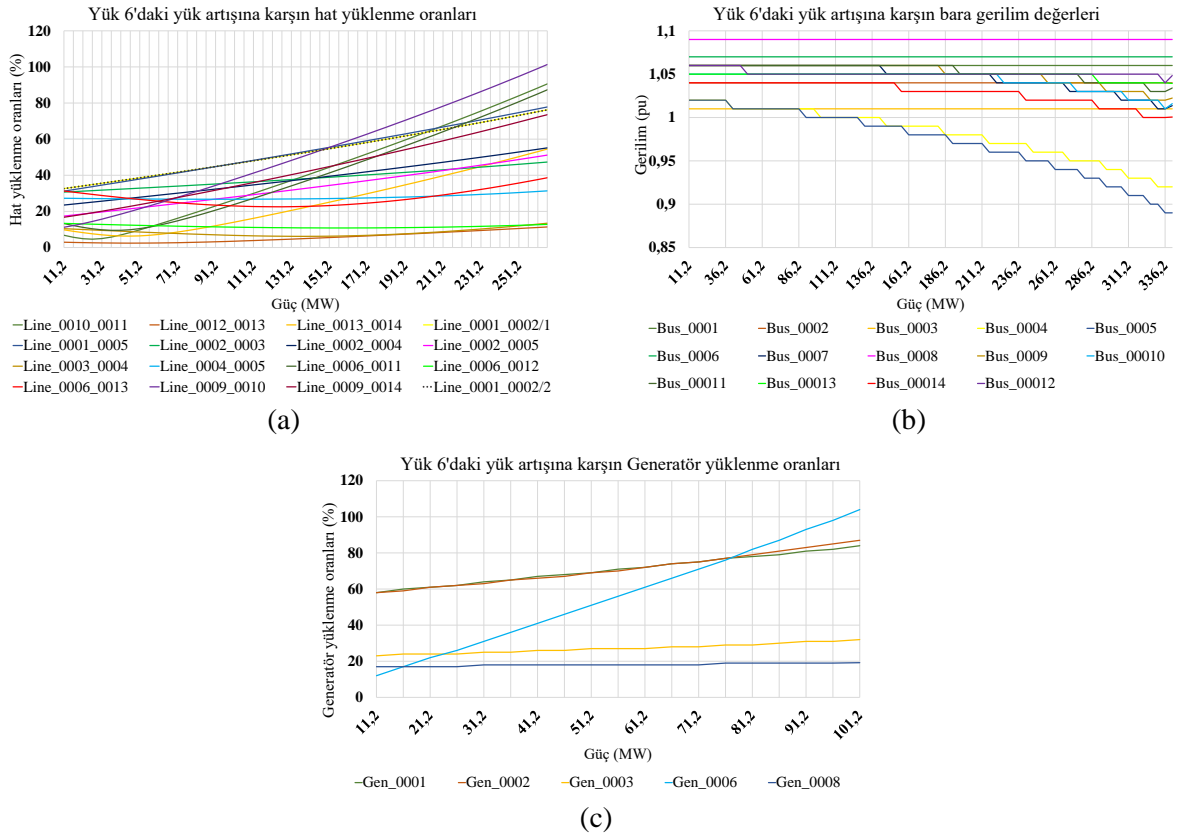
Şekil 9. Bara 4 (Bus_0004)'e bağlı yük (Load_0004) değerindeki artışın sistem parametreleri üzerindeki etkisi, a: Hat yüklenme oranları, b: Bara gerilim değerleri, c: Generatör yüklenme oranları

Bara 5'e (Bus_0005) bağlı yük (Load_0005) değerindeki artışın sistem parametreleri üzerindeki etkisi Şekil 10'da verilmiştir. Bara 5'e bağlı standart yük değeri 7.6 MW olan Yük 5, kademeli artırılarak elde edilen hat yüklenme oranlarından (Şekil 10(a)) görüldüğü üzere, yük değeri 367.6 MW'a çıktığında Line_0001_0005 hattında yüklenme oranı %100.4 olmaktadır. Şekil 10(b)'de Yük 5'in değeri 387.6MW değere ulaştığında Bara 5'in gerilim değeri 0,89pu'a düşmüştür. Şekil 10(c)'de verilen generatör yüklenme oranlarına bakıldığında ise Yük 5'in değeri 127.6 MW'a ulaştığında Gen_0002 generatörünün yüklenme oranı %102 olmaktadır. Bu durumda sistemin kararlı çalışması için Yük 5'in alabileceği maksimum değer 127MW görülmektedir. Bu test için ise sınırlayıcı faktörün generatör yüklenme oranı olduğu belirtilebilir.

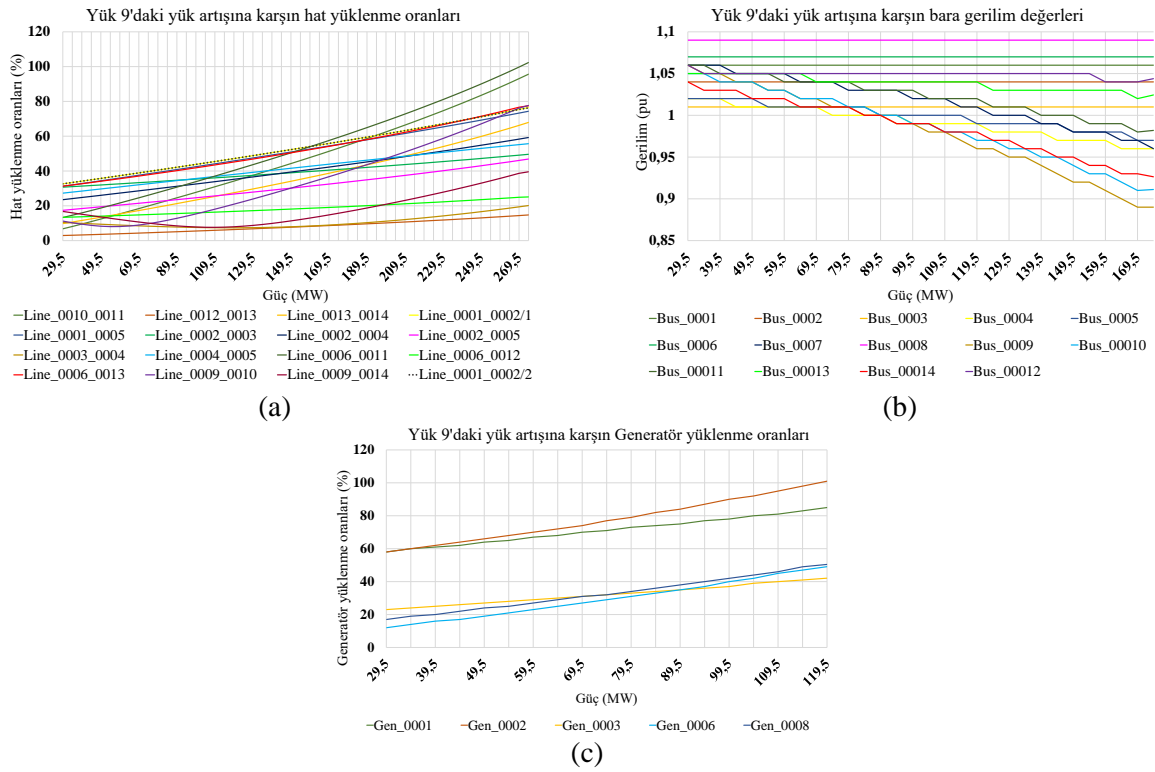
Bara 6 (Bus_0006)'ya bağlı yük (Load_0006) değerindeki artışın sistem parametreleri üzerindeki etkisi Şekil 11'de verilmiştir. IEEE 14 bara sisteminde Bara 6'ya bağlı 11.2 MW olan Yük 6 değerinde kademeli artış değerleri incelendiğinde; Şekil 11(a)'da yük değeri 266.2MW'a çıktığında Line_0009_0010 hattında yüklenme oranı %101.34 olmaktadır. Şekil 11(b)'de Yük 6'nın değeri 341.2MW'a ulaştığında Bara 5'in gerilim değeri 0,89pu'a düşmüştür. Şekil 11(c)'de generatör yüklenme oranları ise, Yük 6'nın değeri 101.2 MW iken Gen_0006 generatörü yüklenme oranı %104 olmaktadır. Bu durumda sistemin kararlı çalışması için Yük 6'da maksimum 100MW değere çıkılabileceği görülmektedir. Önceki testlere benzer olarak, bu durumda da sınırlayıcı faktörün generatör yüklenme oranı olduğu belirtilebilir.



Şekil 10. Bara 5 (Bus_0005)'e bağlı yük (Load_0005) değerindeki artışın sistem parametreleri üzerindeki etkisi, a: Hat yüklenme oranları, b: Bara gerilim değerleri, c: Generatör yüklenme oranları



Şekil 11. Bara 6 (Bus_0006)'ya bağlı yük (Load_0006) değerindeki artışın sistem parametreleri üzerindeki etkisi, a: Hat yüklenme oranları, b: Bara gerilim değerleri, c: Generatör yüklenme oranları

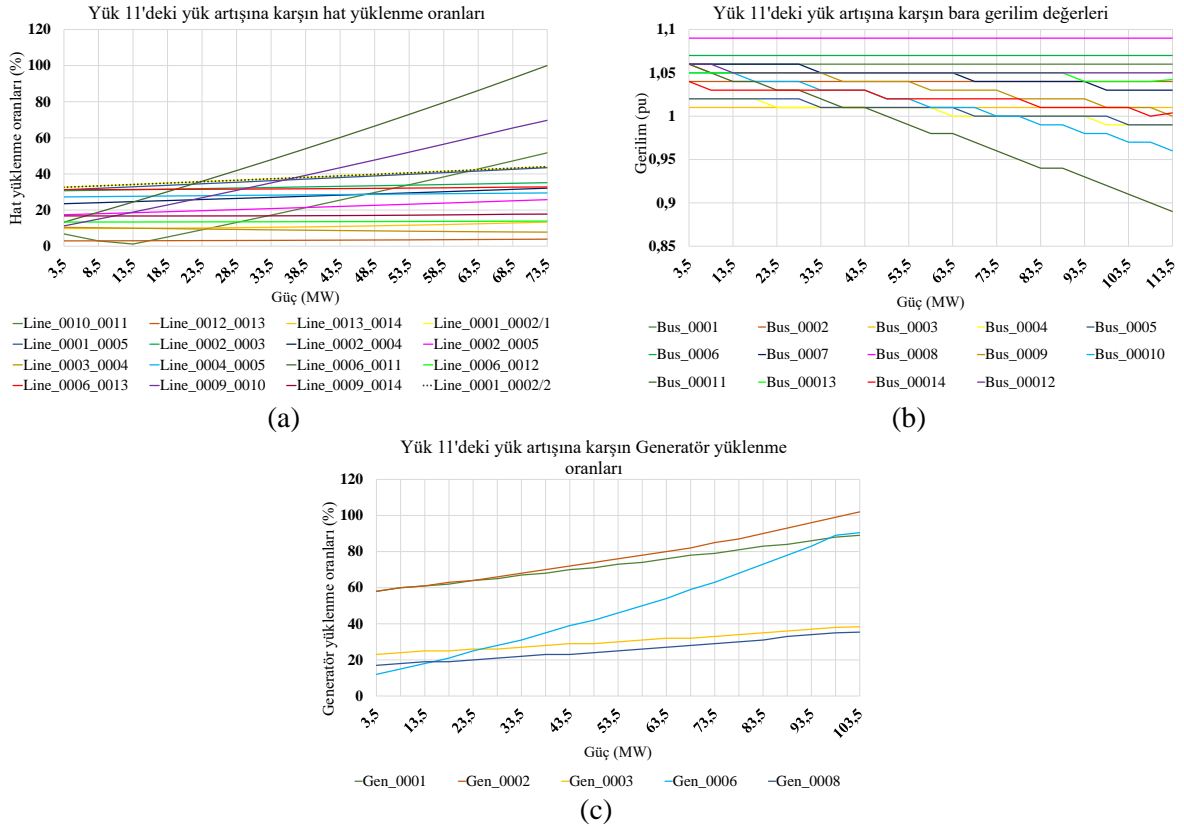
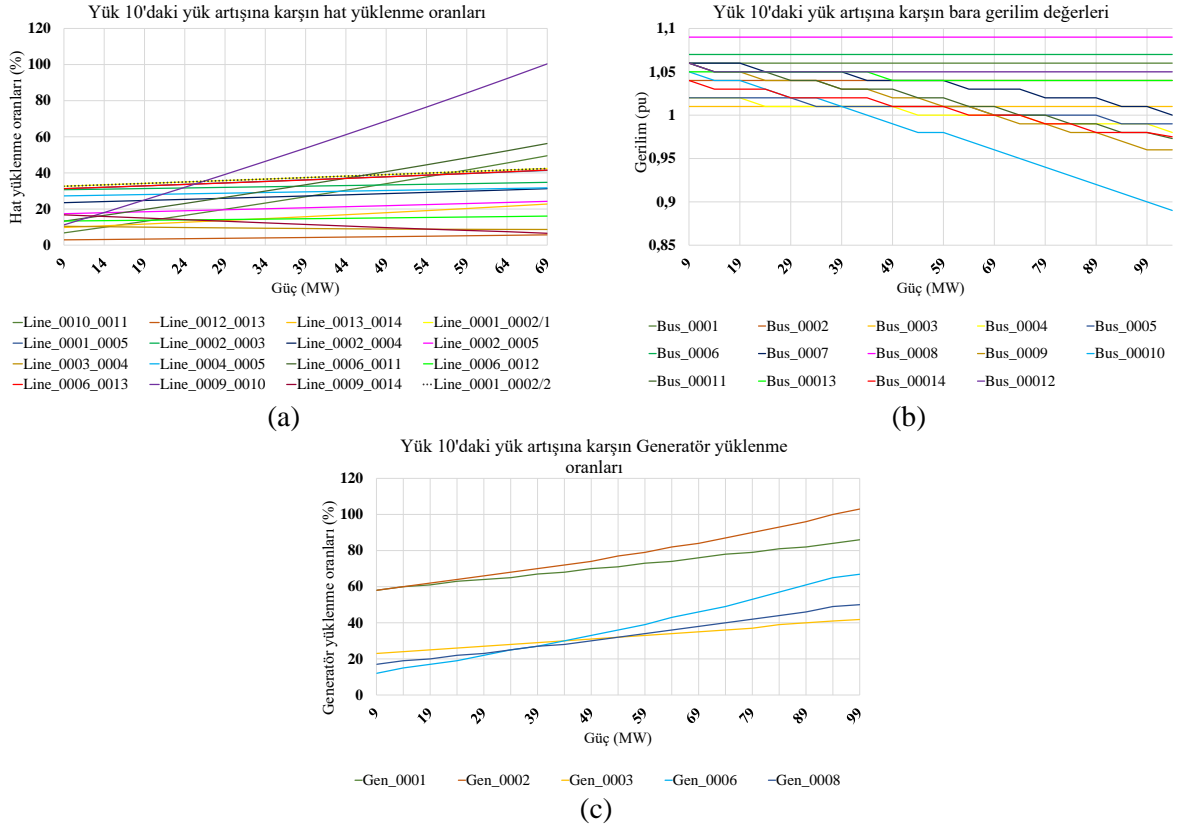


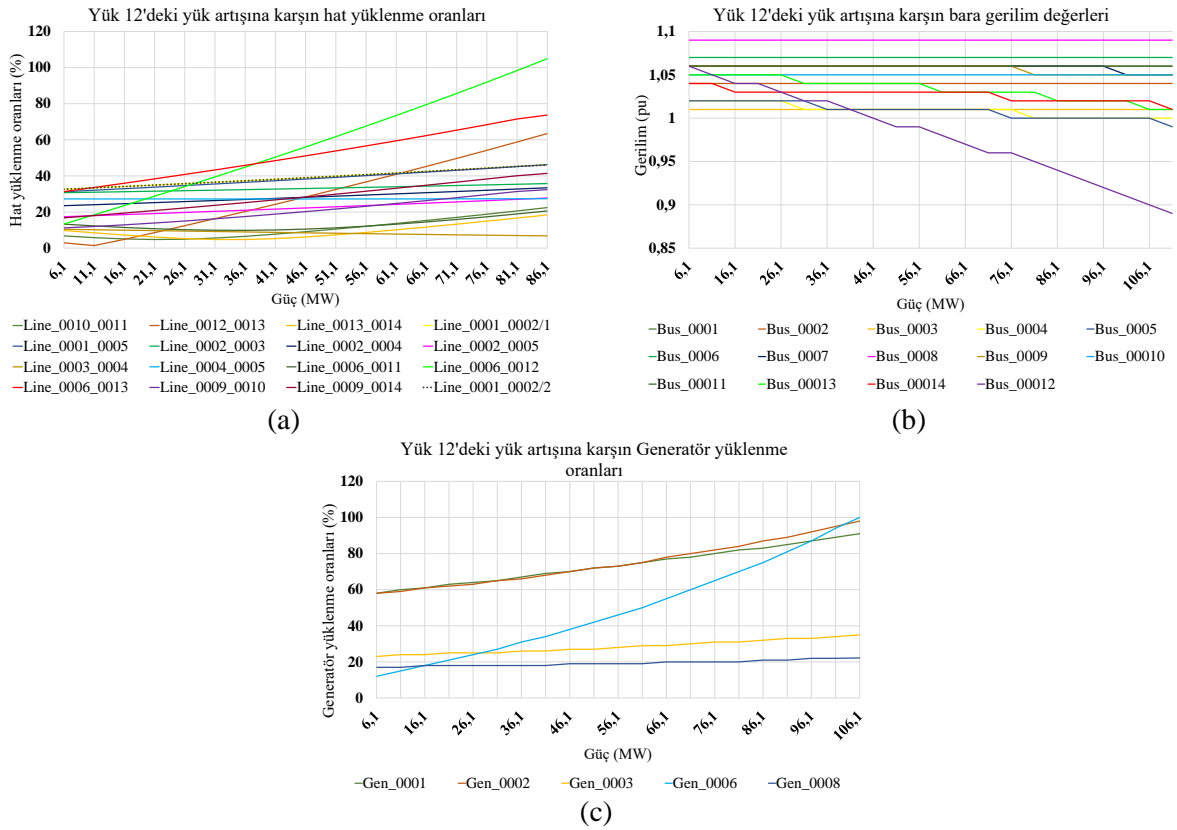
Şekil 12. Bara 9 (Bus_0009)'a bağlı yük (Load_0009) değerindeki artışın sistem parametreleri üzerindeki etkisi, a: Hat yüklenme oranları, b: Bara gerilim değerleri, c: Generatör yüklenme oranları

Bara 9 (Bus_0009)'a bağlı yük (Load_0009) değerindeki artışın sistem parametreleri üzerindeki etkisi Şekil 12'de verilmiştir. Bara 9'a bağlı 29.5 MW olan Yük 9 değerinde kademeli artış değerleri incelendiğinde; Şekil 12(a)'da yük değeri 274.5MW'a kadar artırıldığında Line_0006_0011 hattında yüklenme oranı %102.35 olmaktadır. Şekil 12(b)'de Yük 9'un değeri 174.5 MW'a ulaştığında Bara 9'un gerilim değeri 0,89pu'a düşmüştür. Kademeli yük artışına bağlı olarak Şekil 12(c)'de generatör yüklenme oranları incelendiğinde ise, Yük 9'un değeri 119.5 MW iken Gen_0002 generatörü yüklenme oranı %101 seviyelerine çıkmaktadır. Bu üç durum birlikte değerlendirildiğin sistemin kararlı çalışması için Yük 9'da maksimum yük artışının 119 MW değere kadar olabileceği görülmektedir. Bu durum için de sınırı aşan ilk değer generatör yüklenme oranı olmuştur.

Bara 10 (Bus_0010)'a bağlı yük (Load_0010) değerindeki artışın sistem parametreleri üzerindeki etkisi Şekil 13'te verilmiştir. Bara 10'a bağlı 9 MW olan Yük 10 değerinde kademeli artış değerleri incelendiğinde; Şekil 13(a)'da yük değeri 69 MW'a kadar artırıldığında Line_0009_0010 hattında yüklenme oranı %100.38 olmaktadır. Şekil 13(b)'de Yük 10'un değeri 104 MW'a kadar artırıldığında Bara 10'un gerilim değeri 0,89pu'a düşmüştür. Şekil 13(c)'de Yük 10'un değeri 99 MW iken Gen_0002 generatörü yüklenme oranı ise %102 seviyelerinde olmaktadır. Şekil 13'teki grafiklerde sistem çalışma limitleri değerlendirildiğinde Yük 10 için üst limit değeri 69 MW olarak görülmektedir. Bu test neticesinde önceki test durumlarından farklı olarak hat yüklenme oranının sınırlayıcı faktör olduğu tespit edilmiştir. Bunun nedeni ise ilgili baraya bağlı herhangi bir generatörün bağlı olmayışı ve diğer generatörlere olan mesafesidir.

Bara 11 (Bus_0011)'e bağlı yük (Load_0011) bağlı yük değerindeki artışın sistem parametreleri üzerindeki etkisi Şekil 14'te verilmiştir. Standart olarak 9MW olan Yük 11'in değeri kademeli olarak artırılarak elde edilen sonuçlar incelendiğinde; Şekil 14(a)'da verilen sonuçlara göre baraya bağlı yük değeri 73.5MW'a yükseldiğinde Bara 6 ve Bara 11 arasındaki iletim hattı olan Line_0006_0011 hat yüklenme oranı sınır değerinin üzerine çıkarak %100.04 olmuştur. Bu yük artışları ile Şekil 14(b)'de Yük 11'in değeri 113.5 MW'a kadar artırıldığında Bara 11'in gerilim değeri ise 0,89pu'a düşmüştür. Son olarak Şekil 14(c)'de verilen sonuçlara bakacak olursak Yük 103.5MW değerine ulaştığında Gen_0002 generatörü yüklenme oranı %102'ye çıkarak sistemi kararsızlığa götürmektedir. Şekil 8'de verilen sonuçlara benzer olarak, bu teste de hat yüklenme oranının sınırlayıcı faktör olduğu tespit edilmiştir. Bunun nedeni ise baraya bağlı bir generatörün bağlı olmayışı ve diğer generatörlere olan mesafesi gösterilebilir.



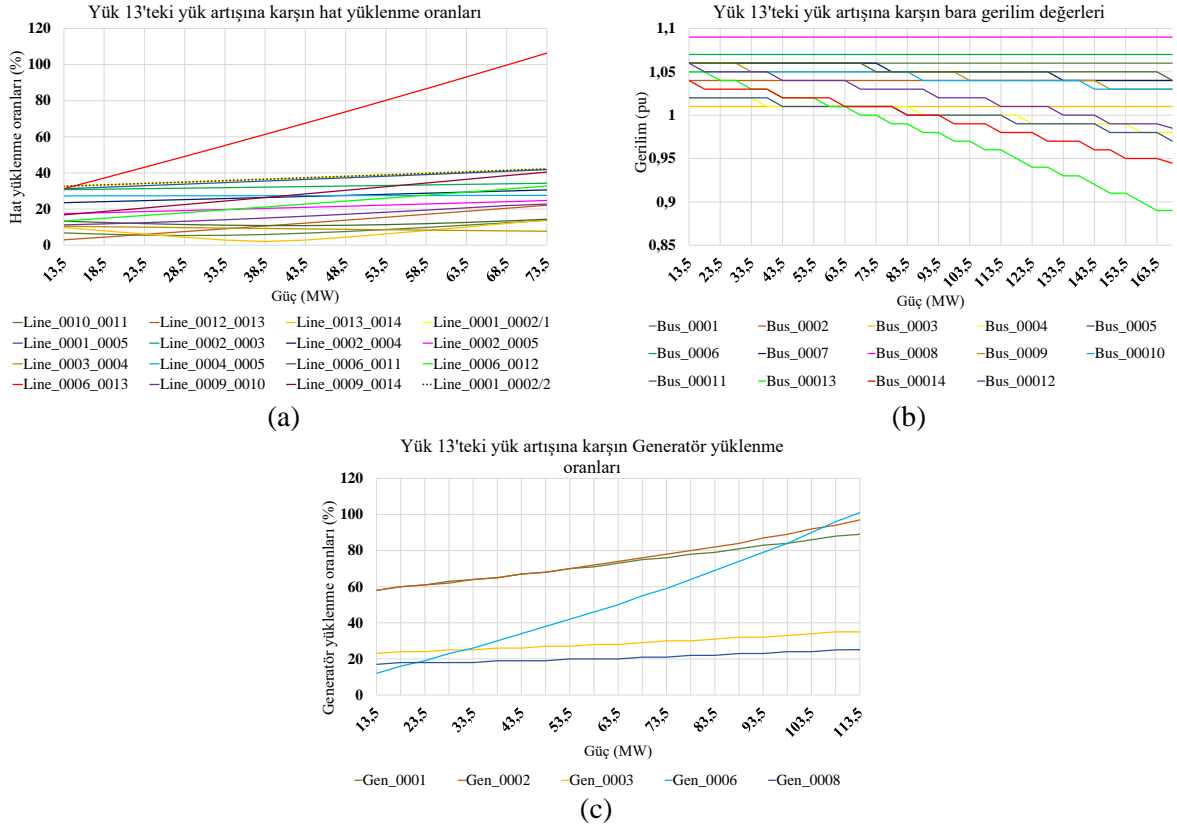


Şekil 15. Bara 12(Bus_0012)'ye bağlı yük (Load_0012) değerindeki artışın sistem parametreleri üzerindeki etkisi, a: Hat yüklenme oranları, b: Bara gerilim değerleri, c: Generatör yüklenme oranları

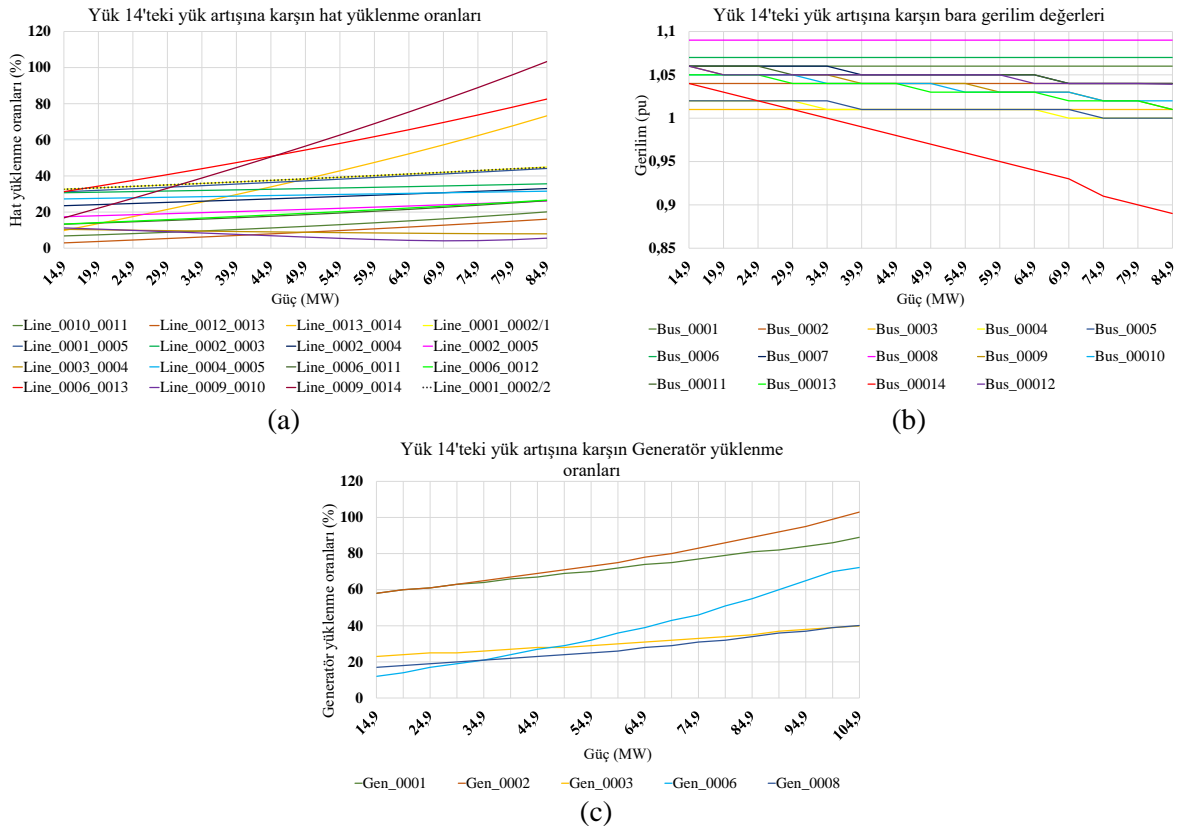
Bara 12 (Bus_0012)'ye bağlı yük (Load_0012) değerindeki artışın sistem parametreleri üzerindeki etkisi Şekil 15'de verilmiştir. Bara 12'ye bağlı 6.1 MW olan Yük 12 değerinde kademeli artış değerleri incelendiğinde; Şekil 15(a)'da yük değeri 86.1 MW'a kadar artırıldığında Line_0006_0012 hattında yüklenme oranı %104.91 olmaktadır. Şekil 15(b)'de Yük 12'nin değeri 111.1 MW'a kadar artırıldığında Bara 12'un gerilim değeri 0,89pu'a düşmüştür. Şekil 15(c)'de Yük 12'nin değeri 106.1 MW iken Gen_0006 generatörü maksimum yüklenme oranına ulaşarak %100 olmaktadır. Bu sonuçlar değerlendirildiğinde Yük 12 için üst limit hat yüklenme oranından dolayı 85 MW olarak tespit edilmiştir.

Bara 13 (Bus_0013)'e bağlı yük (Load_0013) değerindeki artışın sistem parametreleri üzerindeki etkisi Şekil 16'da verilmiştir. Bara 13'e bağlı 13.5 MW olan Yük 13 değerinde kademeli artış değerleri incelendiğinde; Şekil 16(a)'da yük değeri 73.5 MW'a kadar artırıldığında Line_0006_0013 hattında yüklenme oranı %106.36 olmaktadır. Artış kademeleri 5MW olarak simüle edildiğinden burada hat yüklenme oranı %100 seviyelerine 70MW dolaylarında ulaşmaktadır. Şekil 16(b)'de Yük 13'ün değeri 168.5 MW'a kadar artırıldığında Bara 13'un gerilim değeri 0,89pu'a düşmüştür. Şekil 16(c)'de Yük 13'ün değeri 168.5 MW iken Gen_0006 generatörü maksimum yüklenme oranını aşarak %106.36 olmaktadır. Bu test durumunda da sınırlayıcı faktörün hat yüklenme oranı olduğu görülmüştür.

Bara 14 (Bus_0014)'e bağlı yük (Load_0014) değerindeki artışın sistem parametreleri üzerindeki etkisi Şekil 17'da verilmiştir. IEEE 14 bara sisteminde Bara 14'e bağlı 14.9 MW olan Yük 14 değerinde kademeli artış değerleri incelendiğinde; Şekil 17(a)'da verilen sonuçlara göre baraya bağlı yük değeri 84.9MW'a yükselince Line_0009_0014 hat yüklenme oranı sınır değerinin üzerine çıkarak %103 seviyelerinde olmuştur. Bu yük artışları ile Şekil 17(b)'de Yük 14'ün değeri 84.9 MW'a iken Bara 14'in gerilim değeri ise 0,89pu'a düşmüştür. Bunların yanı sıra Şekil 17(c)'de Yük 14'deki artış ile yük değeri 104.9 MW değerine ulaştığında Gen_0002 generatörü yüklenme oranı %103'ye çıkarak yine sistemi kararsızlığa götürmektedir. Bu durumda ise, hem hat yüklenme oranı hem de gerilim sınırı (0.9pu) limitleri dışına çıktığından her iki faktör sınırlayıcı olarak tespit edilmiştir.



Şekil 16. Bara 13 (Bus_0013)'e bağlı yük (Load_0013) değerindeki artışın sistem parametreleri üzerindeki etkisi, a: Hat yüklenme oranları, b: Bara gerilim değerleri, c: Generatör yüklenme oranları



Şekil 17. Bara 14 (Bus_0014)'e bağlı yük (Load_0014) değerindeki artışın sistem parametreleri üzerindeki etkisi, a: Hat yüklenme oranları, b: Bara gerilim değerleri, c: Generatör yüklenme oranları

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER (CONCLUSION AND RECOMMENDATIONS)

Bu çalışmada, güç sistemlerine yeni eklenecek yüklerin hat yüklenme seviyeleri, bara gerilimleri ve generatör yüklenme oranları üzerindeki etkileri incelenmiştir. IEEE 14 standart bara sistemi üzerinde yapılan benzetim çalışmalarıyla sisteme bağlanabilecek maksimum yük değerlerinin tespiti amaçlanmıştır. Bu amaçla, her yükün değeri adım adım artırılmış ve her yük noktasının hangi sistem parametresi üzerinde baskın bir etkiye sahip olduğu görülmüştür. Tüm yükler için elde edilen grafiksel sonuçlar, 2. yükten 9. yüke kadar generatör yüklenme oranlarının kısıtlayıcı parametre olduğunu göstermiştir. Diğer beş yük değerinde yapılan artışlarda ise ilk olarak hat yüklenme sınırları aşılmıştır. Bununla birlikte 14. yük değerindeki artış, hem 9-14'üncü baralar arasındaki hat yüklenme oranının aşılmasına hem de 14. baranın eşik gerilim değerinin altına düşmesine neden olmuştur. Elde edilen sonuçlar doğrultusunda, yük artışlarının belirlenen üç kriter üzerinde de etkili olduğu söylenebilir. Bununla birlikte yeni yüklerin eklenmesi için güç sisteminde yapılacak iyileştirme veya geliştirme çalışmalarında hangi noktalara dikkat edilmesi gerektiği elde edilen sonuçlardan tespit edilebilir.

KAYNAKLAR

- [1] P.KUNDUR, "Power System Stability and Control", 1994
- [2] P. KUNDUR, "Definition and classification of power system stability," IEEE Trans. Power Syst., vol. 19, no. 3, pp. 1387–1401, Aug. 2004, doi: 10.1109/TPWRS.2004.825981.
- [3] M. EREMİA, M. SHAHİDEHPOUR, Handbook of Electrical Power System Dynamics: Modeling, Stability, and Control. 2013. doi: 10.1002/9781118516072.
- [4] S. TOSUN, "Güç Sistemlerinde Gerilim Kararlılığının Sezgisel Yöntemlerle İncelenmesi" Doktora Tezi, 2011.
- [5] P. CHUSOVİTİN, A. PAZDERİN, G. SHABALİN, V. TASHCHİLİN, P. BANNYKH, "Voltage stability analysis using Newton method," Aug. 2015. doi: 10.1109/PTC.2015.7232823.
- [6] S. BOLOGNANİ and S. ZAMPİERİ, "On the existence and linear approximation of the power flow solution in power distribution networks," IEEE Trans. Power Syst., vol. 31, no. 1, pp. 163–172, 2016, doi: 10.1109/TPWRS.2015.2395452.
- [7] Z. WANG, B. CUI, J. WANG, "A Necessary Condition for Power Flow Insolvability in Power Distribution Systems with Distributed Generators," IEEE Trans. Power Syst., vol. 32, no. 2, pp. 1440–1450, 2017, doi: 10.1109/TPWRS.2016.2588341.
- [8] L. AOLARİTEİ, S. BOLOGNANİ, and F. DORFLER, "Hierarchical and distributed monitoring of voltage stability in distribution networks," IEEE Trans. Power Syst., vol. 33, no. 6, pp. 6705–6714, 2018, doi: 10.1109/TPWRS.2018.2850448.
- [9] S. MENDOZA-ARMENTA, C. R. FUERTE-ESQUİVEL, and R. BECERRİL, "A numerical study of the effect of degenerate Hopf bifurcations on the voltage stability in power systems," Electr. Power Syst. Res., vol. 101, pp. 102–109, 2013, doi: 10.1016/j.epr.2013.03.013.
- [10] H. RAZMİ, H. A. SHAYANFAR, and M. TESHNEHLAB, "Steady state voltage stability with AVR voltage constraints," Int. J. Electr. Power Energy Syst., vol. 43, no. 1, pp. 650–659, 2012, doi: 10.1016/j.ijepes.2012.06.051.
- [11] R. J. AVALOS, C. A. CAÑİZARES, F. MİLANO, and A. J. CONEJO, "Equivalency of continuation and optimization methods to determine saddle-node and limit-induced bifurcations in power systems," IEEE Trans. Circuits Syst. I Regul. Pap., vol. 56, no. 1, pp. 210–223, 2009, doi: 10.1109/TCSI.2008.925941.

- [12] A. K. KAİLAY, "Identification of Best Load Flow Calculation Method for IEEE-30 BUS System Using," *Int. J. Electr. Electron. Res.* ISSN, vol. 3, no. 3, pp. 155–161, 2015.
- [13] K. HESAROOR and D. DAs, "Improved Modified Newton Raphson Load Flow Method for Islanded Microgrids," *2020 IEEE 17th India Counc. Int. Conf. INDICON 2020*, no. 1, 2020, doi: 10.1109/INDICON49873.2020.9342587.
- [14] T. E. GÜMÜŞ, M. A. YALÇIN, M. TURAN, C. AKSOY TIRMIKÇI, and C. YAVUZ, "Steady State Voltage Stability Estimation by Using Local Bus Parameters," *J. Electr. Eng. Technol.*, vol. 16, no. 2, pp. 853–860, 2021, doi: 10.1007/s42835-021-00657-0.
- [15] T. YEŞİLYURT and B. AKBAL, "Elektrik Tesislerinde Gerilim Kararlılığının Sağlanması için Kullanılan Yöntemler," *Eur. J. Sci. Technol.*, Oct. 2020, doi: 10.31590/ejosat.804207.
- [16] M. A. KUSEKWA, "Load Flow Solution of the Tanzanian Power Network Using Newton-Raphson Method and MATLAB Software," *Int. J. Energy Power Eng.*, vol. 3, no. 6, p. 277, 2014, doi: 10.11648/j.ijepe.20140306.11.

The Effect of Graphene on the Mechanical Properties of High Density Polyethylene (HDPE)/Zinc Borate Polymer Composite

Elif ULUTAŞ^{1a}  Beril EKER GÜMÜŞ^{2b}  Münir TAŞDEMİR^{1c} 

¹Marmara Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 34722 Kadıköy İSTANBUL

²Yıldız Teknik Üniversitesi, Bilim Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi, 34200, Esenler İSTANBUL

^a elif.ulutas@marmara.edu.tr, ORCID: 0000-0001-7753-8878

^b beril.gumus@merklab.yildiz.edu.tr ORCID: 0000-0002-4185-4470

^c munir@marmara.edu.tr, ORCID: 0000-0001-8635-7251

Graphical/Tabular Abstract

Article Info:

Research article

Received: 17.01.2023

Revision: 27.02.2023

Accepted: 01.03.2023

Highlights

- Mechanical properties
- Composite material

Keywords

High density polyethylene

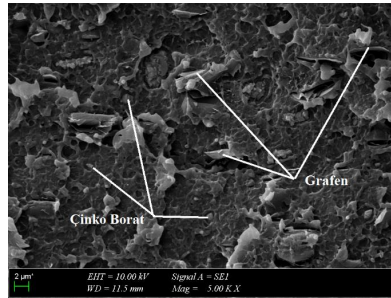
Zinc borate

Graphene

Mechanical properties

Composite material

In this study; A composite was produced by adding 5% zinc borate and different amounts of graphene powders into high density polyethylene (HDPE). Five different groups were obtained by mixing the materials forming the composite in a twin screw extruder and standard test samples were produced using an injection machine.



Şekil 4. HDPE/ÇB/Grafen polimer kompozitinin mikroyapı fotoğrafları

Purpose: A number of problems arise when traditional materials are used alone in the face of developments in the industry. The production and development of composite materials since the nineteenth century has been very popular recently [1]. Nanotechnology is the most popular subject of research and development studies in all technical fields. In particular, studies on biomedical and sensors have gained momentum and their importance is increasing in these sectors. Therefore, the production of graphene and graphene-based new polymer nanocomposite materials makes significant contributions to the fields of nanotechnology [2].

Theory and Methods: Five different groups were obtained by mixing the materials forming the composite in a twin screw extruder and standard test samples were produced using an injection machine. Tensile, hardness and impact tests were performed to determine the mechanical values. In addition, photographs were taken with scanning electron microscopy (SEM) to determine the distributions of zinc borate and graphene.

Results: As a result of the analysis, with the addition of zinc borate and graphene powder in HDPE; It was determined that the modulus of elasticity, tensile strength, breaking strength and hardness values increased, while the values of impact strength, elongation at break and elongation at break decreased. As a result of SEM examination, it was determined that zinc borate and graphene powders were homogeneously dispersed.

Conclusion: In this study, zinc borate and graphene were added to high density polyethylene and the elastic modulus, tensile strength, breaking strength, elongation at break, hardness and Izod impact strength values of the composite were determined. In addition to these, microstructure images were examined. According to the results obtained; It was determined that the modulus of elasticity increased with the addition of zinc borate and graphene in HDPE/ÇB/graphene polymer composite. The main reason for the increase in the elastic modulus value is due to graphene, which is a durable material.



The Effect of Graphene on the Mechanical Properties of High Density Polyethylene (HDPE)/Zinc Borate Polymer Composite

Elif ULUTAŞ^{1a} Beril EKER GÜMÜŞ^{2b} Münir TAŞDEMİR^{1c}

¹Marmara Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 34722 Kadıköy İSTANBUL

²Yıldız Teknik Üniversitesi, Bilim Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi, 34200, Esenler İSTANBUL

^a elif.ulutas@marmara.edu.tr, ORCID: 0000-0001-7753-8878

^b beril.gumus@merklab.yildiz.edu.tr ORCID: 0000-0002-4185-4470

^c munir@marmara.edu.tr, ORCID: 0000-0001-8635-7251

Abstract

In this study; A composite was produced by adding 5% zinc borate and different amounts of graphene powders into high density polyethylene (HDPE). Five different groups were obtained by mixing the materials forming the composite in a twin screw extruder and standard test samples were produced using an injection machine. Tensile, hardness and impact tests were performed to determine the mechanical values. In addition, photographs were taken with scanning electron microscopy (SEM) to determine the distributions of zinc borate and graphene. As a result of the analysis, with the addition of zinc borate and graphene powder in HDPE; It was determined that the modulus of elasticity, tensile strength, breaking strength and hardness values increased, while the values of impact strength, elongation at break and elongation at break decreased. As a result of SEM examination, it was determined that zinc borate and graphene powders were homogeneously dispersed.

Makale Bilgisi

Araştırma makalesi
Başvuru: 17.01.2023
Düzeltilme: 27.02.2023
Kabul: 01.03.2023

Keywords

High density polyethylene
Zinc borate
Graphene
Mechanical properties
Composite material

Anahtar Kelimeler

Yüksek yoğunluklu polietilen
Çinko borat
Grafen
Mekanik özellikler
Kompozit malzeme

Yüksek Yoğunluklu Polietin (YYPE)/Çinko Borat Polimer Kompozitinin Mekanik Özelliklerine Grafenin Etkisi

Öz

Bu çalışmada; yüksek yoğunluklu polietilenin (YYPE) mekanik özelliklerinin çinko borat ve grafen ilavesi ile geliştirilmesi hedeflenmiş olup yüksek yoğunluklu polietilen içerisine %5 oranında çinko borat ve farklı oranlarda grafen tozları katılarak bir kompozit üretilmiştir. Kompoziti oluşturan malzemeler çift vidalı ekstrüzyon makinesinde karıştırılarak beş farklı grup elde edilmiştir ve enjeksiyon makinası kullanılarak standart test numuneleri üretilmiştir. Mekanik değerleri belirlemek için çekme, sertlik ve darbe testleri yapılmıştır. Ayrıca çinko borat ve grafenin dağılımlarını belirlemek için taramalı elektron mikroskopisi (SEM) ile fotoğrafları çekilmiştir. Analizler sonucunda YYPE içerisinde çinko borat ve grafen toz ilavesiyle; elastiklik modülü, çekme mukavemeti, kopma mukavemeti ve sertlik değerlerinin arttığı diğer taraftan darbe mukavemeti kopma uzaması ve kopma uzaması değerlerinin ise düştüğü tespit edilmiştir. SEM inceleme sonucu çinko borat ve grafen tozlarının homojen dağıldığı tespit edilmiştir.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Geleneksel malzemelerin endüstrideki gelişmeler karşısında tek başlarına kullanılmalarında bir takım problemler ortaya çıkmaktadır. Bindokuzyüzlü yıllardan itibaren kompozit malzemelerin üretilmesi ve geliştirilmesi konusu son zamanlarda oldukça revaçtadır [1]. Tüm teknik alanlarda araştırma ve geliştirme

çalışmalarının en popüler konusunu nanoteknoloji oluşturmaktadır. Özellikle biyomedikal ve sensor konusunda yapılan çalışmalar hız kazanmış ve bu sektörlerde önemi gittikçe artmaktadır. Dolayısıyla grafen ve grafen esaslı yeni polimer nanokompozit malzemelerinin üretilmesi nanoteknoloji alanlarına önemli katkılar sağlamaktadır [2]. Doğada grafit, elmas veya değişik bileşikler halinde bulunan karbon elementi yüzyıllardır kullanılmaktadır. Birçok araştırmacı grafenden; fiber, köpük, nanotüp veya fulleren üretilip diğer malzemeler ile karıştırıp elde edilen kompozitin özelliklerini incelemektedirler [3-4]. Dolayısıyla geleceğin malzemesi olarak isimlendirilen grafenin tüm sektörlerde kullanımı hız kazanmıştır [5]. Bunlardan en önemli sektörlerin başında savunma sanayi ve otomotiv gelmektedir [1]. Grafen karbon atomları kristal kafes içerisinde bal peteğine benzer bir dizilimde bulunurlar. Karbon esaslı malzemelerden olan grafit, karbon nanotüp veya fullerenlerin ana bileşenini grafendir. Grafenin yuvarlak şekilde sarılmasıyla fulleren, rulo şeklinde sarılmasıyla karbon nanotüp ve üst üste istiflenmesiyle grafit elde edilmektedir [6-7].

Eriyik karıştırma yöntemi termoplastik nanokompozitlerin üretimi için endüstride en yaygın olarak kullanılan yöntemdir. Hızlı, ucuz ve nispeten basittir. Polimerin yüksek sıcaklıklarda eritilmesini ve tek, çift, üçlü ve hatta dört vidalı bir ekstrüder kullanılarak grafen pullarının (toz halinde) karıştırılmasını içerir. Birkaç grafen bazlı nanokompozitler bu teknikle hazırlanmıştır [8-22]. Vijay ve arkadaşları PC-ABS polimer karışımının içerisine grafen katarak bir polimer kompoziti elde etmişlerdir ve bu kompozitten üç boyutlu yazıcı için filament üretmişlerdir. Yapılan mekanik testler sonucunda grafen oranının artmasıyla çekme mukavemeti değerinde artışın olduğunu tespit etmişlerdir. Aynı zamanda elastiklik modül ve akma mukavemeti değerlerinin arttığını buna karşılık % uzama değerinin ise düştüğünü belirlemişlerdir [23]. Burcu Saner Okan 2017 yılında yapmış olduğu bir çalışmada yüksek yoğunluklu polietilen içerisine değişik oranlarda çok katmanlı grafen oksit takviyesi yaparak bir polimer kompoziti üretmiştir. Elde ettiği kompozitte grafen oksit oranının artmasıyla elastiklik modül ve çekme mukavemeti değerlerinin arttığını belirlemiştir [24]. Jian Wang ve arkadaşlarının yapmış oldukları bir çalışmada polipropilen içerisine grafen katarak bir polimer kompoziti elde etmişlerdir. Polipropilen içerisine grafen oranının artmasıyla çekme mukavemeti ve elastiklik modül değerinin yükseldiğini buna karşılık %uzama değerinin ise düştüğünü belirlemişlerdir [25]. Abdulaziz S. Alghamdi yapmış olduğu bir çalışmada yüksek yoğunluklu polietilen içerisine grafen katmış ve bir nano kompozit elde etmiştir. Grafen oranının matris içerisine artışı ile kristalizasyon oranını, erime sıcaklığı ve % uzama değerlerinin düştüğünü belirlemiştir. Buna karşılık elastiklik modül ve çekme mukavemeti değerinin ise arttığını rapor etmiştir [26].

Bu çalışmada; %5 oranında çinko borat ve %1-2-3 oranlarında grafen tozları yüksek yoğunluklu polietilen içerisine katılarak bir polimer kompoziti elde edilmiştir. Çinko borat ve grafen toz ilavesiyle mekanik değerlerin değiştiği tespit edilmiştir.

MALZEME ve METOT

1.1. Kullanılan Malzemeler

Yüksek yoğunluklu polietilen içerisine katılan çinko borat ve grafen oranları değiştirilerek beş farklı grup elde edilmiştir. Hazırlanan HDPE/ÇB/Grafen polimer kompozitinin karışım oranları Tablo 1' de verilmiştir. Bu çalışmada kullanılan yüksek yoğunluklu polietilen (YYPE) PETKİM'in PETİLEN YY I668(UV) ticari koduyla ürettiği üründür. YYPE'nin erime akış hızı (190°C/2.16 kg) 5.5 g/10dk'dır. Yoğunluğu 0.965 g/cm³, erime noktası 134°C, akma mukavemeti 30 MPa ve sertlik (Shore D) değeri ise 66'dır. YYPE içerisine katılan çinko borat 4013'de (2ZnO 3B₂O₃ 3,5H₂O) Refsan İzolasyon San. Tic. Ltd. Şti'den (Kütahya) temin edilmiştir. Çinko oksit oranı min. %37 ve B₂O₃ oranı ise min. %45'dir. Ortalama tane boyutu 3.2 µm, nem oranı (105°C) mak. %1'dir. Yoğunluğu ise 0.40-0.60 g/cm³ aralığındadır. Literatür incelemesi yapılarak çinko borat ilavesinin %5 oranında olmasına karar verilmiştir. Bu çalışmada kullanılan Grahene nanoplatelets ticari isimli Grafen ise Nanografi Nano Teknoloji A.Ş.'den (Ankara) temin edilmiştir. %99.9 saflıkta olup kalınlık 5 nanometre, yüzey alanı 135 m²/g, çap 7 µm ve yoğunluğu ise 2.27 g/cm³'tür.

Tablo 1. HDPE/ÇB/Grafen polimer kompozitinin karışım oranları (ağırlıkça)

| Grup | HDPE (%) | Çinko Borat (ÇB) (%) | Grafen (%) |
|------|----------|-------------------------|------------|
| 1 | 100 | - | - |
| 2 | 95 | 5 | - |
| 3 | 94 | 5 | 1 |
| 4 | 93 | 5 | 2 |
| 5 | 92 | 5 | 3 |

2.2 Numunelerin Hazırlanması

Yüksek yoğunluklu polietilen, çinko borat ve grafen Yamato ADP-31 tipi fırında 105°C' de 5 saat süresince kurutma işlemine tabi tutulmuştur. Daha sonra tüm ürünler Devotrans marka V-Tipi karıştırıcıda yirmi dakika boyunca karıştırılmış ve Mikrosan marka çift vidalı ekstrüderde 25-35 bar basınç altında, 30 dev/dak vida dönüş hızında ve 190-220°C arasındaki sıcaklıklarda karıştırılmıştır. Karışım sonrasında 105 °C' de 10 saat boyunca kurutulmuştur. Enjeksiyon makinesinde test numuneleri 190-220°C sıcaklık, 105-115 bar basınç ve 25 dev/dk devirde test numuneleri basılmıştır. Aşağıda Şekil 1'de YYPE/ÇB/Grafen polimer kompozitinin numune hazırlama aşamaları ve Tablo 2'de ise HDPE/ÇB/Grafen polimer kompozitinin kalıplama parametreleri verilmiştir.



Kurutma

Ekstrüzyon makinesi

Enjeksiyon makinesi

Test numuneleri

Şekil 1. YYPE/ÇB/Grafen polimer kompozitinin numune hazırlama aşamaları**Tablo 2.** HDPE/ÇB/Grafen polimer kompozitinin kalıplama parametreleri

| İşlem | Ekstrüzyon | Enjeksiyon |
|-----------------------------|------------|------------|
| Sıcaklık (°C) | 190-220 | 190-220 |
| Basınç (bar) | 25-35 | 105-115 |
| Kalıpta bekleme süresi (sn) | - | 15 |
| Vida hızı (dev/dk) | 30 | 25 |
| Kalıp sıcaklığı (°C) | - | 40 |

2.3 Test Yöntemleri

Mekanik özellikleri belirlemek için her grup için beş adet numune test edilmiş ve aritmetik ortalamaları verilmiştir. Çekme testleri Zwick Z010 test makinesi kullanılarak ASTM D638 standartlarına göre 50 mm/dk çekme hızında gerçekleştirilmiştir. Sertlik testi Zwick sertlik ölçüm cihazı ile ASTM D2240 yöntemine göre yapılmıştır. Çentikli Izod darbe testleri Zwick marka darbe test cihazı ile ASTM D256 yöntemine göre oda sıcaklığında yapılmıştır. Darbe numunelerinden elde edilen kırık yüzeyler Quorum sc 7620 marka kaplama cihazında altın/paladyum alaşımı ile kaplanmıştır. Kaplama süresi 180 sn ve uygulanan elektrik akımı ise 20 mA'dır. Daha sonra numuneler 10 kV altında Zeiss EVO MA 10 marka

taramalı elektron mikroskobu ile incelenmiştir. Aşağıdaki şekilde bu çalışmada kullanılan test cihazları verilmiştir.



Çekme cihazı

Darbe cihazı

Sertlik cihazı

Kaplama Cihazı

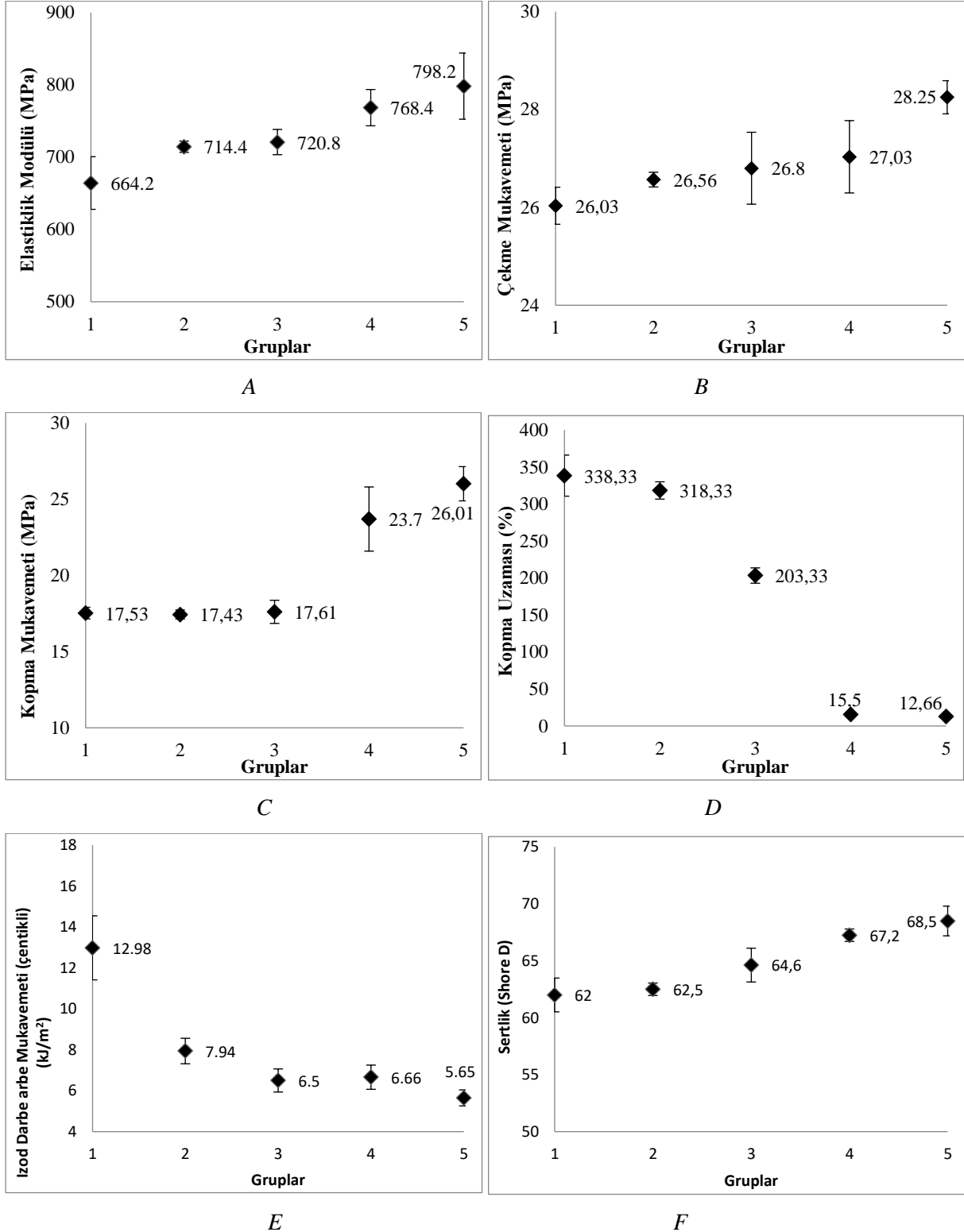
SEM

Şekil 2. HDPE/ÇB/Grafen polimer kompozitinin mekanik özelliklerinin belirlenmesinde kullanılan cihazlar

2. BULGULAR ve TARTIŞMA

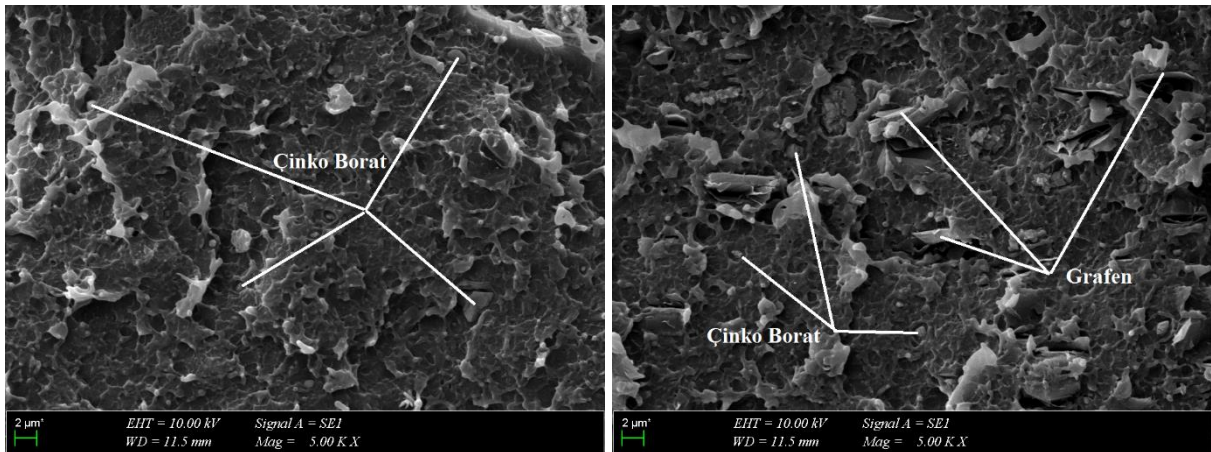
Yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE) içerisine çinko borat ve grafen katılmasıyla elde edilen polimer kompozitine yapılan çekme testi sonucu elde edilen elastiklik modülü değeri Şekil 3-A’da verilmiştir. Grafik incelendiğinde saf HDPE’nin elastiklik modül değerinin 664.2 MPa olduğu görülmektedir. Kompozit içerisine %5 çinko borat ilavesi ile bu değerin 714.4 MPa’ ya çıktığı görülmektedir. Kompozit içerisine %1-2-3 oranlarında grafen ilavesi bu değeri daha da artırmıştır. %3 grafen katıldığında değerin 798.2 MPa’ ya kadar çıktığı görülmektedir. Saf HDPE’nin elastiklik modül değerini %3 grafen ilaveli grup ile kıyasladığımızda bu değerin %20.17 oranında arttığı tespit edilmiştir. Vijay ve arkadaşları PC-ABS polimer karışımının içerisine grafen katarak bir polimer kompoziti elde etmişlerdir ve bu kompozitten üç boyutlu yazıcı için filament üretmişlerdir. Yapılan mekanik testler sonucunda grafen oranının artmasıyla elastiklik modül değerlerinin belirlemişlerdir [23]. Benzer sonuçları Burcu Saner Okan yüksek yoğunluklu polietilen/grafen oksit [24], Jian Wang ve arkadaşları polipropilen/grafen [25] ve Abdulaziz S. Alghamdi yüksek yoğunluklu polietilen/grafen’de bulmuşlardır [26]. Elastiklik modül değerinin artmasının sebebi literatürde polimere katılan partiküllerin matris tarafından sarılması ve yüzeyler arasında iyi bir uyum sağlaması ve bu sebeple gerilim transferinin artmasına sebep olmasından kaynaklandığı rapor edilmiştir [27-32]. Benzer durumun bu çalışmada da olduğu düşünülmektedir. Bu çalışmada grafen oranının ağırlıkça % 1-2-3 seviyesinde tutulması yapılan literatür incelemeleri sonucudur. Birçok çalışmada bu oran ağırlıkça % 1-5 mertebesinde [1, 33-35]. Şekil 2-B’ye bakıldığında yüksek yoğunluklu polietilen içerisine çinko borat ve grafen katılmasıyla elde edilen polimer kompozitinin çekme mukavemeti değeri görülmektedir. Grafik incelendiğinde saf HDPE’nin çekme mukavemeti değerinin 26.03 MPa olduğu görülmektedir. Kompozit içerisine %1-2-3 oranlarında grafen ilavesi bu değerin daha da arttığı anlaşılmaktadır. Örneğin %3 grafen katıldığında çekme mukavemeti değerin 28.25 MPa’ ya çıktığı görülmektedir. Saf HDPE’nin çekme mukavemeti değerini %3 grafen ilaveli grup ile kıyasladığımızda bu değerin %8.52 oranında arttığı tespit edilmiştir. Jian Wang ve arkadaşları polipropilen içerisine grafen katarak elde ettikleri kompozitte grafen oranının artmasıyla çekme mukavemeti değerinin yükseldiğini belirlemişlerdir [25]. Shardul Atul Bhusari ve arkadaşlarının yapmış oldukları çalışmada HDPE/UHMWPE içerisine kattıkları grafen oksit oranının artmasıyla çekme mukavemeti ve elastiklik modül değerinin de arttığını tespit etmişlerdir [34]. Lütfiye Altay ve arkadaşlarının yapmış oldukları çalışmada HDPE içerisine grafit nano plaka takviyesiyle çekme mukavemeti değerinin arttığını rapor etmişlerdir [35]. Burcu Saner Okan HDPE içerisine değişik oranlarda çok katmanlı grafen oksit takviyesi yaparak bir bir polimer kompoziti üretmiş ve grafen oksit oranının artmasıyla çekme mukavemeti değerlerinin de arttığını belirlemiştir [24]. Sonuç olarak bu çalışmada çinko borat ve grafen YYPE matrisi tarafından sarılması ve yüzeyler arasında iyi bir uyum sağlaması nedeniyle çekme mukavemeti ve aşağıda açıklanan kopma mukavemeti değerlerini artırmıştır. Aynı zamanda kompozit içerisindeki çinko borat ve grafenin homojen olarak dağılması ve aglomerasiyona uğramaması mekanik değerlerde artışa sebebiyet vermiştir. Literatürde de benzer sonuçlar mevcuttur [27-32]. Yüksek yoğunluklu polietilen içerisine çinko borat ve grafen katılmasıyla elde edilen polimer kompozitine yapılan çekme testi sonucu elde edilen kopma mukavemeti değeri Şekil 3-C’ de verilmiştir. Grafik incelendiğinde saf HDPE’nin kopma mukavemeti değerinin 17.53 MPa olduğu görülmektedir. Kompozit içerisine %5 çinko borat ve %1 grafen ilavesi ile bu değeri pek değiştirmemiştir. Fakat % 2 ve

3 oranında grafen katıldığında değerinde artış tespit edilmiştir. %3 grafen ilavesinde maksimum kopma mukavemeti göstermiştir. Saf HDPE'nin kopma mukavemeti değerini %3 grafen ilaveli grup ile kıyasladığımızda bu değerini %48.37 oranında artışı tespit edilmiştir. Şekil 2-D' ye bakıldığında yüksek yoğunluklu polietilen içerisine çinko borat ve grafen katılmasıyla elde edilen polimer kompozitinin kopma uzaması değeri görülmektedir. Grafik incelendiğinde saf HDPE'nin kopma uzaması değerinin %338.33 olduğu görülmektedir.



Şekil 3. HDPE/ÇB/Graben polimer kompozitinin mekanik özelliklerinin grafiksel gösterimi

Çinko borat ilavesi bu değeri bir miktar düşürerek %318.33 seviyesine indirmiştir. Kompozit içerisine %1-2-3 oranlarında grafen ilavesi bu değer daha da azalmasına sebep vermiştir. Örneğin %3 grafen katıldığında kopma uzaması değerinin %12.66 seviyesine indiği görülmektedir. Saf HDPE'nin kopma uzaması değerini %3 grafen ilaveli grup ile kıyasladığımızda bu değer %96.25 oranında azaldığı tespit edilmiştir. Vijay ve arkadaşlarının yapmış oldukları PC/ABS/grafen polimer kompozitinde grafen oranının artmasıyla %uzama değerinin düştüğünü belirlemişlerdir [23]. Jian Wang ve arkadaşlarının yapmış oldukları çalışmada da polipropilen içerisine grafen ilavesi ile % uzama değerinin düştüğünü belirlemişlerdir [25]. Bunlara ek olarak Abdulaziz S. Alghamdi yapmış olduğu çalışmada yüksek yoğunlulu polietilen içerisine grafen ilavesiyle %uzama değerlerinin düştüğünü belirlemiştir [26]. Burada YYPE içerisine katılan çinko borat ve grafen zincir hareketini engellediği için uzama değerinde düşme tespit edilmiştir. Yüksek yoğunluklu polietilen içerisine çinko borat ve grafen katılmasıyla elde edilen polimer kompozitine yapılan darbe testi sonucu elde edilen Izod çentikli darbe mukavemeti değeri Şekil 3-E'de verilmiştir. Grafik incelendiğinde saf HDPE'nin darbe mukavemeti değerinin 12.98 kJ/m² olduğu görülmektedir. Kompozit içerisine %5 çinko borat ilavesiyle bu değer 7.94 kJ/m² değerine düşmüştür. Kompozite grafen ilavesiyle bu değer bir miktar daha düşmüştür. %3 grafen ilavesinde değer 5.65 kJ/m² olduğu tespit edilmiştir. Saf HDPE'nin darbe mukavemeti değerini %3 grafen ilaveli grup ile kıyasladığımızda değer % 56.47 oranında azaldığı tespit edilmiştir. Vijay ve arkadaşlarının yapmış oldukları PC/ABS/grafen polimer kompozitinde grafen oranının artmasıyla Izod darbe mukavemeti değerinin arttığını belirlemişlerdir [23]. Şekil 2-F'ye bakıldığında yüksek yoğunluklu polietilen içerisine çinko borat ve grafen katılmasıyla elde edilen polimer kompozitinin Shore sertlik değeri görülmektedir. Grafik incelendiğinde saf HDPE'nin sertlik değerinin 62 Shore D olduğu görülmektedir. Çinko borat ilavesi bu değeri pek değiştirmemiştir. Kompozit içerisine grafen ilavesi sertlik değerinin atmasına sebebiyet vermiştir. Örneğin %3 grafen katıldığında sertlik değerinin 68.5 seviyesine yükseldiği görülmektedir. Saf HDPE'nin kopma sertlik değerini %3 grafen ilaveli grup ile kıyasladığımızda bu değer %10.48 oranında arttığı tespit edilmiştir. Lütfiye Altay ve arkadaşlarının yapmış oldukları çalışmada HDPE içerisine grafit nano plaka takviyesiyle mikro sertlik değerinin arttığını rapor etmişlerdir [35]. Şekil 4' de HDPE/ÇB/Grafen polimer kompozitinin mikroyapı fotoğrafları verilmiştir. SEM fotoğraflarına bakıldığında HDPE matrisi, çinko borat ve grafen partikülleri net olarak gözükmemektedir. Literatürdeki mikro yapı fotoğraflarında çinko borat partiküllerinin nispeten yuvarlak şekilde buna karşılık grafenlerin ise levha şeklinde olduğu anlaşılmıştır [27-32]. Bu bilgi doğrultusunda Şekil 4' de verilen fotoğraflardaki partiküller işaretlenmiştir. Çinko borat ve grafen partiküllerinin matris içerisinde homojen olarak dağıldığı ve aglomerasyona uğramadığı görülmektedir. Kompozit içerisindeki çinko borat ve grafenin homojen olarak dağılması ve aglomerasyona uğramaması mekanik değerlerde artışa sebebiyet vermiştir. Vijay ve arkadaşları da benzer sonuçları bulmuşlardır [23].



Şekil 4. HDPE/ÇB/Grafen polimer kompozitinin mikroyapı fotoğrafları

3. SONUÇLAR

Bu çalışmada yüksek yoğunluklu polietilen içerisine çinko borat ve grafen eklenmiş ve kompozitin elastiklik modülü, çekme mukavemeti, kopma mukavemeti, kopma uzaması, sertlik ve Izod darbe mukavemeti değerleri belirlenmiştir. Bunlara ek olarak mikroyapı görüntüleri incelenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre; HDPE/ÇB/grafen polimer kompozitinde çinko borat ve grafen ilavesi ile elastiklik modül değerinin yükseldiği tespit edilmiştir. Elastiklik modül değerindeki yükselmenin ana sebebi mukavemetli bir malzeme olan grafenden kaynaklanmaktadır. Bir diğer sebep ise kompozit içerisinde nispeten rijit karakterde olan çinko borat ilavesidir. Buna ilaveten çekme mukavemeti ve kopma mukavemetindeki artışlar da bu sebeplerden kaynaklanmaktadır. Bu durum %uzama değerlerinde ise düşüşe neden olmuştur. Kompozit içerisine çinko borat ve grafen ilavesi malzemeyi rijitleştirdiğinden kopma uzama değerini düşürmüştür. Çinko borat ve grafen ilavesi elde edilen polimer kompozitinin sertlik değerini bir miktar artırmıştır. Dolayısıyla enerjii fazla absorbe edemediğinden darbe mukavemeti değerinde düşüşe sebebiyet vermiştir. SEM analizi sonucu elde edilen mikroyapılar incelendiğinde çinko borat ve grafen partiküllerinin homojen bir şekilde dağıldığı gözlemlenmiştir.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Kaştan A., Yalçın Y., Talaş Ş., Nano katkıların polimerlerin sürtünme katsayısına etkisi, Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Müh. Bilimleri Dergisi, 16 (2016) 231-243.
- [2] Das TK., Prusty S., Graphene-Based Polymer composites and their applications, Polymer-Plastics Technology and Engineering, 52 (2013) 319-331.
- [3] Kovtyukhova NI., Ollivier PJ., Martin BR., Mallouk TE., Chizhik SA., Buzaneza EV., Gorchinskiy AD., Layer-by-layer assembly of ultrathin composite films, Chemistry of Materials, 11 (1999) 771-778.
- [4] Lerf A., He H., Forster M., Klinowski J., Structure of graphite oxide, The Journal of Physical Chemistry B, 102 (1998) 4477- 4482.
- [5] Zou L., Wang L., Wu Y., Ma C., Yu S., Liu X., Trends analysis of graphene research and development, Journal of Data and Information Science, 3 (2018) 82-100.
- [6] Kuila T., Bose S., Mishra AK., Khanra P., Kim NH., Lee JH., Chemical functionalization of graphene and its applications, Progress in Materials Science, 57 (2012) 1061-1105.
- [7] Ren Z., Lan Y., Wang Y., Aligned Carbon Nanotubes, Nano Science and Technology, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Chapter 1: Introduction to Carbon (2013).
- [8] Istrate OM., Paton KR., Khan U., O'Neill A., Bell AP., Coleman JN., Reinforcement in melt-processed polymer-graphene composites at extremely low graphene loading level. Carbon, 78 (2014) 243-249.
- [9] El Achaby M., Arrakhiz FE., Vaudreuil S., El Kacem Quiss A., Bousmina M., Fassi-Fehri O., Mechanical, thermal, and rheological properties of graphene based polypropylene nanocomposites prepared by melt mixing, Polymer Composites, 33 No.5 (2012) 733-744.
- [10] Yan D., Zhang HB., Jia Y., Hu J., Qi XY., Zhang Z., Improved electrical conductivity of polyamide 12/graphene nanocomposites with maleated polyethylene-octane rubber prepared by melt compounding, ACS Applied Materials Interfaces, 4 No.9 (2012) 4740-4745.
- [11] Vasileiou AA., Kontopoulou M., Docoslis A., A noncovalent compatibilization approach to improve the filler dispersion and properties of polyethylene/graphene composites, ACS Applied Materials Interfaces, 6 No.3 (2014) 1916-1925.

- [12] Maio A., Fucarino R., Khatibi R., Rosselli S., Bruno M., Scaffaro R., A novel approach to prevent graphene oxide re-aggregation during the melt compounding with polymers, *Composite Science Technology*, 119 (2015) 131–137.
- [13] Chatterjee S., Nüesch F., Chu B., Crystalline and tensile properties of carbon nanotube and graphene reinforced polyamide 12 fibers, *Chemical Physics Letters*, 557 (2013) 92–96.
- [14] Araby S., Zaman I., Meng Q., Kawashima N., Michelmore A., Kuan HC., Melt compounding with graphene to develop functional, high-performance elastomers, *Nanotechnology*, 24 No.16 (2013) 165601.
- [15] Mahmoud WE., Morphology and physical properties of poly (ethylene oxide) loaded graphene nanocomposites prepared by two different techniques, *European Polymer Journal*, 47 No.8 (2011) 1534–1540.
- [16] Vallés C., Abdelkader AM., Young RJ., Kinloch IA., Few layer graphene–polypropylene nanocomposites: the role of flake diameter, *Faraday Discuss*, 173 (2014) 379–390.
- [17] Vallés C., Kinloch IA., Young RJ., Wilson NR., Rourke JP., Graphene oxide and base-washed graphene oxide as reinforcements in PMMA nanocomposites, *Composite Science Technology*, 88 (2013) 158–164.
- [18] Zhang HB., Zheng WG., Yan Q., Yang Y., Wang JW., Lu ZH., Electrically conductive polyethylene terephthalate/graphene nanocomposites prepared by melt compounding, *Polymer*, 51 No.5 (2010) 1191–1196.
- [19] Bao C., Song L., Xing W., Yuan B., Wilkie CA., Huang J., Preparation of graphene by pressurized oxidation and multiplex reduction and its polymer nanocomposites by masterbatch-based melt blending, *Journal of Materials Chemistry*, 22 No.13 (2012) 6088–6096.
- [20] El Achaby M., Arrakhiz F., Vaudreuil S., Essassi E., Qaiss A., Bousmina M., Preparation and characterization of melt-blended graphene nanosheets–poly (vinylidene fluoride) nanocomposites with enhanced properties, *Journal of Applied Polymer Science*, 127 No.6 (2013) 4697–4707.
- [21] Kim H., Macosko CW., Processing-property relationships of polycarbonate/graphene composites, *Polymer*, 50 No.15 (2009) 3797–3809.
- [22] Jiang X., Drzal LT., Improving electrical conductivity and mechanical properties of high density polyethylene through incorporation of paraffin wax coated exfoliated graphene nanoplatelets and multi-wall carbon nano-tubes, *Composites A*, 42 No.11 (2011) 1840–1849.
- [23] Tambrallimath V., Keshavamurthy R., Bavan SD., Patil AY., Khan TMY., Badruddin IA., Kamangar S., Mechanical properties of PC-ABS-based graphene-reinforced polymer nanocomposites fabricated by FDM process, *Polymers*, 13 No.17 (2021) 2951.
- [24] Okan BS., Fabrication of multilayer graphene oxide-reinforced high density polyethylene nanocomposites with enhanced thermal and mechanical properties via thermokinetic mixing, *Turkish Journal of Chemistry*, 4 (2017) 381 – 390.
- [25] Wang J., Song F., Ding Y., Shao M., The incorporation of graphene to enhance mechanical properties of polypropylene self-reinforced polymer composites, *Materials and Design*, 195 (2020) 109073.
- [26] Alghamdi AS., Synthesis and mechanical characterization of high density polyethylene/graphene nanocomposites, *Engineering, Technology & Applied Science Research*, 8 No.2 (2018) 2814-2817.
- [27] Kim H, Abdala AA., Macosko, CW., Graphene/polymer nanocomposites. *Macromolecules*, 43, (2010), 6515-6530.

- [28] Liang J., Huang Y., Zhang L., Wang Y., Ma Y., Guo T., Chen Y., Molecular-level dispersion of graphene into poly(vinyl alcohol) and effective reinforcement of their nanocomposites, *Advanced Functional Materials* 19, (2009) 2297-2302.
- [29] Paul DR., Robeson, LM., Polymer nanotechnology: Nanocomposites. *Polymer* 49, (2008) 3187-3204.
- [30] Shen B., Zhai W., Tao M., Lu D., Zheng W., Chemical functionalization of graphene oxide toward the tailoring of the interface in polymer composites. *Composites Science and Technology* 77, (2013) 87-94.
- [31] Wang Y., Shi Z.X., Yin J., Kevlar oligomer functionalized graphene for polymer composites. *Polymer* 52, (2011) 3661-3670.
- [32] Schadler LS., Giannaris SC., Ajayan PM., Load transfer in carbon nanotube epoxy composites, *Applied Physics Letters* 73, (1998) 3842-3844.
- [33] Papageorgiou DG., Kinloch IA., Young RJ., Mechanical properties of graphene and graphene-based nanocomposites, *Progress in Materials Science*, 90 (2017), 75-127.
- [34] Bhusari SA., Sharma V., Bose S., Basu B., HDPE/UHMWPE hybrid nanocomposites with surface functionalized graphene oxide towards improved strength and cytocompatibility, *J.R.Soc. Interface* 16 (2019) 1-16.
- [35] Altay L., Atagür M., Erbektaş M., Sarıkanat M., Grafit nanoplaka takviyeli ultra yüksek molekül ağırlıklı polietilen tabanlı nano-kompozit malzeme geliştirilmesi ve karakterizasyonu, *Dokuz Eylül Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Fen ve Müh. Dergisi*, 21 No.62 (2019) 323-330.



Gimbal Axes Control with PID Controllers

Murat Sahin^{1,*} ¹Control Systems Department, Roketsan A. S., 06780, Elmadag/ANKARA

Article Info

Research article
Received:27/01/2023
Revision:09/02/2023
Accepted:12/02/2023

Keywords

Butterworth polynomial
method,
Gimbal,
Particle swarm
optimization,
PID

Abstract

Gimbal is a system in missiles that allows the seeker to lock onto the target and follow it and increases the angle of view with its mobility in two axes. In this study, the control of the axes of a two-axis gimbal system used in the missile was carried out. PID controller tuned with Particle Swarm Optimization (PSO) is used in the control algorithm. In the optimization, a smoother controller is aimed by using the multi-objective objective function, which also includes the controller output with the position error. At the same time, the bandwidth of the system is also included as a constraint. The Butterworth Polynomial Method (BPM), which can adjust the coefficient according to the bandwidth criterion, was used for comparison purposes. As a result of the experimental studies show that the PID tuned with PSO can control the system with a lower positional error by responding faster to external factors than the PID designed with BPM.

1. INTRODUCTION

Unmanned aerial vehicles and missiles must work flawlessly in target finding and tracking to fulfill their duties. Different target-tracking methods are used in monitoring systems. One of these methods is camera systems using image processing methods [1, 2]. Locking and stabilizing the camera on the target is usually done with gimbal mechanisms. Gimbals typically consist of two or three axes and stabilize the sensor against vehicle disturbances [3]. The stabilization process is complex due to the carrier systems' dynamic movements, sudden target maneuvers, and high speeds [4].

The axes of the two-axis gimbal are orthogonal to each other and have free movement capability. The camera or sensor system is located on the inner axis. Each axis is controlled by separate actuators, providing the torque and movement required for stabilization [5]. Two methods generally achieve line of sight (LOS) stabilization. In the first, the angular velocity sensor is mounted on the LOS axis, thereby increasing accuracy by direct measurement. In the second, the angular velocity sensor is mounted on the base where the gimbal is placed. This method is called indirect LOS stabilization, which is complex because of unmeasurable distortions in the LOS framework [6]. The main problems with gimbal systems are unbalance, cross-link and unmeasurable distortions LOS frame, and model ambiguities. Due to these uncertainties and distortions, different control methods have been tried in the literature [7, 8]. Some of the well-known techniques in this context in the literature are Sliding Mode Control [9, 10] due to its fast response time and robustness, H_∞ control [11, 12], which can optimize different features of the system response together, Fuzzy Logic [13, 14] due to adaptable to nonlinear systems and classical PID controllers that can be easily designed and implemented [15, 16].

As in many industrial applications, PID controllers are frequently used in DC motor control due to their simple structure and easy application to different applications [17]. Mainly thanks to the simple structure of PID, it can be easily integrated into embedded software applications. In this study, PID controllers were designed to control gimbal axes. Determining the coefficients in the design of control systems is both an

important step and a serious problem. One solution is to use the classic methods to set the parameters. However, since the assumptions in these methods are usually error-focused, they cannot be effective in adjusting the requirements, such as bandwidth [18]. For this reason, the first method preferred in this study was the Butterworth Polynomial Method. It is also seen that researchers use metaheuristic methods to optimize different control outputs simultaneously. In one study, the P and PI coefficients used for position and velocity loops were adjusted by the Particle Swarm Optimization (PSO) method [19]. Similarly, in another application where PSO is used, the coefficients of the stepper controller consisting of PID and PI are adjusted to minimize the integral error of the primary loop [20]. In another PSO application, a cascade controller consisting of PI and PD is set within the scope of speed control of the electric vehicle. A multi-objective cost function decreases velocity error and overshoot [21]. Using these successful examples, PSO was used as the second coefficient adjustment method in this study. In the second part of the study, the gimbal's general view and the mathematical model of the axes are included. In the third chapter, control systems designs are given in detail. In the fourth chapter, there are experimental studies with the real gimbal system.

2. GIMBAL SYSTEM

The gimbal consists of two axes. It is called the outer axis (yaw axis) and the inner axis (pitch axis). The camera system is located on the inner axis. The picture of the gimbal used in the studies is given in Figure 1.

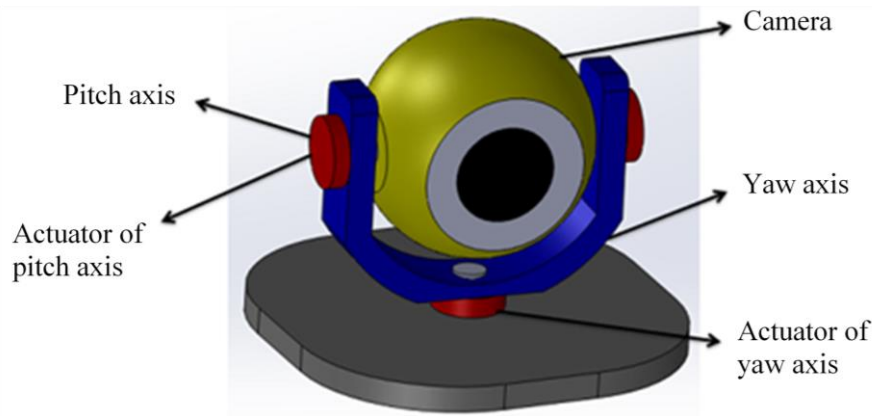


Figure 1. Gimbal System

DC motors drive the axes of the gimbal. Stabilization commands are generated separately for the pitch and yaw axes. These commands are applied to the DC motors from the control systems, and stabilization of the gimbal is performed. A feedback signal for stabilization is obtained with the gyro sensor in the gimbal [22]. The representation of the stabilization process on a single axis is given in Figure 2 [23].

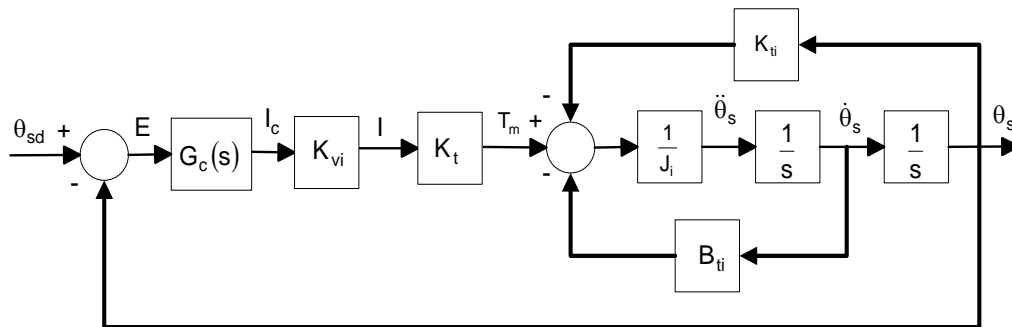


Figure 2. The stabilization process on a single axis

Parameters given in the diagram, J_i , B_{ti} , K_{vi} , K_{ti} , K_t , and $G_c(s)$, respectively, show the total moment of inertia of the inner gimbal axis, the viscous friction coefficient between the outer and inner axis, the gain

of the motor driver board, the stiffness of the inner axis cables, the motor torque constant and the controller transfer function.

3. METHODS

3.1. Butterworth Polynomial Method

Some of the methods of adjusting PID coefficients in the literature are making adjustments by making predictions on the system input and response [24]. Another way of determining the coefficient is to make calculations according to the appropriate bandwidth values by matching the system's transfer function with specific functions. One of these methods is the Butterworth polynomial method. In this method, it is possible to select the poles of the system in such a way as to provide the expected bandwidth from the control system [24, 25]. The third-order Butterworth polynomial is shown in the equation [22]:

$$B_3(s) = \frac{s^3}{\omega_c^3} + \frac{2s^2}{\omega_c^2} + \frac{2s}{\omega_c} + 1 \quad (1)$$

In the above equation, $\omega_c (= 2\pi f_c)$ represents the desired bandwidth value from the control system in rad/s. The closed-loop transfer function from θ_{sd} to θ_s of the stabilization system given in Figure 2 is obtained as follows.

$$\frac{\theta_s(s)}{\theta_{sd}(s)} = \frac{n_2s^2 + n_1s + 1}{d_3s^3 + d_2s^2 + d_1s + 1} \quad (2)$$

Equations n_1 , n_2 , d_1 , d_2 , and d_3 are given below.

$$n_1 = K_p/K_i$$

$$n_2 = K_d/K_i$$

$$d_1 = (K_{ti}/K_{vi}K_tK_i) + (K_p/K_i)$$

$$d_2 = (B_{ti}/K_{vi}K_tK_i) + (K_d/K_i)$$

$$d_3 = J_i/(K_{vi}K_tK_i)$$

If equation (2) is adapted to equation (1), K_p , K_i , and K_d are obtained as follows.

$$K_p = (2J_i\omega_c^2 - K_{ti})/(K_{vi}K_t) \quad (3)$$

$$K_i = J_i\omega_c^3/(K_{vi}K_t) \quad (4)$$

$$K_d = (2J_i\omega_c - B_{ti})/(K_{vi}K_t) \quad (5)$$

The inertia value for the inner axis is $J=3.5E-5$ and $K_{ii}=575E-8$. For the outer axis, it is $J=3E-6$ and $K_{ii}=500E-8$. The K_t value is taken as 0.021 from the motor datasheet. Within the scope of system requirements, $f_c=10$ Hz. In the above equations, the motor driver gains K_{vi} as an unknown. In the calculations, $K_{vi}=1$ is accepted. The coefficients for the inner axis are calculated as follows, $K_p=13.14$, $K_i=410$, $K_d=0.21$ and the coefficients for the outer axis are calculated as follows, $K_p=11.27$, $K_i=350$, $K_d=0.18$.

3.1. Particle Swarm Optimization

PSO is a population-based optimization technique inspired by the behavior of herds. It is designed for solving nonlinear problems. It is used to find solutions to multi-parameter and multivariate optimization problems [26]. The PSO is started with a bunch of random solutions, and updates are tried to find the optimum solution. The particle positions are updated at each iteration according to the two best values. First are the coordinates that provide the particle's best solution so far. This value is called "pbest" and is stored in memory. The other best value is the coordinates that provide the best solution obtained by all particles in the population so far. This value is the global best and is denoted by "gbest." After finding the two best values, particle velocities and positions are updated according to the equations given below [27].

$$v_i^{k+1} = v_i^k + c_1 * rand_1^k * (pbest_i^k - x_i^k) + c_2 * rand_2^k * (gbest^k - x_i^k) \quad (6)$$

$$x_i^{k+1} = x_i^k + v_i^{k+1} \tag{7}$$

In the equation, v_i indicates the velocity of the i^{th} particle, the learning factors c_1 and c_2 , $pbest_i$ the best position of the i^{th} particle, and $gbest_i$ the best position in the iteration. $rand_1$ and $rand_2$ are random numbers with a uniform distribution between [0,1]. Using (6) and (7), the equations below were prepared to calculate the PID coefficients.

$$Kp_i^{k+1} = Kp_i^k + c_1 * rand_1^k * (pbest_i^k - Kp_i^k) + c_2 * rand_2^k * (gbest^k - Kp_i^k) \tag{8}$$

$$Ki_i^{k+1} = Ki_i^k + c_1 * rand_1^k * (pbest_i^k - Ki_i^k) + c_2 * rand_2^k * (gbest^k - Ki_i^k) \tag{9}$$

$$Kd_i^{k+1} = Kd_i^k + c_1 * rand_1^k * (pbest_i^k - Kd_i^k) + c_2 * rand_2^k * (gbest^k - Kd_i^k) \tag{10}$$

One of the strengths of PSO is the ability to optimize different parameters within the same algorithm. While constructing the objective function for optimization, the integral of the absolute value of the stabilization error is used. The integral of the controller output is also used in the objective function for performing the stabilization more smoothly. The objective function is given in equation (11). In addition, the optimization has a bandwidth constraint. Due to system requirements, it is necessary to obtain a bandwidth greater or equal to 10 Hz with the controller. The flowchart of the algorithm is given in Figure 3.

$$J = \int_0^\infty |e(t)|dt + \int_0^\infty |CO(t)|dt \tag{11}$$

$$g(X), BW - 10 \geq 0 \tag{12}$$

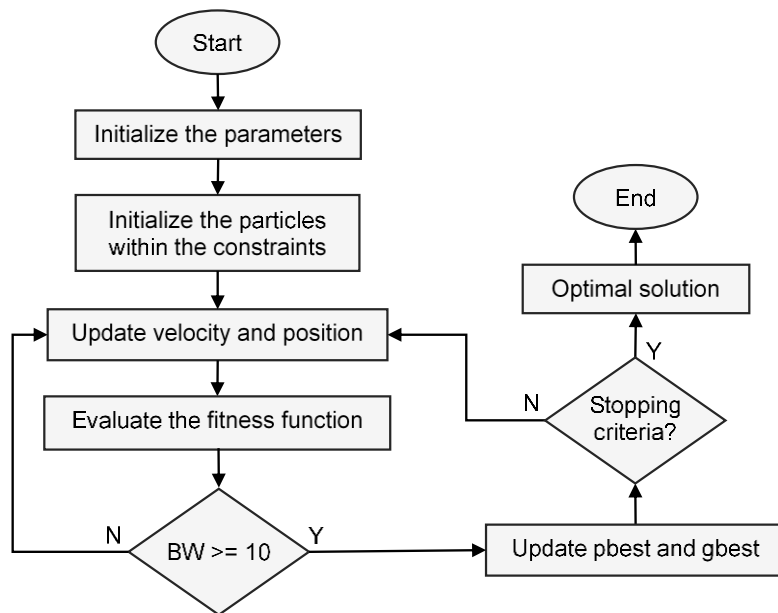


Figure 3. The flowchart of the algorithm

In the optimization studies, simulations were made with particles between 5 and 20 and the number of iterations between 10 and 100. The position responses obtained for the declination axis are given in the Figure 4. As can be seen from Figure 4, the increases made in the last try had no noticeable effect. Twenty particles and 50 iterations were considered sufficient for optimization. The coefficients for the inner axis are calculated as follows, $K_p=86.1$, $K_i=91.8$, $K_d=1.24$ and the coefficients for the outer axis are calculated as follows, $K_p=80.7$, $K_i=91.1$, $K_d=1.44$.

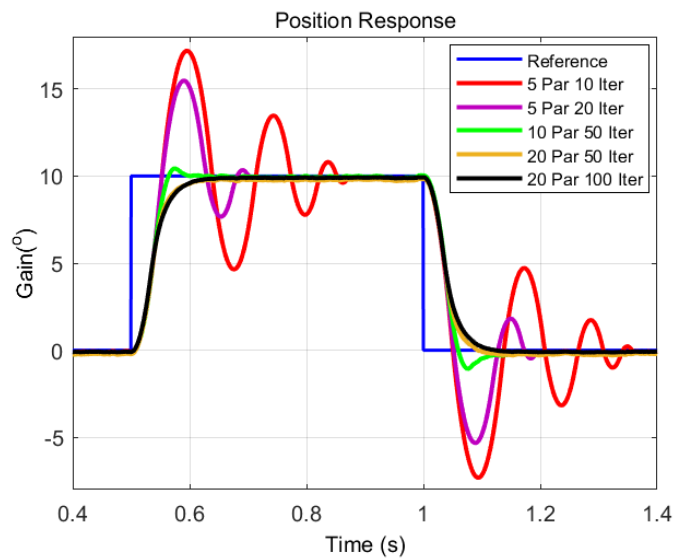


Figure 4. Optimization results

4. EXPERIMENTAL TESTS AND RESULTS

The stabilization command is generated separately for the yaw and pitch axes. Control systems apply these commands to the DC motors and stabilize the gimbal system. It is received from the gimbal with the feedback gyro sensor and transmitted to the control systems. The general block diagram of stabilization is given in Figure 5.

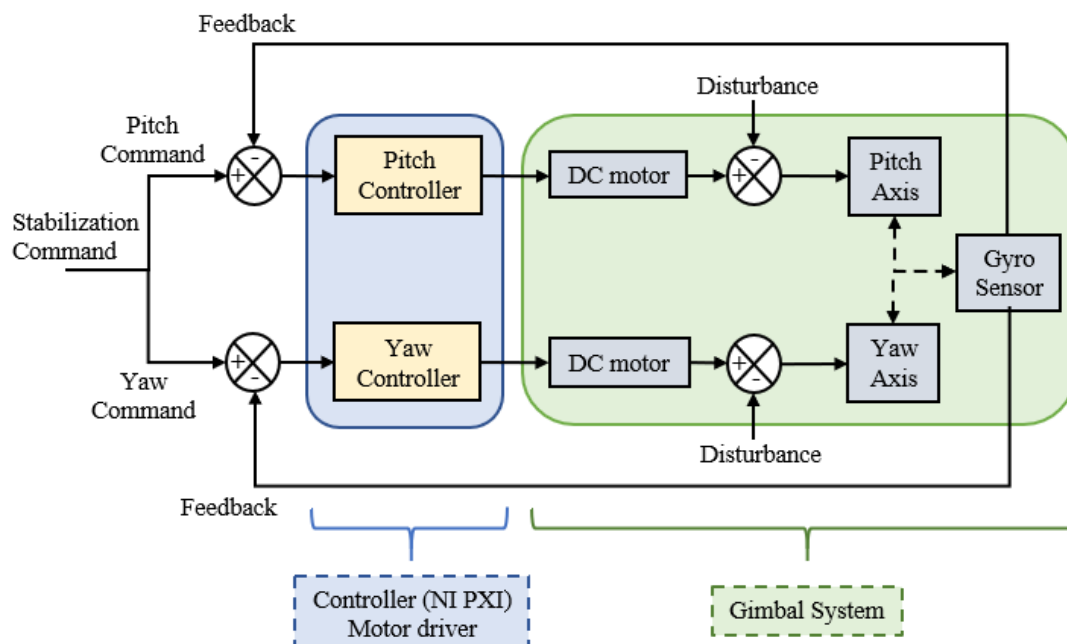


Figure 5. The general block diagram of the stabilization

A real-time test system was installed to test the control of the yaw and pitch axes. The control algorithm is located on the NI PXI system. Data from the gyroscope and kinematic calculations are also available on the same system. Yaw and pitch angles are transmitted to the gimbal by the host computer. The host computer is running in a Windows environment. The image of the experimental environment is given in Figure 6.

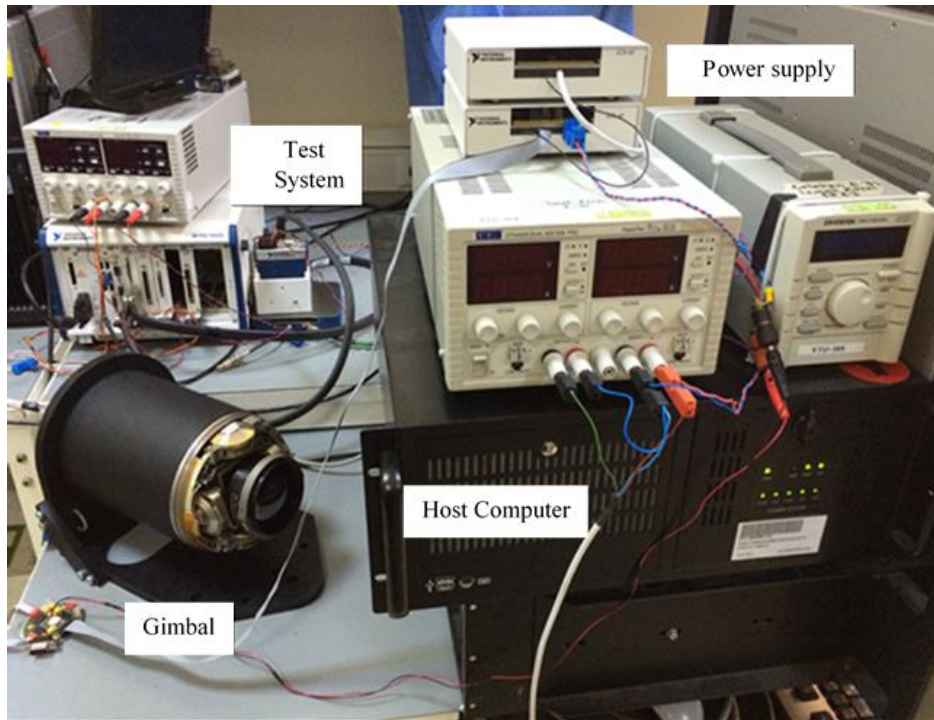


Figure 6. The experimental environment

Within the scope of the experimental studies, both controllers were integrated into the test system separately, and the position data of the gimbal axes were collected. Firstly, square wave commands were used to analyze the controller. Figure 7 shows the position responses of the yaw axis.

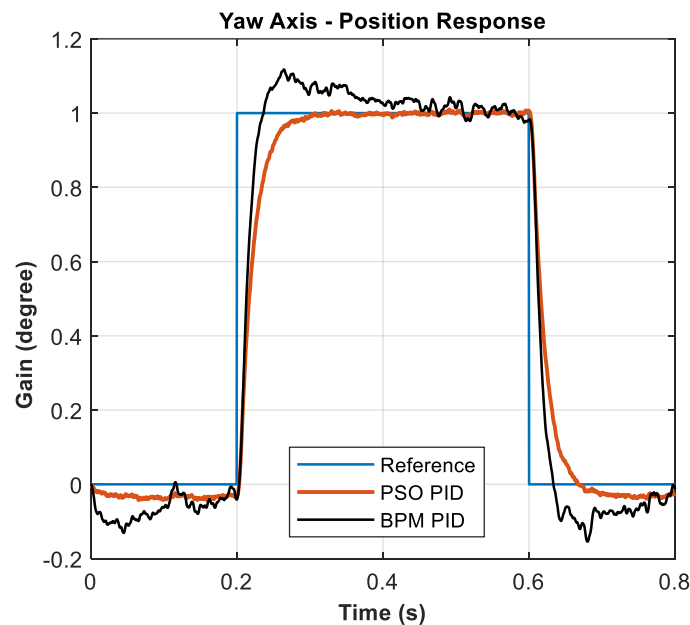


Figure 7. Position response of yaw axis

With the PSO PID controller, 40 ms rise time and 57 ms settling time were obtained, and no steady state error occurred. With the BPM PID controller, 26 ms rise time and 157 ms settling time were obtained, and a steady state error of over 20 millidegrees occurred. There is also a 11% percent overshoot. While calculating the coefficients with the BPM PID controller, the bandwidth value is taken as a basis. On the other hand, PSO PID tries to minimize the error while using the bandwidth value as a constraint. With the controller output parameter added to the objective function, it tends to lower outputs and prevents the

controller from being aggressive. This situation provides smoother responses, especially for gimbals with uncertainties that cannot be modeled precisely.

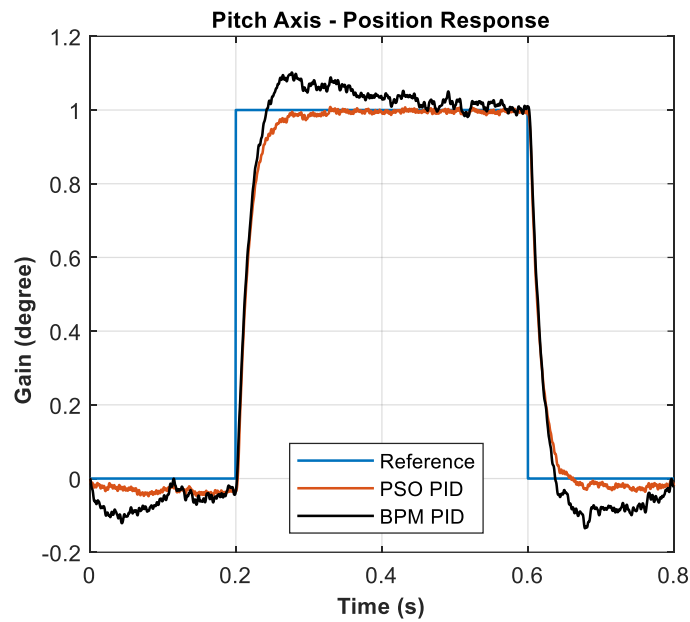


Figure 8. Position response of pitch axis

In the pitch axis, 34 ms rise time and 54 ms settling time were obtained with the PSO PID controller, and no steady state error occurred. With the BPM PID controller, 28 ms rise time and 160 ms settling time were obtained, and a steady state error of 20 millidegrees occurred (Figure 8). There is also a 10% percent overshoot. As with the other axis, better results were obtained with PSO PID. When the results are compared, it is seen that different values are obtained for both axes. The pitch axis carries the camera, and the Yaw axis carries the inner axis with the camera. Due to balance errors and cross-coupling, the axes' loads are also different. Cable stiffness is also seen as an essential factor in the pitch axis.

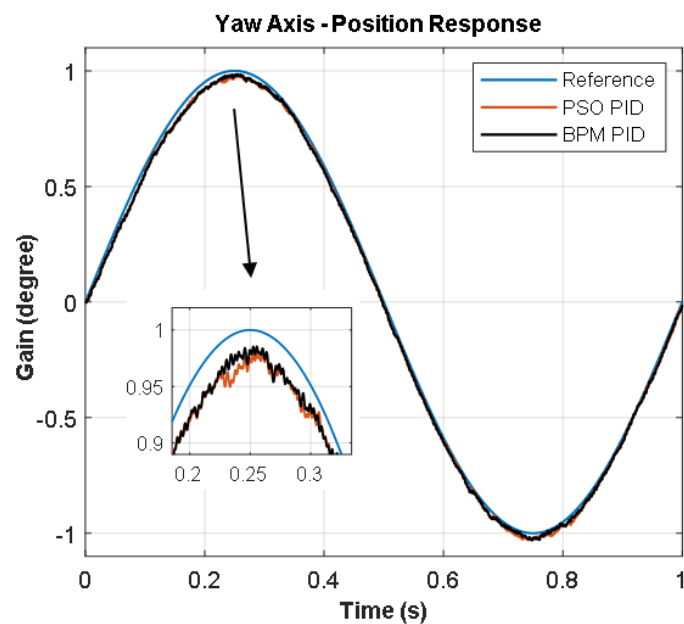


Figure 9. Sinusoidal position response of yaw axis

The sinusoidal command was applied to the gimbal axes as a second test. Test results of the Yaw axis are given in Figure 9. Similar position responses were obtained with both controllers in this test, unlike the step command. BPM PID, which had overshoot and steady-state errors in previous tests, could successfully

follow the reference applied in this test. The main reason for this difference between the two tests is the balance problem. With the sudden acceleration in the step command, the effect of the balance problem increased, and the BPM PID could only respond to this situation with oscillation for a certain period. In sinusoidal reference, on the other hand, the degree of the signal applied at each sampling time increases smoothly. In this way, the effects of disturbances such as balance and cable stiffness are also reduced on the system.

5. CONCLUSION

In this study, controller design and applications were made to control the axes of a two-axis gimbal system used in the missile. In gimbal systems, uncertainties such as cable stiffness, mechanical friction, and axial misalignment can cause different and unexpected disruptive effects on the axes. In this context, the designed PSO PID and PID coefficients are tuned based on position error and controller outputs. In real-time tests performed on the desktop, control was possible with no steady-state errors. With the Butterworth Polynomial method, which calculates the coefficient according to the bandwidth criterion, steady-state errors have reached 20 millidegrees. There were also overshoots of over 10%. This situation shows that the PID controller designed with the optimization method can be more effective for uncertain gimbal systems. There are differences between the simulation results in the 3rd section and the experimental responses. In the simulation, ambient noises, especially the gyroscope, are not modeled in detail. These factors are estimated to cause deterioration in control. In future studies, stabilization trials will be carried out by connecting the gimbal system to a test system that can move in three axes.

ACKNOWLEDGEMENTS

The author would like to thank Roketsan A.S. for their financial support for this work.

REFERENCES

- [1] Senthil Kumar, S., & Anitha, G. (2021). A novel self-tuning fuzzy logic-based PID controllers for two-axis gimbal stabilization in a missile seeker. *International Journal of Aerospace Engineering*, 2021, 1-12.
- [2] Altan, A., & Hacıoğlu, R. (2020). Model predictive control of three-axis gimbal system mounted on UAV for real-time target tracking under external disturbances. *Mechanical Systems and Signal Processing*, 138, 106548.
- [3] Naderolasli, A., & Tabatabaei, M. (2020). Two-axis gimbal system stabilization using adaptive feedback linearization. *Recent Advances in Electrical & Electronic Engineering (Formerly Recent Patents on Electrical & Electronic Engineering)*, 13(3), 355-368.
- [4] Battistel, A., Oliveira, T. R., & Rodrigues, V. H. P. (2019). Adaptive control of an unbalanced two-axis gimbal for application to inertially stabilized platforms. *IEEE 19th International Conference on Advanced Robotics (ICAR)*, 99-104.
- [5] Khayatian, M., & Arefi, M. M. (2016). Adaptive dynamic surface control of a two-axis gimbal system. *IET Science, Measurement & Technology*, 10(6), 607-613.
- [6] Lee, D. H., Tran, D. Q., Kim, Y. B., & Chakir, S. (2020). A robust double active control system design for disturbance suppression of a two-axis gimbal system. *Electronics*, 9(10), 1638.
- [7] Tong, W., Xiang, B., & Wong, W. (2020). Gimbal torque and coupling torque of six degrees of freedom magnetically suspended yaw gimbal. *International Journal of Mechanical Sciences*, 168, 105312.
- [8] Baskin, M., & Leblebicioğlu, M. K. (2017). Robust control for line-of-sight stabilization of a two-axis gimbal system. *Turkish Journal of Electrical Engineering and Computer Sciences*, 25(5): 3839-3853.

- [9] Li, H., & Yu, J. (2019). Anti-disturbance control based on cascade ESO and sliding mode control for gimbal system of double gimbal CMG. *IEEE Access*, 8, 5644-5654.
- [10] Ghadiri, H., Mohammadi, A., & Khodadadi, H. (2022). Fast terminal sliding mode control based on SDRE observer for two-axis gimbal with external disturbances. *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering*, 44(2), 1-23.
- [11] Ashok Kumar, M., & Kanthalakshmi, S. (2022). H_∞ Control law for line of sight stabilization in two-axis gimbal system. *Journal of Vibration and Control*, 28(1-2), 182-191.
- [12] Nguyen, D. H., & Nguyen, V. H. (2019). Robust Control of Two-Axis Gimbal System. *IEEE International Symposium on Electrical and Electronics Engineering (ISEE)*, 177-182.
- [13] Senthil Kumar, S., & Anitha, G. (2021). Fuzzy Logic-Based Self-Tuning PID Controllers Using Parameters Adaptive Method for Stabilization of a Two-Axis Seeker Gimbal. *IETE Journal of Research*, 1-10.
- [14] Obiora, V., & Achumba, I. E. (2017). Adaptive control of Aerial vehicle gimbal using fuzzy-PID compensator. *IEEE 3rd International Conference on Electro-Technology for National Development (NIGERCON)*, 451-456.
- [15] Rajesh, R. J., & Kavitha, P. (2015). Camera gimbal stabilization using conventional PID controller and evolutionary algorithms. *IEEE International Conference on Computer, Communication and Control (IC4)*, 1-6.
- [16] Ahmad, M. H., Osman, K., Zakeri, M. F. M., & Samsudin, S. I. (2021). Mathematical Modelling and PID Controller Design for Two DOF Gimbal System. *IEEE 17th International Colloquium on Signal Processing & Its Applications (CSPA)*, 138-143.
- [17] Kayışlı, K., & Uğur, M. (2017). 3 Serbestlik Dereceli Bir Robot Kolun Bulanık Mantık ve PID ile Kontrolü. *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Part C: Tasarım ve Teknoloji*, 5(4): 223-234.
- [18] Sun, Y., Zhou, X., & Huang, Z. (2021). Optimal PID Controller Design for AVR System Based on Multi-objective Optimization and Multi-attribute Decision Making. *IEEE 33rd Chinese Control and Decision Conference (CCDC)*, 592-597.
- [19] Petrović, M., Villalonga, A., Miljković, Z., Castaño, F., Strzelczak, S., & Haber, R. (2019). Optimal tuning of cascade controllers for feed drive systems using particle swarm optimization. *IEEE 17th International Conference on Industrial Informatics (INDIN)*, 1, 325-330.
- [20] Oliveira, P. M., & Vrančić, D. (2018). Swarm Design of Series PID Cascade Controllers. *IEEE 13th APCA International Conference on Automatic Control and Soft Computing (CONTROLLO)*, 276-281.
- [21] Upadhyaya, A., & Gaur, P. (2021). Speed Control of Hybrid Electric Vehicle using cascade control of Fractional order PI and PD controllers tuned by PSO. *IEEE 18th India Council International Conference (INDICON)*, 1-6.
- [22] Hasturk, O., Erkmen, A. M., & Erkmen, I. (2011). Proxy-based sliding mode stabilization of a two-axis gimballed platform. *Target*, 3(4): 1-7.
- [23] Sahin, M. (2015). Two Axis Gimbal Application with Self Tuning PID Control. PhD Thesis, Gazi University, Graduate School of Natural and Applied Sciences, 2015.
- [24] Borase, R. P., Maghade, D. K., Sondkar, S. Y., & Pawar, S. N. (2021). A review of PID control, tuning methods and applications. *International Journal of Dynamics and Control*, 9(2), 818-827.
- [25] Ablay, G. (2021). A generalized PID controller for high-order dynamical systems. *Journal of Electrical Engineering*, 72(2), 119-124.

- [26] Shami, T. M., El-Saleh, A. A., Alswaitti, M., Al-Tashi, Q., Summakieh, M. A., & Mirjalili, S. (2022). Particle swarm optimization: A comprehensive survey. *IEEE Access*, 10, 10031-10061
- [27] Cui, Y., Meng, X., & Qiao, J. (2022). A multi-objective particle swarm optimization algorithm based on two-archive mechanism. *Applied Soft Computing*, 119, 108532.



A new Hg (II) electrode for the analysis of mercury in sea food

Şükrü KALAYCI^{1,*}

¹Gazi University Vocational School of Technical Sciences, Department of Chemical Technology, 06500, Ostim/ANKARA

Article Info

Research article
Received:25/01/2023
Revision:31/01/2023
Accepted:27/02/2023

Keywords

Trace element
Selective electrode
Toxic mercury
Sensors
Potentiometry
Seafood

Abstract

A Hg (II) solid state electrode (ISE) was fabricated using HgS and sparingly soluble Cu and Ag sulfur salts, and the highest sensitivity of the ISE was obtained at the 10% HgS (w/w) composition. The ISE was found to have a slope of about 29 mV towards the Hg (II) ion (pHg 1,0-7,0 M). Hg-SE was found to have a response time of 20 s and it offers an operating range of pH 1,0 to 5,0. Their lifespan was measured as 1 year. It was determined that ISE was not sensitive to other ions. The LOD value of the electrode was measured as 5×10^{-8} M. In addition, after the electrode validation, it was used in Hg measurements in seafood.

1. INTRODUCTION

The most important effect of intensive industrialization on the environment and food is heavy metal pollution. Mercury (Hg) is an element that is among the heavy metals and has a high toxic effect. Low amounts of mercury inhibit the function of many vital functions with its strong toxic effect. For the determination of mercury ion AAS [1], ICP-OES [2-3], UV-vis spectrophotometry [4-5] and electroanalytical methods [6-7]. These methods are time consuming for complex samples and expensive.

Recently, it is more preferred in the analysis of trace elements due to the short test time, fast and cheap. Many electrodes sensitive to Hg (II) have been developed. They are solid membrane electrodes, usually based on different ionospheres. Ionophore such as tri dodecyl methyl ammonium iodide [8], thiosemicarbazone [9], poly (4-vinily pyridine) [10], dithiadiazacyclotetradecine [11], Calix [2] thieno [2] pyrrole [12], poly-o-toluidine Zr (IV) tungstate [13] and 2-(N-pipyridino methyl)-1-cyano cyclohexano [14]. The slope of these electrodes to the mercury ion is 25-28 mV between 1×10^{-1} and 1×10^{-6} M. The lifetime of the electrodes is maximum 6 months, the response times are long and the number of interfering ions is high.

In this study, Hg-SE was prepared from HgS, Cu₂S and Ag₂S salts prepared in the laboratory. Characterization of ISE was done. Component effect, response time, working pH range, and interference effect were examined. The validation of the method was performed according to the synthetic sample. Using ISE, the amount of mercury in fish, mussels and shrimp was measured as the 95% confidence level and the average of 10 values.

2. MATERIALS AND METHODS

2.1. Reagents

HgS, Cu₂S and Ag₂S [15-16] less soluble salts used in the preparation of ISE were prepared under laboratory conditions. Hg(NO₃)₂ and metal salts (Merck) whose interferences are investigated have high analytical purity. The deionized water was used in the preparation of solutions. HNO₃ and HClO₄ (Merck) are acids used in the dissolving process of seafood.

2.2. Instruments

For potential measurements, Metrohm 781 ion meter, Ag/AgCl electrode as reference electrode and MTOPS MS 300 magnetic stirrer mixer were used.

2.3. Electrode Fabrication

Slightly soluble sulphurous salts of Hg, Cu and Ag were mixed in a certain ratio and amount of mortar and turned into a homogeneous mixture. It was pressed with a pressure of 10000 kgcm⁻² using a hydraulic press. The resulting thin tablet was adhered to an approximately 15 cm long glass tube with both ends open. An Ag wire to contact the tablet and the inside of the electrode were filled with epoxy resin. The resin dried in one day [17]. The life of the electrode, which is used 5-6 times a day, is about 2 years.

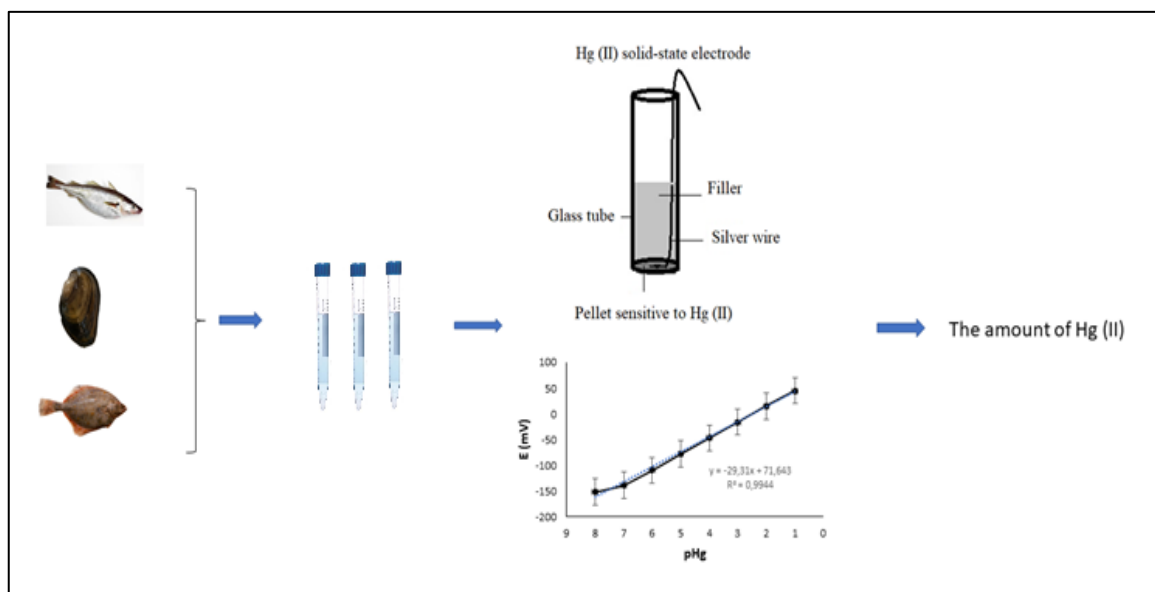
2.4. Potential Values

The cell diagram in Equation (1) was used in the working process. Potentials were carried out at 25 degrees and in 0,1 M KNO₃. Hg-SE sensitivity, it was determined that the potential change was in accordance with the Nernst equation by increasing the mercury concentration in the cell 10 times.



2.5. Preparation of Seafood

Sea products to be used in the determination of mercury were brought from the Gulf of Izmit. The same procedure was used for thawing seafood. A certain amount of sample was dried in the oven for a certain time. A total of 8,0 mL of HNO₃ and HClO₄ mixture was added to this sample in a 4 to 1 ratio and disintegrated by heating in a long neck balloon (30 cm). After repeating this process 4 times, it was evaporated to approximately 1,0 mL. The volume of the sample was made up to 10,0 ml. The analysis procedure is given in diagram 1.



Scheme 1. Analysis procedure

3. RESULT AND DISCUSSION

3.1. Electrode Composition

The most of electrode performance is the electrode composition. Here, the electrode composition with high slope and selectivity was investigated. Electrodes in 6 different compositions were made as shown in Table 1 and values were recorded. When we look at the values in Table 1, the highest sensitivity for mercury ions is 10% HgS, 30% Cu₂S and 60% Ag₂S. The slope of ISE was calculated as $29,3 \pm 0,2$ and the sensitivity of the electrode was found to be compatible with the Nernst equation. In addition, the detection limit of ISE was obtained as 5×10^{-8} M (S/N=3) by using the calibration plot.

Table 1. Sensitivity of electrodes with different composition (1.0×10^{-1} - 1.0×10^{-7} mol L⁻¹)

| ISE | HgS, % | Cu ₂ S, % | Ag ₂ S, % | Slope, mV | R ² |
|-----|--------|----------------------|----------------------|----------------|----------------|
| 1 | 5 | 30 | 65 | $19,5 \pm 0,6$ | 0,8573 |
| 2 | 10 | 30 | 60 | $29,3 \pm 0,2$ | 0,9999 |
| 3 | 10 | 40 | 50 | $23,7 \pm 0,3$ | 0,9248 |
| 4 | 15 | 30 | 55 | $25,2 \pm 0,4$ | 0,9455 |
| 5 | 20 | 30 | 50 | $26,1 \pm 0,4$ | 0,9681 |
| 6 | 5 | 20 | 75 | $14,8 \pm 0,9$ | 0,6213 |

3.2. Response Time

For the response time with a composition of 10% HgS, 30% Cu₂S and 60% Ag₂S, when ISE was added 10 times more than $1,0 \times 10^{-7}$ M Hg (II) concentration in the cell, the times during which the potential value was constant were recorded (Figure 1). Refrigerator responds to concentration changes in as little as 20 s.

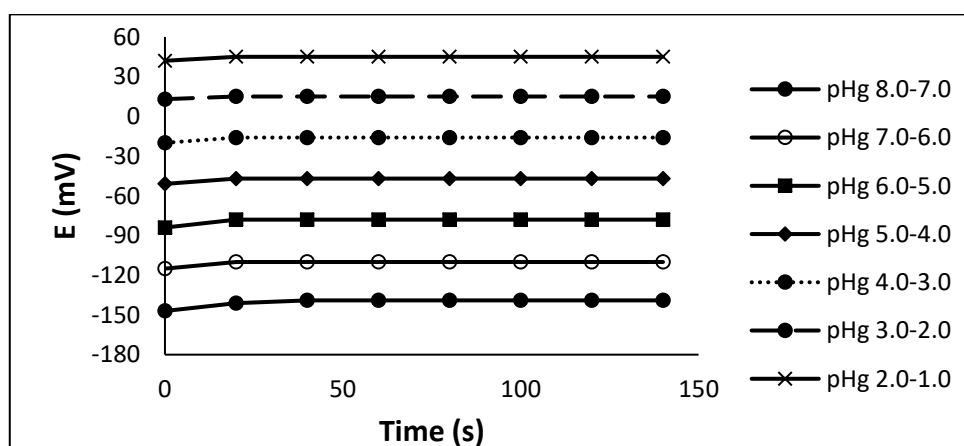


Figure 1. Dynamic response time of ISE from 1×10^{-8} M to 1×10^{-1} M mercury concentration changes

3.3. Effect of pH

While there was 1×10^{-3} M mercury in the cell, the pH values of the solution were changed by dropwise additions of nitric acid and ammonia. The changes in potential values were measured (Figure 2). Accordingly, it was observed that the electrode could work between pH 1,0 and 5,0. and the potential changed after pH 5,0. This is because mercury hydroxide forms after pH 5,0. This reduces the mercury ion and causes the potential to change.

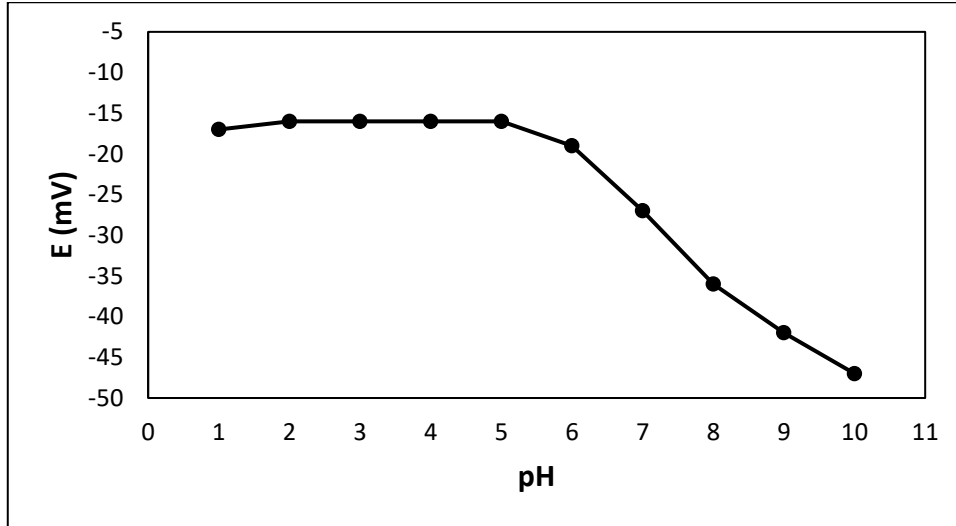


Figure 2. Change of ISE sensitivity with pH

3.4. Selectivity Study (K^{pot})

The K^{pot} of the proposed ISE is obtained by using (Eq. 2) [18]. The potential was measured when there was 1×10^{-3} M Hg (II) in the cell. Then, the potential values While there was a certain concentration of mercury in the cell, other ions were added and their effects on electrode sensitivity were examined (Figure 3). K^{pot} are shown in Table 2. In addition to the amount of mercury in food analysis, it does not have sufficient interference effect.

$$K^{pot} = \left\{ a_{Hg} \left[\exp \left(\frac{\Delta E z_{Hg} F}{RT} \right) - 1 \right] \right\} / (a_M)^{z_{Hg}/z_M} \quad (2)$$

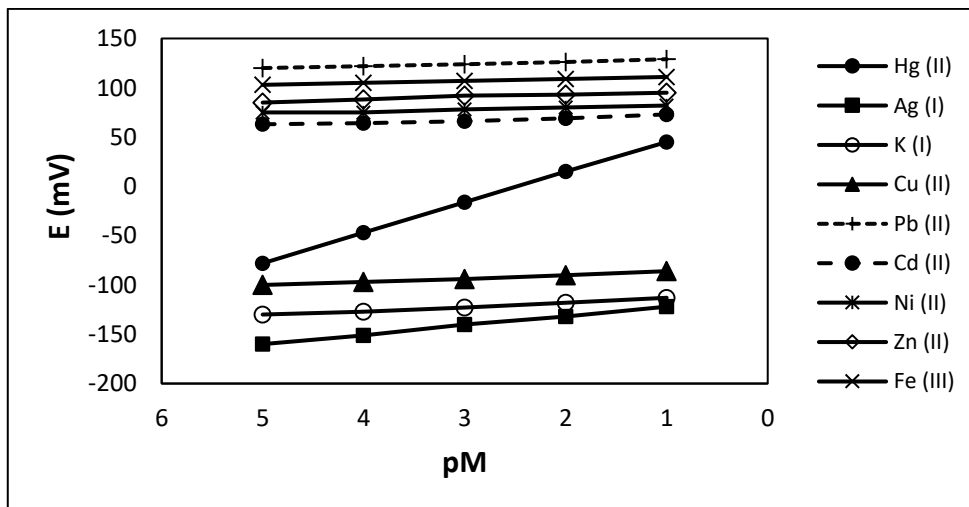


Figure 3. Sensitivity of ISE to other ions

Table 2. K^{pot} of the interfering ions

| Interfering ion | K^{pot} | Interfering ion | K^{pot} |
|------------------|-----------------------|------------------|-----------------------|
| Ag ⁺ | $2,15 \times 10^{-2}$ | Cd ²⁺ | $2,46 \times 10^{-3}$ |
| K ⁺ | $3,42 \times 10^{-3}$ | Ni ²⁺ | $2,18 \times 10^{-3}$ |
| Cu ²⁺ | $5,36 \times 10^{-3}$ | Zn ²⁺ | $3,11 \times 10^{-3}$ |
| Pb ²⁺ | $1,57 \times 10^{-3}$ | Fe ³⁺ | $4,83 \times 10^{-4}$ |

The analytical values of ISE were compared with other mercury electrodes and are given in Table 3. It appears to have superior properties to many mercury electrodes.

Table 3. Comparison of some ISE

| Electrode | Slope, mV | LOD (M) | Lifetime (Months) | Reference |
|---|-----------|----------------------|-------------------|-----------|
| TDMAI | 30 | $5,0 \times 10^{-6}$ | 6 | [8] |
| Thiosemicarbazone | 29 | $1,0 \times 10^{-6}$ | 2 | [9] |
| Poly (4-vinily pyridine) | 30 | $5,0 \times 10^{-6}$ | 3 | [10] |
| Dithiadiazacyclotetra decine | 28 | $8,0 \times 10^{-7}$ | 4 | [11] |
| Calix [2] thieno pyrole | 28 | $1,0 \times 10^{-6}$ | 6 | [12] |
| Poly-o-toluidine Zr (IV) tungstate | 28 | $1,0 \times 10^{-7}$ | 3 | [13] |
| 2-(N-pipyridino methyl)-1-cyano cyclohexano | 29 | $2,5 \times 10^{-7}$ | 2 | [14] |
| HgS | 29 | $5,0 \times 10^{-8}$ | 12 | This work |

3.5. Analytical Application

In order to prove the usability of the prepared electrode, first, the amount of mercury at a certain concentration was measured with our electrode. The % recovery was determined and given in Table 4. According to these data, it was determined that the performance of our electrode in measurements was good.

Table 4. Mercury ($\mu\text{g g}^{-1}$) and % recovery measured in synthetic samples with known concentration. (95% Confidence level and $N=5$)

| Sample | Concentration added ($\mu\text{g g}^{-1}$) | Concentration recovered ($\mu\text{g g}^{-1}$) | % Recovery |
|--------|--|--|------------|
| 1 | 0,01 | 0,0098 | 98,0 |
| 2 | 0,05 | 0,0495 | 99,0 |
| 3 | 0,10 | 0,0995 | 99,5 |
| 4 | 0,15 | 0,1497 | 99,8 |

This method was applied to haddock, sole and mussel samples brought from Izmit Bay. The amounts of Hg (II) in the thawed seafood were measured as the 95% confidence level and the average of 5 measurements and are given in Table 5. The results were determined to be compatible with the mercury amounts previously measured in seafood [19].

Table 5. The amount of mercury in haddock (*Cod*), sole (*Solea vulgaris*) and mussel (*Bivalvia*) samples brought from the Gulf of Izmit. (95% Confidence level and $N=5$)

| Sample | [Hg ²⁺]: $\mu\text{g g}^{-1}$ |
|---------|---|
| Haddock | $0,19 \pm 0,01$ |
| Sole | $0,28 \pm 0,02$ |
| Mussel | $0,032 \pm 0,005$ |

4. CONCLUSION

In this study, a solid-state electrode based on HgS was prepared. ISE has a linear slope with respect to the first equation. This electrode shows a great advantage over other electrodes in the literature, with its characteristics such as being easy to prepare, responding quickly to mercury (II) ion, being insensitive to other ions, having a low detection limit, high selectivity and sensitivity [20-21]. The validation values of this electrode were good. In addition, it is seen to have a high performance in determining trace mercury amounts in seafood, food, environment and many real samples.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors would like to thank Gazi University, Department of Chemical Technology.

CONFLICT OF INTEREST

The authors declare that they have no competing interests.

REFERENCES

- [1] Fátima S.M., Tóth I.V., Rangel A.O.S.S., Determination of mercury in fish by cold vapor atomic absorption spectrophotometry using a multicommutated flow injection analysis system, *Analytical Sci.*, 22 (2006) 861-864. <https://doi.org/10.2116/analsci.22.861>
- [2] Batista B.L., Rodrigues J.L., De Souza S.S., Souza V.C.O., Barbosa F., Mercury speciation in seafood samples by LC–ICP-MS with a rapid ultrasound-assisted extraction procedure: Application to the determination of mercury in Brazilian seafood samples, *Food Chemistry*, 126 (2011) 2000-2004. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.12.068>
- [3] Kenduzler E., Ates M., Arslan Z., McHenry M., Tchounwou P.B., Determination of mercury in fish otoliths by cold vapor generation inductively coupled plasma mass spectrometry (CVG-ICP-MS), *Talanta*, 93 (2012) 404-410. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2012.02.063>
- [4] Fashi A., Yaftian M.R., Zamani A., Electromembrane extraction-preconcentration followed by microvolume UV–Vis spectrophotometric determination of mercury in water and fish samples, *Food Chemistry*, 221 (2017) 714-720. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.11.115>
- [5] Faryadras F., Yousef S.M., Jamshidi P., Shemirani F., Application of magnetic graphene-based bucky gel as an efficient green sorbent for determination of mercury in fish and water samples, *Research on Chemical Intermediates*, 46 (2020) 2055–2068. <https://doi.org/10.1007/s11164-019-04069-8>
- [6] Martín-Yerga D., González-García M.B., Costa-García A., Electrochemical determination of mercury: a review, *Talanta*, 116 (2013) 1091-1104. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2013.07.056>
- [7] Somer G., Caliskan A.C., Sendil O., A new and simple procedure for the trace determination of mercury using differential pulse polarography and application to a Salt Lake sample, *Turkish Journal of Chemistry*, 39 (2015) 639-647. <https://doi.org/10.3906/kim-1412-19>
- [8] Somer G., Kalaycı Ş., Ekmekci G., Preparation and application of iodide–mercury selective membrane electrode based on ion exchangers, *Sensors and Actuators B*, 81 (2001) 122-127. [https://doi.org/10.1016/S0925-4005\(01\)00942-X](https://doi.org/10.1016/S0925-4005(01)00942-X)
- [9] Mahajan R.K., Kaur I., Lobana T.S., A mercury (II) ion-selective electrode based on neutral salicylaldehyde thiosemicarbazone, *Talanta*, 59 (2003) 101-105. [https://doi.org/10.1016/S0039-9140\(02\)00473-3](https://doi.org/10.1016/S0039-9140(02)00473-3)
- [10] Bakhtiarzadeh F., Ab Ghani S., An ion selective electrode for mercury (II) based on mercury (II) complex of poly (4-vinyl pyridine), *Journal of Electroanal. Chem.*, 624 (2008) 139-143. <https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2008.08.007>
- [11] Dalkıran B., Demirel Ozel A., Parlayan S., Canel E., Ocak U., Kılıc E., A novel lariat crown compound as ionophore for construction of a mercury (II)-selective electrode, *Monatsh Chemistry*, 141 (2010) 829–839. <https://doi.org/10.1007/s00706-010-0340-2>

- [12] Abbas I.I., Mercury (II) selective membrane electrode based on calix [2] thieno [2] pyrrole, International Journal of Chem., 4 (1) (2012) 23-29. <https://doi.org/10.5539/ijc.v4n1p23>
- [13] Naushad M., Inamuddin Rangreez T.A., ALOthman Z.A., A mercury ion selective electrode based on poly-o-toluidine Zr (IV) tungstate composite membrane, Journal of Electroanal. Chem., 713 (2014) 125-130. <https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2013.12.002>
- [14] Rashvanda H.R., Hajiaghababaei L., Darvich M.R., Sarvestani M.R.J., Miyandoab F.J., A liquid membrane mercury selective electrode based on 2-(N-pipyridino methyl)-1-cyano cyclohexanol as a novel neutral carrier, Journal of Anal. Chem. 75 (10) (2020) 1340–1347. <https://doi.org/10.1134/S106193482010010X>
- [15] Somer G., Kalaycı Ş., Başak I., Preparation of a new solid state fluoride ion selective electrode and application, Talanta, 80 (2010) 1129-1132. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2009.08.037>
- [16] Somer G., Sezer S., Doğan M., Kalaycı S., Sendil O., Preparation and properties of a new solid state borate ion selective electrode and its application, Talanta, 85 (2011) 1461-1465. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2011.06.028>
- [17] Somer G., Yılmaz U.T., Kalaycı Ş., Preparation and properties of a new solid-state arsenate As (V) ion selective electrode and its application, Talanta, 142 (2015) 120-123. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2015.04.036>
- [18] Umezawa Y., Buhlmann P., Umezawa K., Tohda K., Amemiya S., Potentiometric selectivity coefficients of ion-selective electrodes. Part I. Inorganic cations (technical report), Pure Appl. Chem., 72 (10) (2000) 1851-2082. <https://doi.org/10.1351/pac200072101851>
- [19] Yiğit V., Müftügil N., Bazı Balık Türlerinde Saptanan Civa Miktarları, Journal of Food, 10 (1) (1985) 53-56.
- [20] Kalaycı S., Determination of some trace elements with ICP-OES in Hirfanlı dam lake, GU J Sci Part C, 8 (2) (2020) 451-457. <https://doi.org/10.29109/gujsc.718105>
- [21] Kalaycı S., Analysis of halogens in wastewater with a new prepared ion selective electrode, Monatshefte für Chemie, 153 (2022) 1137-1141. <https://doi.org/10.1007/s00706-022-02987-9>



Analysis of Consumer Behavior towards Electric Vehicles: Intentions, Concerns and Policies

H. Nurgul DURMUS SENYAPAR^{1,*} Murat AKIL²

¹Gazi University, Gazi University Quality Coordinator, Assistant Coordinator, 06500, Yenimahalle/ANKARA

²Aksaray University Technical Sciences Vocational School, Electronics and Automation Department 68100, Merkez/AKSARAY

Article Info

Research article
Received: 10/01/2023
Revision: 28/01/2023
Accepted: 04/02/2023

Keywords

Electric Vehicle
Consumer Intents
Political Incentives
Field Mapping
Smart Device
Turkey

Abstract

Despite the acceptance of electric vehicles (EVs) by consumers in developed countries, consumers' intentions towards these smart devices (SD) and the steps that can be taken to expand in this market continue to be investigated in developing countries such as Turkey. In this study, policies and incentives for the purchase of Electric Vehicles in different countries were examined, consumer concerns prior to the adoption of SDs were evaluated, and then consumer intentions in adopting EVs with models such as reasoned action theory, planned behavior theory, and technology acceptance model were evaluated with bibliometric analysis through conducted studies. Data from 63 publications accessed from Scopus, Web of Science, and DergiPark databases were used in the field mapping process. The results provide insights into increasing the market share of electric vehicles, which are critical in reducing the carbon footprint, by recommending the issues that need to be highlighted to the industry and researchers.

1. INTRODUCTION

Transportation in many countries and cities has recently started to be provided by low-carbon Electric Vehicles (EVs). Among these electric vehicle types, especially Battery Electric Vehicles (BEV) are considered the most environmentally friendly and zero-emission Smart Devices (SD) [1-2]. SDs are a package in which rechargeable batteries are brought together and managed [3] and have recognized environmental benefits such as reducing air pollution and saving energy, demonstrating them as important tools to achieve the target of a green and sustainable society [4].

EVs were the most common type of vehicle on the market in the early 1900s, but the market share of such vehicles has dwindled over time, thanks to the advent of internal combustion engines and efficient manufacturing methods. Transportation has become one of the biggest contributors to greenhouse gases. According to the report of the International Energy Agency, the transport sector accounts for approximately 25% of total global greenhouse gas emissions and this is expected to increase from 23% to 50% by 2030 (IEA, 2020). Therefore, transportation is an important obstacle to the realization of sustainable economies. Considering that a fuel demand of up to 40% is expected by 2035, it is predicted that vehicle use will contribute significantly to air pollution and the greenhouse effect. In the traditional sense, transportation has been dependent on petroleum fuel [5]. Today, most vehicles are powered by internal combustion engines and use fossil fuels, which account for 23% of global CO₂ emissions from the transportation sector. Due to concerns about global warming, the auto industry is under pressure to reduce its carbon footprint. In the last decade, biofuel-compatible engines, vehicles using alternative fuels such as liquid petroleum gas and compressed natural gas, as well as hybrid electric vehicles based on fossil fuels but with a lower carbon footprint, have been introduced [6]. Users face new technologies that carry risks and benefits that need to be adopted. EVs are an important and innovative technology and are expected to revolutionize the automobile industry and benefit the environment. A 2015 study reports that passenger cars are responsible

for around 60% of carbon emissions in the transportation sector and that EVs are a viable way to reduce carbon emissions. Similarly, the 2020 Electric Vehicle Outlook Report published by BloombergNEF estimates that EVs will account for 10% of global passenger car sales in 2025, 28% in 2030, and 58% in 2040 [7].

In most countries, the number of smart devices in the automobile market is still very low compared to the number of conventional internal combustion engine vehicles, but consumers' buying behavior for these vehicles in terms of environmental and economic benefits continues to increase exponentially [8]. Reasoned Action Theory (TRA) is a social psychology-based theory developed to better understand the relationships between attitudes, intentions, and behaviors of people who can make their own decisions [9]. This theory is based on assumptions about human behavior. Planned Behavior Theory (TPB) was proposed in 1991 to predict and solve the mystery of consumer behavior after the TRA theory [10]. Both theories are based on the premise that individuals make logical and reasoned decisions to engage in certain behaviors by evaluating the information provided to them. However, TPB has been modified by adding perceived behavioral control to TRA because individuals' behavior is not entirely voluntary and cannot always be controlled. The Technology Acceptance Model (TAM) theory explains the adoption of new technologies by people and evaluates the relationships between them by adding the perceived usefulness and perceived ease of use to the attitudes, intentions, and behaviors of users created based on TRA [11]. TAM's goal is to unravel the factors that influence consumers' adoption of new technologies. The study by [12] was conducted using a variety of methods to identify factors that facilitate or compel human adoption of SDs, and to identify consumer adoption [13], purchase [14], and usage [15] intentions. Consumers' intention to use electric and hybrid vehicles is related to how well factors such as technology perception, price, availability, and information are controlled. These social and psychological factors are explained by TRA, which is explored further in TPB Theory. These theories help identify factors that influence consumer behavior. The main factor identified in the literature was that confidence in new EVs is higher than in conventional diesel or petrol vehicles. A strong purchase intention ultimately increases the probability of eventual action. Behavioral attitudes that affect the purchase of electric vehicles positively or negatively can be classified. The positive aspects of electric vehicles are factors such as their environmental friendliness, low operating costs, and the existence of government policies to reduce purchasing costs. The downsides are several factors, such as the difficulty of battery recycling, limitations in the use of renewable energy sources, and less mileage.

Conducted by [16] a bibliometric and thematic analysis of 254 studies on consumer behavior in the EV market. In this regard, a clear systematization of the different research aspects related to EV consumer behavior was performed. As a result, it was found that the use of electric vehicles is still not able to fully replace other motor vehicles. However, developing countries such as Turkey were not included among the countries included in the analyses. In Turkey, which has an emerging SD market, opportunities for the consumer, manufacturer, and politician can be identified by examining consumer intentions toward EVs. The data of the study conducted on the key factors affecting market share and adoption of EVs such as incentives, policies, and additional socio-economic factors [17], and the EV market share of 20 countries were collected considering the information on policies and incentives, published reports, and electronic database. In this context, random effects model analysis was used to investigate the effects of various factors on the EV market share between 2015 and 2019. The results of the study showed that tax deduction policy, charger density, and revenue had significant positive effects on EV market entry percentages. However, except for developing countries such as Turkey, the evaluation was made on the countries that had the highest SDs.

Investigated by [18] the effects of altruism on EV adoption as an environmentally responsible behavior and aimed to identify the factors that affect consumers' EV usage intentions. To do this, a model based on TPB was developed. Experimental analysis was performed by using a structural equation model for factors affecting EV purchase intention with surveys of potential consumers in Malaysia. According to the results, perceived value, attitude, responsibility, subjective norms, personal norms, perceived consumer effectiveness and awareness of results significantly and positively affected consumers' EV purchase intentions.

Regarding consumers' intentions toward EVs, researchers in Turkey focused on the domestic and national production of these smart devices [19–21]. In this context, consumer purchase intentions for domestic SDs

were evaluated; it was ensured that consumers' purchasing intentions were evaluated in terms of proximity to their own culture and innovative features of EVs and examined by [22] whether socio-economic factors affect EV sales. Electric vehicle sales figures from 12 countries between 2012 and 2015 and per capita income, population density, education level, urbanization rates, oil prices, electric vehicle market share, and renewable energy production variables of these countries were used. As a result of the study conducted with Unbalanced Panel Data Analysis, it was found that the education level of the country, urbanization, renewable energy production, and oil prices affected the sales of electric vehicles statistically. In addition, it has been determined that the variable that has the highest effect on electric vehicle sales, among the statistically significant variables, is the urbanization variable. However, Turkey was not considered among these countries.

Conducted by [23] a study to determine the usage intentions of consumers for EVs, factors related to vehicle characteristics, environmental factors, social-symbolic factors, and political-marketing factors were evaluated on the scale of Turkey. Using TPB as a method, the study showed that hybrid vehicles are close to conventional vehicles from a consumer point of view, but consumer intentions toward EVs depend on a very complex decision-making process. As a result, it was found that the adoption of SDs is early in Turkey and the usage intention of consumers is examined.

Focused by [24] on examining the behavioral intentions of the consumer according to their demographic characteristics, their degree of personal innovation, their perceived price sensitivity, and their perception of technological risk. To better understand innovative consumer behavior, factors affecting adoption and factors affecting innovation were discussed for potential EE users in Germany and Turkey, and an analysis of the factors affecting users' behavioral intentions was made with the TAM.

Proposed by [25] an expanded TPB (E-TPB) model by adding Environmental Concerns (EC) and Green Trust (GT) to the TPB Framework to examine consumer-purchasing intentions of EVs in Turkey. Behavioral patterns affecting consumers' purchasing intentions were investigated by using the E-TPB Model. As a result, it was found that traditional TPB components and EC and GT behavioral constructs were positively related to EV purchase intentions. However, participants using traditional vehicles in two different metropolitan areas were enrolled in the survey. Also, the status of consumers' experience and usage information on SDs was not specified.

Investigated by [26] consumers' intentions to purchase EVs in terms of perceived price value and environmental concerns. Also, a different research model was developed and used, except for TRA, TPB, TAM, and the extended versions of these models. Correlation and regression analyzes were made to determine whether the purchase intention differed significantly between some groups utilizing an online survey. It was found that consumers' evaluations of EVs, their perceived price value, and environmental concerns had a statistically significant and positive effect on the intention to purchase Electric Vehicles. However, when looking at participants' intentions toward Hybrid Electric Vehicles or SDs, the survey and findings were evaluated without any distinction between these two vehicle types.

Focused by [27] on the effect of innovativeness as one of the personality traits of consumers and the need to be unique in the intention to buy SDs. Participants were reached through an online survey in Turkey and the results were analyzed with Partial Least Squares Structural Equation Modeling. It was found that there is a positive relationship between consumers' need for uniqueness and their intention to purchase SDs.

Used by [28] an online survey to evaluate the importance of consumer behavioral and experimental experience in purchasing decisions for EVs. As a result, he reported that factors such as customer experience level, satisfaction level, acceptance, and adoption of EVs are important in consumers' purchase intention.

Most SD purchases are made by consumers in developed countries (e.g., China and the USA) followed by consumers in other developed countries (e.g., Germany and the UK) (Global EV Data Explorer, 2022). However, intentions towards EVs rather than consumer adoption must be examined in many ways in developing countries such as Turkey compared to their developed counterparts. As one of the developing countries, Turkey is in a promising position with its own domestic, national, and smart vehicles. According to the cumulative increasing data of the Turkish Statistical Institute in October, the total number of fully Electric Vehicles was around 12 thousand. However, the increasing number of charging stations across the country, government incentives, the issuance of charging station operator licenses, and the fact that smart

devices to be produced with domestic facilities will soon be on the market increase the purchase intention of consumers for SDs. Also, it is predicted in the report published by the SHURA Energy Transformation Center that Turkey's total electric vehicle stock will reach 2.5 million by 2030 [29]. As a result, it is estimated that 10% of all vehicle stock in the country will be SDs. For this reason, uncertainty remains when looking at EV adoption and consumer acceptance in Turkey concerning developed countries. However, the intentions of consumers as potential EV buyers are also a reality because SDs have great future potential in the country. In this context, in the present study, the purpose was to discover the unknown aspects of consumers as potential buyers of EVs in Turkey by looking at the intentions of sample consumers in developed and developing countries. Unlike some other studies in the literature, advantageous aspects for consumers, stakeholders, and politicians were revealed in the study by evaluating consumer intentions toward EVs in Turkey in many ways.

In the next part of the current study, the effects of the policies developed to increase the use and sales of electric vehicles in the world and Turkey are evaluated on consumer intentions and the concerns that prevent consumers from adopting electrical devices are tried to be revealed. With the bibliometric analysis carried out in the study, the critical factors affecting the intentions of consumers as potential EV users in Turkey were determined by looking at the consumer intentions in the world. In the discussion section, prominent issues for consumer adoption of SDs in Turkey were evaluated, and in the conclusion section, studies that could be done for the decarbonization of Turkey were suggested to the industry and academicians in light of the current findings.

2.1. Policies for EV Sales and Usage in the World

Electric Vehicles (EVs) are considered effective technological innovations that help reduce environmental problems from road traffic emissions. EVs only run on chemical energy stored in rechargeable battery packs and have zero exhaust emissions. In addition to environmental benefits, EVs also provide economic benefits due to purchasing incentives and lower operating costs. Despite the growing interest and environmental and economic benefits of EVs, their market share among other motor vehicles is still small in many countries. The Chinese Government has taken various measures to promote the use of Electric Vehicles to reduce air pollution. With faster economic growth and urbanization, the demand for private vehicles has increased. However, the market share of Electric Vehicles is still low and one of the most important reasons for this is that users are worried about being stuck in the middle of the journey due to the limited charging time and driving distance of Electric Vehicles. In addition, charging the batteries of Electric Vehicles in the middle of the journey also creates discomfort for users [30]. Another method implemented by governments to promote the widespread use of Electric Vehicles is to make them economically competitive in the current market. To this end, many countries (members of the Electric Vehicle Initiative (EVI)) are implementing policies to encourage the adoption of electric vehicles. For example, the US Federal Government has set aside \$7.5 billion to encourage the production and purchase of Electric Vehicles by 2019. Similarly, the Chinese Government spent a total of 33.4 billion Chinese Yuan between 2013 and 2015 to promote the adoption of electric vehicles. However, it has been determined that people do not prefer to have environmentalist beliefs and to buy electric vehicles [31]. The Chinese Government has implemented a series of fiscal incentive policies to increase the market share of Electric Vehicles and encourage consumers to adopt EVs. The Chinese Government has implemented the "Energy Conservation and Electric Vehicle Strategy" and conducted pilot programs to directly encourage EV buyers. Other financial incentives (e.g. tax exemptions and toll exemptions) have also been applied. Despite these efforts and supportive incentives, consumers' willingness to adopt EVs remains low and the market share of EVs remains relatively small. According to a report by the China Automobile Manufacturers Association, total vehicle sales exceeded 28 million at the end of 2016 and Electric Vehicle sales were only 409,000 units. The market share of Electric Vehicles in China was only 1.46%. This dilemma shows that EVs conflict with "hot policy" and "cold market" not only in China but also in other developed countries [32–34]. Not only freight but also passenger transport in Brazil is largely based on road transport. The transportation sector constitutes 33% of the country's total energy consumption and 93% of this amount is road transport. This sector also accounts for 81.6% of diesel consumption in the country. The automotive sector plays a high role in terms of production, consumption, and energy expenditures related to electric vehicles both at the national and global level, but it does not follow the energy and mobility trends of leading countries such as Brazil, China, the USA, and India. Currently, China has the world's largest electric car market, followed by the United States and

Europe. Many countries have phased out fossil fuel vehicles, and most are scheduled to ban the sale of internal combustion vehicles by 2030. Despite being part of such major agreements, Brazil has not taken any major steps to phase out combustion engine vehicles and promote electromobility [35]. Denmark has exempted electric vehicles from the vehicle registration tax, one of the world's highest taxes. The exemption was valid until 2016, when an electric vehicle registration tax scheme was implemented for vehicles with internal combustion engines, starting at 20% and gradually increasing to 150%. The Danish Government decided to halt the planned increase in the electric vehicle registration tax in 2018 and currently keeps it at 20%. Compensated through tax deductions of up to DKK 400,000 in 2019 and 2020. That's why the after-tax selling price of electric vehicles was similar in Norway and Denmark until 2016 and was similar in 2019-2020, except for the most expensive brands [36]. The transportation sector is the country's second-largest pollutant and carbon emissions from motor vehicles directly affect global environmental problems and the consumption of natural resources in Malaysia, which is one of the developing countries. It also plays an important role in reducing carbon emissions from motor vehicles to reduce the possibility of environmental problems. It is emphasized that the method called electrification of electric vehicles and road transport is considered a positive step towards replacing internal combustion vehicles with electric vehicles and ensuring urban sustainability. However, electric vehicle sales remain at a low level in Malaysia. One of the reasons for this is considered to be that electric vehicles are expensive. Also, the insufficient number of charging stations in the country and the short lifespan of electric vehicles are considered obstacles to the adoption of Electric Vehicles. The fact that a very high proportion of cars are domestically produced in Malaysia may also hinder the adoption of Electric Vehicles. To accelerate the adoption of electric vehicles in Malaysia, the country's government is implementing tax reductions for electric vehicles and similar measures to encourage the sale of electric vehicles [37–39].

Pakistan is exposed to climate change as one of the most vulnerable countries in the whole world. The annual average temperature and precipitation were severely affected in the country. Carbon dioxide coming from fossil fuels can be harmful to human health and cause disease spread through contaminated floodwaters. If no action is taken against climate change, the average temperature is expected to increase by 3°C in Pakistan. Although Pakistan promised to reduce greenhouse gas emissions by 20% by 2030 at the SAARC Summit, little effort has been made to manufacture and distribute electric cars in Pakistan. Economic conditions do not improve and environmental conditions suffer. The sale and use of Electric Vehicles in Pakistan are practically non-existent. There are no electric two-wheeled or four-wheeled vehicles in the private market, and Pakistan does not have the infrastructure to charge such vehicles [40].

Although Taiwan is Asia's fifth largest economy, it has high urbanization and automobile potential, which exacerbates environmental problems. Therefore, the Taiwanese Government has created a broad strategy aimed at promoting green energy-oriented transport to reduce greenhouse gas emissions. For example, the Taipei City Government launched its free electric ridesharing service "Ucar" in March 2018, which aims to operate on a small scale during the trial period using an integrated TRA and TAM model to test consumers' motivation [41]. The Thai Government has also implemented various incentives to promote the production and use of Electric Vehicles (EVs). These incentives included a 0% tariff on fully manufactured imported EVs and a 10-year corporate tax exemption for companies investing in electric vehicles to help auto companies test market demand before building a large-scale manufacturing facility. In addition, SCT reduction was made to encourage car buyers to buy electric vehicles. All these policies were aimed at meeting the government's target of having 1.2 million electric vehicles in Thailand by 2036. The government set a national economic strategy called "Thailand 4.0" in 2015 to support economic growth through innovative industries and targeted the green car industry [42]. Similarly, the Republic of Ghana has committed to reducing its carbon dioxide emissions by 15% by 2030 in the 2015 Paris Agreement [43-44]. India ranks 3rd in the worldwide CO₂ emission list and its emissions increased by 4.8% to 2.9 billion tons in 2018, with the automobile sector accounting for 87% of total emissions. For this reason, India needs energy-efficient and cleaner vehicles for a sustainable automobile scenario to contribute to climate change [45]. The market share of electric vehicles accounts for only 1% of total vehicle sales in India, most of which (95%) are two-wheeled vehicles. The Indian government reduced its 100% electric vehicle target to 30% by 2030. The biggest obstacles preventing electric vehicles from becoming more common in India include price, diversity, and changing infrastructure. For this reason, the slow growth rate of the electric vehicle sector in India shows the need for more detailed research [46].

In Indonesia, it is estimated that personal vehicles will be needed for people's mobility along with rapid economic growth and increasing urbanization. The transport sector is one of the major contributors to CO₂ emissions in Indonesia and is second only to the industry sector. People's need for transportation is expected to increase with the rapid economic growth (5%) and high urbanization rate expected in 2022 after the pandemic. According to the Indonesian Central Bureau of Statistics, private vehicle ownership (e.g., motorcycles, cars, buses, and freight transport) is increasing steadily at more than 5% per year, which shows that the private vehicle market is still relatively high. Also, Presidential Regulation No. 55 of 2019 on the Acceleration Program of Battery Electric Vehicles for Road Transport was published in 2019 to establish a legal umbrella for electric vehicle development in Indonesia. This regulation enabled several ministries to initiate electric vehicle projects in the country [47].

According to the U.S.A. Energy Information Administration, international oil supplies are supplied by members of the Organization of Petroleum Exporting Countries (mainly Saudi Arabia and Iraq). As the largest oil consumer in the Middle East, Saudi Arabia shows increasing domestic consumption to power its manufacturing and transportation sectors. The CEO of the National Oil Company, Saudi Aramco, stated that "If there is no improvement in energy efficiency, domestic fluid demand will accelerate to exceed 8 million barrels of oil equivalent per day by 2030". For this reason, it is important to use energy more efficiently in various sectors of the country, especially in transportation. Many factors are driving the adoption of more efficient vehicles, such as hybrid electric vehicles, including global warming, foreign dependency, and possible oil shortages. Poor air quality can be affected by transport systems, greenhouse gas emissions, and other sources, affect health and productivity negatively and cause national economic losses. Vehicles are a major source of air pollution in Saudi Arabia and cause approximately 66% of carbon monoxide pollutants and 50% of nitrogen oxides and hydrocarbon pollutants.

Saudi Arabia is the largest importer of vehicles in the Middle East with import levels skyrocketing in recent years. Because of demographic factors, high disposable income, and low fuel prices, the US-Saudi Arabia Business Council notes that local vehicle manufacturing demand is predicting a positive outlook, triggering many ambitious local vehicle manufacturing initiatives to support this demand. The Saudi Arabian government introduced unleaded gasoline to solve the problem of reducing emissions and pollution and enacted a policy in 2009 requiring vehicle manufacturers and distributors to report appropriate fuel economy data on all new vehicles and prohibiting the importation of vehicles older than 5 years of age. However, fuel consumption is still rising steadily in Saudi Arabia and pushing emission levels to an all-time high. For this reason, novel and fuel-efficient technologies must be adopted in the transportation sector. Especially the adoption of HEVs will be a particularly effective step in reducing fuel consumption in Saudi Arabia and a stepping stone towards meeting global energy demand, which will help Saudi Arabia take a more sustainable path towards global warming by reducing emissions. Also, the adoption of HEVs might contribute to improving air quality in the country. For this reason, the adoption of HEVs in Saudi Arabia will yield several benefits with it [48–50].

The popularity of electric vehicles has increased in Turkey in recent years. According to the Automotive Distributors Association (ADA) report, 2846 electric vehicles were sold in Turkey in 2021. When compared to the previous year, this figure is an increase of 238%. In the first half of 2021, 2.6 million electric vehicles were sold globally an increase of 160% when compared to the same period last year. In a scenario in line with the Paris Agreement, it is estimated that worldwide sales of electric vehicles will exceed one billion by the year 2050. Recent studies show that although the electric vehicle market is still small in Turkey, there has been a proportional increase in annual sales in recent years when hybrid vehicles are considered, and the electric vehicles introduced to the market by Turkey's Automobile Enterprise Group (TOGG) may bring with it a rapid growth trend in the market. Also, it is emphasized that electric vehicles need further improvement with technological developments and extensive research is needed for their acceptance by consumers. However, studies on the acceptance of electric vehicles (especially TOGG and green vehicle purchase intention) are still limited in Turkey. Sales of electric vehicles continue to increase in Turkey in recent years, and a growing trend in the market is expected with the effect of electric vehicles to be launched by the Turkish Automobile Initiative Group (TOGG). According to the data of the International Renewable Energy Agency, although the global electric vehicle market was 8 million at the end of 2019, it is expected to reach 1 billion 100 million units by 2050.

On the other hand, consumers' demand shifted from fuel vehicles to electric vehicles, and countries' bans on driving vehicles with gasoline and diesel engines also contributed to the growth of the electric vehicle market. These bans encourage and force investments in electric vehicle production [51-52]. Electric and hybrid electric vehicle sales increased when compared to the previous year. Electric vehicle sales in Turkey are shown in Table 1 according to years [53]. Despite the low share of electric vehicles, 30% of all passenger vehicles are expected to be electric by 2032 worldwide. More than ten different electric vehicle models are on sale in the Turkish market. This number tends to increase over time with the number of electric vehicle charging stations.

Table 1. The number of vehicles by year in Turkey according to engine types

| <i>Years</i> | <i>Total</i> | <i>Benzine</i> (%) | <i>Diesel</i> (%) | <i>LPG</i> (%) | <i>Hybrid</i> (%) | <i>Electric</i> (%) | <i>Unknown</i> (%) |
|--------------|--------------|-----------------------|----------------------|-------------------|----------------------|------------------------|-----------------------|
| 2004 | 5400440 | 75.2 | 4.7 | 14.7 | - | - | 5.4 |
| 2005 | 5772745 | 67.3 | 6.8 | 21.8 | - | - | 4.1 |
| 2006 | 6140992 | 62.5 | 9.5 | 24.8 | - | - | 3.2 |
| 2007 | 6472156 | 57.4 | 11.8 | 28.2 | - | - | 2.6 |
| 2008 | 6796629 | 52.0 | 13.9 | 32.6 | - | - | 1.5 |
| 2009 | 7093964 | 47.6 | 15.7 | 35.6 | - | - | 1.2 |
| 2010 | 7544871 | 42.3 | 18.3 | 38.4 | - | - | 0.9 |
| 2011 | 8113111 | 37.4 | 21.6 | 40.2 | 0.0 | 0.0 | 0.8 |
| 2012 | 8648875 | 33.9 | 24.3 | 41.3 | 0.0 | 0.0 | 0.6 |
| 2013 | 9283923 | 31.1 | 26.9 | 41.5 | 0.0 | 0.0 | 0.5 |
| 2014 | 9857915 | 29.0 | 29.2 | 41.4 | 0.0 | 0.0 | 0.4 |
| 2015 | 10589337 | 27.6 | 31.6 | 40.3 | 0.0 | 0.0 | 0.4 |
| 2016 | 11317998 | 26.8 | 33.6 | 39.2 | 0.0 | 0.0 | 0.4 |
| 2017 | 12035978 | 25.9 | 35.4 | 38.4 | 0.0 | 0.0 | 0.3 |
| 2018 | 12398190 | 24.9 | 36.8 | 37.9 | 0.0 | 0.0 | 0.3 |
| 2019 | 12503049 | 24.2 | 38.1 | 37.3 | 0.1 | 0.0 | 0.3 |
| 2020 | 13099041 | 24.4 | 38.3 | 36.7 | 0.3 | 0.0 | 0.3 |
| 2021 | 13706065 | 25.5 | 37.6 | 35.9 | 0.6 | 0.0 | 0.3 |
| 2022 | 14213013 | 26.7 | 36.9 | 35.1 | 0.9 | 0.1 | 0.3 |

1.2. Consumer Concerns and Intentions for EVs in the World

This study is aimed to determine the important variables that are the antecedents of consumer intention, based on studies including TRA theory, TPB theory, and TAM model and their modifications.

First, there are some concerns raised by consumers about electric vehicles around the world, the most important of which are the nature of EVs and charging infrastructures.

Range concern: One of the major concerns about EVs is the limited range they can travel on one single charge. This can be a concern for people who constantly drive long distances or do not have easy access to charging stations.

Cost: EVs may be more expensive at first purchase than conventional petrol vehicles. This may be a concern for some consumers.

Charging stations: The availability of charging stations can be a concern for some users, especially in areas with limited infrastructure.

Battery life: Battery life is a concern for some users because it is expensive to replace.

Performance: Some users may be concerned about underperformance when compared to conventional petrol vehicles, such as acceleration or control.

Environmental impact: Some users may be concerned about the environmental impact of electric vehicles, such as the materials used to manufacture batteries. In addition, some chemicals used in battery production can have negative effects on the environment. Battery manufacturers are trying to take measures to control materials that may cause adverse effects on the environment during the production process so that they do not harm the environment. Some metals and metal derivatives used in battery production are filtered in wastewater and air by using specially designed industrial filters to reduce their negative effects on the environment, such as the electricity source used for charging.

Power generation plants using fossil fuels such as coal, oil, or natural gas can cause air pollution and climate change. For this reason, it is important whether the electrical energy used by electric vehicle charging stations has negative effects on the environment. However, the negative effects of electric vehicle charging stations on the environment do not depend only on energy sources. Depending on the location, design, and installation of these stations, they can have adverse environmental impacts. For example, areas, where charging stations are built for electric vehicles, can destroy natural habitats. In addition, the design and installation of these stations may have the potential to harm the environment. For electric vehicle charging stations not to have negative effects on the environment, the locations, designs, and installations of these stations should be planned correctly. In addition, it is important to use renewable energy sources so that the energy sources used in electricity production do not have negative effects on the environment [54-55].

Secondly, government policies directly affect the intention to purchase, use and adopt EVs. Here, incentives and subsidies specific to EVs come first.

Subsidy: A subsidy for electric vehicles (EVs) is a financial assistance given by the government of a country or region to purchase EVs. This assistance can increase adoption intention by reducing the initial cost of EVs. However, cutting the subsidy may reduce the intention to adopt, as EVs may become more difficult to purchase as potential buyers fail to take advantage of financial incentives. The cut of the subsidy may affect the intention to adopt, especially if it is designed as a long-term plan [56-57]. Understanding the role of people in EV purchase intention with surveys can help companies and policymakers better understand the motivations and needs of Italian youth and develop strategies for EV adoption. They can determine the importance of electric vehicle purchase intention by analyzing the survey results along with potential barriers to adoption, such as concerns over the cost and availability of charging stations [58-59]. The fact that the prices of electric vehicles are generally higher than gasoline vehicles is a factor that makes it difficult for low- and middle-income people to buy them. However, electric vehicles have advantages such as less maintenance and lower fuel costs. Subsidies and other incentives are often implemented by governments and other institutions to encourage the sale of electric vehicles. These incentives make electric vehicles more affordable and more attractive to low- and middle-income people.

Thirdly, although some consumers have high intentions to purchase EVs, demographic-independent variables can also be an obstacle to activating one's potential behavior. Income level, which is a demographic characteristic of a person, is an important factor affecting people's opinions about purchasing electric vehicles. Incentives and subsidies by governments and other institutions are important to make low- and middle-income people become more enthusiastic to purchase these vehicles [60]. The choice of a person considering the purchase of an electric vehicle may be oriented toward both rational reasons and norms. People consider purchasing an electric vehicle for rational reasons such as low fuel costs, low maintenance requirements, and environmental advantages. However, there may be other factors that influence an individual's choice to purchase an electric vehicle. Purchasing an electric vehicle may be a behavior in line with the norms of adopting these vehicles in society. Also, purchasing an electric vehicle may be a choice for which they want to be respected in their environment and society. For this reason, the choice of purchasing an electric vehicle can be for both rational reasons and norms. Although rational reasons may be related to features such as low fuel costs, low maintenance requirements, and environmental advantages of vehicles, normative reasons may be about behavior following the norms of adopting these vehicles in society [61-63].

In addition to these factors, the policies and preferences of individuals are also of great importance. The following different factors may have an impact on the establishment of a low-emissions environment as a political choice.

Age: In general, individuals in the older population may be less likely to cite low-emission charging zones as a political preference. Therefore, the attitudes of older audiences towards the adoption of hybrid and electric vehicles may be less positive.

Income level: Low-income individuals are less likely to care about policies for low-emission charging zones; Their attitudes toward the adoption of hybrid and electric vehicles may be less positive.

Level of education: Individuals with lower levels of education may have less positive attitudes toward the adoption of hybrid and electric vehicles.

Residential area: The probability of voting for low-emission charging zones is also related to where individuals live. For example, individuals living in cities may be more likely to stand out in their political preferences for low-emission charging zones than those living in rural areas. Therefore, the attitudes of the masses living in cities towards the adoption of hybrid and electric vehicles may be more positive.

Individuals' priorities: People with more environmental concerns may be more likely to vote for low-emission charging zones. Similarly, populations with more environmental concerns about the adoption of hybrid and electric vehicles may have more positive attitudes [64, 65].

The payment parameter is an important issue for consumers to purchase electric vehicles. Payment terms can affect consumers' intention to purchase electric vehicles. Offering very long-term payment options when purchasing electric vehicles can increase consumers' purchase intention.

Payment security: Consumers' disbelief in the security of payment methods when they purchase may reduce purchase intention. Similarly, the use of unsecured payment methods during the EV purchasing process may reduce consumers' purchase intention.

Payment options: Consumers' intention to purchase electric vehicles also depends on payment options. Providing consumers with too few payment options when making a purchase can reduce purchase intention. Similarly, offering different payment options when purchasing electric vehicles can increase consumers' purchase intention [66, 67].

2. MATERIALS AND METHODS

In this study, in which the prominent issues regarding the adoption of electric vehicles, the situation in different countries regarding the level of use of these vehicles, and the measures and incentives to increase the use of these environmentally friendly vehicles are evaluated, academic publications are analyzed within the framework of prominent theories in the literature to determine consumer intentions towards EVs. The findings are shown in a systematic structure. Bibliometric analyzes were performed using Bibliometrix [68] and VOSViewer [69] software, and critical factors encountered in consumer intentions were determined with thematic analysis.

3. RESULTS

3.1. Pre-processing of the Documents

Scopus, Web of Science (WoS), which includes a wide range of reputable journals with generally accepted quality publications, and the articles on DergiPark, a database that contains national journals in Turkey supported by the Turkish Scientific Research Institution, were used to reach the articles published on the subject of "consumer intent" determined as the field of study. In the first step of the pre-processing, a collection process was performed by identifying the publications in the literature about consumers' intentions toward EVs. All possible terms for consumer intentions were used to be comprehensive in the detection of articles [70]. For this purpose, instead of search criteria with Boolean mathematics on Scopus and WoS, the following coding was used to detect articles on the subject: (TI=("electric vehicle*" OR "electric car*")) AND TS=("consumer behavior*" OR "customer behavior*" OR "Buyer*" OR "customer*" OR "consumer*") AND TS=("technology acceptance model" OR "TAM" OR "TPB" OR "theory of planned behavior" OR "Theory of Reasoned Action" OR "TRA") AND TS=(intention*). The meaning of this transaction is the main title of the electric vehicle or automobile, the subject of consumer behavior, buyer, customer or consumer, and the theory of reasoned action, theory of planned behavior, or

technology acceptance model, and containing “intention or other appendices” to show the articles to the reader. It was necessary to search using Turkish characters and words in DergiPark because it includes research at the national level. For this, abstract: electric* OR abstract: “domestic vehicle” OR abstract: “domestic car” AND abstract: intention* was written in the summary section for the search engine for a detailed search. The datasets found in this way in different file formats were standardized to be used in the Biblioshiny program. As a result of the search carried out in all databases, a total of 63 articles with consumer intentions for EVs were identified in the literature. All the details of these articles (e.g., information such as responsible author, keywords, abstract, references, author keyword plus, titles, publication years, all author names, publisher, printing house, and publication language) were brought together in R programming language and converted into a single excel file. According to the search conducted, the articles before 2014 were not included. In this study, the mapping process was created from the articles published in journals in Turkish and English in editorial and blind peer-reviewed journals. In this context, the Excel file created through the Biblioshiny interface, which is included in the Bibliometrix library developed as a package in the R programming language, was integrated into the system. As a result, summary information of the articles to be used in the analysis process is shown in Table 2.

Table 2. Basic information on the articles used in the analyzes

| <i>Explanation</i> | <i>Result</i> | <i>Explanation</i> | <i>Result</i> |
|---|---------------|--|---------------|
| Data Distribution | | Collaboration of Authors | |
| <i>Time range</i> | 2014:2022 | <i>Documents with one single author</i> | 6 |
| <i>Sources (Journals, books, etc.)</i> | 45 | <i>Number of common authors per document</i> | 3.22 |
| <i>Documents</i> | 63 | <i>International common authors rate %</i> | 6.349 |
| <i>Annual development rate %</i> | 43.52 | Document Type | |
| <i>The average age of the documents</i> | 1.98 | <i>Article</i> | 55 |
| <i>Average reference of each document</i> | 25.91 | <i>Early view article</i> | 1 |
| <i>References</i> | 3767 | <i>Book part</i> | 1 |
| Content | | <i>Conference article</i> | 4 |
| <i>Indirect keywords</i> | 314 | <i>Proceeding article</i> | 2 |
| <i>Author's keywords</i> | 208 | | |

VOSviewer is a scientific mapping tool for visualizing bibliometric networks. In this way, it can visualize many bibliometric network analyses such as co-founding analysis of keywords and co-authoring analysis. It also enables the extraction of important terms on a scientific topic using the text-mining function. VOSviewer builds bibliometric networks according to the degree of similarity and differences between terms using the similarity visualization algorithm. In addition, the VOSviewer software provides visualization of the usage weights of the terms used by years. The software can perform scientific visualization using many different file formats from the database, such as Web of Science, Scopus, and PubMed. In this context, co-occurrence analysis of keywords was performed using VOSviewer in section 3.2.

3.2. Co-occurrence Analysis with VOSviewer

Regarding the analysis in this study, first, the retrieved articles were converted into a .ris file type and used as input to the VOSviewer to visualize the similarities between the articles. In this way, the mapping of the articles retrieved with the VOSviewer Software was made in Figure 1 and the networks of their occurrences with the keywords were determined.

The result of the VOSviewer Analysis is expressed in the form of circles in different colors. Label and circle size is based on the weight of the item. The weight of an item is directly proportional to the item's label and circle size. For example, the weight of items is 11.26%, consumer behavior 6.92%, electric vehicle 6.13%, theory of planned behavior 6.13%, adoption intention 5.73%, purchase intention 4.94%, subjective

norm 3.36%, sales 3.16%, purchasing 2.96%, It was determined that the percentage weight of technology acceptance model 2.37%, surveys 2.37%, environmental concerns 2.37%, domestic car 1.78%, extended full 1.58%, mobility 1.58%, intention to use 1.19% and other items is below 1%.

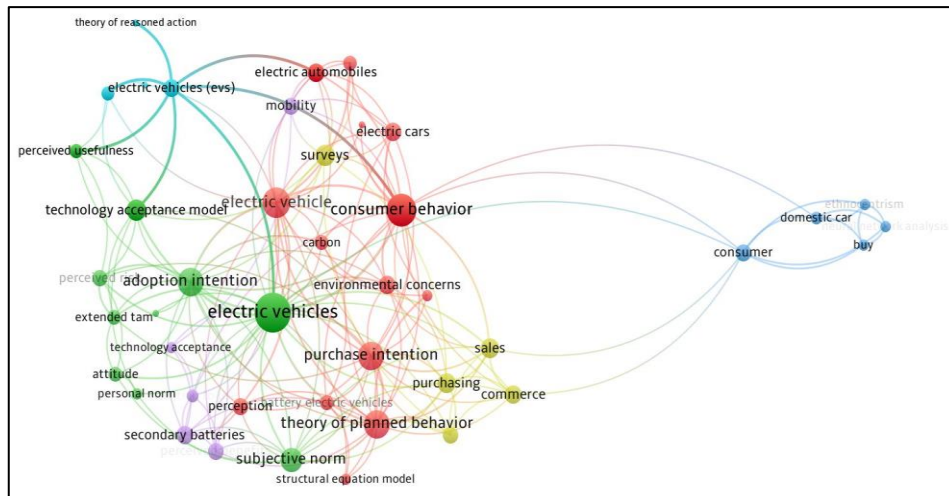


Figure 1. The keywords and their co-occurrence in VOSviewer

According to the co-occurrence analysis, TRA, TPB theories, and the TAM model came to the forefront in the studies conducted on consumer intentions for EVs in the world. These theories played major roles in the formation of 6 different color classes with 43 different terms. On the left in blue, electric vehicles are in formation together with reasoned action theory, consumer behavior, and sustainable development, respectively. According to the purple circles below, the usage intention of the EVs, the technology acceptance model, and the perceived benefits are information together with the secondary batteries. According to the yellow circles below, purchasing is associated with behavioral research, survey, and commerce. According to the circles given in closed blue on the right, cultural centralism consists of domestic vehicles, consumers, and purchasing. EV adoption intention, technology acceptance model, perceived usefulness, perceived risk, psychological factors, subjective values, personal moral value, attitude, and extended technology acceptance model appear to be in significant co-occurrence in the green-colored terms shown below.

Finally, in the red circles, it was determined that electric vehicles are in formation together with purchase intention, consumer behavior, structural equation model, and environmental concerns. Also, in the co-occurrence analysis, different colors and links are shown in Figure 2 to represent the associations of keywords over time from 2019 (dark blue) to 2022 (yellow).

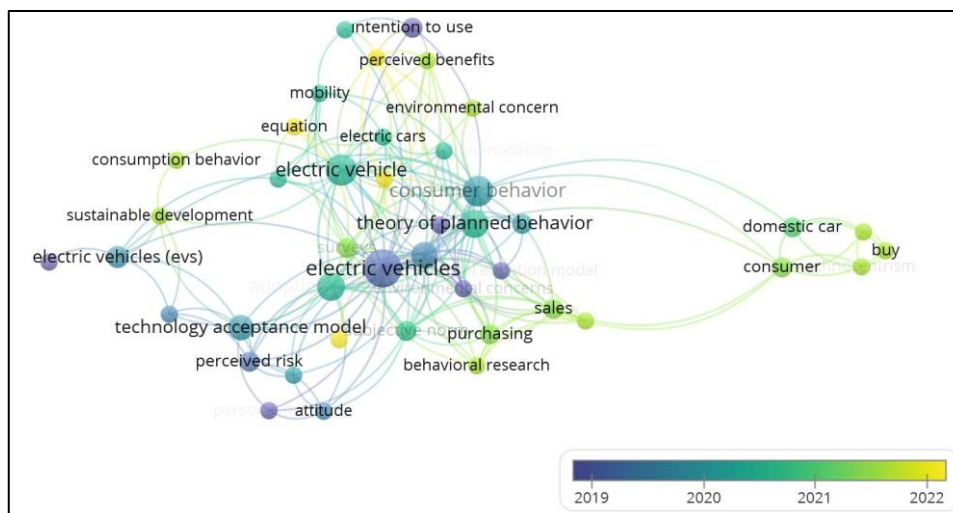


Figure 2. The co-occurrence of the terms according to years over VOSviewer

According to the results of the co-occurrence analysis of electric vehicles according to years, terms such as sustainable development, consumer behavior, purchasing, consumer, domestic vehicle, sales, behavioral research, perceived benefit, and environmental concerns came to the forefront. As well as these factors, the technology acceptance model, the planned behavior theory, and its modified versions were also preferred more in recent studies to determine consumer intentions towards EVs than the reasoned action theory.

3.3. Thematic Analysis

It was built based on the 10 most frequently used keywords in the three area charts. The relationship between the keywords (middle), the words in the article titles (left), and the abstract words (right) are given in Figure 3 on three area plots. The most frequently used keywords by the authors in their studies on "electric vehicles" are consumer intention, electric vehicles, consumer behavior, theory of planned behavior, hybrid electric vehicles, intention to adopt, intention to purchase, structural equation model, perceived risk, and technology acceptance model appears to be out.

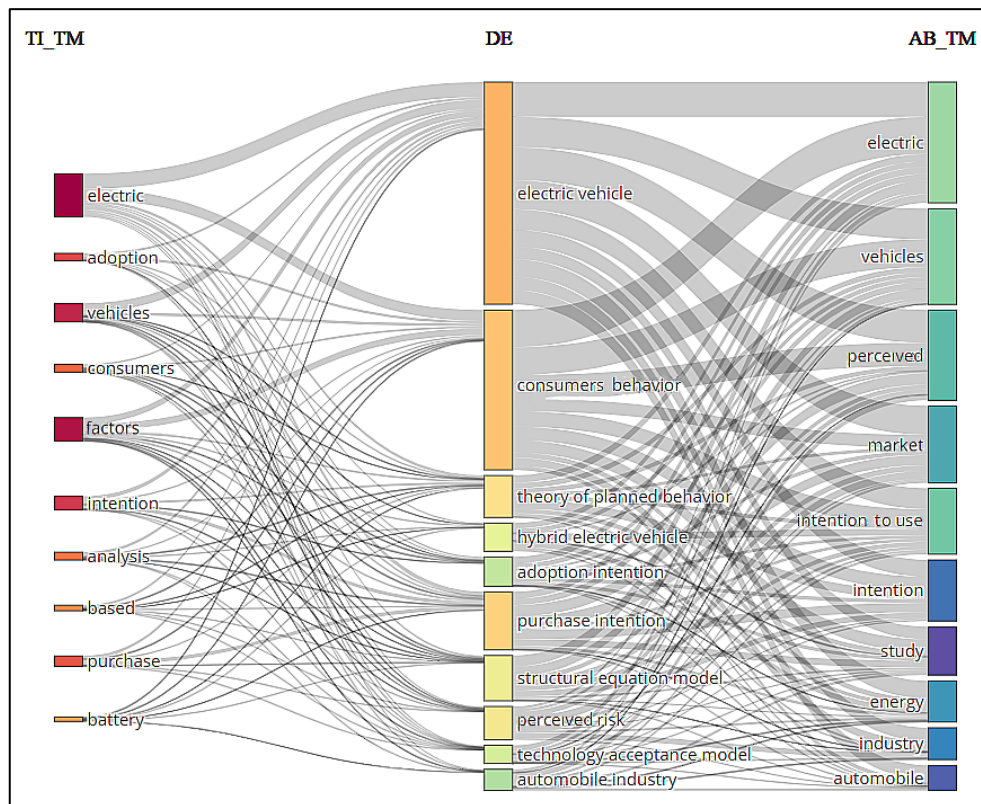


Figure 3. Three area plots between titles, keywords, and abstract

Among the study titles, it is seen that studies on the research of consumer intentions regarding the purchase and adoption of electric vehicles are predominantly carried out, and the critical issue in these studies is the batteries of EVs. It has been determined that consumer behaviors towards electric and hybrid electric vehicles in keywords are handled within the framework of adoption and purchase intention, and the perceived risk issue and various concerns about EVs are evaluated.

As can be seen in Figure 4, where the thematic evaluation of the most frequently used keywords by years is made, the prominent words between 2014 and 2019 left their place to different trend terms after 2019.

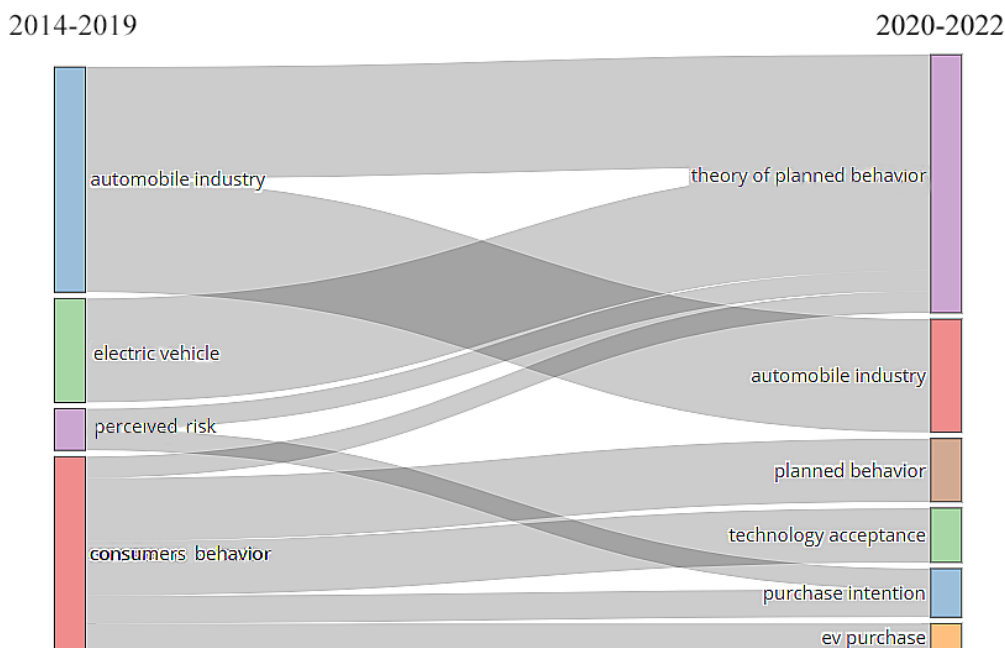


Figure 4. The thematic evaluation of the most frequently used keywords according to years

From the beginning of 2019, researchers examined consumer behavior and perceived risks to electric vehicles and EVs in the automotive industry, then researchers focused on the theory of planned behavior and technology acceptance models of electric vehicles in the auto industry. The most frequently used keyword in consumer intent research on EVs in today’s articles is obtained objectively from the thematic evaluation of studies based on the theory of planned behavior and technology acceptance model. The Word Cloud of the title, abstract, and keywords and the word cloud of publications related to electric vehicles with the theme of consumer intentions are shown in Figure 5.



Figure 5. Word clouds for titles, abstracts, and keywords of source publications (top: title, bottom left: abstract, bottom right: keywords)

The first variable, in which the most recurring words were visualized in the titles of the studies conducted on consumer intention-themed electric vehicles, was determined as the most repetitive term. The following words were followed by adoption intention, vehicle adoption, consumer purchase, planned behavior,

electric vehicle purchase, technology acceptance model, consumers' intention, expanded TAM, and technological acceptance.

In the abstracts of the studies conducted on consumer intent-themed electric vehicles, the first variables, in which the most repetitive words were visualized, were the most recurring terms, the intention to adopt and the theory of planned behavior. Then, perceived risk, structural equation model, perceived usefulness, subjective norm, subjective norms, purchase intentions, technology acceptance models, behavioral control, consumer intention, incentive policies, and perceived behaviors came to the forefront in the abstracts.

The first variable (the theory of planned behavior) in which the most frequently repeated words in the keywords of the studies on consumer intention-themed electric vehicles were visualized, was determined as the most repetitive term. Then, the most frequently faced keywords were the technology acceptance model, adoption intention, perceived risk, purchase intention, consumer behavior, usage intention, reasoned action theory, environmental concern, expanded planned behavior model, expanded technology acceptance model, perceived usefulness, and structural equation. model, attitude, consumer innovation, and domestic vehicles.

The collocation networks of the above-mentioned abstract sections and keywords in studies conducted on consumer intention-themed electric vehicles are given in Figure 6. The circle sizes are larger compared to the number of terms used for all collocation networks. Also, the collocation network is expressed as circles of one color within a single cluster according to the degree of closeness of the terms.

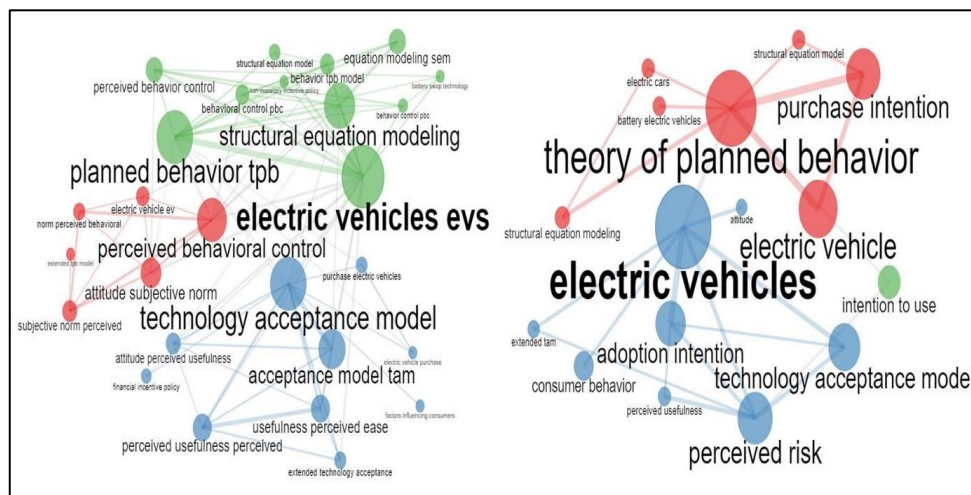


Figure 6. The collocation network of abstract parts (left) and collocation network of keywords (right)

While doing this process in the abstract section, first terms were chosen as triple-word groups. When the collocation network in the abstract section is examined, regions in 3 different colors have occurred according to the degree of closeness of their terms to each other. The largest of these regions is the network where green electric vehicles, planned behavior theory, structural equation model and derivatives, perceived behavioral control, behavioral control, behavioral TPB model, battery swap technology, and non-monetary incentive policies are brought together. Next comes the network region with the largest blue color technology acceptance model, TAM, perceived usefulness in attitude, electric vehicle purchase, factors affecting consumers, perceived usefulness of convenience, perceived use, expanded technology acceptance model, and financial incentive policies. In the summary sections, the red circle shapes with the smallest collocation network include the electric vehicle, perceived behavioral control, the subjective norm in attitude, subjective norm perception, expanded planned behavior model, and norm perceived behavior terms.

When the collocation network was examined for the keywords in the same way, circle shapes in 3 different colors were formed according to the degree of closeness of the terms to each other. However, more meaningful results stand out with fewer connections than the summary section collocation network. At this point, in consumer intention-themed electric vehicle studies, electric vehicles, expanded TAM, technology acceptance model, consumer behavior, perceived usefulness, perceived risk, and attitude were found in the common network concerning the adoption intention in blue-colored shapes. On the other hand, in the red

figures, it is seen that planned behavior theory, battery electric vehicles, electric vehicles, and structural equation models, or models are closely related to purchase intention. In the literature, the intention to use green color is only related to the perceived risk and electric vehicles, so a clear interpretation cannot be given.

The first variable, in which the most recurring words are visualized in the titles of the studies on consumer intention-themed electric vehicles, was determined as the most repetitive term. The following words are followed by adoption intention, vehicle adoption, consumer purchase, planned behavior, electric vehicle purchase, technology acceptance model, consumers' intention, expanded TAM, and technological acceptance.

In the summary sections of the studies on consumer intent-themed electric vehicles, the first variables, in which the most repetitive words were visualized, were the most recurring terms, the intention to adopt, and the theory of planned behavior. Then, perceived risk, structural equation model, perceived usefulness, subjective norm, subjective norms, purchase intentions, technology acceptance models, behavioral control, consumer intention, incentive policies, and perceived behavior come to the fore in the summary section. The thematic map of the first 50 variables most frequently encountered in the keywords section of the studies on consumer intention-themed electric vehicles was created in Figure 7.

The first variable, the theory of planned behavior, in which the most frequently repeated words in the keywords of the studies on consumer intention-themed electric vehicles were visualized, was determined as the most repetitive term. Then, the most frequently encountered keywords are technology acceptance model, adoption intention, perceived risk, purchase intention, consumer behavior, usage intention, reasoned action theory, environmental concern, expanded planned behavior model, expanded technology acceptance model, perceived usefulness, and structural equation. model, attitude, consumer innovation, and domestic tools.

The collocation networks of the summary sections and keywords in studies on consumer intention-themed electric vehicles are given in Figure 7. The circle sizes shown are larger relative to the number of terms used for all collocation networks. In addition, the collocation network is expressed as circles of one color within a single cluster according to the degree of closeness of the terms.

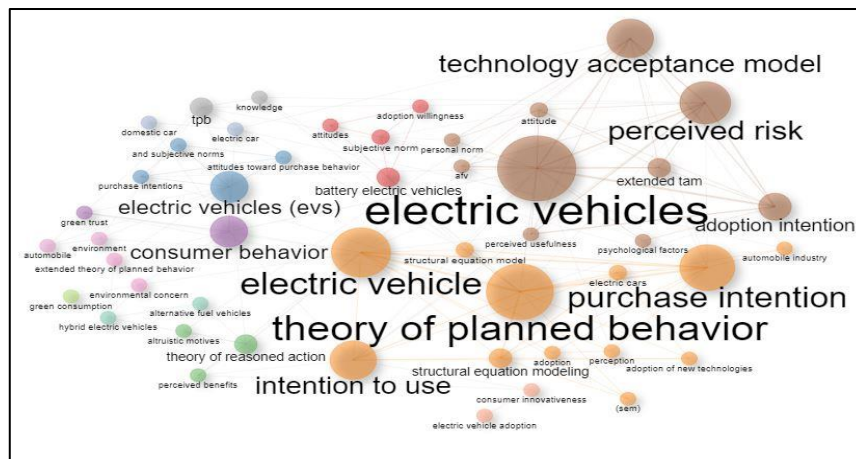


Figure 7. The thematic map of articles examining consumer intent toward EVs

As seen in the figure, the technology acceptance model of electric vehicles is the variable that creates the brown zone, and this model was preferred for consumers' adoption intentions. Also, the theory of planned behavior led to the formation of the orange cluster, and it became a theory that forms the basis for purchase intentions and usage intentions. The theory of reasoned action was the main variable forming the green cluster and was associated with altruistic motives and perceived benefits. The extended theory of planned behavior was the factor that played role in the creation of the cluster about the environment, green trust, green consumption, and consumer behavior. It is difficult to specify a meaningful expression because the other parts are minorities.

An analysis was made to obtain geographic information on the relational networks among those who contributed the most to the subject studied. The bibliometric analysis of the countries in which articles published on consumer intent-themed electric vehicles were published is given in Figure 8.

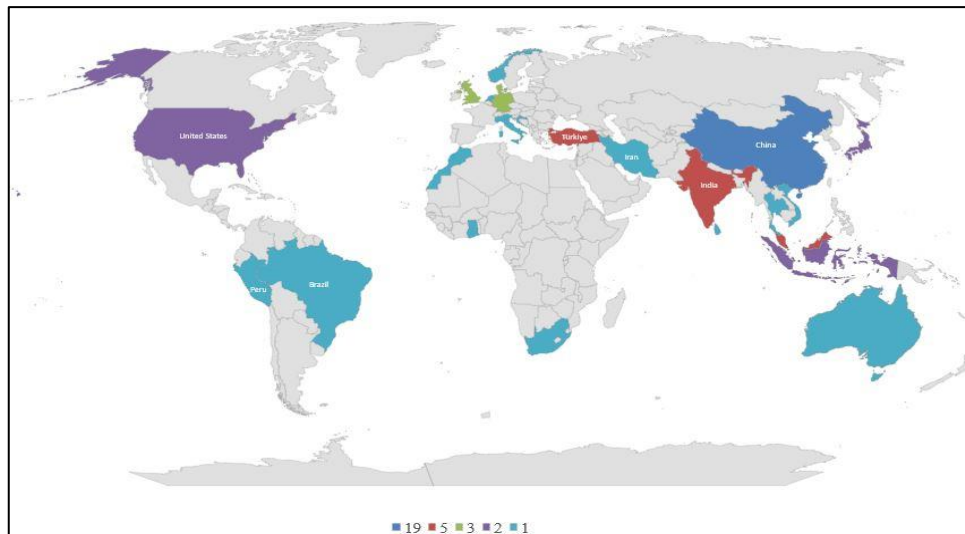


Figure 8. Prominent countries in consumer intent-themed electric vehicle surveys around the world

The number of countries' scientific production on the subject is given in this map. In this respect, China 19, Turkey 5, Malaysia 5, India 5, Germany 3, Denmark 3, United Kingdom 3, Japan 2, Indonesia 2, Korea 2, United States 2, Brazil 1, Italy 1, Norway 1, Sri Lanka 1, Iran 1, Australia 1, Croatia 1, Morocco 1, Peru 1, Thailand 1, Ghana 1, Netherlands 1, Vietnam 1, and South Africa produced 1 publication. The conceptual structure map was performed to identify critical concepts affecting consumer intentions toward electric vehicles.

According to the Multidimensional Scaling Method [71] used, the critical factors affecting consumer intentions are given in Figure 9.

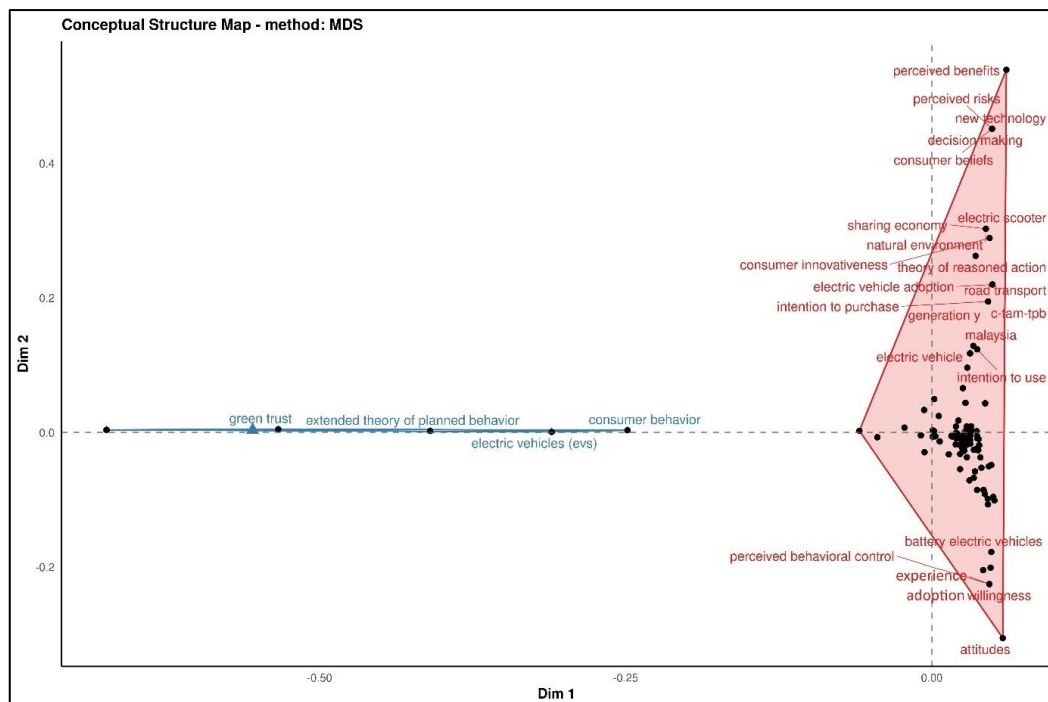


Figure 9. The critical factors identified in the conceptual structure map

When this process was done in the abstract section, firstly, terms were chosen in triple-word groups. When the collocation network in the abstract section is examined, regions in 3 different colors occurred according

to the degree of closeness of their terms to each other. The largest of these regions is the network where green electric vehicles, planned behavior theory, structural equation model and derivatives, perceived behavioral control, behavioral control, behavioral TPB model, battery swap technology, and non-monetary incentive policies. The network region with the largest blue color technology acceptance model, TAM, perceived usefulness in attitude, electric vehicle purchase, factors affecting consumers, perceived usefulness of convenience, perceived use, expanded technology acceptance model, and financial incentive policies were also detected. In the abstract sections, the red circle shapes with the smallest collocation network include the electric vehicle, perceived behavioral control, the subjective norm in attitude, subjective norm perception, expanded planned behavior model, and norm perceived behavior terms.

When the collocation network was examined for the keywords in the same way, circle shapes in 3 different colors were formed according to the degree of closeness of the terms to each other. However, more meaningful results were detected with fewer connections than the abstract section collocation network. At this point, electric vehicles, expanded TAM, technology acceptance model, consumer behavior, perceived usefulness, perceived risk, and attitude were found in the common network concerning the adoption intention in blue-colored shapes in consumer intention-themed electric vehicle studies. On the other hand, it is seen in the red figures that planned behavior theory, battery electric vehicles, electric vehicles, structural equation models or models are closely related to purchase intention. In the literature, the intention to use green color is only associated with the perceived risk and electric vehicles, and therefore, a clear interpretation cannot be given.

The thematic map of the first 50 variables most frequently found in the keywords section of the studies on consumer intention-themed electric vehicles is given in Figure 10.

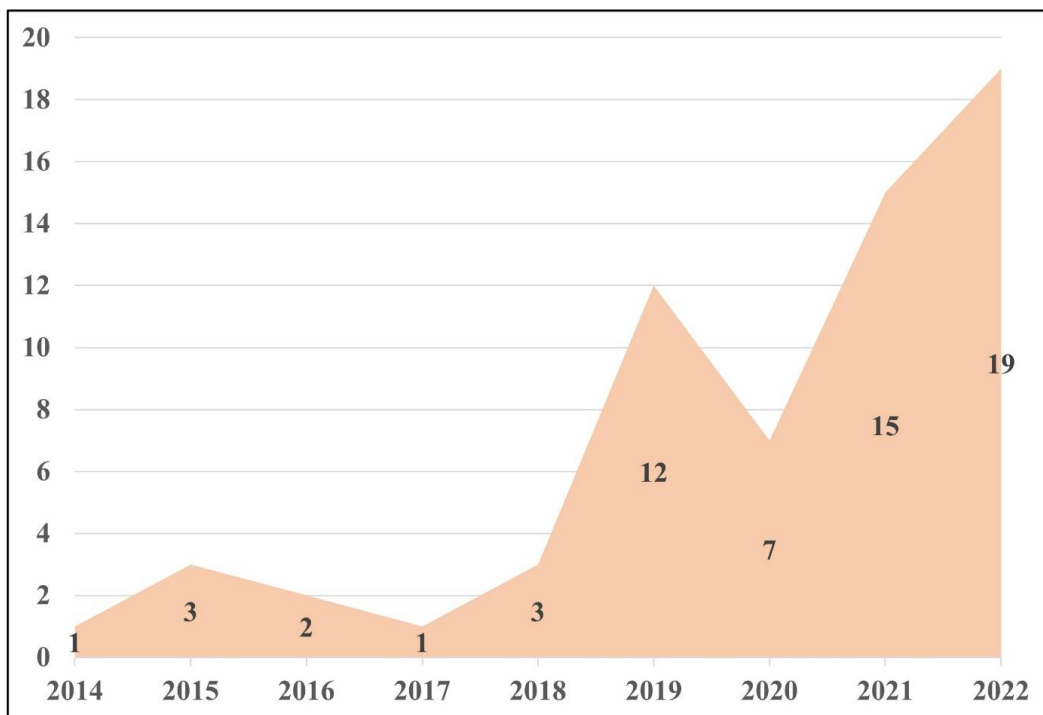


Figure 10. The distribution of the number of articles produced on the subject according to years

4. DISCUSSION

Consumer behavior should be examined with a scientific and systematic approach due to factors such as the growing business world, the increase in the number of consumers and they are becoming more conscious consumers and the transformation of consumption from a rational phenomenon to an emotional phenomenon. As the life cycle of products shortens, more innovations are required, and the level of consumers' adoption of these innovations is shaped by different factors.

Many factors influence consumer behavior such as values, attitudes, personality, ability, motivation, perception, and learning. It is tried to be revealed through the types of decisions that the consumers go

through which stages and what they do at these stages. The purchasing process, which includes the stages of recognizing the needs of consumers, collecting information, evaluating alternatives, purchasing decisions, and implementation and post-purchase evaluation, is evaluated with a wide variety of research.

Behavioral theories, which have developed and changed over the years with a multidisciplinary approach, are especially important in terms of evaluating the acceptance of new technologies and the innovations they bring. For this purpose, the factors affecting the adoption of electric vehicles are also discussed in terms of the intention, attitude, and behavior of consumers' approaches to electric vehicles through different models.

Eco-friendly and zero-emission electric vehicles are predicted to capture more than half of the automobile market by 2040, with promises to save energy and reduce their carbon footprint. To develop and support this increasing trend in the market, studies are carried out on various theories in the literature. Among them, the Reasoned Action Theory and Technology Acceptance Model come to the fore. Studies in the field reveal that socio-economic factors such as per capita income, population density, education level, urbanization rates, oil prices, electric vehicle market share, and renewable energy production are determinants of EV sales. Especially the education level of the country, urbanization, renewable energy production, and oil prices statistically affect electricity significantly. Studies including GET theory, PDT theory, and TAM model and their modifications try to determine important variables of consumer intention. The issues that consumers around the world are concerned about with electric vehicles are affecting the level of adoption of Evs. Range concerns, battery replacement cost, the prevalence of charging infrastructure, battery life, and performance emerge as consumer concerns. Due to the limited charging time and driving distance of electric vehicles, users are worried about being in the middle of the journey. In addition, the necessity of charging the batteries of electric vehicles in the middle of the journey creates discomfort for users. Despite the low operating costs of electric vehicles, the fact that their sales prices are higher than their peers or that there are insufficient charging stations in the country raises concerns, while increasing urbanization, payment facilities, tax reductions, and incentives increase the level of preference of Evs. Factors such as environmental impact, subsidies, age, income level, education level, place of residence, individual priorities, payment security, and payment options shape the growth rate of the market.

5. CONCLUSION AND RECOMMENDATIONS

This study has tried to reveal which behavioral models in the field come to the fore in the examination of consumers' approaches to electric vehicles, and which concepts and subjects are shaped by the studies. Such mapping studies are valuable in terms of identifying trends in the literature, identifying lost views, and guiding future studies. By revealing which subjects the studies in the literature focus on, it can be determined that the same subjects are overworked with similar theoretical frameworks and similar methods, and it can enable the subject to be examined in different dimensions. In this case, the studies carried out do not go beyond the repetitive testing of existing theories with different data sets, rather than serving to reveal the behaviors. In this respect, as in many other innovative products and services, research in terms of electric vehicles should be examined within the framework of different dimensions based on different theories.

Marketing communication, which includes all kinds of communication activities and processes established between the company and consumers, is mainly carried out to inform, persuade, empowering-supporting and make significant use of consumer behavior. In marketing communication, four independent variables are affected by source-related variables such as attracting attention, understanding, persuading, and keeping in mind, message-related variables, recipient variables, and environment. All these variables can support efforts to adopt relatively innovative technologies such as electric vehicles and increase market share efforts. Within the framework of the findings in the literature, it is possible to increase the level of adoption of environmentally friendly electric vehicles by using marketing communication tools. Expanding the market by eliminating technological, economic, etc. Concerns considering current findings will be an important step for a sustainable future.

REFERENCES

- [1] G. Mordue and E. Sener, "Upgrading in the Automotive Periphery: Turkey's Battery Electric Vehicle Maker Togg," *Dev. Change*, vol. 53, no. 4, pp. 760–795, 2022, doi: 10.1111/dech.12713.

- [2] C. E. Thomas, "Fuel cell and battery electric vehicles compared," *Int. J. Hydrog. Energy*, vol. 34, no. 15, pp. 6005–6020, 2009, doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2009.06.003>.
- [3] H. H. Coban, W. Lewicki, E. Sendek-Matysiak, Z. Łosiewicz, W. Drożdż, and R. Miśkiewicz, "Electric Vehicles and Vehicle–Grid Interaction in the Turkish Electricity System," *Energies*, vol. 15, no. 21, Art. no. 21, Jan. 2022, doi: 10.3390/en15218218.
- [4] K. K. Sun, S. Y. He, and J. Thøgersen, "The purchase intention of electric vehicles in Hong Kong, a high-density Asian context, and main differences from a Nordic context," *Transp. Policy*, vol. 128, pp. 98–112, Nov. 2022, doi: 10.1016/j.tranpol.2022.09.009.
- [5] D. Jaiswal, V. Kaushal, R. Kant, and P. Kumar Singh, "Consumer adoption intention for electric vehicles: Insights and evidence from Indian sustainable transportation," *Technol. Forecast. Soc. Change*, vol. 173, p. 121089, Dec. 2021, doi: 10.1016/j.techfore.2021.121089.
- [6] W. Loengbudnark, K. Khalilpour, G. Bharathy, F. Taghikhah, and A. Voinov, "Battery and hydrogen-based electric vehicle adoption: A survey of Australian consumers perspective," *Case Stud. Transp. Policy*, vol. 10, no. 4, pp. 2451–2463, Dec. 2022, doi: 10.1016/j.cstp.2022.11.007.
- [7] M. Featherman, S. (Jasper) Jia, C. B. Califf, and N. Hajli, "The impact of new technologies on consumers beliefs: Reducing the perceived risks of electric vehicle adoption," *Technol. Forecast. Soc. Change*, vol. 169, p. 120847, Aug. 2021, doi: 10.1016/j.techfore.2021.120847.
- [8] B. Dutta and H.-G. Hwang, "Consumers Purchase Intentions of Green Electric Vehicles: The Influence of Consumers Technological and Environmental Considerations," *Sustainability*, vol. 13, no. 21, p. 12025, Oct. 2021, doi: 10.3390/su132112025.
- [9] M. Fishbein and I. Ajzen, "Belief, Attitude, Intention, and Behavior: An Introduction to Theory and Research," *Philos. Rhetor.*, vol. 10, no. 2, pp. 130–132, 1977.
- [10] I. Ajzen, "The theory of planned behavior," *Organ. Behav. Hum. Decis. Process.*, vol. 50, no. 2, pp. 179–211, 1991, doi: [https://doi.org/10.1016/0749-5978\(91\)90020-T](https://doi.org/10.1016/0749-5978(91)90020-T).
- [11] F. D. Davis, "Perceived Usefulness, Perceived Ease of Use, and User Acceptance of Information Technology," *MIS Q.*, vol. 13, no. 3, pp. 319–340, 1989, doi: 10.2307/249008.
- [12] Ö. Simsekoglu and A. Nayum, "Predictors of intention to buy a battery electric vehicle among conventional car drivers," *Transp. Res. Part F Traffic Psychol. Behav.*, vol. 60, pp. 1–10, Jan. 2019, doi: 10.1016/j.trf.2018.10.001.
- [13] J. Zhang, S. Xu, Z. He, C. Li, and X. Meng, "Factors Influencing Adoption Intention for Electric Vehicles under a Subsidy Deduction: From Different City-Level Perspectives," *Sustainability*, vol. 14, no. 10, p. 5777, May 2022, doi: 10.3390/su14105777.
- [14] T. Yeğin and M. Ikram, "Analysis of Consumers' Electric Vehicle Purchase Intentions: An Expansion of the Theory of Planned Behavior," *Sustainability*, vol. 14, no. 19, Art. no. 19, Jan. 2022, doi: 10.3390/su141912091.
- [15] I. Gunawan, A. A. N. P. Redi, A. A. Santosa, M. F. N. Maghfiroh, A. H. Pandyaswargo, and A. C. Kurniawan, "Determinants of Customer Intentions to Use Electric Vehicle in Indonesia: An Integrated Model Analysis," *Sustainability*, vol. 14, no. 4, p. 1972, Feb. 2022, doi: 10.3390/su14041972.
- [16] S. Secinaro, D. Calandra, F. Lanzalonga, and A. Ferraris, "Electric vehicles' consumer behaviours: Mapping the field and providing a research agenda," *J. Bus. Res.*, vol. 150, pp. 399–416, Nov. 2022, doi: 10.1016/j.jbusres.2022.06.011.

- [17] C. Xue, H. Zhou, Q. Wu, X. Wu, and X. Xu, "Impact of Incentive Policies and Other Socio-Economic Factors on Electric Vehicle Market Share: A Panel Data Analysis from the 20 Countries," *Sustainability*, vol. 13, no. 5, Art. no. 5, Jan. 2021, doi: 10.3390/su13052928.
- [18] S. Asadi et al., "Factors impacting consumers' intention toward adoption of electric vehicles in Malaysia," *J. Clean. Prod.*, vol. 282, p. 124474, Feb. 2021, doi: 10.1016/j.jclepro.2020.124474.
- [19] E. Kocagöz and Ç. S. İğde, "Elektrikli Araç Satın Alma Niyetini Hangi Faktörler Etkiler? Bir Tüketici Araştırması," *Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Sos. Bilim. Derg.*, Sep. 2022, doi: 10.33437/ksusbd.1133892.
- [20] M. Yıldırım and Ş. Özdemir, "Tüketici Etnosentrizmi ve Tüketici Yenilikçiliği Açısından Yerli Elektrikli Otomobili Satın Alma Niyetleri: Bir Ön Değerlendirme," *Girişimcilik ve İnovasyon Yönetimi Dergisi*, vol.10, no. 2, 2021, pp. 110-142, doi: 10.15659/jeim.10.2.006.
- [21] A. Yılmaz, M. Ulaş, and A. Yeşil, "Etnosentrizm ve Tüketici İlişkiselliği: Yerli Otomobil Satın Alma Niyetinin Öngörüsü," *Selçuk İletişim*, vol. 15, no. 1, Art. no. 1, Apr. 2022, doi: 10.18094/josc.976314.
- [22] H. Önder and O. C. Kaya, "Elektrikli Araçların Satışı Üzerinde Sosyo-Ekonomik Faktörlerin Etkisi: Bir Panel Veri Analizi," *Anemon Muş Alparslan Üniversitesi Sos. Bilim. Derg.*, vol. 7, no. 1, Art. no. 1, Feb. 2019.
- [23] B. Karamehmet and E. Morgül, "Tüketicilerin Elektrikli Araç Tercihleri: Literatür Taraması ve Türkiye’de Tanıtımına Yönelik Öneriler," *Karadeniz Uluslar. Bilimsel Dergi*, no. 40, Art. no. 40, Dec. 2018, doi: 10.17498/kdeniz.425914.
- [24] N. Özdemir Öztürk, "Yenilikçi tüketici davranışları: Türkiye ve Almanya’da elektrikli araçların kabulü üzerine karşılaştırmalı bir araştırma," doctoralThesis, Pamukkale Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü, 2022. Accessed: Jan. 03, 2023. [Online]. Available: <http://acikerisim.pau.edu.tr:8080/xmlui/handle/11499/39662>.
- [25] X. Huang and J. Ge, "Electric vehicle development in Beijing: An analysis of consumer purchase intention," *J. Clean. Prod.*, vol. 216, pp. 361–372, Apr. 2019, doi: 10.1016/j.jclepro.2019.01.231.
- [26] K. Rouibah, T. Ramayah, and O. May, "User Acceptance of Internet Banking In Malaysia: Test of Three Competing Models," *IJEA*, vol. 1, pp. 1–19, Jan. 2009, doi: 10.4018/jea.2009010101.
- [27] N. Tunçel, "Intention to purchase electric vehicles: Evidence from an emerging market," *Res. Transp. Bus. Manag.*, vol. 43, p. 100764, Jun. 2022, doi: 10.1016/j.rtbm.2021.100764.
- [28] Z. A. Lashari, J. Ko, and J. Jang, "Consumers' Intention to Purchase Electric Vehicles: Influences of User Attitude and Perception," *Sustainability*, vol. 13, no. 12, Art. no. 12, Jan. 2021, doi: 10.3390/su13126778.
- [29] O. B. Tor et al., "Transport sector transformation: integrating electric vehicles in Turkey's distribution grids," *Energy Sources Part B Econ. Plan. Policy*, vol. 16, no. 11–12, pp. 1026–1047, Dec. 2021, doi: 10.1080/15567249.2021.1916795.
- [30] G. Adu-Gyamfi, H. Song, B. Obuobi, E. Nketiah, H. Wang, and D. Cudjoe, "Who will adopt? Investigating the adoption intention for battery swap technology for electric vehicles," *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 156, p. 111979, Mar. 2022, doi: 10.1016/j.rser.2021.111979.
- [31] D. K. Thilina and N. Gunawardane, "The effect of perceived risk on the purchase intention of electric vehicles: an extension to the technology acceptance model," *Int. J. Electr. Hybrid Veh.*, vol. 11, no. 1, p. 73, 2019, doi: 10.1504/IJEHV.2019.098717.

- [32] Y. Liao, "Intention of consumers to adopt electric vehicle in the post-subsidy era: evidence from China," *Int. J. Sustain. Transp.*, vol. 16, no. 7, pp. 647–659, Jul. 2022, doi: 10.1080/15568318.2021.1918297.
- [33] S. Wang, J. Wang, J. Li, J. Wang, and L. Liang, "Policy implications for promoting the adoption of electric vehicles: Do consumer's knowledge, perceived risk and financial incentive policy matter?," *Transp. Res. Part Policy Pract.*, vol. 117, pp. 58–69, Nov. 2018, doi: 10.1016/j.tra.2018.08.014.
- [34] H. Khazaei and M. A. Tareq, "Moderating effects of personal innovativeness and driving experience on factors influencing adoption of BEVs in Malaysia: An integrated SEM–BSEM approach," *Heliyon*, vol. 7, no. 9, p. e08072, Sep. 2021, doi: 10.1016/j.heliyon.2021.e08072.
- [35] M. Buranelli de Oliveira, H. Moretti Ribeiro da Silva, D. Jugend, P. De Camargo Fiorini, and C. E. Paro, "Factors influencing the intention to use electric cars in Brazil," *Transp. Res. Part Policy Pract.*, vol. 155, pp. 418–433, Jan. 2022, doi: 10.1016/j.tra.2021.11.018.
- [36] J. Thøgersen and J. V. Ebsen, "Perceptual and motivational reasons for the low adoption of electric cars in Denmark," *Transp. Res. Part F Traffic Psychol. Behav.*, vol. 65, pp. 89–106, Aug. 2019, doi: 10.1016/j.trf.2019.07.017.
- [37] R. Afroz, A. Rahman, M. M. Masud, R. Akhtar, and J. B. Duasa, "How Individual Values and Attitude Influence Consumers' Purchase Intention of Electric Vehicles—Some Insights from Kuala Lumpur, Malaysia," *Environ. Urban. ASIA*, vol. 6, no. 2, pp. 193–211, Sep. 2015, doi: 10.1177/0975425315589160.
- [38] Y. N. Sang, "Determining Key Predictors Influencing Intention to Use Electric Vehicles in Malaysia," in *International Conference and Utility Exhibition on Green Energy for Sustainable Development (ICUE)*, Pattaya, Thailand, Mar. 2014, pp. 1-8.
- [39] A. Vafaei-Zadeh, T.-K. Wong, H. Hanifah, A. P. Teoh, and K. Nawaser, "Modelling electric vehicle purchase intention among generation Y consumers in Malaysia," *Res. Transp. Bus. Manag.*, vol. 43, p. 100784, Jun. 2022, doi: 10.1016/j.rtbm.2022.100784.
- [40] U. Shakeel, "Electric vehicle development in Pakistan: Predicting consumer purchase intention," *Clean. Responsible Consum.*, vol. 5, p. 100065, Jun. 2022, doi: 10.1016/j.clrc.2022.100065.
- [41] S. Buschmann, M.-F. Chen, and G. Hauer, "An Integrated Model of the Theory of Reasoned Action and Technology Acceptance Model to Predict the Consumers' Intentions to Adopt Electric Carsharing in Taiwan," in *Innovations for Metropolitan Areas*, P. Planing, P. Müller, P. Dehdari, and T. Bäumer, Eds. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2020, pp. 105–120. doi: 10.1007/978-3-662-60806-7_9.
- [42] T. Thananusak, S. Rakthin, T. Tavewatanaphan, and P. Punnakitikashem, "Factors affecting the intention to buy electric vehicles: empirical evidence from Thailand," *Int. J. Electr. Hybrid Veh.*, vol. 9, no. 4, p. 361, 2017, doi: 10.1504/IJEHV.2017.089875.
- [43] W. Ackaah, A. T. Kanton, and K. K. Osei, "Factors influencing consumers' intentions to purchase electric vehicles in Ghana," *Transp. Lett.*, vol. 14, no. 9, pp. 1031–1042, Oct. 2022, doi: 10.1080/19427867.2021.1990828.
- [44] I. Sefora et al., "An Investigation of Young Consumers' Perceptions Towards the Adoption of Electric Cars," *Afr. J. Bus. Econ. Res.*, vol. 14, no. 2, pp. 107–126, Jun. 2019, doi: 10.31920/1750-4562/2019/14n2a6.
- [45] K. Shalender and N. Sharma, "Using extended theory of planned behaviour (TPB) to predict adoption intention of electric vehicles in India," *Environ. Dev. Sustain.*, vol. 23, no. 1, pp. 665–681, Jan. 2021, doi: 10.1007/s10668-020-00602-7.

- [46] A. Shankar and P. Kumari, "Exploring the enablers and inhibitors of electric vehicle adoption intention from sellers' perspective in India: A view of the dual-factor model," *Int. J. Nonprofit Volunt. Sect. Mark.*, vol. 24, no. 4, Nov. 2019, doi: 10.1002/nvsm.1662.
- [47] M. F. N. Maghfiroh, A. H. Pandyaswargo, and H. Onoda, "Current Readiness Status of Electric Vehicles in Indonesia: Multistakeholder Perceptions," *Sustainability*, vol. 13, no. 23, p. 13177, Nov. 2021, doi: 10.3390/su132313177.
- [48] K. Alzahrani, A. Hall-Phillips, and A. Z. Zeng, "Applying the theory of reasoned action to understanding consumers' intention to adopt hybrid electric vehicles in Saudi Arabia," *Transportation*, vol. 46, no. 1, pp. 199–215, Feb. 2019, doi: 10.1007/s11116-017-9801-3.
- [49] R. M. Bridi and N. Alhosani, "Theoretical reflections on consumer behavior: the adoption and non-adoption of electric vehicles," in *2021 6th International Conference on Renewable Energy: Generation and Applications (ICREGA)*, Al Ain, United Arab Emirates, Feb. 2021, pp. 243–247. doi: 10.1109/ICREGA50506.2021.9388315.
- [50] A. Nadia, N. Shahrina, and R. Imran, "An Integrative Approach to Study on Consumer Behavior towards Plug-In Hybrid Electric Vehicles Revolution: Consumer Behavior towards Plug-In Hybrid Electric Vehicles: Business & Management Book Chapter | IGI Global." <https://www.igi-global.com/chapter/an-integrative-approach-to-study-on-consumer-behavior-towards-plug-in-hybrid-electric-vehicles-revolution/173651> (accessed Jan. 03, 2023).
- [51] E. Kocagöz, Ç. S. İğde, and G. Çetindağ, "Elektrikli ve akıllı, yerli ve milli: Türkiye'nin Otomobili Girişim Grubu'nun tanıttığı araçlara yönelik tüketicilerin ilk değerlendirmeleri. Erciyes Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü Dergisi, no. 49, 2020, pp. 55-74.
- [52] H. Ceylan, İ. Akbulut, and M. Durmuş, "Tüketicilerin Otomobil Tercihinde Etkili Olan Faktörlerin Subjektif Kullanım Düzeylerine Göre Değerlendirilmesi/Evaluating The Effective Factors in Automobile Preferences of Consumers According to Subjective Use Levels," in *Scientific Cooperation for the Future in the Social Sciences International Conference*, Uşak, Turkey, 22nd-23rd September. 2016, pp. 794-801.
- [53] "Türkiye İstatistik Kurumu (TÜİK)." <https://www.tuik.gov.tr/>.
- [54] J.-C. Tu and C. Yang, "Key Factors Influencing Consumers' Purchase of Electric Vehicles," *Sustainability*, vol. 11, no. 14, p. 3863, Jul. 2019, doi: 10.3390/su11143863.
- [55] P. Udomkun et al., "What are the key factors influencing consumers' preference and willingness to pay for meat products in Eastern DRC?," *Food Sci. Nutr.*, vol. 6, no. 8, pp. 2321–2336, 2018, doi: 10.1002/fsn3.813.
- [56] X. Zhang, X. Bai, and J. Shang, "Is subsidized electric vehicles adoption sustainable: Consumers' perceptions and motivation toward incentive policies, environmental benefits, and risks," *J. Clean. Prod.*, vol. 192, pp. 71–79, Aug. 2018, doi: 10.1016/j.jclepro.2018.04.252.
- [57] S. Yankun, "An Empirical Study on the Influencing Factors of Consumers' Willingness to Use Pure Electric Vehicle Based on TAM Model," in *2020 16th Dahe Fortune China Forum and Chinese High-educational Management Annual Academic Conference (DFHMC)*, Zhengzhou, China, Dec. 2020, pp. 289–292. doi: 10.1109/DFHMC52214.2020.00063.
- [58] C. Nosi, T. Pucci, C. Silvestri, and B. Aquilani, "Does Value Co-Creation Really Matter? An Investigation of Italian Millennials Intention to Buy Electric Cars," *Sustainability*, vol. 9, no. 12, p. 2159, Nov. 2017, doi: 10.3390/su9122159.
- [59] Y. Ma, K. Rong, Y. Luo, Y. Wang, D. Mangalagiu, and T. F. Thornton, "Value Co-creation for sustainable consumption and production in the sharing economy in China," *J. Clean. Prod.*, vol. 208, pp. 1148–1158, 2019, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.10.135>.

- [60] C.-W. 'Chloe' Ki and Y.-K. Kim, "The mechanism by which social media influencers persuade consumers: The role of consumers' desire to mimic," *Psychol. Mark.*, vol. 36, no. 10, pp. 905–922, 2019, doi: 10.1002/mar.21244.
- [61] S. Bobeth and I. Kastner, "Buying an electric car: A rational choice or a norm-directed behavior?," *Transp. Res. Part F Traffic Psychol. Behav.*, vol. 73, pp. 236–258, Aug. 2020, doi: 10.1016/j.trf.2020.06.009.
- [62] J.-W. Hu, A. Javaid, and F. Creutzig, "Leverage points for accelerating adoption of shared electric cars: Perceived benefits and environmental impact of NEVs," *Energy Policy*, vol. 155, p. 112349, Aug. 2021, doi: 10.1016/j.enpol.2021.112349.
- [63] J. Schlüter and J. Weyer, "Car sharing as a means to raise acceptance of electric vehicles: An empirical study on regime change in automobility," *Transp. Res. Part F Traffic Psychol. Behav.*, vol. 60, pp. 185–201, Jan. 2019, doi: 10.1016/j.trf.2018.09.005.
- [64] M. Mehdizadeh and A. Shariat-Mohaymany, "Who are less likely to vote for a low emission charging zone? Attitudes and adoption of hybrid and electric vehicles," *Transp. Res. Part Policy Pract.*, vol. 146, pp. 29–43, Apr. 2021, doi: 10.1016/j.tra.2021.02
- [65] A. M. Ngoc, H. Nishiuchi, and N. T. Nhu, "Determinants of carriers' intentions to use electric cargo vehicles in last-mile delivery by extending the technology acceptance model: a case study of Vietnam," *Int. J. Logist. Manag.*, Jul. 2022, doi: 10.1108/IJLM-12-2021-0566.
- [66] M. H. Bhutto, A. A. Shaikh, and R. Sharma, "Factors Affecting the Consumers' Purchase Intention and Willingness-to-Pay More for Electric-Vehicle Technology," In *Proceedings of The International Conference on Electronic Business, Volume 21, (ICEB'21), Nanjing, China, Dec. 2021*, pp. 167-180.
- [67] S.-J. Moon, "Effect of consumer environmental propensity and innovative propensity on intention to purchase electric vehicles: Applying an extended theory of planned behavior," *Int. J. Sustain. Transp.*, vol. 16, no. 11, pp. 1032–1046, Nov. 2022, doi: 10.1080/15568318.2021.1961950.
- [68] M. Aria and C. Cuccurullo, "bibliometrix: An R-tool for comprehensive science mapping analysis," *J. Informetr.*, vol. 11, no. 4, pp. 959–975, 2017, doi: <https://doi.org/10.1016/j.joi.2017.08.007>.
- [69] A. Perianes-Rodriguez, L. Waltman, and N. J. van Eck, "Constructing bibliometric networks: A comparison between full and fractional counting," *J. Informetr.*, vol. 10, no. 4, pp. 1178–1195, 2016, doi: <https://doi.org/10.1016/j.joi.2016.10.006>.
- [70] S. D. Arora and A. Chakraborty, "Intellectual structure of consumer complaining behavior (CCB) research: A bibliometric analysis," *J. Bus. Res.*, vol. 122, pp. 60–74, 2021, doi: 10.1016/j.jbusres.2020.08.043.
- [71] E. M. Tucker-Drob and T. A. Salthouse, "Confirmatory factor analysis and multidimensional scaling for construct validation of cognitive abilities," *Int. J. Behav. Dev.*, vol. 33, pp. 277–285, 2009, doi: 10.1177/0165025409104489.



Karrikin: Life From Smoke

Yasemin KEMEÇ HÜRKAN^{1,*}

¹Çanakkale Onsekiz Mart University, School of Graduate Studies, 17000, Merkez/Çanakkale

Graphical/Tabular Abstract

In this study, the chemical content of the smoke formed as a result of forest fires and the general information and properties of the karrikins (KARs) in the smoke are summarized.

Article Info:

Review article

Received: 11.12.2022

Revision: 02.02.2023

Accepted: 21.02.2023

Highlights

- Germination Stimulator.
- Seedling, Shoot and Root Developer.
- Abiotic Stress Tolerance.

Keywords

Smoke Water

Karrikin

Butenolide

Strigolactones

3-methyl-2H-furo[2,3-

c]pyran-2-one

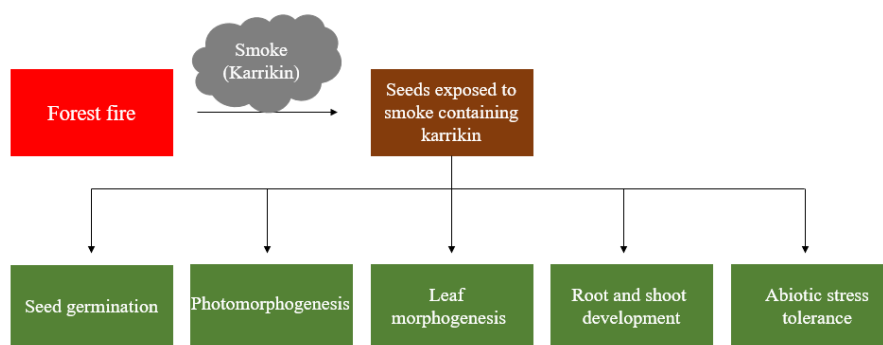


Figure A. Effects of karrikin and smoke on plant systems

Purpose: The aim of this study is to reveal that plant-derived smoke (SW) and the KAR in its content are involved in many mechanisms and have different functions in various stages of plant development. It is to bring together some current studies related to this, both Turkey and in the world, and evaluate them together.

Results: In general, when the studies conducted to date are examined, SW and KAR promote seed germination, stimulate seedling, shoot and root development, and increase tolerance to abiotic stress factors.

Conclusion: Identifying receptors for KARs, identifying their exact signal transduction pathways, and identifying evidence of how they work together with other signaling systems in plants is an urgent need to unravel this mechanism. Identification of the various plant growth-regulating compounds in smoke allows us to better understand the potential effects of fire on natural and managed ecosystems, as well as powerful chemical tools for use in further research. We need to better understand the consequences of burning crop residues as part of standard agricultural practices and controlled burning to create a fire barrier or manage fuel accumulation. All these applications will provide a clearer understanding of the mode of action of these growth regulators. For example, it is essential that we know how stable they are in the soil, whether they are metabolized by plants and microorganisms, and how they affect other organisms. For this, large-scale laboratory and field studies are required to understand the mechanism of KAR and SW in more detail.



Karrikin: Life From Smoke

Yasemin KEMEÇ HÜRKAN ^{1,*}

¹Çanakkale Onsekiz Mart University, School of Graduate Studies, 17000, Merkez/Çanakkale

Abstract

KARs are unique butenolites found in the smoke of burning plant material during forest fires that act as a plant growth regulator. KARs in the smoke accelerate the abundance of plant communities, promoting seed germination, seedling formation and ecological diversity. KARs also mediate tolerance to different deficient conditions such as oxidative stress, drought, low light intensity (shade stress) and salinity. Although the signaling pathway is closely related to strigolactones (SLs), unique from strigolactones. Due to structural affinity with SLs, KARs have potential roles in mediating abiotic stress tolerance in plants. In addition, KAR interacts directly or indirectly with important phytohormones such as abscisic acid (ABA), gibberellic acid (GA₃), auxins and ethylene. With this article, you will have access to many up-to-date studies and information on KAR and SW.

Makale Bilgisi

Derleme makalesi
Başvuru: 11.12.2022
Düzeltilme: 02.02.2023
Kabul: 21.02.2023

Keywords

Smoke Water
Karrikin
Butenolide
Strigolactones
3-methyl-2H-furo[2,3-
c]pyran-2-one

Anahtar Kelimeler

Duman Suyu
Karrikin
Bütenolit
Strigolakton
3-metil-2H-furo[2,3-
c]piran-2-on

Karrikin: Dumandan Gelen Yaşam

Öz

KAR'lar orman yangınları sırasında yanan bitkisel materyalin dumanında bulunan bir bitki büyüme düzenleyicisi gibi görev alan benzersiz butenolitlerdir. Dumanın içeriğinde yer alan KAR'lar, bitki topluluklarının bolluğunu hızlandırarak tohum çimlenmesini, fide oluşumunu ve ekolojik çeşitliliği teşvik ederler. KAR'lar ayrıca oksidatif stres, kuraklık, düşük ışık yoğunluğu (gölge stresi) ve tuzluluk gibi farklı yetersiz koşullara karşı toleransa aracılık ederler. Sinyal yolu strigolaktonlar (SL) ile yakından ilişkili olmasına rağmen farklılık göstermektedir. SL'ler ile yapısal akrabalık nedeniyle, KAR'lar bitkilerde abiyotik stres toleransına aracılık etmede potansiyel rollere sahiptir. Ek olarak KAR, absisik asit (ABA), gibberellik asit (GA₃), oksinler ve etilen gibi önemli fitohormonlarla doğrudan ya da dolaylı olarak etkileşime girerler. Bu makale ile KAR ve duman suyuna (DS) dair pek çok güncel çalışmaya değinilmiştir.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Dünya'daki yaşamın bir özelliği olarak, oksijenli fotosentezin evrimi ve ardından kara bitkilerinin ortaya çıkışı, yangınlar için gerekli koşulların sağlanmasına yol açmıştır [1]. Eski ve yaygın bir fenomen olarak yangın, dünya genelinde ekosistemlerin bileşimini şekillendiren belirgin bir evrimsel güç olarak hizmet etmiştir. Bir yangın olayının geçişi, kaynaklar için azalan rekabetin bir sonucu olarak yenilenme için çeşitli fırsatlar sunmaktadır. Buna göre, çok sayıda bitki türü, yangın olaylarını algılama ve tepki verme yeteneği geliştirmişlerdir [2]. Bitkiler en az beş farklı mekanizma [3-4] ile yangından sonra hayatta kalabilmektedir veya bundan yararlanabilmektedir: (a) yangından zarar görmemiş sürgün meristemlerinden yeniden filizlenme; (b) canlı tohumların yangınla uyarılan tohum salınımından önce potansiyel olarak onlarca yıl boyunca gölgelikte, kozalaklarda veya odunsu meyvelerde depolandığı serotoni (veya bradispori); (c) sert tohum kabuğu oluşumu ile yangından sonra tohumlardaki dormansi halinin kırılması; (d) yangınların çiçeklenmeyi tetiklediği yangın sonrası çiçeklenme (veya pirojenik çiçeklenme), tipik olarak yer altı depolama organlarına (geofitler) sahip bitkilerde görülmektedir ve (e) duman kaynaklı veya kimyasal kaynaklı tohum çimlenmesi. Bir yangından sonraki yerel çevre koşulları, bir yangından öncekinden önemli ölçüde farklıdır; bu farklılıklar sıcaklık aralığı, su mevcudiyeti, rüzgâr, ışık spektrumu, ışık yoğunluğu, toprak besinleri, allelokimyasallar, bitki rekabeti, mikrobiyal aktivite ve hayvan davranışındaki değişiklikleri içerir. Bu nedenle, ateşe uyum sağlamış bitkiler çevredeki bu tür değişikliklerden bir veya daha fazla sinyali potansiyel olarak algılayabilmektedirler. Bu da gelişimleri ve fizyolojileri, yangının

yarattığı yeni koşullarda büyümeyi ve üreme başarısını optimize edecek şekilde ayarlayabilmeyi sağlayarak onları potansiyel rakiplerine karşı avantajlı olmayı desteklemektedir. Hatta bazı türler o kadar yüksek düzeyde uyum sağlamışlardır ki ateşe bağımlı hale gelmişlerdir. Bu türler zorunlu ateş takipçileri olarak sınıflandırılırlar, yalnızca bir yangından sonra çimlenir, büyür ve çiçek açarlar. Yeni tohumları, gelecekte onlarca yıl sürebilecek bir sonraki yangın olayına kadar toprakta dormant durumda saklayabilirler. Böyle bir strateji, özellikle Akdeniz tipi ekosistemlerdeki toprakların, bir yangını takip eden aylarda filizlenmesi tetiklenebilen, tür açısından zengin, dormant olan bir tohum bankası barındırabileceği anlamına gelmektedir [5-6]. Bitkilerin hayatta kalabilmek için geliştirdiği mekanizmalardan duman kaynaklı veya kimyasal kaynaklı tohum çimlenmesi pek çok araştırmacı tarafından merak konusu olmuştur. Hatta bitkisel materyalden elde edilen dumanın bitkiler üzerinde sadece tohum çimlenmesini teşvik etmediği, aynı zamanda pek çok mekanizmada görev aldığı araştırmacılar tarafından kanıtlanmıştır [7-9].

Bu çalışmanın amacı; bitki kaynaklı dumanın ve içeriğinde yer alan KAR'ların pek çok mekanizmada görev aldığı ve bitki gelişiminin çeşitli basamaklarında farklı görevlerinin olduğunu ortaya koymaktır. Bunun ile ilgili gerek ülkemizde gerekse dünyadaki güncel bazı çalışmalarını bir araya getirmek ve bunları birlikte değerlendirmektir.

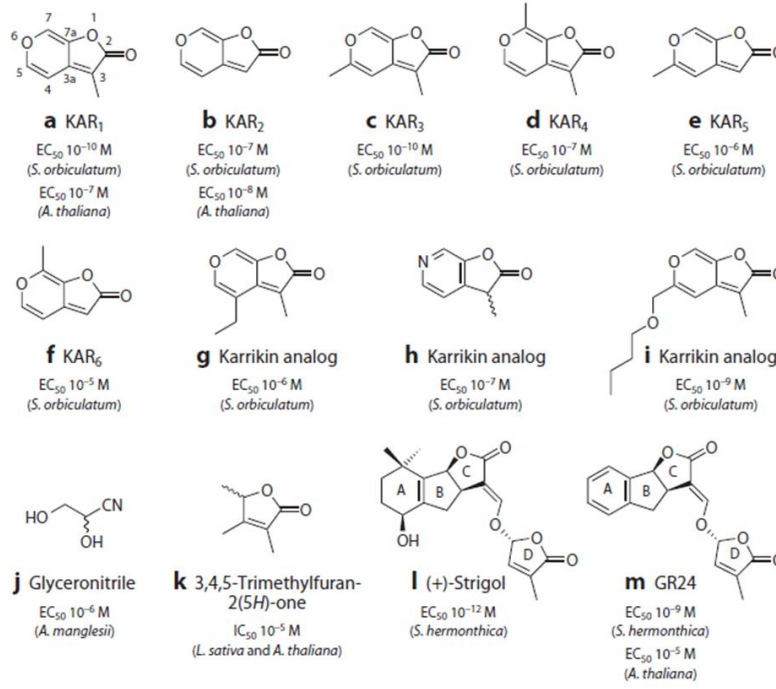
2. DUMANIN KİMYASAL İÇERİĞİ

Tohum çimlenmesini uyarma kapasitesine sahip duman bileşiklerinin kimyasal doğasına ilişkin ipuçları, dumanın suda fokurdatarak çözünmesinin sağlanması ile üretilen yanma ürünlerinin karmaşık bir çözeltisi olan "sıvı duman" veya "DS" ile yapılan ilk deneyler sonucunda keşfedilmiştir. Dumanın içeriğindeki tohum çimlenmesini uyaran kimyasal uyarıcılar için ilk keşif, *Emmenanthe penduliflora* Benth. (Hydrophyllaceae) ve *Eriophyllum confertiflorum* (DC.) Gray (Asteraceae) dahil olmak üzere Kaliforniya çalılıklarındaki yangın sonrası tek yıllık bitkilerin dormant olan tohumları üzerinde yapılan çalışmalarla gerçekleşmiştir. Bu çalışmalarda yanmış veya kömürleşmiş odunsu malzemenin çimlenmeyi uyardığı ve bu tür kömürleşmiş malzemeden hazırlanan sulu ekstraktların içeriğinde bir ya da daha fazla suda çözünür aktif uyarıcının varlığı gösterilmiştir [10-12]. Bitki materyalinden elde edilen dumanın, Arabidopsis dahil olmak üzere 80 farklı cinsten 1200 bitki türünün tohum çimlenmesini olumlu yönde etkilediği çalışmalar sonucunda gösterilmiştir [13]. Yapılan çalışmalar sonucunda; bitkisel materyalin 175°C'de 10-30 dakika yakılması uyarıcı maddeyi üretmek için yeterli olacağı sonucuna varılmıştır [12]. Bir sonraki önemli keşif, yanan bitki materyalinden çıkan dumanın Güney Afrika türü *Audouinia capitata* (L.) Brongn. (Bruniaceae) bitkisinin çimlenmesini uyarması olmuştur [14]. Bu keşif sonucunda, uyarıcı molekülün (veya moleküllerin) uçucu olduğu sonucuna varılmıştır ve uyarıcıyı (veya uyarıcıları) toplamanın en uygun yolu, DS üretmek için sudan dumanın fokurdatarak çözülmesini sağlamak olmuştur.

Çimlenme uyarıcılarının araştırılması sırasında, Baldwin ve ark., (1994) tarafından aktif duman fraksiyonlarında 71 bileşik tanımlanmıştır ve toplam 233 bileşik test edilmiştir. Bunlardan bazılarının çimlenmeyi teşvik ettiği tespit edilmiştir. Agar ve selülozun yakılması sonucunda elde edilen duman fraksiyonlarında da çimlenmeyi teşvik eden benzer maddelere rastlanmıştır [12,7, 15]. Yapılan bir çalışmada, *Lactuca sativa* L. ve Avustralya, Kuzey Amerika ve Güney Afrika'daki dumana duyarlı diğer 15 türün çimlenmesini uyardığı düşünülen bu maddeyi elde etmek için, yanmış filtre kağıdı (%99 selüloz) yakılarak DS elde edilmiştir. DS'nin içeriğindeki bu aktif bileşiği belirlemek için çözücü bölümlenme, yüksek performanslı sıvı kromatografisi (HPLC), gaz kromatografisi-kütle spektrometrisi (GS-MS) ve nükleer manyetik rezonans (NMR) dahil olmak üzere biyoanaliz kılavuzlu fraksiyonlama prosedürleri kullanılmışlardır [16]. Bu çalışma sonucunda uyarıcının yapısı, sadece bir piran halkasına kaynaşmış bir bütenolit (dört karbonlu bir lakton) içeren yeni bir bileşik sınıfı olan 3-metil-2H-furo[2,3-c]piran-2-on olarak tanımlanmıştır. Başlangıçta, bu bileşiğe bütenolit adı verilmiştir, ancak onu diğer bütenolitlerden ayırmak için daha yakın zamanda karrikinolid olarak yeniden adlandırılmıştır (karrik, güneybatı Avustralya'nın Aborijin Noongar halkının dilinde duman için geleneksel bir kelimedir) ve KAR1 olarak kısaltılmıştır [16]. Ayrıca DS'nin içeriğinde nitrojen oksitlerin ve siyanohidrinlerin de çimlenmeyi teşvik edici özelliği olduğu saptanmıştır [17]. Bu maddeler suda çözülebilen, yapısını uzun süre koruyabilen, ısıya dayanıklı ve düşük konsantrasyonları oldukça yüksek aktiviteye sahip kimyasallardır [7, 18].

3. KARRİKİNLERİN ÖZELLİKLERİ VE YAPISI

KAR'lar suda çözünür ve stabil maddelerdir. KAR, yanan bitkisel materyalin dumanında bulunan bitki büyüme düzenleyicisi grubuna girmektedir [19]. Bu zamana kadar DS'de KAR1 dışında beş KAR1 analogu (KAR2–KAR6) keşfedilmiştir (Şekil 1) [20].



Şekil 1. (a–f) KAR'lar, (g–i) KAR analogları, (j) gliseronitril, (k) 3,4,5-trimetilfuran-2(5H)-on, (l) (+)-strigol ve (m) GR24'ün yapıları ve biyoaktiviteleri [yarı maksimal etkili konsantrasyon (EC₅₀)] [17].

Karbonlardaki yer değişimlerine (3, 4, 5 ve 7.) göre yaklaşık 50 sentetik KAR analogu sentezlenmiştir [21–23]. DS'de en bol bulunan ve en aktif olan KAR1'dir. KAR'lar dumanda tanımlanmış olmasına rağmen, KAR1'in çoğunluğunun filtre kâğıdı veya bitki materyali yakıldıktan sonra kalan tortuda (kömür ve katran vb.) bulunduğu düşünülmektedir [24]. KAR1 suda çözündüğü ve sınırlı uçuculuk özelliğe sahip olduğundan dolayı, dumanda uzağa taşınmadığı, bunun yerine duman soğudukça yoğunlaştığı ve yangın alanının yakınında kaldığı yapılan çalışmalar sonucunda bildirilmiştir [16]. Genel olarak KAR'lar, ortam sıcaklıklarında ve sulu çözeltilerde stabildir ve ışık yokluğunda 4°C'de birkaç yıl saklandıktan sonra aktivite kaybı gözlenmemektedir [25].

KAR'lar SL'ye benzer yapısından dolayı Striga ve Orobanche gibi parazitik bitkilerin çimlenmesini uyardığı çeşitli çalışmalar sonucunda rapor edilmiştir [26]. KAR'lar, genellikle 10⁻⁹ mol L⁻¹'nin altında olmak üzere çok düşük konsantrasyonlarda tohum çimlenmesini teşvik edici aktiviteye sahiptirler [6, 17]. Fakat, DS'nin yüksek konsantrasyonları çimlenmeyi engellerken, daha düşük konsantrasyonlar çimlenmeyi teşvik edici bir etkiye sahip olduğundan, DS'nin çimlenme üzerinde “çift yönlü düzenleyici” bir etkisi olma eğiliminde olduğu bilinmektedir [27]. Dumanda 0,5 mg mL⁻¹ ile 5 mg mL⁻¹ arasında değişen konsantrasyonlarda çimlenmeyi engelleyen 10 bileşik tanımlanmıştır [7]. Bunlara kresoller ve dihidroksibenzenler gibi fenolik bileşiklerin yanı sıra 2-furoik asit ve naftalin dahildir. Bitki kaynaklı dumandan izole edilen bir bileşik olan 3,4,5-trimetilfuran-2(5H)-on (2,3,4-trimetilbut-2-enolid) çimlenmeyi inhibe etme aktivitesinden sorumlu olduğu bulunmuştur [28]. Bu inhibitör madde 10 µM üzerindeki konsantrasyonlarda aktif olduğu ve 0,1 µM KAR1 uygulanmasından ziyade, tek başına KAR1 uygulamasına kıyasla çimlenmeyi önemli ölçüde bastırdığı bildirilmiştir. Bu nedenle, uyarıcı biyolojik

aktivitesini en üst düzeye çıkarmak için, kullanımdan önce DS'nin genellikle bitki türüne bağlı olarak 1:250, 1:500, 1:1000, 1:1500 ve 1:2000 (v/v) oranlarında su ile seyreltilmesi gerekmektedir [29].

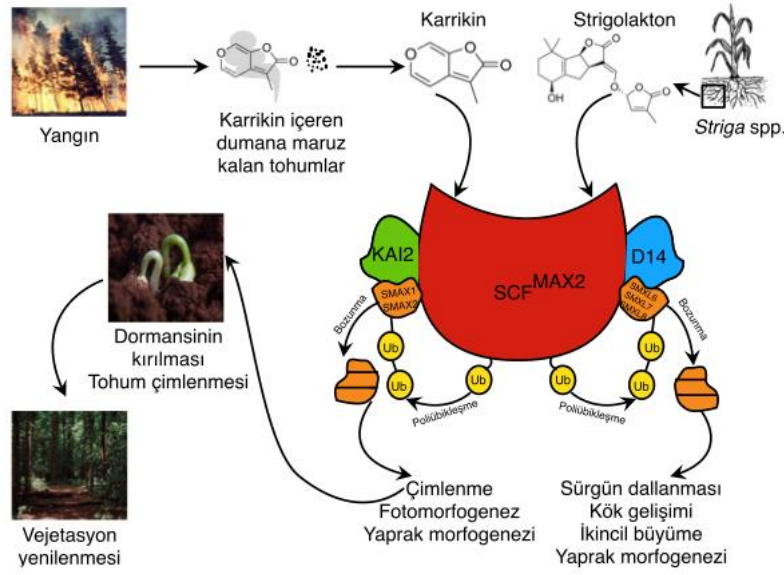
4. DUMAN SUYU VE KARRİKİNİN IŞIK VE DİĞER HORMONLAR ÜZERİNE ETKİLERİ

Pozitif fotoblastik tohumun çimlenmesi ışıkla desteklenirken, negatif fotoblastik tohumların çimlenmesi ışıkla inhibe edildiği belirlenmiştir. Mevcut kanıtlar, DS ve KAR1'in ışığın tohum çimlenmesini etkilemek için bağımsız olarak hareket ettiğini göstermiştir. DS ve KAR1, tohum çimlenmesini uyarmaktadır ancak ışık, türe bağlı olarak bu tepkiyi artırabilir veya engelleyebilir. Örneğin, *Nicotiana attenuata* Torr. ex S. Watson tohumu DS tarafından çimlenmeye teşvik edilmektedir, ancak karanlıkta yanıt vermemektedir [30]. Bununla birlikte, *Angianthus tomentosus* J.C.Wendl. ve *Podolepis canescens* A.Cunn. ex DC. (Asteraceae) gibi diğer ışık gerektiren türlerde, KAR1 karanlıkta çimlenmeyi teşvik etmektedir [31]. KAR1 ayrıca negatif fotoblastik türlerin çimlenmesini de uyarmaktadır; örneğin, *Avena fatua* L. (Poaceae) bitkisinin çimlenmesi KAR1 tarafından artırılmaktadır, ancak ışık uygulaması KAR1'e verilen yanıtı azaltmaktadır [32-33].

GA ve ABA, tohum çimlenmesinin kontrolünde antagonistik rollere sahip anahtar hormonlardır. GA tohum çimlenmesini uyarırken, ABA dormansi oluşturmada ve sürdürmektedir [34]. KAR1'e yanıt veren türlerin çimlenmesinin GA uygulamasıyla uyarıldığı yaygın olarak gözlemlenmiştir. GA₃ ve KAR1'in her ikisi de üç Asteraceae türünün (*A. tomentosus*, *P. canescens* ve *Myriocephalus guerinae* F.Muell.) çimlenmesini uyardığı ve bir sıcaklık aralığında karanlık koşullarda çimlenmeyi arttırdığı gözlenmiştir [31]. DS ve GA, marulda ve *N. attenuata* tohumunda çimlenmeyi teşvik etmek için sinerjik olarak hareket etmektedir [9, 30]. Hem DS ve KAR'lar hem de GA birçok türde tohum çimlenmesini uyarma yeteneğine sahip olsa da bu sinyaller arasındaki ilişki büyük ölçüde birbirleri ile bağıntılı kanıtlar sunduğu düşünülmektedir. DS-KAR'lar ve GA arasındaki sinerjistik etkileşimler, doğrudan bir etkileşim yerine birbiriyle bağımsız pozitif çimlenme sinyalinin toplamını yansıttığı düşünülmektedir [35]. Bitkiler tarafından doğal olarak sentezlenen Indol-3-asetik asit (IAA) yan kök oluşumunda, yaprak ve meyve dökülmesinin engellenmesinde, apikal dominanside ve fototropizmada görev almaktadır [36]. KAR'lar ayrıca GA ve ABA etkileşiminin yanı sıra IAA ile etkileşime girerek gölgeden kaçınma sırasında bitki tepkilerini de düzenlemektedir. Bu nedenle, KAR'lar bir fitohormon olarak sınıflandırılmamasına rağmen, yukarıda belirtilen fizyolojik süreçler sırasında geleneksel bitki hormonları arasında ilginç etkileşimler sergilemektedir [37].

5. KARRİKİNLERİN SİNYAL YOLAKLARI

Tohum çimlenmesi, dormansi veya hormon homeostazi ve duyarlılığı bakımından KAR'a duyarlı mutantları, duyarlı olmayan diğer mutantlardan ayırmak önemlidir. Bunu başarmak için, KAR'a yanıt veren birden fazla mekanizmayı değerlendirmek gerekmektedir. SL hormonunun sürgün dallanması için MAX2 gerektirdiği daha önceki çalışmalar ile kanıtlanmıştır. Ancak rapor edilen son çalışmalar ile KAR'ların aynı gen ile yanıt vermesi bitki hormonlarının SL familyasına bağlı olduğunun bir kanıtı niteliğinde olmuştur. MAX2, kara bitkileri arasında yüksek oranda korunan bir F-box proteinini kodlamaktadır, bu da SL veya KAR yanıtlarına aracılık etmede korunmuş bir rolü olabileceğini düşündürmektedir. F-box proteinleri, SCF'nin (Skp, Cullin, F-box içeren) E3 ubikuitin ligaz kompleksinin poliübikuitinasyon ve bozunma için spesifik protein substratlarını hedefleyen adaptör bileşenleridir [38-39]. MAX2, esas olarak fide morfolojisiyle ve fotomorfogenez ile ilgilidir. Farklı dalga boylarındaki ışık altında ışığa bağımlı hipokotil ve kotiledon büyümesinin düzenleyicisi olarak görev yapmaktadır [40]. MAX2 mutantları, KAR'lara olduğu kadar SL'lere de duyarlı olsa da bitkiler ikisini birbirinden ayırabilmektedir [38]. SL'lerin ve KAR'ların tanınmasına yakından ilişkili α/β -hidrolazlar, SL'ler için Arabidopsis DWARF14 (*AtD14*) ve KAR'lar için Karrikin Insensitive 2 (*KAI2*) aracılık etmektedir [39] (Şekil 2).



Şekil 1. Karrikin ve strigolaktonun sinyal yolağı

KAI2, *MAX2*'ye benzer şekilde, bitkilerin evriminde yüksek oranda korunan genlerden birisidir. *KAI2*, yeşil algler, ciğerotu veya yosunlar gibi bitkilerin en ilkel biçimlerini içeren farklı filogenetik taksonlarda bulunmaktadır [41]. Bitkilerin KAR'lara veya SL'lara tepkileri, *MAX2* baskılayıcı (Suppressor of *MAX2*-*SMAX*) familyasından represörlerin parçalanmasından kaynaklanmaktadır. Bu bozulma, sırasıyla SL'ler ve KAR'lar için *MAX2*'nin *AtD14* ve *KAI2* ile etkileşiminden kaynaklanmaktadır [42]. Bitkinin SL'lere tepkisine *SMAX1*-Like 6 (*SMXL6*), *SMXL7* ve *SMXL8*'in bozulması aracılık ederken, KAR'lara tepki *MAX2* 1 baskılayıcı (Suppressor of *MAX2* 1 (*SMAX1*)) ve *SMXL2* bozulmasının bir sonucudur [43]. *SMAX1* bozulmasının *MAX2* ve *KAI2*'nin varlığına bağlı olduğu yakın zamanda kanıtlanmıştır. Bu nedenle, en olası KAR sinyalleme modeli, *KAI2* tarafından KAR'ların algılanmasıyla başlamaktadır. Ardından *KAI2*'nin *MAX2* ile birleşmesi, bu da *SMAX1*'in poliübikleşmesine ve ardından 26S proteazom aracılı bozulmaya yol açmaktadır [44]. *SMAX1*/*SMXL2* bozulmasının birçoğu ışık ile ilgili, baskılama anlatımından birkaç transkripsiyonel faktör salmaktadır. Serbest bırakılan transkripsiyonel faktörler daha sonra tohumların veya bitkilerin KAR'lara fizyolojik ve morfolojik tepkilerine neden olan genlerin anlatımına aracılık etmektedir [38,43].

6. DUMAN SUYU VE KARRİKİNİN BİTKİLER ÜZERİNE ETKİLERİ

6.1. Çimlenmeyi, Fide, Sürgün ve Kök Gelişimini Uyarır

Yapılan bir çalışmada, saf KAR1 ve DS *Solanum orbiculatum* ve *Brassica tournefortii* türlerinin tohumlarının çimlenmesi üzerindeki etkileri belirlenmiştir. Her iki tür de KAR1'e duyarlıdır ve 0,67 µM KAR1 çözeltisine ekildiğinde kontrole kıyasla %100 çimlenme göstermişlerdir. İçerisinde KAR1 konsantrasyonu bol olan çözeltilere *S. orbiculatum* tohumları ekildiğinde kontrole kıyasla %82 oranında çimlenme olduğu gözlenmiştir. Fakat konsantrasyon su ile seyreltikçe çimlenen tohum oranı %50'nin altına düştüğü gözlenmiştir. Ancak, çözeltilerdeki KAR1 bolluğu tohum çimlenmesini garanti etmemiştir. *B. tournefortii* türünün tohumlarının dormant durumu, yüksek KAR1 konsantrasyonu ile kırılmamışken, *S. orbiculatum* tohumlarının dormant durumu, yüksek KAR1 konsantrasyonu ile başarılı bir şekilde çimlenmiştir. Ancak daha da yüksek KAR1 konsantrasyonu içeren çözeltide *S. orbiculatum* tohumlarında çimlenme gözlenmemiştir. Buna karşılık, elde edilen DS çimlenmeyi neredeyse sentetik karrikinolid kadar etkili bir şekilde uyardığı gözlenmiştir (*S. orbiculatum* için %91'e ve *B. tournefortii* için %96'ya kadar). 1:100'den 1:2000'e kadar seyreltmeler %68 ve daha fazla oranlarda çimlenmeyi sağladığı gözlenmiştir. Yine aynı çalışmada, *Lycopersicon esculentum* Mill. tohumlarının çimlenmesi yüksek KAR1

konsantrasyonunda yavaşken, *Lactuca sativa* L. tohumlarının çimlenmesi konsantrasyon farklılığından etkilenmediği belirtilmiştir. Ayrıca, *Lycopersicon esculentum* bitkisinin boyutu genellikle orta düzeydeki KAR1 konsantrasyonu için (%2,5 ve %10 KAR1 uygulama oranı) azami zirveye çıkmış ve daha sonra daha yüksek dozlarda düşerek sürgünler bodur ve küçük hale geldiği gözlenmiştir. *Lactuca sativa* ise bitkiler genellikle KAR1 dozu arttıkça daha da büyümüş, böylece en uzun bitkiler en yüksek dozda büyüdüğü gözlenmiştir. Bununla birlikte, KAR1'in kök tepkisi her iki tür için de benzer olmuştur ve kökler genellikle yüksek konsantrasyonda kısaldığı gözlenmiştir (%50 KAR1). Bu farklılığın sebebinin nedeni yakılan materyale ve içeriğindeki KAR1 konsantrasyonu ile ilişkilendirilmiştir. Bu nedenle, türlerdeki fenotipik değişikliklerin yakılan materyaldeki kimyasal uyarıcılara (KAR1 gibi) ve inhibitörlere (ağır metaller gibi) karşı duyarlılığından kaynaklandığı varsayılmaktadır [45]. Yapılan bir çalışmada, domates, bamya, fasulye ve mısır tohumlarına DS uygulanarak sürgün, kök ve fide gelişim oranları üzerine etkileri incelenmiştir [46]. DS'nin kontrole kıyasla tüm tohumların hem kök hem de sürgün uzunluklarını artırarak fide büyümesini önemli ölçüde arttırdığı tespit edilmiştir. Bu artışlara bakılarak DS'nin hücre uzamasını ve bölünmesini uyardığı düşünülmektedir. Isı şoku, DS, azotlu bileşikler (potasyum nitrat), GA₃, KAR1 ve mandelonitril (MAN)'in tohum çimlenmesi üzerine etkileri çalışmalarda karşılaştırılmıştır. *Chaenorhinum rubrifolium* (Robill. & Cast. ex Lam. & DC.) Fourr. tohumlarındaki dormansi hali, ışık koşulları altında DS ve nitrat ile kısmen kırıldığı, KAR1 ve MAN çimlenmeyi uyardığı, en yüksek çimlenmenin ışık varlığında KAR1 ile olduğu ve ayrıca ısı şoku + DS ve KAR1 + MAN kombinasyonları ışık koşullarında çimlenme üzerinde pozitif sinerjik etkilere sahip olduğu tespit edilmiştir [47]. Çalışmalarda DS çözeltisi çimlenme yüzdesi bakımından yüksek oranda korelasyon gösterirken, bu oran türden türe ve kullanılan DS konsantrasyonuna göre farklılık gösterdiği sonucuna varılmıştır [48-49].

6.2. Abiyotik Stres Durumunda Toleransı Arttırır

KAR'lar, oksidatif stres, kuraklık, tuzluluk, yüksek sıcaklık ve düşük ışık yoğunlukları gibi farklı abiyotik faktör kombinasyonlarına karşı koruma sağlamak için bitki sistemleri tarafından görevlendirilirler. Tohum çimlenmesini desteklemede KAR1, GA₃ ve hidrojen peroksit (H₂O₂) arasındaki olası karşılıklı ilişki *Avena fatua* L. bitkisinde yapılan çalışmada rapor edilmiştir [50]. Çalışmada KAR1 ve GA₃, hücre içinde oluşan H₂O₂ ve ABA içeriğini azalttığı belirlenmiştir. Bununla birlikte KAR1, *A. fatua* karyops embriyolarında süperoksit dismutaz (SOD) ve katalaz (CAT) gibi antioksidatif enzimlerin aktivitelerini de uyarmıştır. KAR, askorbat ve dehidroaskorbat içeriğini artırarak (Reactive oxygen species (ROS)) temizleme döngüsünü doğrudan düzenlemektedir. Bu daha çok başlangıç materyali moleküllerini beslediğinden AsA-GSH döngüsünü yeniden onarmaktadır ve askorbat peroksidaz (APX) ve glutatyon redüktaz (GR) aktiviteleri de artmaktadır. Böylece, fazla H₂O₂ temizlenmektedir ve hücre içindeki indirgenmiş oksitlenmiş glutatyon oranı (GSH:GSSG) geri yüklenmektedir [51].

Kuraklık, dünya çapında şiddetli mahsul kayıplarına neden olan en yaygın abiyotik stres türüdür. Toprak suyu eksikliği çimlenmeyi ciddi şekilde sınırlar ve ekinlerin ve diğer bitkilerin yaşam döngüsünü etkiler [52]. Eksojen KAR1 uygulamasının stres iyileştirici rolleri ilk olarak şifalı *Trachyspermum copticum* L., *Foeniculum vulgare* Mill., Gard. Dict. ve *Cuminum cyminum* L. bitkilerinde rapor edilmiştir. KAR1'in 10 µM'lik uyarıcı bir konsantrasyonda uygulanması, kuraklığa maruz kalan üç tür arasında *T. copticum* fidelerinde çimlenme oranını, çimlenme indeksini, fide canlılığını ve kökçük uzunluğunu maksimum düzeyde arttırdığı gözlenmiştir. Sürgün uzunluğundaki en yüksek gelişme, KAR1 ile muamele edilen *F. vulgare* bitkilerinde gözlenmiştir [53]. Bu toleransın mekanizması ilk olarak KAR1'in lipid peroksidasyon hızını ve oksidatif enzimlerin aktivitelerini azaltmasına bağlanmıştır. KAR1 ayrıca amilaz aktivitesini indükleyerek kotiledonlardan veya endospermden nişasta birikimini harekete geçirdiği düşünülmektedir. Başka bir çalışmada, bitkilerin kuraklık stresine verdiği tepkiler sırasında *KAI2* reseptörünün dahil olduğu vurgulanmıştır. *KAI2*'nin Arabidopsis mutantlarının, su eksikliği olan koşullara aşırı duyarlı olduğu gözlenmiştir. Bu mutantlar, kontrolsüz su kaybıyla sonuçlanan ABA'ya karşı aşırı hassaslık nedeniyle genişlemiş stoma açıklığı sergiledikleri gözlenmiştir. Sonuçlar *KAI2*'nin ABA katabolizmasını indüklediği ve aynı anda ABA aracılı tepkileri desteklediğini göstermektedir [54].

Gölge altında bitki büyümesi, düşük ışık yoğunluğu stresinin en yaygın türüdür. Alt bitki örtüsüne ulaşan kırmızı/uzak kırmızı ışık oranı ve yoğunluğu, mevcut üst bitki örtüsü nedeniyle azalmaktadır. Bu, tohum çimlenmesini, gelişimini ve fide büyümesini etkilemektedir. Gölgede yetişen bitkilerin hem abiyotik hem

de biyotik streslere karşı daha düşük direnç gösterdiği bildirilmektedir [55]. KAR'lar son zamanlarda, klorofil içeriğini artırarak ve hipokotilleri uzatarak bitkilerde gölgeden kaçınma sendromunu azaltabilen eksojen molekül grubu olarak sınıflandırılmıştır [23].

Abiyotik stres faktörlerinden tuzluluk, ekili araziler için en büyük ikinci tehdittir ve dünya çapında mahsul veriminin %20'sini azalttığı bildirilmiştir [56]. Tuz stresi, pirinç, fasulye, mısır ve domates çeşitleri gibi birçok mahsul türlerinde çimlenmeyi ve çimlenme sonrası büyümeyi azaltmaktadır [56-58]. Yapılan çalışmalara göre DS, toplam flavonoid içeriğinin artması, uyarılmış toplam flavonoid içeriği, flavonoidler ve fenolikler gibi ikincil metabolitlerin artması, kalsiyum (Ca⁺⁺) ve potasyum (K⁺) iyon seviyelerinin artması ve sodyum (Na⁺) iyon seviyelerinin azalması gibi mahsullerin fizyolojik yönlerini etkilemektedir. Ayrıca domates, muz ve *Aloe vera* (L.) Burm.f. gibi bitki türlerinde toplam nitrojeni, toplam çözünür proteini ve antioksidan aktivitelerini arttırmaktadır [59]. Tuz stresi elektrolit sızıntısını, prolin içeriğini, H₂O₂ üretimini ve MDA birikimini arttıran abiyotik stres faktörlerindedir. Yapılan çalışmalar sonucunda tuz stresi altındaki bitkilere DS ya da KAR uygulamalarının, H₂O₂ üretimini ve MDA (malondialdehit) birikimini azalttığı, prolin birikimini ise daha çok arttırdığını göstermektedir [60-63]. Yapılan bir çalışmada, DS'nin morfolojik, fizyolojik ve biyokimyasal olarak, bitki büyümesi ve stres tepkilerindeki çeşitli rolleri ayrıntılı olarak ortaya çıkarılmıştır [64]. DS'de ön işleme maruz kalmış tuz stresi altındaki mısır tohumlarında, tohum çimlenmesini ve fide büyümesini iyileştirdiği gösterilmiştir [65]. KAR, *Sapium sabiforum* (L.) Roxb. türünde çimlenmeyi ve çimlenme sonrası büyümeyi artırarak tuz ve ozmotik stres toleransı gösterdiği yapılan çalışma sonucunda gösterilmiştir. Tuz stresi altında *Sapium sabiforum* bitkisinde, KAR'lar tarafından *SOS1*, *WRKY33*, *DREB2* ve *EFR5* genlerinin uyarılmasıyla fide büyümesi geliştirilmiştir [66].

7. SONUÇ VE ÖNERİLER (CONCLUSION AND RECOMMENDATIONS)

KAR'lar, orman yangınlarından ve atmosferik yağış döneminden sonra toprağa gömülü dormant tohumların çimlenmesini destekleyen dumandan türetilen bileşiklerdir. Bunlar, abiyotik stres toleransı ile tohum ve fide oluşumunu teşvik etmek için orman yangınları tarafından üretilen benzersiz moleküllerdir. Son birkaç yıldan bu yana, KAR biyosentezinin ekosistem topluluklarının çeşitlendirilmesindeki rolleri üzerindeki kodlarının çözülmesinde önemli ilerleme kaydedilmiştir. KAR'lar, tamamen tohum çimlenmesini düzenleyen ABA, GA, IAA ve etilen gibi önemli fitohormonlarla yakından ilişkili olduğu düşünülmektedir. İlginç bir şekilde, KAR'ların, *KAI2* reseptörü yoluyla stoma kapanması gibi ABA'ya bağlı tepkileri uyardığı yapılan çalışmalar ile gösterilmiştir. Eşzamanlı olarak KAR, tohum çimlenmesini türe özgü bir şekilde hızlandırmak için ABA biyosentezini baskılamaktadır. ROS çimlenmeyi engellemesine rağmen, KAR antioksidan mekanizmayı aktive ederek ve hücre içinde oksidatif homeostazı korumaktadır. KAR ayrıca, IAA biyosentezini aşağı doğru düzenleyerek gölge stresi sırasında düşük ışık yoğunluğuna karşı tolerans sağlamaktadır.

KAR'lar için reseptörleri belirlemek, bunların tam sinyal iletim yollarını tanımlamak ve bitkilerde diğer sinyal sistemleri ile nasıl birlikte çalıştığına dair kanıtları belirlemek bu mekanizmayı çözmede acil gerekli bir durumdur. Dumandaki çeşitli bitki büyümesini düzenleyici bileşiklerin tanımlanması, yangının doğal ve yönetilen ekosistemler üzerindeki olası etkilerinin yanı sıra daha sonraki araştırmalarda kullanılacak güçlü kimyasal araçları daha iyi anlamamızı sağlar. Standart tarım uygulamalarının bir parçası olarak ekin artıklarını yakmanın ve yangın bariyeri oluşturmak veya yakıt birikimini yönetmek için kontrollü yakmanın sonuçlarını daha iyi anlamamız gerekmektedir. Ayrıca, küresel ısınma ve yağıştaki değişikliklerin orman yangınlarının sıklığını artıracığı tahmin edilmektedir. KAR'lar ve siyanohidrinler potansiyel olarak arazi ıslahı, bitki koruma ve yabancı ot kontrolü için yönetim araçları olarak kullanılabilirler. Tüm bu uygulamalar, bu büyüme düzenleyicilerinin çevresel geleceği ve etki biçimlerinin daha net bir şekilde anlaşılmasında fayda sağlayacaktır. Örneğin toprakta ne kadar kararlı olduklarını, bitkiler ve mikroorganizmalar tarafından metabolize edilip edilmediklerini ve diğer organizmaları nasıl etkilediklerini bilmemiz son derece gereklilik arz etmektedir. Bunun için KAR ve DS'nin mekanizmasını daha ayrıntılı bir şekilde anlamak için büyük ölçekli laboratuvar ve arazi çalışmalarının yapılması gerekmektedir.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Scott, A. C., & Glasspool, I. J. (2006). The diversification of Paleozoic fire systems and fluctuations in atmospheric oxygen concentration. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 103(29), 10861-10865. <https://doi.org/10.1073/pnas.0604090103>
- [2] Pausas, J. G., & Keeley, J. E. (2009). A burning story: The role of fire in the history of life. *BioScience*, 59(7), 593-601. <https://doi.org/10.1525/bio.2009.59.7.10>
- [3] Bradshaw, S. D., Dixon, K. W., Hopper, S. D., Lambers, H., & Turner, S. R. (2011). Little evidence for fire-adapted plant traits in Mediterranean climate regions. *Trends in Plant Science*, 16(2), 69-76. <https://doi.org/10.1016/j.tplants.2010.10.007>
- [4] Keeley, J. E., Pausas, J. G., Rundel, P. W., Bond, W. J., & Bradstock, R. A. (2011). Fire as an evolutionary pressure shaping plant traits. *Trends in Plant Science*, 16(8), 406-411. <https://doi.org/10.1016/j.tplants.2011.04.002>
- [5] Dixon, K. W., Merritt, D. J., Flematti, G. R., & Ghisalberti, E. L. (2009). Karrikinolide-A phytoactive compound derived from smoke with applications in horticulture, ecological restoration and agriculture. *Acta Horticulturae*, 813(October 2015), 155-170. <https://doi.org/10.17660/actahortic.2009.813.20>
- [6] Light, M. E., Daws, M. I., & Van Staden, J. (2009). Smoke-derived butenolide: Towards understanding its biological effects. *South African Journal of Botany*, 75(1), 1-7. <https://doi.org/10.1016/j.sajb.2008.10.004>
- [7] Baldwin, I. T., Staszak-Kozinski, L., & Davidson, R. (1994). Up in smoke: I. Smoke-derived germination cues for postfire annual, *Nicotiana attenuata* Torr. Ex. Watson. *Journal of Chemical Ecology*, 20(9), 2345-2371. <https://doi.org/10.1007/BF02033207>
- [8] Baxter, B. J. M., Van Staden, J., Granger, J. E., & Brown, N. A. C. (1994). Plant-derived smoke and smoke extracts stimulate seed germination of the fire-climax grass *Themeda triandra*. *Environmental and Experimental Botany*, 34(2), 217-223. [https://doi.org/10.1016/0098-8472\(94\)90042-6](https://doi.org/10.1016/0098-8472(94)90042-6)
- [9] Van Staden, J., Jager, A., & Strydom, A. (1995). Interaction between a plant-derived smoke extract, light and phytohormones on the germination of light-sensitive lettuce seeds. *Plant Growth Regulation*, 17, 213-218.
- [10] Wicklow, D. T. (1977). Germination Response in *Emmenanthe penduliflora* (Hydrophyllaceae). *Ecology*, 58(1), 201-205.
- [11] Keeley, J.E., Morton, B. A., Pedrosa, A., & Trotter, P. (1985). Role of Allelopathy, Heat and Charred Wood in the Germination of Chaparral Herbs and Suffrutescents. *Journal of Ecology*, 73(2), 445-458.
- [12] Keeley, S. C., & Pizzorno, M. (1986). Charred Wood Stimulated Germination of Two Fire-Following Herbs of the California Chaparral and the Role of Hemicellulose. *American Journal of Botany*, 73(9), 1289-1297. <https://doi.org/10.1002/j.1537-2197.1986.tb10870.x>
- [13] Chiwocha, S. D. S., Dixon, K. W., Flematti, G. R., Ghisalberti, E. L., Merritt, D. J., Nelson, D. C., Riseborough, J. A. M., Smith, S. M., Stevens, J. C. (2009). Karrikins: A new family of plant growth regulators in smoke. *Plant Science*, 177(4), 252-256. <https://doi.org/10.1016/j.plantsci.2009.06.007>
- [14] De Lange, J. H., & Boucher, C. (1990). Autecological studies on *Audouinia capitata* (Bruniaceae). I. Plant-derived smoke as a seed germination cue. *South African Journal of Botany*, 56(6), 700-703. [https://doi.org/10.1016/s0254-6299\(16\)31009-2](https://doi.org/10.1016/s0254-6299(16)31009-2)
- [15] Jäger, A. K., Light, M. E., & Van Staden, J. (1996). Effects of source of plant material and temperature on the production of smoke extracts that promote germination of light-sensitive lettuce seeds.

- Environmental and Experimental Botany, 36(4), 421–429. [https://doi.org/10.1016/S0098-8472\(96\)01024-6](https://doi.org/10.1016/S0098-8472(96)01024-6)
- [16] Flematti, G. R., Ghisalberti, E. L., Dixon, K. W., & Trengove, R. D. (2004). A compound from smoke that promotes seed germination. *Science*, 305, 977. <https://doi.org/10.1126/science.1099944>
- [17] Nelson, D. C., Flematti, G. R., Ghisalberti, E. L., Dixon, K. W., & Smith, S. M. (2012). Regulation of seed germination and seedling growth by chemical signals from burning vegetation. *Annual Review of Plant Biology*, 63, 107–130. <https://doi.org/10.1146/annurev-arplant-042811-105545>
- [18] Van Staden, J., Brown, N. A. C., Jäger, A. K., & Johnson, T. A. (2000). Smoke as a germination cue. *Plant Species Biology*, 15(2), 167–178. <https://doi.org/10.1046/j.1442-1984.2000.00037.x>
- [19] Flematti, G. R., Scaffidi, A., Dixon, K. W., Smith, S. M., & Ghisalberti, E. L. (2011). Production of the seed germination stimulant karrikinolide from combustion of simple carbohydrates. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 59(4), 1195–1198. <https://doi.org/10.1021/jf1041728>
- [20] Flematti, G. R., Ghisalberti, E. L., Dixon, K. W., & Trengove, R. D. (2009). Identification of alkyl substituted 2H-furo[2,3-c]pyran-2-ones as germination stimulants present in smoke. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 57(20), 9475–9480. <https://doi.org/10.1021/jf9028128>
- [21] Flematti, G. R., Goddard-Borger, E. D., Merritt, D. J., Ghisalberti, E. L., Dixon, K. W., & Trengove, R. D. (2007). Preparation of 2H-furo[2,3-c]pyran-2-one derivatives and evaluation of their germination-promoting activity. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55(6), 2189–2194. <https://doi.org/10.1021/jf0633241>
- [22] Sun, K., Chen, Y., Wagerle, T., Linnstaedt, D., Currie, M., Chmura, P., & Xu, M. (2008). Synthesis of butenolides as seed germination stimulants. *Tetrahedron Letters*, 49(18), 2922–2925. <https://doi.org/10.1016/j.tetlet.2008.03.024>
- [23] Nelson, D. C., Flematti, G. R., Riseborough, J. A., Ghisalberti, E. L., Dixon, K. W., & Smith, S. M. (2010). Karrikins enhance light responses during germination and seedling development in *Arabidopsis thaliana*. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 107(15), 7095–7100. <https://doi.org/10.1073/pnas.0911635107>
- [24] Nelson, D. C., Riseborough, J. A., Flematti, G. R., Stevens, J., Ghisalberti, E. L., Dixon, K. W., & Smith, S. M. (2009). Karrikins discovered in smoke trigger arabidopsis seed germination by a mechanism requiring gibberellic acid synthesis and light. *Plant Physiology*, 149(2), 863–873. <https://doi.org/10.1104/pp.108.131516>
- [25] Flematti, G. R., Ghisalberti, E. L., Dixon, K. W., & Trengove, R. D. (2005). Synthesis of the seed germination stimulant 3-methyl-2H-furo[2,3-c]pyran-2-one. *Tetrahedron Letters*, 46(34), 5719–5721. <https://doi.org/10.1016/j.tetlet.2005.06.077>
- [26] De Cuyper, C., Struk, S., Braem, L., Gevaert, K., De Jaeger, G., & Goormachtig, S. (2017). Strigolactones, karrikins and beyond. *Plant Cell and Environment*, 40(9), 1691–1703. <https://doi.org/10.1111/pce.12996>
- [27] Light, M. E., Gardner, M. J., Jäger, A. K., & Van Staden, J. (2002). Dual regulation of seed germination by smoke solutions. *Plant Growth Regulation*, 37(2), 135–141. <https://doi.org/10.1023/A:1020536711989>
- [28] Light, M. E., Burger, B. V., Staerk, D., Kohout, L., & Van Staden, J. (2010). Butenolides from plant-derived smoke: natural plant-growth regulators with antagonistic actions on seed germination. *Journal of Natural Products*, 73(2), 267–269. <https://doi.org/10.1021/np900630w>

- [29] Van Staden, J., Jäger, A. K., Light, M. E., & Burger, B. V. (2004). Isolation of the major germination cue from plant-derived smoke. *South African Journal of Botany*, 70(4), 654–659. [https://doi.org/10.1016/S0254-6299\(15\)30206-4](https://doi.org/10.1016/S0254-6299(15)30206-4)
- [30] Schwachtje, J., & Baldwin, I. T. (2004). Smoke exposure alters endogenous gibberellin and abscisic acid pools and gibberellin sensitivity while eliciting germination in the post-fire annual, *Nicotiana attenuata*. *Seed Science Research*, 14(1), 51–60. <https://doi.org/10.1079/ssr2003154>
- [31] Merritt, D. J., Kristiansen, M., Flematti, G. R., Turner, S. R., Ghisalberti, E. L., Trengove, R. D., & Dixon, K. W. (2006). Effects of a butenolide present in smoke on light-mediated germination of Australian Asteraceae. *Seed Science Research*, 16(1), 29–35. <https://doi.org/10.1079/ssr2005232>
- [32] Daws, M., Davies, J., Pritchard, H., N.A.C. B., & Van Staden, J. (2007). Butenolide from plant-derived smoke enhances germination and seedling growth of arable weeds species. *Plant Growth Regulation*, 51, 73–82.
- [33] Stevens, J., Merritt, D., Flematti, G., Ghisalberti, E., & Dixon, K. (2007). Seed germination of agricultural weeds is promoted by the butenolide 3-methyl-2H-furo[2,3-c]pyran-2-one under laboratory and field conditions. *Plant Soil*, 298, 113–24.
- [34] Bewley, J. (1997). Seed germination and dormancy. *Plant Cell*, 9, 1055–1066.
- [35] Grossmann, K. (1990). Plant growth retardants as tools in physiological research. *Physiologia Plantarum*, 78, 640–648.
- [36] Kumlay, A. M., & Eryiğit, T. (2011). Bitkilerde Büyüme ve Gelişmeyi Düzenleyici Maddeler: Bitki Hormonları. *Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi Iğdır*, 1(2), 47–56.
- [37] Flematti, G. R., Dixon, K. W., & Smith, S. M. (2015). What are karrikins and how were they “discovered” by plants? *BMC Biology*, 13(1), 1–7. <https://doi.org/10.1186/s12915-015-0219-0>
- [38] Nelson, D. C., Scaffidi, A., Dun, E. A., Waters, M. T., Flematti, G. R., Dixon, K. W., Christine, A., B., Emilio L. G., & Smith, S. M. (2011). F-box protein MAX2 has dual roles in karrikin and strigolactone signaling in *Arabidopsis thaliana*. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 108(21), 8897–8902. <https://doi.org/10.1073/pnas.1100987108>
- [39] Waters, M. T., Smith, S. M., & Nelson, D. C. (2011). Smoke signals and seed dormancy: Where next for MAX2? *Plant Signaling and Behavior*, 6(9), 1418–1422. <https://doi.org/10.4161/psb.6.9.17303>
- [40] Shen, H., Luong, P., & Huq, E. (2007). The F-box protein MAX2 functions as a positive regulator of photomorphogenesis in *Arabidopsis*. *Plant Physiology*, 145(4), 1471–1483. <https://doi.org/10.1104/pp.107.107227>
- [41] Bythell-Douglas, R., Rothfels, C. J., Stevenson, D. W. D., Graham, S. W., Wong, G. K. S., Nelson, D. C., & Bennett, T. (2017). Evolution of strigolactone receptors by gradual neo-functionalization of KAI2 paralogues. *BMC Biology*, 15(1), 1–21. <https://doi.org/10.1186/s12915-017-0397-z>
- [42] Waters, M. T., Scaffidi, A., Sun, Y. K., Flematti, G. R., & Smith, S. M. (2014). The karrikin response system of *Arabidopsis*. *Plant Journal*, 79(4), 623–631. <https://doi.org/10.1111/tpj.12430>
- [43] Stanga, J. P., Smith, S. M., Briggs, W. R., & Nelson, D. C. (2013). Suppressor of more axillary growth2 1 controls seed germination and seedling development in *Arabidopsis*. *Plant Physiology*, 163(1), 318–330. <https://doi.org/10.1104/pp.113.221259>
- [44] Khosla, A., Morffy, N., Li, Q., Faure, L., Chang, S. H., Yao, J., & Nelson, D. C. (2020). Structure–Function analysis of SMAX1 reveals domains that mediate its karrikin-induced proteolysis and interaction with the receptor KAI2. *Plant Cell*, 32(8), 2639–2659. <https://doi.org/10.1105/tpc.19.00752>

- [45] Kochanek, J., Long, R. L., Lisle, A. T., & Flematti, G. R. (2016). Karrikins identified in biochars indicate post-fire chemical cues can influence community diversity and plant development. *PLoS ONE*, 11(8), 1–19. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0161234>
- [46] Van Staden, J., Sparg, S. G., Kulkarni, M. G., & Light, M. E. (2006). Post-germination effects of the smoke-derived compound 3-methyl-2H-furo[2,3-c]pyran-2-one, and its potential as a preconditioning agent. *Field Crops Research*, 98(2–3), 98–105. <https://doi.org/10.1016/j.fcr.2005.12.007>
- [47] Tavşanoğlu, C., Ergan, G., Catav, S. S., Zare, G., Küçükakyüz, K., & Özüdoğru, B. (2017). Multiple fire-related cues stimulate germination in *Chaenorhinum rubrifolium* (Plantaginaceae), a rare annual in the Mediterranean Basin. *Seed Science Research*, 27(1), 26–38. <https://doi.org/10.1017/S0960258516000283>
- [48] Çatav, Ş. S., Bekar, I., Ateş, B. S., Ergan, G., Oymak, F., Ülker, E. D., & Tavşanoğlu, Ç. (2012). Germination response of five eastern Mediterranean woody species to smoke solutions derived from various plants. *Turkish Journal of Botany*, 36(5), 480–487. <https://doi.org/10.3906/bot-1111-12>
- [49] Çatav, Ş. S., Küçükakyüz, K., Akbaş, K., & Tavşanoğlu, Ç. (2014). Smoke-enhanced seed germination in Mediterranean Lamiaceae. *Seed Science Research*, 24(3), 257–264. <https://doi.org/10.1017/S0960258514000142>
- [49] Kazancı, D. D. (2014). Akdeniz Bitkilerinin Yangın Sonrası Çimlenme Özelliklerinin Belirlenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- [50] Kępczyński, J. (2018). Induction of agricultural weed seed germination by smoke and smoke-derived karrikin (KAR1), with a particular reference to *Avena fatua* L. *Acta Physiologiae Plantarum*, 40(5). <https://doi.org/10.1007/s11738-018-2663-2>
- [51] Cembrowska-Lech, D., & Kępczyński, J. (2016). Gibberellin-like effects of KAR1 on dormancy release of *Avena fatua* caryopses include participation of non-enzymatic antioxidants and cell cycle activation in embryos. *Planta*, 243(2), 531–548. <https://doi.org/10.1007/s00425-015-2422-1>
- [52] Banerjee, A., & Roychoudhury, A. (2015). WRKY proteins: Signaling and regulation of expression during abiotic stress responses. *Scientific World Journal*, 2015, 17. <https://doi.org/10.1155/2015/807560>
- [53] MousaviNik, M., Jowkar, A., & RahimianBoogar, A. (2016). Positive effects of karrikin on seed germination of three medicinal herbs under drought stress. *Iran Agricultural Research*, 35(2), 57–64. <https://doi.org/10.22099/iar.2016.3780>
- [54] Li, W., Nguyen, K. H., Chu, H. D., Ha, C. Van, Watanabe, Y., Osakabe, Y., & Tran, L. S. P. (2017). The karrikin receptor KAI2 promotes drought resistance in *Arabidopsis thaliana*. *PLoS Genetics*, 13(11), 1–14. <https://doi.org/10.1371/journal.pgen.1007076>
- [55] Casal, J. J. (2013). Photoreceptor signaling networks in plant responses to shade. *Annual Review of Plant Biology*, 64, 403–427. <https://doi.org/10.1146/annurev-arplant-050312-120221>
- [56] Chen, J., Xu, W., Velten, J., Xin, Z., & Stout, J. (2012). Characterization of maize inbred lines for drought and heat tolerance. *Journal of Soil and Water Conservation*, 67(5), 354–364. <https://doi.org/10.2489/jswc.67.5.354>
- [57] Bayuelo-Jiménez, J. S., Craig, R., & Lynch, J. P. (2002). Salinity tolerance of *Phaseolus* species during germination and early seedling growth. *Crop Science*, 42(5), 1584–1594. <https://doi.org/10.2135/cropsci2002.1584>
- [58] Jain, N., & Van Staden, J. (2007). The potential of the smoke-derived compound 3-methyl-2H-furo[2,3-c]pyran-2-one as a priming agent for tomato seeds. *Seed Science Research*, 17(3), 175–181. <https://doi.org/10.1017/S0960258507785896>

- [59] Aremu, A. O., Bairu, M. W., Finnie, J. F., & van Staden, J. (2012). Stimulatory role of smoke-water and karrikinolide on the photosynthetic pigment and phenolic contents of micropropagated “Williams” bananas. *Plant Growth Regulation*, 67(3), 271–279. <https://doi.org/10.1007/s10725-012-9685-3>
- [60] Sharifi, P., & Shirani Bidabadi, S. (2020). Protection against salinity stress in black cumin involves karrikin and calcium by improving gas exchange attributes, ascorbate–glutathione cycle and fatty acid compositions. *SN Applied Sciences*, 2(12), 1–14. <https://doi.org/10.1007/s42452-020-03843-3>
- [61] Çatav, Ş. S., Surgun-Acar, Y., & Zemheri-Navruz, F. (2021). Physiological, biochemical, and molecular responses of wheat seedlings to salinity and plant-derived smoke. *South African Journal of Botany*, 139, 148–157. <https://doi.org/10.1016/j.sajb.2021.02.011>
- [63] Hayat, N., Afroz, N., Rehman, S., Bukhari, S. H., Iqbal, K., Khatoon, A., & Nawaz, G. (2022). Plant-derived smoke ameliorates salt stress in wheat by enhancing expressions of stress-responsive genes and antioxidant enzymatic activity. *Agronomy*, 12(1). <https://doi.org/10.3390/agronomy12010028>
- [64] Khatoon, A., Ur R. S., Aslam, M. M., Jamil, M., & Komatsu, S. (2020). Plant-derived smoke affects biochemical mechanism on plant growth and seed germination. *International Journal of Molecular Sciences*, 21(20), 1–23. <https://doi.org/10.3390/ijms21207760>
- [65] Jamil, M., Kanwal, M., Aslam, M. M., Khan, S. U., Malook, I., Tu, J., & Rehman, S. (2014). Effect of plant-derived smoke priming on physiological and biochemical characteristics of rice under salt stress condition. *Australian Journal of Crop Science*, 8(2), 159–170.
- [66] Shah, F. A., Wei, X., Wang, Q., Liu, W., Wang, D., Yao, Y., & Wu, L. (2020). Karrikin Improves Osmotic and Salt Stress Tolerance via the Regulation of the Redox Homeostasis in the Oil Plant *Sapium sebiferum*. *Frontiers in Plant Science*, 11(March), 1–14. <https://doi.org/10.3389/fpls.2020.00216>

The Effect of Gelcoat Usage and Fiber Lamination on Mechanical Properties in Parts Produced by Vacuum Infusion Method

Mustafa KELEŞ^{1,*}  Mustafa Can TOPBAŞOĞLU²  Kenan YILDIRIM³ 

¹Bursa Technical University, Graduate School, Department of Polymer Materials Engineering, 16310, Yıldırım/BURSA

²Bursa Technical University, Graduate School, Department of Metallurgical and Materials Engineering, 16310, Yıldırım/BURSA

³Bursa Technical University, Graduate School, Department of Polymer Materials Engineering, 16310, Yıldırım/BURSA

Graphical/Tabular Abstract

Article Info:

Research article
Received: 30.11.2022
Revision: 06.01.2023
Accepted: 09.02.2023

Highlights

- Mechanical Properties of Composite Materials

Keywords

Gelcoat
Lamination
Composite Materials
Vacuum Infusion Method
Mechanical Properties

Purpose: In this study, the effect of the gelcoat on the surface layer of the composite structures produced by vacuum infusion method on the mechanical properties and the effects of the lamination plan on the final product were investigated.

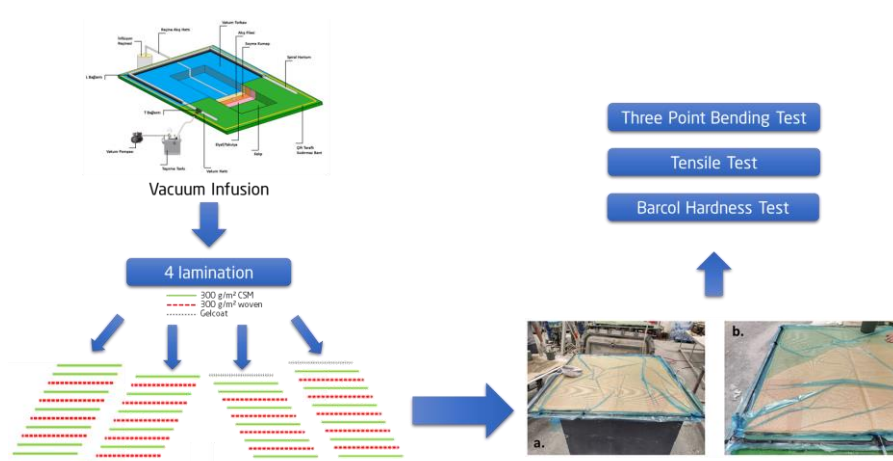


Figure A. Sample production and testing plans

Theory and Methods: Two different lamination plans were determined and gelcoat and non-gelcoat plates of these two different laminations were produced. In laminations, 300 gr/m² discontinuous mat and 300 gr/m² plain woven glass fiber reinforcements were used. Within the scope of the study, tensile, three-point bending and barcol hardness tests were carried out to investigate the mechanical properties.

Results: According to the test results, with the increase in the plain woven ratio in the structure, the bending strength is between 11.2-18.7%; an increase of 11.7-16.6% was observed in the tensile strength. It has been determined that the use of gelcoat has a great effect on the mechanical properties. With the use of gelcoat, a decrease of up to 24.3% was observed in the flexural strength; A decrease of up to 17.8% was observed in tensile strength. Up to 5% higher barcol hardness values were obtained in laminations where the plain woven glass fiber layer is closer to the surface.

Conclusion: It has been determined that the flexural and tensile strengths increase with an increase in the number of layers of plain-woven glass fiber. However, it has been observed that applying gelcoat results in a decrease in both flexural and tensile strengths. To examine the barcol hardness of the plates, non-gelcoat surfaces were evaluated. The laminations with the plain-woven glass fiber layer closer to the surface had higher barcol hardness values.



The Effect of Gelcoat Usage and Fiber Lamination on Mechanical Properties in Parts Produced by Vacuum Infusion Method

Mustafa KELEŞ^{1,*} Mustafa Can TOPBAŞOĞLU² Kenan YILDIRIM³

¹Bursa Teknik Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Fakültesi, Polimer Malzeme Mühendisliği ABD, 16310, Yıldırım/BURSA

²Bursa Teknik Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği ABD, 16310, Yıldırım/BURSA

³Bursa Teknik Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Fakültesi, Polimer Malzeme Mühendisliği ABD, 16310, Yıldırım/BURSA

Abstract

In this study, the effect of the gelcoat on the surface layer of the composite structures produced by vacuum infusion method on the mechanical properties and the effects of the lamination plan on the final product were investigated. Two different lamination plans were determined and gelcoat and non-gelcoat plates of these two different laminations were produced. In laminations, 300 gr/m² discontinuous mat and 300 gr/m² plain woven glass fiber reinforcements were used. Within the scope of the study, tensile, three-point bending and barcol hardness tests were carried out to investigate the mechanical properties. According to the test results, with the increase in the plain woven ratio in the structure, the bending strength is between 11.2-18.7%; an increase of 11.7-16.6% was observed in the tensile strength. It has been determined that the use of gelcoat has a great effect on the mechanical properties. With the use of gelcoat, a decrease of up to 24.3% was observed in the flexural strength; A decrease of up to 17.8% was observed in tensile strength. Up to 5% higher barcol hardness values were obtained in laminations where the plain woven glass fiber layer is closer to the surface.

Makale Bilgisi

Araştırma makalesi
Başvuru: 30.11.2022
Düzeltilme: 06.01.2023
Kabul: 09.02.2023

Keywords

Gelcoat
Lamination
Composite Materials
Vacuum Infusion Method
Mechanical Properties

Anahtar Kelimeler

Jelkot
Laminasyon
Kompozit Malzemeler
Vakum İnfüzyon Yöntemi
Mekanik Özellikler

Vakum İnfüzyon Yöntemi ile Üretilen Parçalarda Jelkot Kullanımı ve Elyaf Laminasyonunun Mekanik Özelliklere Etkisi

Öz

Bu çalışmada vakum infüzyon yöntemi ile üretilen kompozit yapılarda yüzey katmanında kullanılan jelkotun mekanik özelliklere etkisi ve laminasyon planının nihai ürün üzerindeki etkileri araştırılmıştır. İki farklı laminasyon planı belirlenmiş ve bu iki farklı laminasyonun jelkotlu ve jelkotsuz plakaları üretilmiştir. Laminasyonlarda 300 gr/m² keçe ve 300 gr/m² bezayağı dokuma cam elyaf takviyeler kullanılmıştır. Çalışma kapsamında mekanik özellikleri araştırmak için çekme, üç nokta eğme ve barcol sertlik testleri yapılmıştır. Test sonuçlarına göre yapıda bez ayağı dokuma oranı artmasıyla birlikte eğme mukavemetinde %11,2-18,7 arasında; çekme mukavemetinde ise %11,7-16,6 arasında artış gözlemlenmiştir. Jelkot kullanımının mekanik özelliklere etkisinin büyük olduğu tespit edilmiştir. Jelkot kullanımı ile birlikte eğme mukavemetinde %24,3'e kadar düşüş gözlemlenirken; çekme mukavemetinde %17,8'e kadar düşüş gözlemlenmiştir. Bezayağı dokuma cam elyaf katmanının yüzeye daha yakın olduğu laminasyonlarda %5'e kadar daha yüksek barcol sertlik değerleri elde edilmiştir.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Hızla gelişen teknoloji ve mühendislik uygulamalarında ve günlük hayatta artan rekabet, yüksek performanslı, düşük yoğunluklu, hafif, korozyona dayanıklı ve yüksek mukavemetli ürünlerin tasarımını zorunlu kılmaktadır. Kompozitler, savunma sanayi, havacılık sanayi, uzay teknolojileri, otomotiv sanayi gibi birçok alanda mevcut malzemelere alternatif olarak araştırılan bu yenilikçi ürünlerden biridir. Kompozit malzemeler, mukavemet/yoğunluk gibi parametreler açısından metal malzemelere göre büyük avantajlara sahiptir. Olağanüstü fiziksel, termal ve mekanik özelliklerin istendiği, özellikle ağırlık tasarrufunun kritik olduğu durumlarda, kompozitler geleneksel malzemelerin yerine tercih edilir [1].

Günümüzde kompozit malzemeler, havacılık endüstrilerinden günlük ev eşyalarına kadar çok geniş bir alanda sıklıkla kullanılmaktadır. Bu kullanımların sıklığı, fiber takviyeli polimer kompozitler üzerinde yapılan çalışmaların artmasına neden olmuştur [2-4].

Küresel kompozit endüstrisi şu anda yaklaşık %90 oranında cam elyafına dayalıdır ve yaklaşık 88 milyar dolar değerindedir. Kompozit sektörü küresel pazarda %1,5'lik bir paya sahip olsa da nihai hedef diğer malzemelerin yerine kompozitlerin kullanılmasıyla bu oranın artırılmasıdır [5]. Günümüzde 88 milyar dolar olan bu değer %7,5 büyüme oranıyla 2026 yılında 126,3 milyar dolara çıkması beklenmektedir[6].

Kompozitlerdeki mekanik performans, büyük ölçüde takviye malzemelerine, matris özelliklerine ve bunların etkileşimine bağlıdır [7]. Matrisin görevi fiberleri düzenli bir şekilde birleştirmek ve onları çevreden korumaktır. Yüklerin fiberlere aktarımına ek olarak, termal ve oksidatif kararlılık, maksimum çalışma sıcaklığı, sıvılara karşı direnç ve nem, matrisin özelliklerinden belirlenir. Gelişmiş kompozitler için polimerik matrisler; termoplastikler ve termosetler olarak kategorize edilir [8]. Termoset reçinelerin kompozit malzemeler için en yaygın matris sistemi olduğu düşünüldüğünde, düşük erime viskozitesine, iyi fiber emdirme ve çok düşük işleme sıcaklıklarına sahiptirler [9]. Takviyeler, esas olarak; kompozit malzemelerde dayanım ve rijitlik sağlamada temel rolü üstlenenlerdir. Bugün piyasada genellikle fiber formunda çok çeşitli takviyeler mevcuttur. Yükün matris yoluyla fiberlere çok verimli bir şekilde aktarılmasını sağlayan ve fiberleri çok etkili ve çekici bir takviye malzemesi yapan fiberlerin yüksek bir en boy oranıdır (uzunluk/çap) [10]. Genel olarak fiber takviyeli kompozitler, yüksek mekanik özelliklere ihtiyaç duyulması nedeniyle otomotiv uygulamaları, havacılık endüstrisi vb. alanlarda tercih edilmektedir [7].

Genel veya ticari amaçlı E-cam fiberleri, günümüz pazarının çoğunluğunu kapsayan takviye fiberleridir [11]. E-camın yoğunluğu nispeten düşük olmakla birlikte mukavemeti oldukça yüksektir; bunlara rağmen Young modülü çok yüksek değildir. Bu nedenle, cam elyafların spesifik mukavemeti oldukça yüksek olmasına rağmen, modül ağırlık oranı aynı seviyede değildir. Fiber yapılarında yüzey alanı normal malzeme yapılarına göre çok daha yüksektir, bunun sonucunda yüzey alanı başına düşen hata miktarı azalır ve bu durum mukavemeti arttıran bir unsur olarak karşımıza çıkar [7].

Lee H. ve ark. aramid kumaş takviyeli poliestere reçineli kompozit malzemelerle yaptığı denemeleri içeren çalışma ile lamine kompozit yapılarda farklı istifleme sırası ve farklı yönlenmedeki ilave bir elyaf katmanının eklenmesi ile kompozit malzemesinin mekanik özelliklerini değişimi incelemiştir. [12].

Raif Sakin cam elyaf takviyeli poliestere reçineli kompozit malzemeler ile yaptığı çalışmada katman sayısı optimizasyonunun, mekanik özellikler açısından büyük öneme sahip olduğunu göstermiştir. Optimum laminasyon sayısı ve yönlenmesini çekme ve üç nokta eğme testleri ile çalışma sonucunda ortaya çıkarmıştır [13].

Gökhan D. ve ark. çeşitli yüklere maruz kalan, farklı elyaf oryantasyonlarına sahip cam takviyeli polimer kompozit malzemenin eğilme davranışlarını incelemiştir. Sonuç olarak da üç nokta eğilme testi ile eğilme gerilmesine en fazla etki yapan elyaf oryantasyonunu belirlemiştir [14].

Rukiye ERTAN ve ark. karbonfiber takviyeli epoksi matrisli farklı yüzey katman sayısına sahip sandviç yapı kompozit malzemelerinin eğilme davranışlarını araştırmıştır. Üç nokta eğilme testi yaparak eğilmeye karşı direncin katman sayısındaki artışla doğru orantılı olarak arttığını belirlemiştir [15].

Mustafa Ç. ve Boran B. elyaf/reçine oranındaki artış ile E-Cam elyaf takviyeli polimer matrisli kompozit malzemelerin mekanik özelliklerindeki değişimleri araştırmıştır. Bu araştırmanın sonucunda çekme, darbe ve üç nokta eğme testleri yapılarak farklı elyaf dizimimleri kaynaklı elyaf/reçine oranının yükselmesi ile birlikte kompozit yapının çekme uzama, maksimum gerilme, darbe dayanımı ve elastik modül özelliklerinin arttığı gözlemlenmiştir [16].

Raif S. Reçine iki yönlü cam-dokuma takviyeli poliestere matrisli kompozit yapılarda cam-keçe kullanımının mekanik özellikler üzerine tesiri incelenmiştir. Çalışmalar neticesinde çekme ve üç nokta eğme testleri yapılarak pek çok sektörde kullanım yeri bulan büyük boyutlu tabakalı kompozit levhalarda dokuma cam elyafların arasına keçe cam elyaf takviyesinin mekanik anizotropi üzerinde olumlu etkisi olduğu belirlenmiştir. Ayrıca maliyet açısından da çalışmalar yapılmış ve optimum kompozit levha maliyeti için çıkarımlar yapılmıştır [17].

Muhammet Raci A. ve ark. cam ve karbon hibrit takviyeli epoksi matrisli kompozit yapılarda elyaf laminasyon sıralamasının mekanik ve dinamik özelliklere etkisi araştırmıştır. Üç nokta eğme, çekme ve titreşim testleri yapılarak numunelerin maksimum eğilme dayanımları, elastisite modülleri ve doğal frekans ve sönüm oranı değerleri tespit edilmiştir. Sonuçlardan elde edilen veriler ile interply hibrit kompozit yapılarda laminasyon sırasının maksimum eğilme dayanımı, elastisite modülü ve titreşim özelliklerine etkisi belirlenmiştir [18].

I. Infanta May P. ve Ramalingam S. kıvrımsız cam elyaf takviyeli polimer kompozitin nihai gerilme mukavemetini araştırmıştır. Farklı fiber ortantasyonları ve laminasyon planları ile üretilen plakalar için çekme ve basma testleri yapılarak mekanik özellikleri karşılaştırmıştır. Farklı oryantasyonlara sahip fiberlerin birbirleri ile kıyaslanarak daha fazla mukavemet sağlayan laminasyonlar belirlenmiştir [19].

KC Nagaraja ve ark. bu çalışmada, E-Cam ve karbon fiberin epoksi matrisle takviye edilmesiyle yapılan hibrit kompozitlerde karbon tabakasının farklı bir istifleme dizisinin çeşitli mekanik özellikler üzerindeki etkisini incelemiştir. Çekme ve üç nokta eğme testleri yapılarak farklı istifleme sıralamalarının karşılaştırılması yapılmış ve laminatlar birbiri ile karşılaştırıldığında daha iyi bükülme özellikleri veren laminasyon belirlenmiştir [20].

Daekyun O. Ve ark. bu çalışmada dokuma ve keçe cam elyafı takviye kombinasyonlarının cam elyaf takviyeli polimer kompozit yapılarının mekanik değerlerine ve kalitesine etkilerini araştırmıştır. Farklı laminasyon planları ile üretilen plakalara çekme ve üç nokta eğme testleri yapılarak mukavemeti en fazla arttıran laminasyon tespit edilmiştir [21].

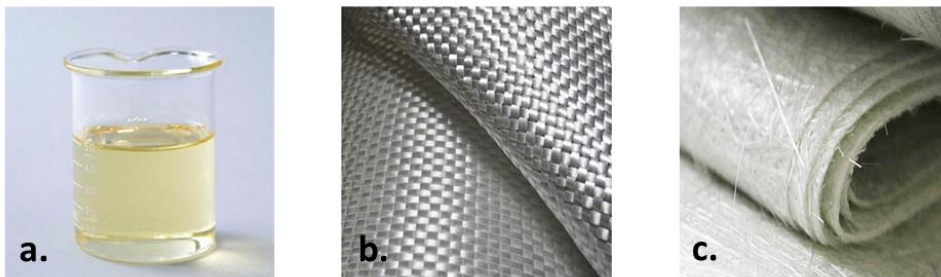
M.Y. Yuhazri ve ark. jelkot kalınlığının dokuma cam elyaf takviyeli poliester matrisli lamine kompozitin mekanik özellikleri ve arayüzey bağlantısı üzerindeki etkileri üç nokta eğilme testi ve çekme testi kullanılarak incelenmiştir. Çalışma sonucunda jelkot kalınlığı arttıkça kompozitin mekanik özelliklerinin iyileştiğini ve jelkotlu kompozitlerin gerilme mukavemetinde jelkotsuz kompozitlere göre %38 oranında artış gözlemlendiğini bildirmişlerdir [22].

Bu çalışmada, farklı laminasyonlarda cam elyafı takviyeli polyester reçine matrisli kompozit yapılarda jelkot uygulamasının söz konusu yapıların mekanik özelliklerine etkisinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Bu maksatla, iki farklı kumaş tipinde cam elyafı, matris malzemesi olarak tercih edilen polyester reçine vakum infüzyon kalıplama yöntemiyle farklı dizilimlerde birleştirilerek oluşturulan kompozit yapılara jelkot uygulamasının kompozit yapının mekanik özelliklerine etkisi deneysel olarak incelenmiştir.

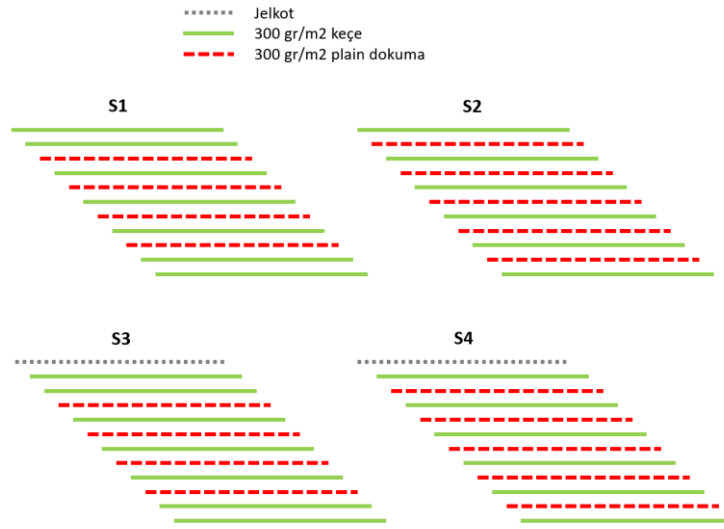
2. MATERYAL VE METOTLAR (MATERIALS AND METHODS)

2.1. Materyal

Bu çalışmada takviye malzemesi olarak bezayağı dokuma cam elyafı (300 gr/m²) ve cam elyaf keçe (300 gr/m²) kullanılmıştır (Şekil 1). Termoset matris malzemeleri olarak Nuvocryl 60-60G ve Nuvopol 37-05 jelkot seçilmiştir. Tablo 1’de kullanılan reçine ve jelkot için yapılmış olan ham madde testlerine ait sonuçlar verilmiştir. Plaka üretimi vakum infüzyon yöntemi ile Tablo 2’de yer alan plana göre yapılmıştır. Laminasyona ait şematik plan Şekil 2’de gösterilmiştir. Üst üste sıralanan takviye kumaşları 400 mbar basınçta vakumlanmıştır. Polyester reçinenin tüm takviye kumaşlarına emdirilmesi, vakum basıncı ile gerçekleştirilmiştir. Sistem vakum etkisi altında 60 °C’de 4 saat kütleme işlemine tabi tutulmuştur. Sonrasında vakum infüzyon yöntemi ile üretilen plakalar kalıptan çıkarılmıştır.



Şekil 1. a) Polyester reçine, b) 300 gr/m² bezayağı dokuma cam elyaf, c) 300 gr/m² keçe camelyaf



Şekil 2. Laminasyon planı şematik gösterim

Tablo 1. Kullanılan reçine ve jelkotun ham değerleri

| | Viskozite (mPa.s) | Yoğunluk (g/cm ³) | Sertlik (Barcol) | Jelleşme Süresi (Dakika) |
|-----------------------|----------------------|----------------------------------|---------------------|-----------------------------|
| NUVOPOL FR 60-60 G | 383 | 1,26 | 39 | 23 |
| NUVOPOL Gelcoat 37-05 | 3658 | 1,42 | 40 | 30 |

Tablo 2. Laminasyon Planı

| Numune | Reçine | Jelkot | Elyaf Tipi | Vakum Basıncı (mbar) | Kür Sıcaklık(°C)/ Süreleri(s) |
|--------|----------------------|------------------|---|-------------------------|----------------------------------|
| S1 | Nuvocryl FR60-60G | - | 7 kat 300 gr/m ² keçe 4 kat 300 gr/m ² bezayağı dokuma | 400 mbar | 60 °C / 4 saat |
| S2 | Nuvocryl FR60-60G | - | 6 kat 300 gr/m ² keçe 5 kat 300 gr/m ² bezayağı dokuma | 400 mbar | 60 °C / 4 saat |
| S3 | Nuvocryl FR60-60G | Nuvopol 37-05 | 7 kat 300 gr/m ² keçe 4 kat 300 gr/m ² bezayağı dokuma | 400 mbar | 60 °C / 4 saat |
| S4 | Nuvocryl FR60-60G | Nuvopol 37-05 | 6 kat 300 gr/m ² keçe 5 kat 300 gr/m ² bezayağı dokuma | 400 mbar | 60 °C / 4 saat |

2.2. Metod

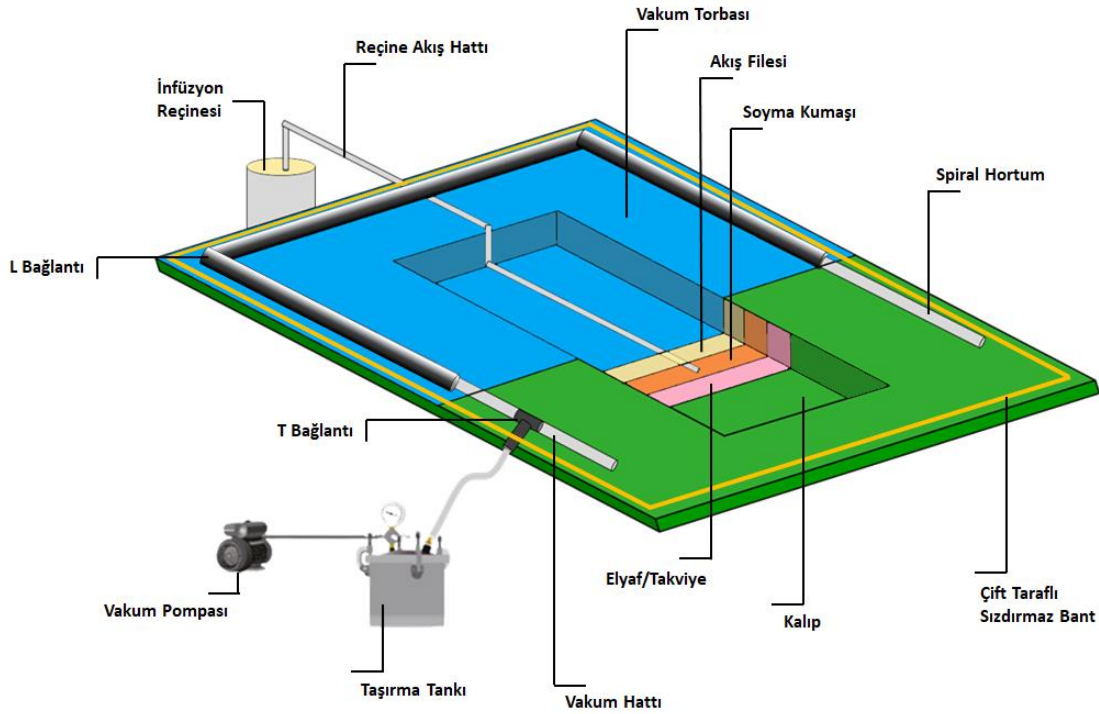
2.2.1 Kompozit Üretim Yöntemi

Parçalar vakum infüzyon kalıplama yöntemiyle ile üretilmiş olup üretim yöntemine ait şema Şekil 3'te verilmiştir. Vakum infüzyon, özellikle otomotiv ve deniz endüstrilerinde büyük kompozit parçalar üretmek için kullanılan Sıvı Kompozit Kalıplama (LCM) proseslerinden biridir. Kalıp yüzeyi aseton ve tiner gibi

maddelerle temizlenir. Yüzeyle bir kat kalıp ayırıcı malzeme uygulanmıştır (gerekirse yaklaşık on beş dakika sonra ikinci bir kat uygulanabilir). Jelkot uygulaması yapılmış (proses planına göre fırça ya da spreyleme yöntemiyle) ve kürlenmesi beklenmiştir. Jelkotun jelleşme süresi Tablo 1’de gösterilmiştir.

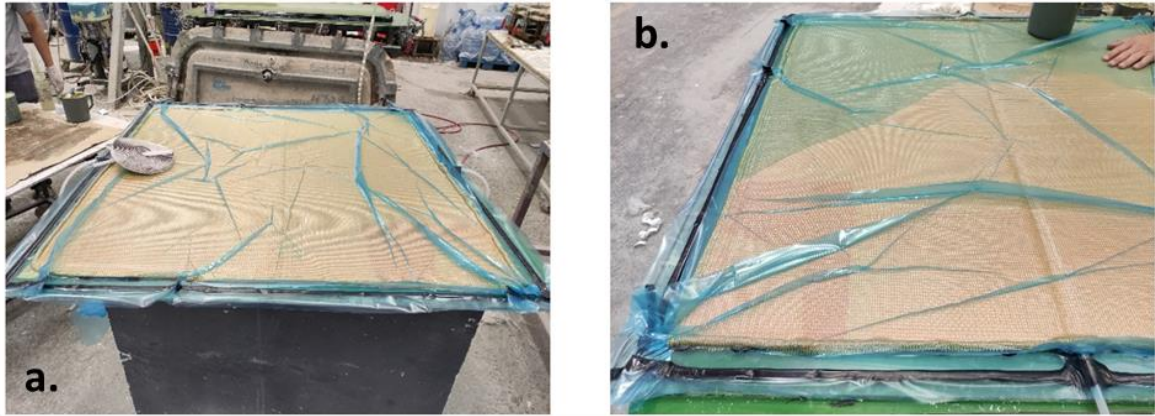
Jelkot fiber takviyeli plastik kompozitlerin yüzey katmanında yer alır. Fiberlerin yüzeyden gözükmesini engeller, yüzey kalitesini artırarak estetik bir görünüm sağlar. Bunun yanı sıra kompozit malzemeye kimyasal direnç, UV direnci ve hidroliz direnci gibi dış ortam performansı sağlar [23].

Jelkotun kalıp üzerinde kürlenmesi gerçekleştiikten sonra cam fiberlerden yapılmış bir takviye edici kumaş kalıp yüzeyi üzerine serilmiştir. Elyaf laminasyonu üzerine bir soyma kumaşı, akış filesi ve vakum torbası yerleştirilmiştir. Kalıp yüzeyi ile vakum torbası arasında kalıbın dört bir kenarını çevreleyecek şekilde çift taraflı bant yapıştırılmış ve vakum torbası kalıbın etrafına hava sızıntısı olmayacak şekilde bu bant ile sabitlenerek yerleştirilmiştir. Vakum pompası, hava sızıntılarını test etmek için çalıştırılmış, eş zamanlı olarak hesaplanan miktarda reçine hazırlanarak reçine emiş hortumu reçine haznesine bağlanmıştır. Vakum basıncı 400 mbar seviyesine ayarlanır tüm takviye yüzeyi reçine ile ıslanana kadar infüzyona devam edilmiştir. Tamamlanmış elyaf laminasyonuna ait vakum testi Şekil 4.a ve reçinenin laminasyon içerisinde akışı Şekil 4.b’de gösterilmiştir. İşlem sonunda tüm giriş çıkış valfleri kapatılmış ve vakum uygulaması durdurulmuştur. Sonrasında parça kalıp ile beraber fırına alınmış, 60 °C’de 4 saat boyunca kürlenmiştir. Kürlenme prosesi ile parçada mukavemet ve rijitlik sağlandıktan sonra parça kalıptan çıkartılmıştır.



Şekil 3. Vakum infüzyon yöntemi şematik gösterimi

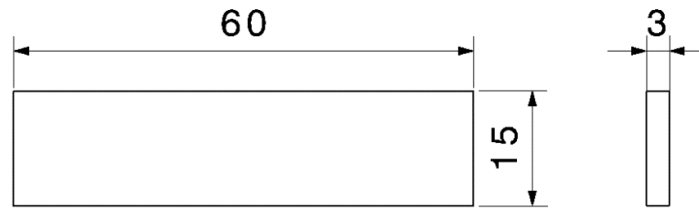
Proses sırasında vakum uygulamasının iki sebebi vardır. Birincisi elyaf laminasyonunu sıkıştırmak ve ikincisi fiberler arasındaki boş alanları doldurmak üzere termoset reçineyi haznedeki kalıp boşluğuna çekmek. Reçine sistemi, tam kalıp doldurmayı sağlamak üzere jelleşme süresi kalıp doldurma süresinden biraz daha uzun olacak şekilde tasarlanmıştır. Üretim tasarımı (akış filesi ve reçine dağıtım borularının boyutları ve konumları, reçine girişleri ve çıkışlarının doğru yerleştirilmesi), tam kalıp doldurma elde etmek ve böylece parçadaki mikro ve makro düzeydeki boşlukları (ıslanmamış bölgeler) ortadan kaldırmak için kritik öneme sahiptir. Akış filesi, kullanılan laminasyondan daha yüksek gözenekliliğe ve geçirgenliğe sahip olmalıdır. Reçine esas olarak bu ortamdan önce düzlem içi yönlerde akar ve daha sonra bitişik laminasyonda yavaş bir şekilde emilir. Dağıtım ortamı, tek kullanımlık veya gömülü olabilir. Tek kullanımlık dağıtım ortamı, soyma kumaşı ile vakum torbası arasında yerleştirilir; gömülü akış filesi ise kumaş katmanları arasında sıkıştırılır ve böylece bitmiş ürünün bir parçası olur [24]. Gömülü akış filesi, parçanın enine kesitinin kalınlığını ve atalet momentini artırır, ancak fiber hacim oranını ve mekanik mukavemeti azaltır.



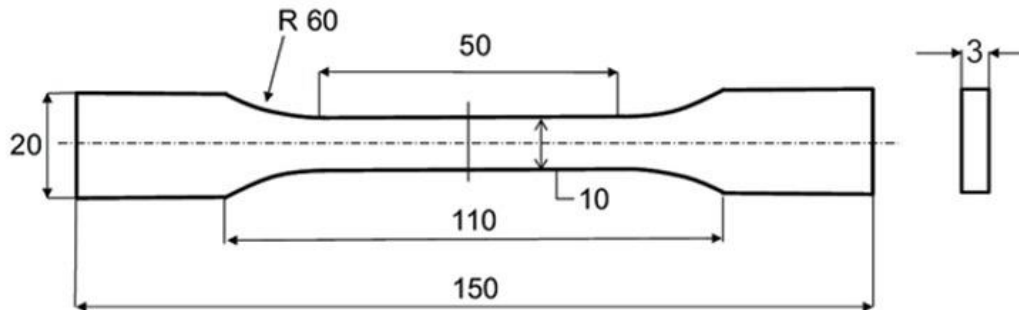
Şekil 4. a) Tamamlanmış elyaf laminasyonu, b) Reçinenin elyaf laminasyonu içerisinde ilerlemesi

2.2.2 Testler

Her farklı laminasyon için 10 adet olmak üzere toplam 40 numune hazırlanmıştır. Numuneler ATLAS LH-EMK 20 kN model mekanik test cihazında ISO 14125 standardında Şekil 5'te gösterilen numune geometrilerine uygun üç nokta eğme testine ve ISO 527-4 standardında Şekil 6'da gösterilen numune geometrilerine uygun şekilde çekme testine tabi tutulmuştur. Çekme ve eğme testi 2 mm/dk hızında yapılmış ve parçalar kırılıncaya kadar kuvvet uygulanmıştır. Bu testlerin sonucunda, farklı fiber laminasyonlarına sahip cam fiber/polyester kompozitlerin Maksimum Eğilme Gerilmesi, Maksimum Sapma ve Elastisite Modülü elde edilmiştir. Ayrıca ASTM D2584 standardına uygun şekilde BARBER COLMAN GYZJ 934-1 model sertlik cihazıyla Barcol Sertlik Testi yapılmıştır.



Şekil 5. Üç nokta eğme test numunesi ölçüleri



Şekil 6. Çekme test numunesi ölçüleri

4. SONUÇ (CONCLUSION)

3.1. Çekme Test Sonuçları

Çekme testleri ISO 527-4 standardına uygun şekilde yapılmış olup test sonuçları Tablo 3'te verilmiştir.

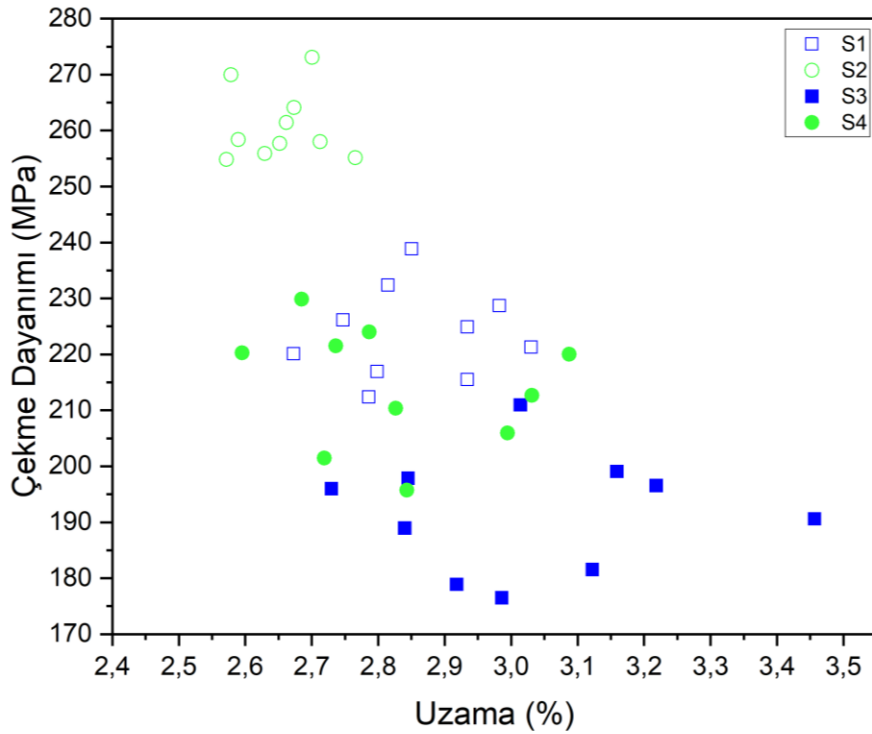
Tablo 3. Çekme test sonuçları

| Numune | Genişlik (mm) | Kalınlık (mm) | Çekme Dayanımı (MPa) | Minimum (MPa) | Maksimum (MPa) |
|--------|---------------|---------------|----------------------|---------------|----------------|
| S1 | 10,03 (0,037) | 2,78 (0,043) | 223,73 (7,727) | 212,407 | 238,876 |
| S2 | 10,03 (0,029) | 2,82 (0,033) | 260,84 (6,006) | 254,811 | 273,047 |
| S3 | 10,03 (0,034) | 3,59 (0,080) | 191,70 (10,063) | 176,511 | 210,985 |
| S4 | 10,02 (0,039) | 3,72 (0,032) | 214,18 (10,260) | 195,763 | 229,855 |

*Sonuçlar numune test sonuçlarının ortalamasına göre verilmiştir. Parantez içerisinde yer alan değerler standart sapma değerleridir.

Laminasyonda katman sayısı sabit tutularak keçe kumaş azaltılıp, bezayağı dokuma cam elyaf katman sayısının artırılması ile çekme mukavemet değerleri artmıştır.

Jelkot kullanımı ile parçaların mekanik özelliklerini olumsuz yönde etkilemiştir. Aynı laminasyona sahip jelkotlu S3 ve jelkotsuz S1 kıyaslandığında ve S1-S3'den farklı olmak üzere aynı laminasyona sahip jelkotlu S4 ve jelkotsuz S2 kıyaslandığında jelkotsuz numunelerin çekme mukavemetlerinin daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir. Çekme dayanımı - yüzde uzama grafiği Şekil 7'de verilmiştir.



Şekil 7. Çekme dayanımı - Yüzde uzama grafiği

3.2. Eğme Test Sonuçları

Eğme Testleri ISO 14125 standardına uygun şekilde yapılmış olup test sonuçları Tablo 4'te verilmiştir.

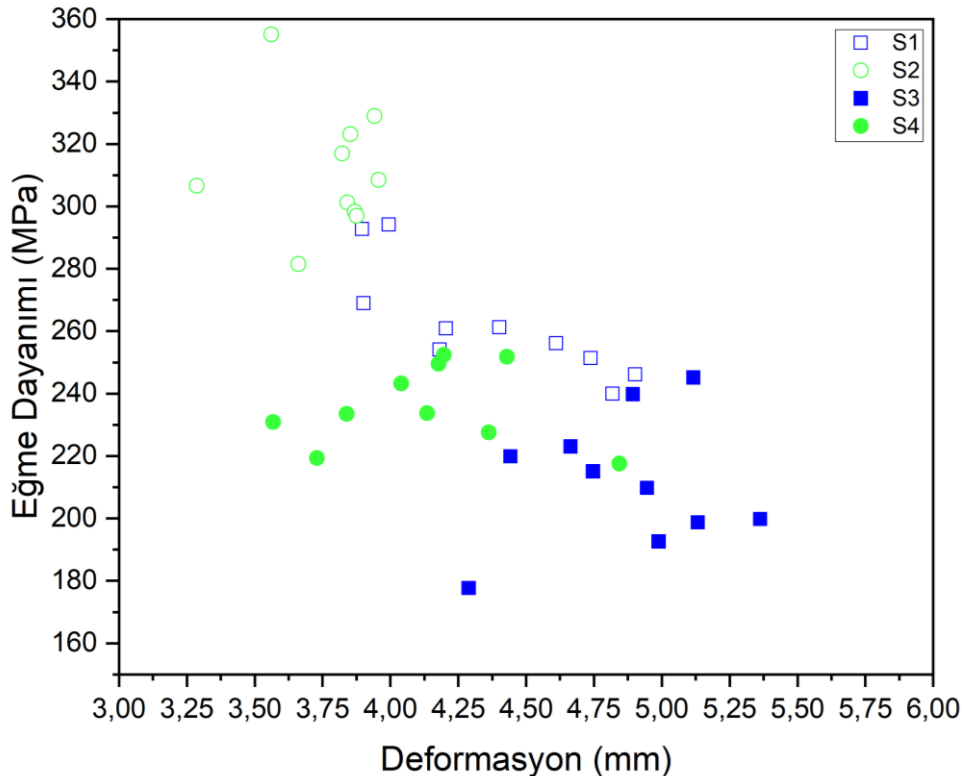
Tablo 4. Eğme test sonuçları

| Numune | Genişlik (mm) | Kalınlık (mm) | Eğme Dayanımı (MPa) | Minimum (MPa) | Maksimum (MPa) |
|--------|---------------|---------------|---------------------|---------------|----------------|
| S1 | 15,05 (0,033) | 2,77 (0,048) | 262,58 (17,248) | 240,014 | 294,215 |
| S2 | 15,03 (0,033) | 2,72 (0,055) | 311,72 (19,464) | 281,556 | 355,079 |
| S3 | 15,07 (0,035) | 3,66 (0,083) | 212,16 (19,878) | 177,678 | 245,177 |
| S4 | 15,06 (0,032) | 3,70 (0,043) | 235,93 (12,175) | 217,514 | 252,398 |

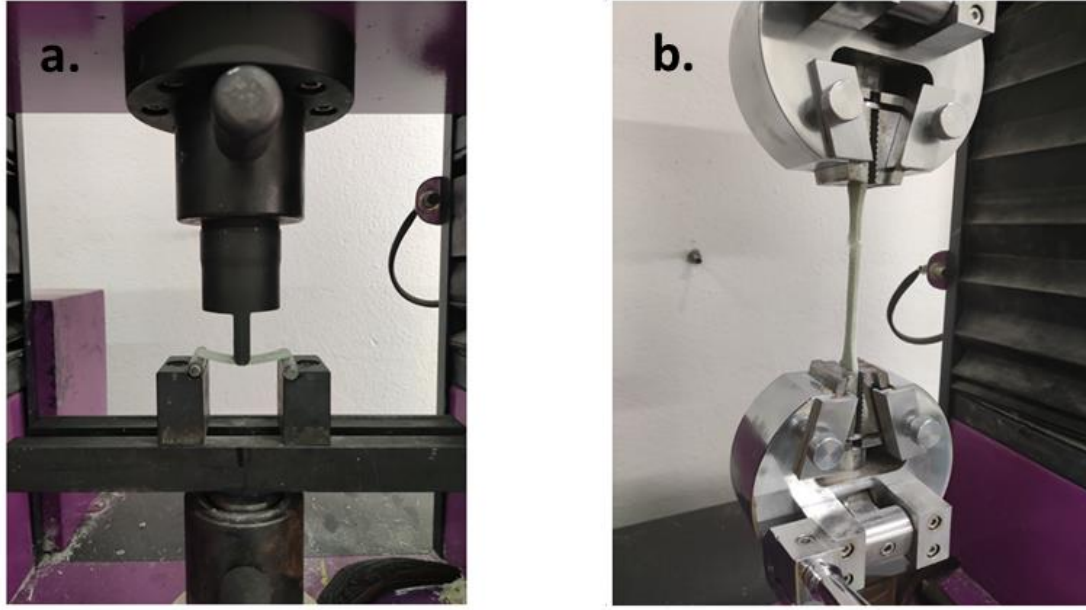
*Sonuçlar numune test sonuçlarının ortalamasına göre verilmiştir. Parantez içerisinde yer alan değerler standart sapma değerleridir.

Laminasyonda katman sayısı sabit tutularak keçe kumaş azaltılıp, bezayağı dokuma cam elyaf katman sayısının artırılması ile eğme mukavemet değerleri artmıştır.

Jelkot kullanımı ile parçaların mekanik özelliklerini olumsuz yönde etkilemiştir. Eğme dayanımı - deformasyon grafiği Şekil 8'de verilmiştir. Aynı laminasyona sahip jelkotlu S3 ve jelkotsuz S1 kıyaslandığında ve S1-S3'den farklı olmak üzere aynı laminasyona sahip jelkotlu S4 ve jelkotsuz S2 kıyaslandığında jelkotsuz numunelerin eğme mukavemetlerinin daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir. Üç nokta eğme ve çekme testi uygulaması Şekil 9'da gösterilmiştir.



Şekil 8. Eğme dayanımı - Deformasyon grafiği



Şekil 9. a) Üç nokta eğme testi uygulaması b) Çekme testi uygulaması

3.3. Barcol Sertlik Test Sonuçları

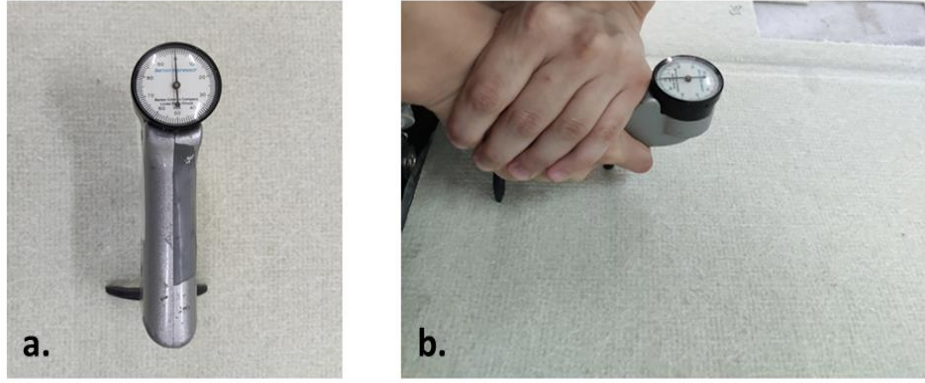
Her numune için ASTM D2584 standardına uygun şekilde Barcol sertlik ölçümü yapılmış olup sonuçlar Tablo 5'te verilmiştir. Barcol sertlik testi uygulaması Şekil 10'da gösterilmiştir.

Tablo 5. Barcol sertlik test sonuçları

| Numune | Barcol Sertlik (Barcol) | Minimum (Barcol) | Maksimum (Barcol) |
|--------|-------------------------|------------------|-------------------|
| S1 | 59,8 | 57 | 63 |
| S2 | 63 | 59 | 65 |
| S3 | 58,4 | 55 | 61 |
| S4 | 63,8 | 62 | 68 |

*Sonuçlar numune test sonuçlarının ortalamasına göre verilmiştir.

Barcol sertlik testi sonuçlarına göre numuneler arasında birbirine yakın sertlik değerleri ölçülmüştür. Sertlik ölçümleri tüm plakalarda jelkotsuz yüzeyden yapılmış olup S1-S3 ve S2-S4 numuneleri aynı laminasyona sahiptir. Bezayağı dokuma cam elyaf katmanının yüzeye daha yakın olduğu S2-S4 numunelerinde ölçülen sertlik değerleri için ortalamalar alınınca bir artış söz konusudur.



Şekil 10. a) BARBER COLMAN GYZJ 934-1 sertlik cihazı b) Barcol sertlik testi uygulaması

3.4. Tartışma

Bu çalışmada vakum infüzyon yöntemi ile üretilen kompozit yapılarda yüzey katmanında kullanılan jelkotun mekanik özelliklere etkisi ve laminasyon planının nihai ürün üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Mekanik özellikleri araştırmak için çekme, üç nokta eğme ve barcol sertlik testleri yapılmıştır.

Laminasyon planlarının farklı olması sebebiyle eğme ve çekme mukavemetlerinde anlamlı bir fark oluşmuştur. Bezayağı dokuma cam elyaf katman sayısının artışı ile eğme ve çekme mukavemetlerinde artış belirlenmiştir. Jelkotsuz S1 ve S2 numuneleri kıyaslandığında; S2 numunesinin S1 numunesine göre daha fazla bezayağı dokuma kumaş içermesi sebebiyle eğme mukavemetinde %18,7'lik; çekme mukavemetinde ise %16,6'lık bir artış gözlemlenmiştir. Jelkotlu S3 ve S4 numuneleri kıyaslandığında; S4 numunesinin S3 numunesine göre daha fazla dokuma kumaş içermesi sebebiyle eğme mukavemetinde %11,2'lik; çekme mukavemetinde ise %11,7'lik bir artış gözlemlenmiştir.

Aynı laminasyon planına sahip numuneler için jelkotlu ve jelkotsuz tiplerinin eğme ve çekme mukavemetleri incelenmiştir. Jelkot uygulamasının hem eğme hem de çekme mukavemetlerinde düşüşe sebebiyet verdiği gözlemlenmiştir. Aynı laminasyona sahip S1 ve S3 numuneleri kıyaslandığında; jelkotlu S3 numunesinin üzerinde jelkot bulunmayan S1 numunesi göre eğme mukavemetinde %19,2'lik; çekme mukavemetinde ise %14,3'lük bir düşüş gözlemlenmiştir. Aynı laminasyona sahip S2 ve S4 numuneleri kıyaslandığında; jelkotlu S4 numunesinin üzerinde jelkot bulunmayan S2 numunesi göre eğme mukavemetinde %24,3'lük; çekme mukavemetinde ise %17,9'lük bir düşüş gözlemlenmiştir.

Jelkotun mukavemete etkisi ile ilgili literatürde çok fazla bilgi yer almamaktadır. M.Y. Yuhazri ve ark. jelkot kalınlığının dokuma cam/polyester lamine kompozitin mekanik özellikleri ve arayüzey bağlantısı üzerindeki etkileri üç nokta eğilme testi ve çekme testi kullanılarak incelenmiştir ve jelkotun mukavemeti artırıcı etki gösterdiğini bildirmişlerdir [23]. Fakat yapmış olduğumuz çalışmada jelkotun mukavemeti olumsuz yönde etkilediği ve büyük bir etkisinin olduğu görülmüştür. Bu etkinin uygulanan jelkotun 1 mm olduğu ve jelkotun kalınlığı artırırken hiçbir takviye barındırmamasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Plakaların jelkotsuz yüzeylerinden barcol sertlikleri incelenmiştir. Bezayağı dokuma cam elyaf katmanının yüzeye daha yakın olduğu S2 ve S4 laminasyonlarında S1 ve S2 laminasyonlarına göre daha yüksek barcol sertlik değerleri elde edilmiştir. En dış katmanlarında iki kat keçe cam elyaf bulunan S1-S3 ve en dış katmanlarında tek kat keçe cam elyaf bulunan S2-S4 laminasyonları kıyaslandığında barcol sertlik değerlerinde %5 oranında artış gözlemlenmiştir.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGMENTS)

Bu çalışmada kullanılan ham maddeler Sazcılar Otomotiv tarafından temin edilmiştir ve çalışma Sazcılar Otomotiv bünyesinde gerçekleştirilmiştir. Katkılarından dolayı Sazcılar Otomotiv'e teşekkürlerimizi sunarız.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Tong, L., Mouritz, A., & Bannister, M.K. (2002). 3D Fibre Reinforced Polymer Composites.
- [2] Bakis, C.E., Bank, L.C., Brown, V.L., Cosenza, E., Davalos, J.F., Lesko, J.J., Machida, A., Rizkalla, S.H., & Triantafillou, T.C. (2002). Fiber-Reinforced Polymer Composites for Construction—State-of-the-Art Review. *Journal of Composites for Construction*, 6, 73-87.
- [3] Saheb, D. N., & Jog, J. P. 1999. Natural fiber polymer composites: a review. *Advances in Polymer Technology: Journal of the Polymer Processing Institute*, 18(4), 351-363
- [4] Zheng, Y., Wang, W., Mosalam, K.M., & Zhong-feng, Z. (2018). Mechanical behavior of ultra-high toughness cementitious composite strengthened with Fiber Reinforced Polymer grid. *Composite Structures*, 184, 1-10.
- [5] Wilson, A. (2017). Vehicle weight is the key driver for automotive composites. *Reinforced Plastics*, 61, 100-102.
- [6] Markets and Market, (2021), *Composites Market by Fiber Type, Resin Type, Manufacturing Process, End-Use Industry and Region – Global Forecast to 2026*, <https://www.marketsandmarkets.com/PressReleases/composite.asp>.
- [7] Sezgin, H., & Berkalp, O.B. (2017). The effect of hybridization on significant characteristics of jute/glass and jute/carbon-reinforced composites. *Journal of Industrial Textiles*, 47, 283 - 296.
- [8] Campbell, F.C. (2010). *Structural Composite Materials*.
- [9] Lee, D.G. (2005). *Axiomatic Design and Fabrication of Composite Structures: Applications in Robots, Machine Tools, and Automobiles*.
- [10] Shahzad, A. (2014). *Impact and Fatigue Properties of Natural Fibre Composites*.
- [11] Wallenberger, F.T., Macchesney, J.B., Naslain, R.R., & Ackler, H.D. (1999). *Advanced inorganic fibers: Processes, structures, properties and applications*.
- [12] Lee, H., Jung, K.H., & Park, H. (2021). Study on Structural Design and Analysis of Composite Boat Hull Manufactured by Resin Infusion Simulation. *Materials*, 14.
- [13] Sakin, R. (2021). Layup Design Optimization for E-glass Woven Roving Fabric Reinforced Polyester Composite Laminates Produced by VARTM. *Fibers and Polymers*, 22, 509-527.
- [14] Demircan, G., Ozen, M., & Kısa, M. (2020). Flexural Properties of Glass Fiber Reinforced Epoxy Composites at Different Strain Rates.
- [15] Ertan, R., Kuş, A., & Durgun, I. (2019). ÜÇ BOYUTLU DOKUMA KUMAŞ TAKVİYELİ SANDVIÇ KOMPOZİTLERDE YÜZEYLERDEKİ ELYAF KATMAN SAYISININ EĞİLME DAVRANIŞINA ETKİSİ. *Uludağ University Journal of The Faculty of Engineering*, 24, 231-240.
- [16] Çakir, M.C., & Berberoğlu, B. (2018). E-Cam Elyaf Takviyeli Epoksi Matrisli Kompozit Malzemelerin Elyaf Oranındaki Artış İle Mekanik Özelliklerindeki Değişimlerin İncelenmesi. *El-Cezeri Fen ve Mühendislik Dergisi*.
- [17] Sakin, R. (2017). RTM ile üretilen iki-yönlü cam-dokuma takviyeli kompozit levhalarda cam-keçe kullanımının mekanik anizotropi üzerine etkisi.
- [18] Aydın, M.R., Acar, V., Yapıcı, F., Yıldız, K., Topcu, M.V., & Gündoğdu, Ö.L. (2018). Inter-ply Hibrit Kompozit Yapılarda Elyaf Diziliş Sıralamasının Mekanik ve Dinamik Özelliklere Etkisi. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 8, 255-263.

- [19] Infanta May Priya, I., & Senthil, R. (2021). Mechanical behavior of biaxial non-crimp glass fiber reinforced polymer composite. *Materials Today: Proceedings*.
- [20] Nagaraja, K., Rajanna, S.K., Prakash, G.S., & Rajeshkumar, G. (2020). The Role of Stacking Order on Mechanical Properties of Glass/Carbon Reinforced Epoxy Hybrid Composites Prepared by Resin Infusion Technique. *Materials Today: Proceedings*, 22, 2446-2451.
- [21] Oh, D.J., Jang, J., Jee, J., Kwon, Y., Im, S., & Han, Z. (2022). Effects of fabric combinations on the quality of glass fiber reinforced polymer hull structures. *International Journal of Naval Architecture and Ocean Engineering*.
- [22] Yuhazri, M.Y., Amirhafizan, M.H., Nilson, G., Sihombing, H., Kamarul, A.M., & Nirmal, U. (2018). Effects of gelcoat thickness on mechanical properties of woven glass/polyester laminated composite. *Journal of Mechanical Engineering and Sciences*, 12, 3370-3386.
- [23] Pomázi, Á., & Toldy, A. (2019). Multifunctional Gelcoats for Fiber Reinforced Composites. *Coatings*.
- [24] Yenilmez, B., & Sozer, E.M. (2009). Compaction of e-glass fabric preforms in the Vacuum Infusion Process, A: Characterization experiments. *Composites Part A-applied Science and Manufacturing*, 40, 499-510.



Investigation of the Thermal Properties of Cu-based Shape Memory Alloy

Neslihan TURAN,

Gazi University, Faculty of Science, Department of Physics, 06500, Yenimahalle/Ankara/TÜRKİYE

Article Info

*Research article**Received:28/10/2021**Revision:14/04/2021**Accepted:26/11/2022*

Keywords

*Thermal properties**Shape memory alloy**Activation energy**Martensitic transition*

Abstract

This study aims to investigate the thermal properties of the phase transformation that may occur with the effect of temperature in Cu-14.70wt.%Al-4.72wt.%Ni shape memory alloy. The sample was annealed at 1203 K for 30 min in an argon atmosphere and then cooled rapidly in salt-ice water. By using Differential Scanning Calorimetry (DSC), the martensitic phase transformation parameters of the sample were found. The activation energy required for these transformations was calculated using the Kissinger, Augis-Bennett, and Takhor methods. Thermogravimetric Analysis (TGA) measurements investigated the mass changes that may occur with the effect of temperature. Surface morphology was analyzed using an optical micrograph.

1. INTRODUCTION

Factors such as pressure, hardness, and temperature cause microstructural changes in some metals and alloys. Because of these effects, transformations in which the neighborhood of atoms does not change, but the crystal structure changes are called "martensitic phase transformations" [1]. In these transformations, the high-temperature phase is defined as "austenite" and the low-temperature phase is defined as "martensite" While the austenite crystal structure is in thermodynamic equilibrium at T_0 , if the material is cooled, a martensite structure begins to form within the austenite structure at a critical temperature value (M_s). The transformation that starts at M_s temperature occurs in a certain temperature range and the temperature at which the transformation ends is called the "martensite finish temperature (M_f). The martensitic transformation is reversible, as the martensite sample returns to the austenite structure, which is the main phase when heated. In this way, having different configurations above and below a critical transformation temperature is defined as "shape memory" [2]. Shape memory alloys (SMA) are materials used in many applications including biomedical, automotive, and aerospace fields [3–5]. The most known and most studied SMAs are titanium and nickel alloys. Although nitinol (Ni-Ti), which is characterized by the high stability of the martensitic phase, has several positive properties such as mechanical strength and corrosion resistance, special production techniques are required due to the high cost of the material and the high reactivity of titanium. Therefore, Cu-based SMAs have attracted attention not only as a low-cost alternative to the mechanical applications of nitinol but also for other applications with their superior electrical and thermal conductivity and the possibility of increasing resistance [6, 7]. In Cu-based alloys, the shape memory effect is strongly dependent on thermal treatments, mechanical effects, and element ratios in the structure and production methods [8–13]. Another property of Cu-based SMAs is superelasticity, which allows for high elastic deformations of up to 14%, making them suitable for storage and dissipation of mechanical energy [1, 14, 15].

In this study, the phase transformation properties of Cu-14.70wt.% Al-4.72wt.% Ni alloy were investigated because the transformation temperature values are close to ambient conditions and it has thermal stability at high temperatures [16]. Differential scanning calorimetry (DSC) measurements were carried out from

room temperature to 423 K at 10K/min, 15K/min, 20K/min, 25K/min, and 30K/min heating The activation energy required for the transformations was evaluated using the Kissinger, Augis-Bennett, and Takhor methods. By using thermogravimetric analysis (TG), mass changes that may occur with the effect of temperature, and surface morphology were examined using an optical micrograph.

2. MATERIALS AND METHODS

The Cu-14.70wt.%Al-4.72wt.%Ni shape memory alloy studied in this study was purchased from Trefimetaux Center de Recherche in France. Samples were obtained from the alloy in the form of a rod with a length of 250 mm and a diameter of 4 mm, to be used in experimental processes. A special quartz tube was used to minimize the oxidation during the annealing and cooling process. Ar gas was released from a valve of the tube and vacuumed from the other valve by a mechanical pump. This process was repeated 8–10 times to avoid air in the tube. The samples were annealed for 30 min at 1203 K in Ar atmosphere in a special quartz be in to eliminate the effect of cutting and to ensure homogenization. After heat treatment, the samples were cooled rapidly by immersing the quartz tube in salt-ice water. DSC measurements were performed to determine the transformation characteristic such as transformation temperatures, enthalpy (ΔH) and entropy change values (ΔS) of transformation, and activation energy. Measurements were carried out from room temperature to 423 K at 10K/min, 15K/min, 20K/min, 25K/min, and 30K/min heating rates with a 14.8 mg sample using a Perkin Elmer Sapphire model DSC. The 28.004 mg powder sample was heated in an argon gas atmosphere and the change in mass due to the effect of temperature was investigated using a Perkin Elmer Pyris Diamond thermal analyzer.

The changes in the properties of the material, such as mass, enthalpy, and entropy depending on temperature, are analyzed using thermal analysis techniques. These techniques have various uses in thermally changing materials such as glass, ceramics, superconductors, metals, semiconductors, pharmaceuticals, and polymers. In the DSC method, while the same temperature is applied to the reference material and the sample, in case the sample temperature changes, the reference material or sample is maintained at the same temperature by giving external heat. According to the working principle of DSC, the energy change in the sample is compared the energy change of the reference material, and the difference between the energies is observed as peaks in the measurement results. That is, the DSC curves are the graphs of the energy change depending on the temperature. Because of the exothermic or endothermic reaction in the sample, peaks are seen in the DSC curves. The activation energy can be calculated because of the shift of the peaks depending on the heating rates. Fig. 1 shows how to find austenite start (A_s), austenite finish (A_f), martensite start (M_s), and martensite finish (M_f) temperatures from DSC curves [17].

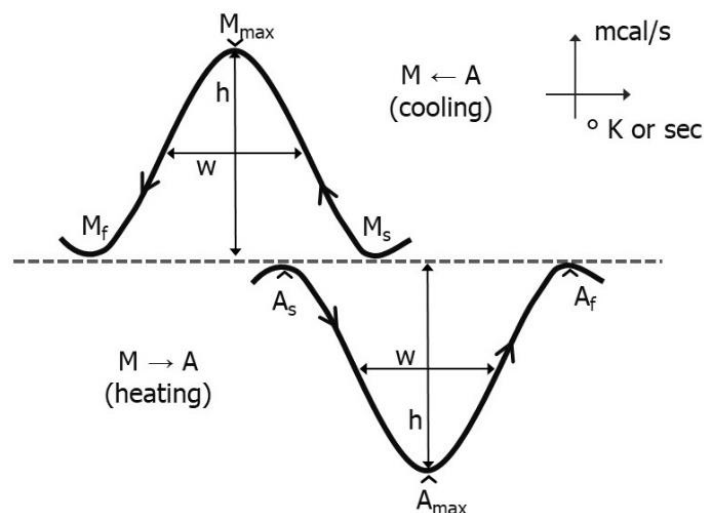


Figure 1. Schematic DSC curve of $M \rightarrow A$ and $A \rightarrow M$ transformation (M_s , M_{max} , M_f , A_s , A_{max} , A_f ; transformation temperatures and h ; the peak height and w peak width at 1/2 –height) [17]

In the austenite–martensite phase transformation, the volume changes with the change in the crystal structure. When the volume of an isolated system changes from V_1 to V_2 while the pressure (P) is constant; according to the first law of thermodynamics, energy changes from E_1 to E_2 , and (ΔE) is;

$$\Delta E = E_2 - E_1 = \Delta Q - P(V_2 - V_1) \quad (1)$$

From Eq.1, we find that the change in heat of the system (ΔQ);

$$\Delta Q = (E_2 + PV_2) - (E_1 + PV_1) \quad (2)$$

“the total heat content of a system” or “enthalpy (H)” is given in Eq. 3. In that case; ΔQ

$$H = E + PV \quad (3)$$

$$\Delta Q = H_2 - H_1 \quad (4)$$

If the specific heat difference of the austenite and martensite phases is neglected, the entropy change of the sample (ΔS) will be the same for both transformations, although the heat measured in the austenite–martensite transformation is higher in absolute value than the temperature measured in the martensite–austenite transformation [18]. In phase transformations such as evaporation and melting, the temperature of the system does not change despite the energy change, provided that P remains constant. Therefore, ΔS must be calculated at a constant temperature. Accordingly, the derivative of H at a constant P;

$$\Delta H = \Delta E + P\Delta V \quad (5)$$

From the first law of thermodynamics, we find that

$$\Delta E = \Delta Q - P\Delta V \quad (6)$$

$$\Delta H = \Delta Q \quad (7)$$

At constant P; ΔS is given by Eq. 8 and evaluated using Eq. 9 [19].

$$\Delta S = \frac{\Delta Q}{T} = \frac{\Delta H}{T} \quad (8)$$

$$\Delta S_{M \rightarrow A} = \Delta H_{M \rightarrow A} / T_0 \quad (9)$$

According to Salzbrenner and Cohen [20] and Tong and Wayman [21], T_0 is the equilibrium temperature and is determined by Eq. 10 and Eq. 11, respectively.

$$T_o = \frac{1}{2}(M_s + A_s) \quad (10)$$

$$T_o = \frac{1}{2}(M_s + A_f) \quad (11)$$

Activation energy

The activation energy of phase transition can be calculated using shifts in exothermic peak temperature values with different heating rates. The Kissinger, Takhor, and Augis-Bennett methods were used to

calculate the activation energy (E_a) [22, 23]. According to the Kissinger method, the Activation energy is calculated using Eq. 12.

$$\frac{d\ln\left(\frac{\beta}{T_x^2}\right)}{d\left(\frac{1}{T_x}\right)} = -\frac{E_a}{R} \quad (12)$$

where β is the heating rate, T_x is the peak value of the endothermic or exothermic reaction, (A_{\max} or M_{\max}), and R is the gas constant ($R=8.314$ j/molK). The activation energy was evaluated from the slope of the $\ln(\beta/T_x^2)-1000/T_x$ plot.

According to the Takhor method, the activation energy is calculated using Eq. 13. The slope of the $\ln\beta-(1000/T_x)$ plot is replaced in Eq. 13.

$$\frac{d\ln(\beta)}{d\left(\frac{1}{T_x}\right)} = -\frac{E_a}{R} \quad (13)$$

According to the Augis-Bennett method, the activation energy is calculated using the slope of the $\ln(\beta/(T_x-T_m)-(1000/T_x))$ graph with Eq. 14 [23]. Where T_m is the absolute temperature.

$$\frac{d\ln\left(\frac{\beta}{T_x-T_m}\right)}{d\left(\frac{1}{T_x}\right)} = -\frac{E_a}{R} \quad (14)$$

In the thermogravimetric analysis method, the change in the mass of the sample with an increase in temperature is analyzed. In temperature-mass change curve, called a thermogram, there may be a mass increase in the sample due to oxidation with the effect of temperature, as well as mass loss due to the decomposition of impurities or evaporation of components such as water. In this study, the change in the mass of the 28.004 mg powder sample with the effect of temperature was investigated in the argon gas atmosphere. Measurements were performed using a Perkin Elmer Pyris Diamond thermal analyzer. Surface morphology was characterized by optical micrographs.

3. RESULTS

DSC curves obtained from the 14.8 mg sample with a heating rates of 10K/min, 15K/min, 20K/min, 25K/min, and 30K/min are shown in Fig. 2. In these curves, the direction of the endothermic reaction is downward. In the DSC curves, it is seen that while the temperature rises from 290 K to 425 K, the sample shows an endothermic reaction, that is, it takes energy from the system. While the sample is cooling, it is seen that it shows an exothermic reaction, that is, energy is given to the system from the sample, with peaks formed in the up and down directions.

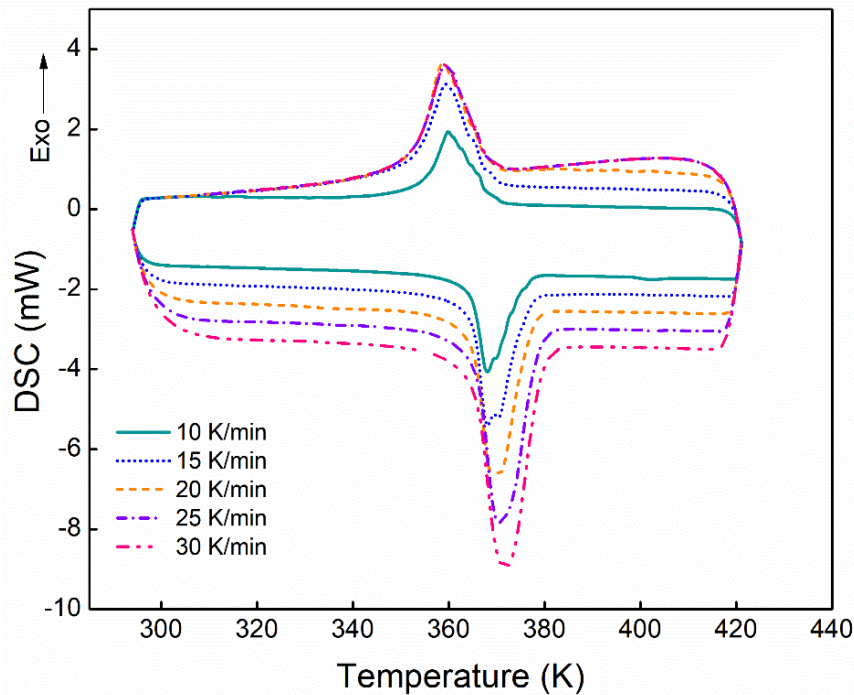


Figure. 2. DSC curves of the sample at 10 K/min, 15 K/min, 20 K/min, 25 K/min, and 30 K/min heating rates

During heating, a transition occurs from the martensite to the austenite phase and during cooling, a transition from the austenite phase to martensite occurs. When Fig. 2, which shows the DSC curves taken according to different heating rates, is examined, it is seen that there is an increase in the peak intensities of both reactions directly proportional to the heating rates, and a shift in the transformation temperatures. The shape of the peak is related to the heating rate, thermal conductivity, heat capacity and shape of the sample, and the amount of heat transferred [24]. The increase in peak intensity depends on the heat flow rate. The kinetic parameters obtained from the DSC curves at different heating rates and the T_0 values calculated using Eq.10 and Eq.11 are shown in Table 1. The martensite-austenite phase transformation during heating started at 364.59 K and was completed at 379.31 K, according to the heating rates. As the heating rate increased, the A_s and A_f temperatures increased. During cooling, the austenite-martensite transformation started at 368.33 K and was completed at 352.59 K, depending on the heating rate.

Table 1. The kinetic parameters obtained from the DSC curves at different heating rates and the T_0 values calculated using Eq.10 and Eq.11

| Heating rate | A_s (K) | A_{max} (K) | A_f (K) | M_s (K) | M_{max} (K) | M_f (K) | $T_0(1)$ (K) | $T_0(2)$ (K) |
|--------------|-----------|---------------|-----------|-----------|---------------|-----------|--------------|--------------|
| 10K/min | 364.59 | 368.1 | 374.38 | 368.12 | 359.86 | 354.43 | 366.355 | 371.25 |
| 15K/min | 364.85 | 368.1 | 375.82 | 368.3 | 359.34 | 352.68 | 366.575 | 372.06 |
| 20K/min | 364.88 | 370.64 | 376.72 | 367.26 | 358.85 | 352.94 | 366.07 | 371.99 |
| 25K/min | 365.45 | 370.57 | 378.36 | 368.14 | 359.29 | 352.59 | 366.795 | 373.25 |
| 30K/min | 365.10 | 371.74 | 379.31 | 368.33 | 359.1 | 352.76 | 366.715 | 373.82 |

The enthalpy change values obtained from DSC measurements using Eq. 8 and the entropy change values calculated using Eq.9 are given in Table 2. $\Delta H_{M \rightarrow A}$ and $\Delta S_{M \rightarrow A}$ represent martensite-austenite, and $\Delta H_{A \rightarrow M}$

and $\Delta S_{A \rightarrow M}$ represent enthalpy and entropy changes of austenite-martensite transformation, respectively. $\Delta S_{M \rightarrow A}(1)$ and $\Delta S_{A \rightarrow M}(1)$ were calculated using Eq.10, and $\Delta S_{M \rightarrow A}(2)$, and $\Delta S_{A \rightarrow M}(2)$ were calculated using Eq.11.

Table 2. Variation in enthalpy and entropy values for phase transformations

| Heating rate | $\Delta H_{M \rightarrow A}$ (10^3 J/kg) | $\Delta H_{A \rightarrow M}$ (10^3 J/kg) | $\Delta S_{M \rightarrow A}(1)$ (J/kg K) | $\Delta S_{M \rightarrow A}(2)$ (J/kg K) | $\Delta S_{A \rightarrow M}(1)$ (J/kg K) | $\Delta S_{A \rightarrow M}(2)$ (J/kg K) |
|--------------|--|--|---|---|---|---|
| 10K/min | -7.94 | 7.45 | -21.68 | -21.39 | 20.34 | 20.07 |
| 15K/min | -8.20 | 9.46 | -22.37 | -22.04 | 25.81 | 25.43 |
| 20K/min | -8.17 | 8.37 | -22.32 | -21.97 | 22.87 | 22.50 |
| 25K/min | -8.08 | 6.80 | -22.03 | -21.65 | 18.54 | 18.22 |
| 30K/min | -8.07 | 5.98 | -22.01 | -21.59 | 16.31 | 16.00 |

When Table 2 is examined, it is seen that the enthalpy and entropy change values change depending on the heating rate. In the martensite-austenite transformation, the enthalpy is in the range of 7.94×10^3 J/kg- 8.20×10^3 J/kg, and in the austenite-martensite transformation, it is in the range of 5.98×10^3 J/kg- 9.46×10^3 J/kg. Entropy change values are in the range of 21.39 J/kgK and 22.37 J/kgK in martensite-austenite transformation, and 16.31 J/kgK-25.81 J/kgK in austenite-martensite transformation. Enthalpy and entropy change values in martensite-austenite transformation are lower than enthalpy and entropy change values in recycling. The enthalpy value can give us an idea of whether the transformation is partial or full [9]. Since the expected enthalpy value for the full transformation to occur is 10×10^3 J/kg, it is seen that the martensitic transformation rate is very high in measurements at a heating rate of 15 K/min.

The activation energy value of the sample according to the Kissinger method was calculated as 272.53 kJ/mol using Eq. 12 from the $\ln(\beta/T_x^2)$ - $1000/T_x$ plot given in Fig. 3.

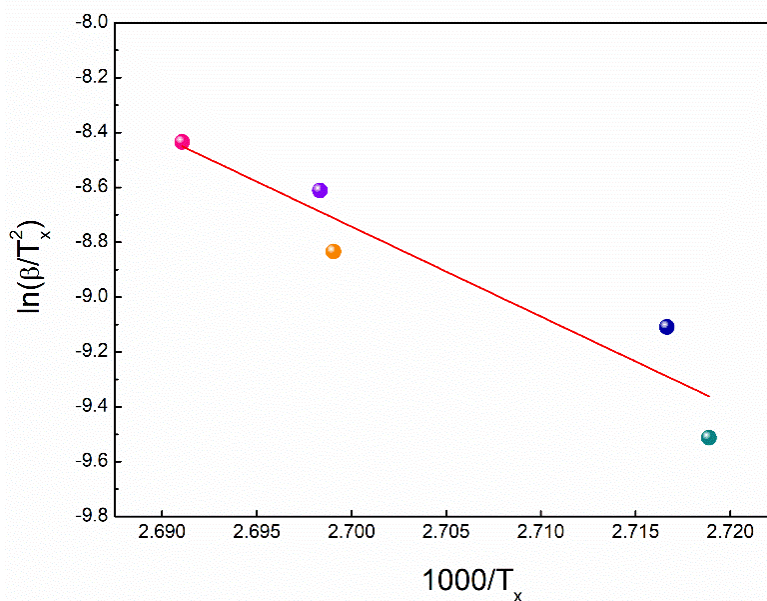


Figure 3. $\ln(\beta/T_x^2)$ - $1000/T_x$ plot obtained from DSC curves for the Kissinger method

The activation energy value of the sample according to the Takhor method was calculated as 278.67 kJ/mol using Eq. 13 from the $\ln(\beta)$ - $1000/T_x$ plot given in Fig. 4

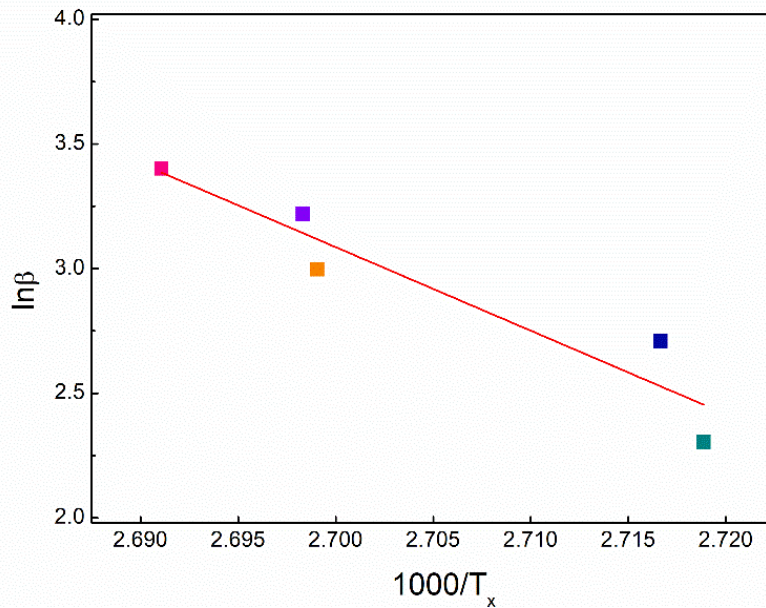


Figure 4. $\ln(\beta)$ - $1000/T_x$ plot obtained from DSC curves for the Takhor method

The activation energy value of the sample according to the Augis-Bennett method was calculated as 262.30 kJ/mol using Eq. 14 from the $\ln(\beta/(T_x-T_m))$ - $(1000/T_x)$ plot given in Fig. 5

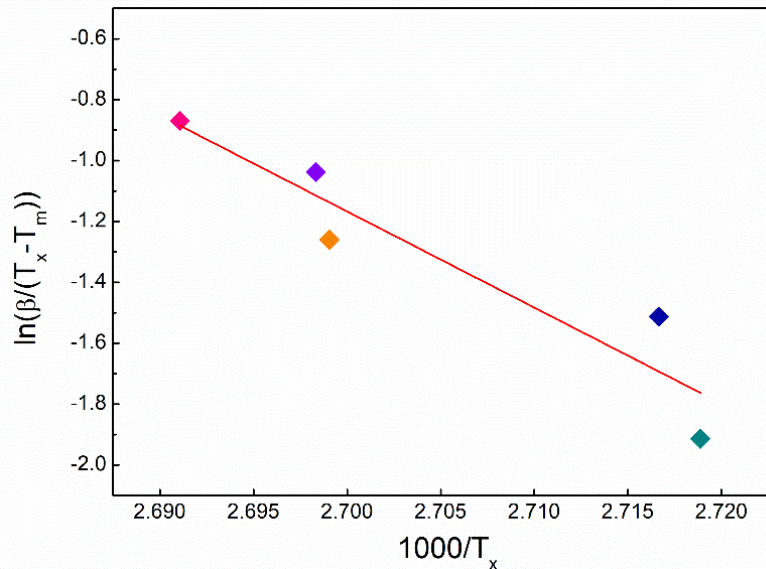


Figure 5. $\ln(\beta/(T_x-T_m))$ - $(1000/T_x)$ plot obtained from DSC curves for the Augis-Bennett method

Approximate results were obtained in the activation energy values calculated using three different theoretical methods.

TGA measurements were performed to examine the changes that may occur in the mass of the sample with the effect of temperature. Fig. 6 shows the change in the mass of the 28.004 mg powder sample when heated in an argon gas atmosphere from room temperature to 1203 K, at a heating rate of 20 K/min.

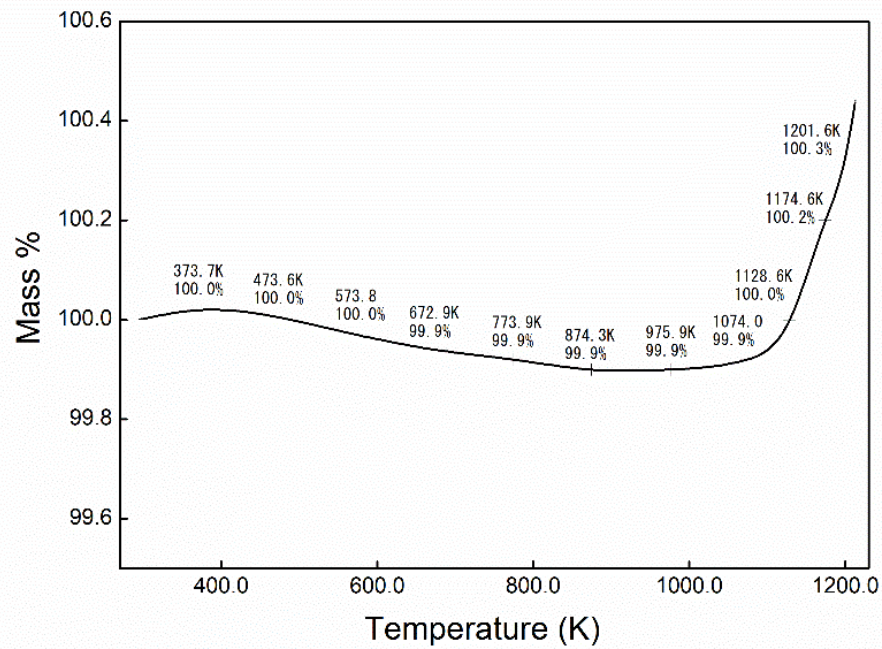


Figure 6. TGA curve at 20K/min heating rate

When Fig. 6 is examined, it is seen that there is no change in the sample mass up to 573.8 K, but there is a 0.1% loss between 573.8 K and 672.9 K. This loss in mass means that volatile components in the material evaporate or impurity decompose. material mass; It remained constant between 672.9 K and 1074.0 K and increased in direct proportion to the temperature after 1074.0 K. This increase indicates that the sample starts to oxidize after 1074.0 K. Between 1074.0 K and 1201.6 K, the total mass increase was 0.4%.

After heat treatment, the surface morphology of the sample was examined using an optical microscope with a Prior Panasonic digital camera. The sample with a thickness of 3–4 mm was fixed in bakelite for ease of sanding and polishing as seen in Fig. 7.

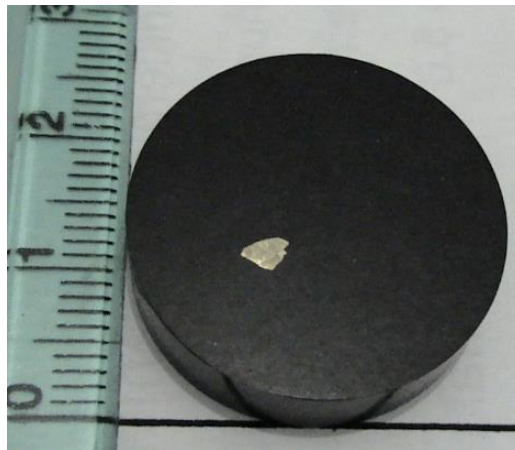


Figure 7. An image of the sample

The sanded and polished sample was washed with alcohol and etched with $(\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) + (\text{CH}_6\text{OH}) + (\text{HCl})$ solution to remove dirt, oil, and rust on the surface. Images obtained with different magnifications from the sample surface are shown in Fig. 8.

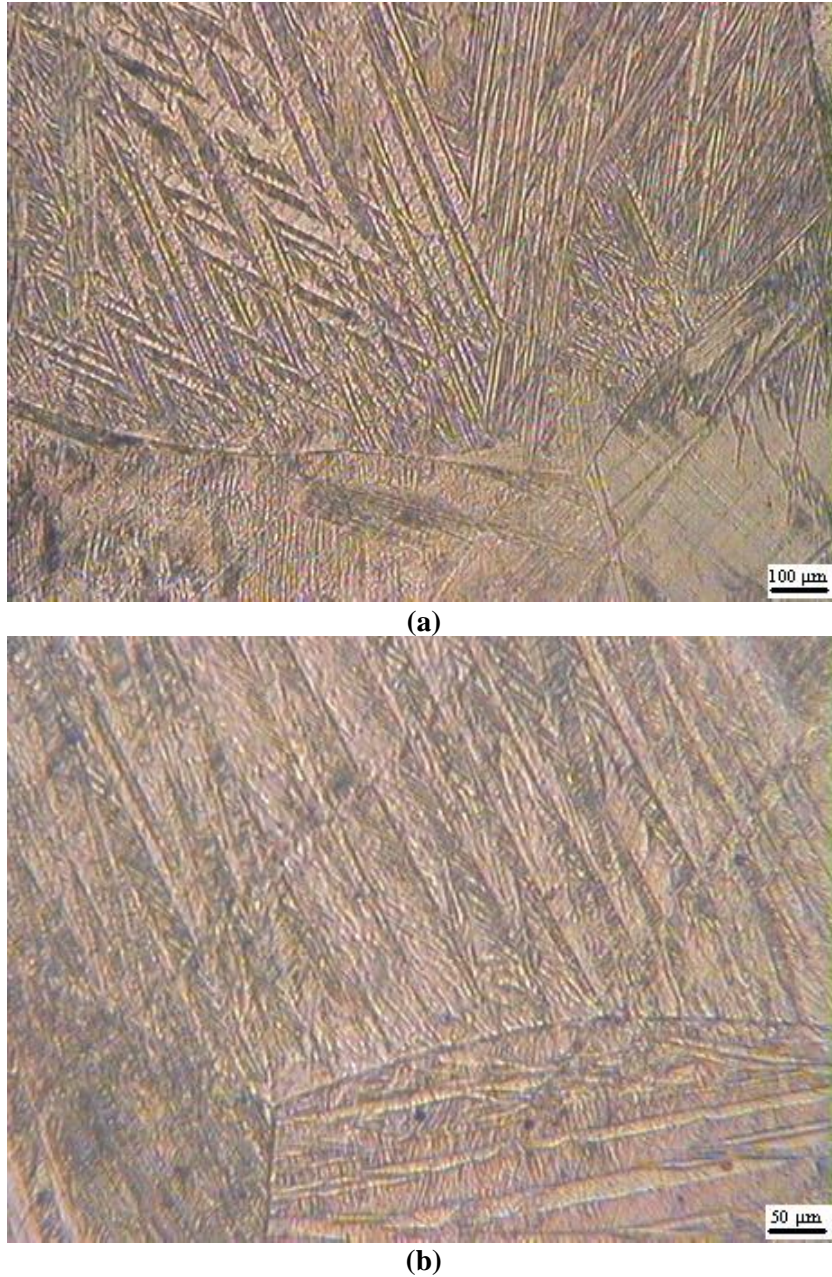


Figure 8. Optical micrograph of the sample at different magnifications a) x100 b) x400

Fig. 8a shows the surface pictures of the alloy taken at room temperature at x100 magnification and Fig. 8b at x400 magnification. The sample is in the martensite phase at room temperature. In the figures, it is observed that the grain boundaries were clear. The martensitic structure is densely dispersed in the grains. It is seen that these are V-type in some regions and needle-type in some regions.

4. CONCLUSIONS

The properties of Cu-based shape memory alloys are strongly dependent on thermal treatments, mechanical effects, and element ratios in the structure. In this study, the martensitic transformation parameters of Cu-14.70wt.%Al-4.72wt.%Ni alloy, which have not been studied before, were determined. In the martensitic phase transformation of Cu-14.70wt.%Al-4.72wt.%Ni shape memory alloy; transformation temperatures, activation energy, enthalpy, and entropy values were investigated using DSC, and mass changes depending on temperature were investigated using TGA. Using the optical micrograph surface morphology was analyzed.

When the DSC measurement results were examined, it was seen that the sample had the martensite phase at room temperature. While the martensite-austenite phase transformation occurred with an endothermic reaction between 364.59 and 379.31 K, the austenite-martensite phase transformation occurred with an exothermic reaction between 368.33 K and 352.68 K. The phase transformation temperature varies depending on the heating rate. Using the DSC measurements performed at the different heating rates, the activation energy was found 272.53 kJ/mol by the Kissinger method, 262.30 kJ/mol by the Augis-Bennett method, and 278.67 kJ/mol by the Takhor method. The results obtained using the three different methods are compatible with each other. The transformation parameters of this alloy show a dependence on temperature. According to the calculated enthalpy values, it was found that the highest conversion rate was obtained at a heating rate of 15 K/min, and it had a high transformation rate.

With the TGA measurement, the changes that may occur in the alloy mass in the annealing process were determined. The sample mass, which did not change up to 373.7 K, suffered a loss of 0.1% between 573.8 K and 672.9 K with the decomposition of impurities in the material. Then, the amount of mass did not change between 672.9 K and 1074.0 K but increased proportionally to the temperature after 1074.0 K. The total mass increase between 1074.0 K and 1201.6 K was calculated as 0.4%.

When the optical micrograph of the Cu-14.70wt.% Al-4.72wt.% Ni was examined, it was observed that the grains were polygonal, the grain boundaries were clear, and the grains were generally large, but there were a few small grains. The martensite phase structure, which can be observed at room temperature and is densely dispersed in the grains, appeared as a “V” in some regions and as a needle in some regions. Metallographic observations were consistent with the literature. [25, 26]

ACKNOWLEDGEMENTS

I would like to thank my thesis advisor, Prof. Dr. İrfan AKGÜN, who guided me with his valuable contributions throughout my studies and whose name I could not write to this study due to his death (2006).

I would like to thank Prof. Dr. Şükrü ÇAVDAR, Prof. Dr. Haluk KORALAY, and Prof. Dr. Yıldırım AYDOĞDU for their contributions to my thesis.



REFERENCES

1. Nishiyama Z, Fine ME, Meshii M, Wayman CM (1978) Martensitic transformation. Academic Press, London
2. Perkins J (1975) Shape Memory Effects in Alloys. Springer Science+Business Media, LLC, California
3. Van Humbeeck J (2001) Shape memory alloys: A material and a technology. *Adv Eng Mater* 3:837–850. [https://doi.org/10.1002/1527-2648\(200111\)3:11<837::AID-ADEM837>3.0.CO;2-0](https://doi.org/10.1002/1527-2648(200111)3:11<837::AID-ADEM837>3.0.CO;2-0)
4. Mohd Jani J, Leary M, Subic A, Gibson MA (2014) A review of shape memory alloy research, applications and opportunities. *Mater Des* 56:1078–1113. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.11.084>
5. Chen Q, Thouas GA (2015) Metallic implant biomaterials. *Mater Sci Eng R Reports* 87:1–57. <https://doi.org/10.1016/j.mser.2014.10.001>
6. Gojić M, Vrsalović L, Kožuh S, et al (2011) Electrochemical and microstructural study of Cu-Al-Ni shape memory alloy. *J Alloys Compd* 509:9782–9790. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.07.107>
7. Alaneme KK, Anaele JU, Okotete EA (2021) Martensite aging phenomena in Cu-based alloys: Effects on structural transformation, mechanical and shape memory properties: A critical review.

- Sci African 12: <https://doi.org/10.1016/j.sciaf.2021.e00760>
8. Canbay CA, Karagoz Z (2013) Effects of Annealing Temperature on Thermomechanical Properties of Cu-Al-Ni Shape Memory Alloys. *Int J Thermophys* 34:1325–1335. <https://doi.org/10.1007/s10765-013-1486-z>
 9. Niedbalski S, Durán A, Walczak M, Ramos-Grez JA (2019) Laser-assisted synthesis of Cu-Al-Ni shape memory alloys: Effect of inert gas pressure and Ni content. *Materials (Basel)* 12: <https://doi.org/10.3390/MA12050794>
 10. Ozbulut OE, Hurlebaus S, Desroches R (2011) Seismic response control using shape memory alloys: A review. *J Intell Mater Syst Struct* 22:1531–1549. <https://doi.org/10.1177/1045389X11411220>
 11. Pereira EC, Matlakhova LA, Matlakhov AN, et al (2016) Reversible martensite transformations in thermal cycled polycrystalline Cu-13.7%Al-4.0%Ni alloy. *J Alloys Compd* 688:436–446. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.07.210>
 12. Payandeh Y, Mirzakhani B, Bakhtiari Z, Hautcoeur A (2022) Precipitation and martensitic transformation in polycrystalline CuAlNi shape memory alloy – Effect of short heat treatment. *J Alloys Compd* 891:162046. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.162046>
 13. Pushin VG, Kuranova NN, Svirid AE, et al (2022) Design and Development of High-Strength and Ductile Ternary and Multicomponent Eutectoid Cu-Based Shape Memory Alloys: Problems and Perspectives. *Metals (Basel)*. 12:1289
 14. Lattanzi MG, Sozzetti A (2010) *Gaia and the Astrometry of Giant Planets*. Cambridge University Press, Cambridge
 15. Chen Y, Schuh CA (2011) Size effects in shape memory alloy microwires. *Acta Mater* 59:537–553. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.09.057>
 16. Miyazaki S, Otsuka K (1989) Development of Shape Memory Alloys. *ISIJ Int* 29:353–377. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.29.353>
 17. Perkins J, Muesing WE (1983) MARTENSITIC TRANSFORMATION CYCLING EFFECTS IN Cu-Zn-Al SHAPE MEMORY ALLOYS. *Metall Trans A, Phys Metall Mater Sci* 14 A:33–36. <https://doi.org/10.1007/BF02643734>
 18. Ortín J, Planes A (1988) Thermodynamic analysis of thermal measurements in thermoelastic martensitic transformations. *Acta Metall* 36:1873–1889. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(88\)90291-X](https://doi.org/10.1016/0001-6160(88)90291-X)
 19. Xu H, Tan S (1995) Calorimetric investigation of a Cu-Zn-Al alloy with two way shape memory. *Scr Metall Mater* 33:749–754. [https://doi.org/10.1016/0956-716X\(95\)00269-2](https://doi.org/10.1016/0956-716X(95)00269-2)
 20. Salzbrenner RJ, Cohen M (1979) On the thermodynamics of thermoelastic martensitic transformations. *Acta Metall* 27:739–748. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(79\)90107-X](https://doi.org/10.1016/0001-6160(79)90107-X)
 21. Tong HC, Wayman CM (1975) Thermodynamics of thermoelastic martensitic transformations. *Acta Metall* 23:209–215. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(75\)90185-6](https://doi.org/10.1016/0001-6160(75)90185-6)
 22. Lawner BJ, Mattu A (2012) Cardiac Arrest. In: *Cardiovascular Problems in Emergency Medicine: A Discussion-based Review*. pp 123–137
 23. Augis JA, Bennett JE (1978) Calculation of the Avrami parameters for heterogeneous solid state reactions using a modification of the Kissinger method. *J Therm Anal* 13:283–292. <https://doi.org/10.1007/BF01912301>

24. Höhne GWH, Hemminger WF, Flammersheim H-J (2003) Differential Scanning Calorimetry, 2nd ed. Springer Berlin, Heidelberg, Berlin, Heidelberg
25. Aydogdu Y, Aydogdu A, Adiguzel O (2002) Self-accommodating martensite plate variants in shape memory CuAlNi alloys. J Mater Process Technol 123:498–500.
[https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(02\)00140-1](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(02)00140-1)
26. Recarte V, Pérez-Landazábal JI, Ibarra A, et al (2004) High temperature β phase decomposition processin a Cu-Al-Ni shape memory alloy. Mater Sci Eng A 378:238–242.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.09.111>

Experimental Investigation of the Effects of Insulation Materials and Concrete Strength on Temperature Transitions in FRP Reinforced Structural Elements Under High Temperature

Şeymanur ARSLAN^{1,*}  Ferhat AYDIN² 

¹Sakarya University of Applied Sciences, Faculty of Technology, Department of Civil Engineering, 54050, Serdivan/SAKARYA

²Sakarya University of Applied Sciences, Faculty of Technology, Department of Civil Engineering, 54050, Serdivan/SAKARYA

Graphical/Tabular Abstract

Article Info:

Research article
Received: 27.08.2022
Revision: 18.12.2022
Accepted: 31.12.2022

Highlights

- Effects of Insulation Materials and Concrete Strength on Temperature Transitions.
- To prevent FRP bar from reaching the glass transition temperature quickly.

Keywords

High temperature,
Reinforced concrete,
FRP bar,
Rock wool,
Glass wool,
Red drywall

In this study, the effects of different fire insulation materials and concrete strength on temperature transitions in FRP reinforced concrete structural elements were determined by experimental studies.

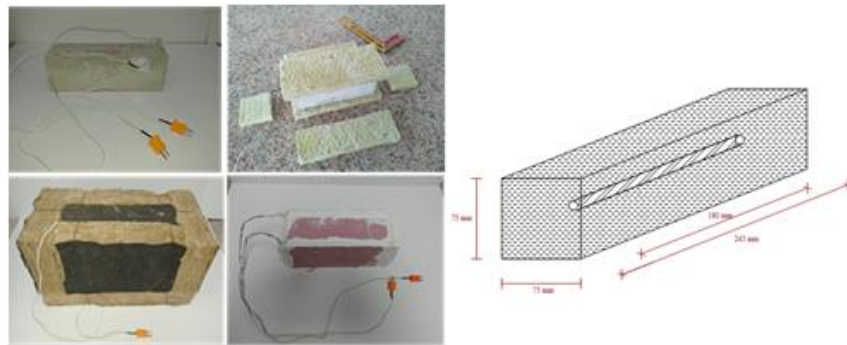


Figure A. Protection of FRP reinforced concrete specimens with different insulation materials

Purpose: FRP bars are sensitive to high temperatures. For this reason, it is to eliminate an obstacle in the use of FRP reinforced concrete elements by determining the best combination of insulation material and concrete strength to protect FRP reinforced concrete elements against high temperatures.

Theory and Methods: Thermometer probes were connected to the reinforced concrete samples and the FRP bar inside. Reinforced concrete elements were covered with insulation materials and kept in the furnace at an ambient temperature of 500 °C and the elapsed time was measured. In isolated samples kept at high temperature; the temperature of the environment, the surface temperature of the concrete and the temperature changes in the reinforcement were measured with the probes placed, and the elapsed time was recorded using a chronometer.

Results: The protection of reinforced concrete elements insulated with rock wool is higher than glass wool and red drywall. Rock wool provided only 13% heat transmission from the environment to the concrete. This ratio is 26% in red drywall, which has a thinner thickness compared to other insulation materials. The temperature reaching the FRP bars in the insulated reinforced concrete elements corresponds to 9% of the ambient temperature in rock wool, 15% in glass wool, and 20% in red drywall .

Conclusion: When the contribution of the insulation material and concrete class is evaluated separately, it has been observed that the role of the insulation material in the temperature transition is very important. It has been seen that the concrete strength is limited in protecting the reinforcement against heat.



Experimental Investigation of The Effects of Insulation Materials and Concrete Strength on Temperature Transitions in FRP Reinforced Structural Elements Under High Temperature

Şeymanur ARSLAN^{1,*} Ferhat AYDIN²

¹Sakarya University of Applied Sciences, Faculty of Technology, Department of Civil Engineering, 54050, Serdivan/SAKARYA

²Sakarya University of Applied Sciences, Faculty of Technology, Department of Civil Engineering, 54050, Serdivan/SAKARYA

Abstract

There are serious concerns about the preference of Fiber Reinforced Polymer (FRP) bars, which are widely used in buildings, in reinforced concrete structures due to their sensitivity to high temperatures. Especially in cases where the glass transition temperature of FRPs exceeds, losses occur in the mechanical and physical properties of FRP bars. Fire insulation materials used in reinforced concrete structures are of great importance in protecting the building elements against high temperatures. Insulation materials protect concrete and rebars against high temperatures and prevent strength reductions. In this study, the effects of different fire insulation materials and concrete strength on temperature transitions in FRP reinforced concrete structural elements were determined by experimental studies. The protection performances of the concrete and the rebars in the concrete against the effects of temperature were investigated. The study was carried out in 500 °C environments that can reach the glass transition temperature (80-110 °C) of FRP bars. Ambient temperatures, concrete surface temperatures and reinforcement surface temperatures in the concrete were measured depending on time with the experimental setup created. As a result of the study, it was determined that fire insulation materials are more effective than concrete strengths. In the effect of ambient temperature on the concrete surface, while the rock wool allowed a temperature transition of 13%, this value was 22% in glass wool and 26% in red drywall..

Makale Bilgisi

Araştırma makalesi
Başvuru: 27.08.2022
Düzeltilme: 18.12.2022
Kabul: 31.12.2022

Keywords

High temperature,
Reinforced concrete,
FRP bar,
Rock wool,
Glass wool,
Red drywall

Anahtar Kelimeler

Yüksek sıcaklık,
Betonarme,
FRP donatı, taş yünü,
Cam yünü,
Kırmızı alçıpan

Yüksek Sıcaklık Etkisindeki FRP Donatılı Yapı Elemanlarında Yalıtım Malzemeleri ve Beton Dayanımlarının Sıcaklık Geçişlerine Etkilerinin Deneysel İncelenmesi

Öz

Yapılarda kullanımı yaygınlaşan Liflerle Güçlendirilmiş Polimer (FRP) donatıların yüksek sıcaklıklara karşı olan hassasiyeti sebebiyle betonarme yapılarda tercihi konusunda ciddi endişeler ortaya çıkmaktadır. Özellikle FRP'lerin camsı geçiş sıcaklığını aşan durumlarda FRP donatıların mekanik ve fiziksel özelliklerinde kayıplar meydana gelmektedir. Betonarme yapılarda kullanılan yangın yalıtım malzemeleri yapı elemanlarını yüksek sıcaklıklara karşı korumada büyük öneme sahiptir. Yalıtım malzemeleri yüksek sıcaklıklara karşı betonu ve donatıyı koruyarak dayanım azalmalarına engel olmaktadır. Bu çalışmada FRP donatılı betonarme yapı elemanlarında farklı yangın yalıtım malzemelerinin ve beton dayanımının sıcaklık geçişlerine etkileri deneysel çalışmalar ile belirlenmiştir. Beton ve beton içerisindeki donatıları sıcaklık etkilerine karşı koruma performansları incelenmiştir. Çalışmada deneyler FRP donatıların camsı geçiş sıcaklığına (80-110 °C) ulaşabilecek 500 °C ortamlarda gerçekleştirilmiştir. Oluşturulan deney düzeneği ile ortam sıcaklıkları, beton yüzey sıcaklıkları ve beton içerisindeki donatı yüzey sıcaklıkları zamana bağlı olarak ölçülmüştür. Çalışma sonucunda yangın yalıtım malzemelerinin beton dayanım değişimindeki durumlara göre daha etkili olduğu belirlenmiştir. Ortam sıcaklığının beton yüzeyine etkisinde taş yünü %13 oranında sıcaklık geçişine izin verirken bu değer cam yününde %22 ve kırmızı alçıpanda %26 oranında gerçekleşmiştir.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Doğal ve doğal olmayan afetler insan hayatını büyük ölçüde tehdit etmektedir. Bu afetlerden biri de yangındır. Herhangi bir binanın hizmet ömrü boyunca yangın riski her zaman mevcut olması nedeniyle yapıların yangına maruz kaldıktan sonraki davranışlarının değerlendirilmesi, tasarım ve güçlendirme amaçları için çok önemlidir [1]. Günümüzde yapı stoğunun büyük bir çoğunluğunu betonarme ve çelik yapılar oluşturmakla birlikte yapılarda 1200 °C'lere çıkan sıcaklıklarda yangınlar ölçülmüştür. Yapı malzemelerinin bu sıcaklıklardaki davranışı karşılaştırıldığında çeliğin yumuşayarak dayanım kaybettiği, ahşabın yandığı ve betonun parçalanarak döküldüğü gözlemlenmiştir. Ancak betonun diğerlerine oranla daha iyi performans gösterdiği ifade edilebilir. Betonun yarı yalıtkan bir malzeme olması nedeniyle belirli kalınlıkta bir pas payı ile donatılar için belirli ölçüde ısı yalıtımı sağlamaktadır [2-3]. Ancak yangın, betonun yüzey kabarmasına neden olabileceği gibi betonun mekanik, ısıl ve deformasyon özelliklerini değiştirmede hayati bir role sahip olduğundan [4], betonarme elemanlarda donatının korunması kadar betonun da korunması önem arz etmektedir. Yangın yalıtım malzemeleri betonarme yapıyı yangına karşı korumada faydalanabilecek öncelikli tercihlerden birisidir.

Yalıtım malzemeleri kimyasal veya fiziksel yapılarına göre sınıflandırılabilir. En yaygın olarak kullanılan yalıtım malzemeleri; inorganik, organik, kombine edilmiş ve yeni teknoloji ürünü malzemeler şeklinde gruplara ayrılabilir [5]. Cam yünü, taş yünü, alçı paneller, geliştirilmiş polistren levhalar vb. malzemeler yalıtım malzemelerine örnek olarak verilebilir. Taş yünü binalarda ısı kayıplarını önlemek için kullanılan mineral lifli, hammaddesi bazalt olan bir yalıtım malzemesidir. Taş yününün erime sıcaklığı oldukça yüksek olduğundan yangına karşı koruyucu bir malzeme olarak kullanılabilir. Ayrıca taş yünü, su itici işlev sağlayan reçine bağlayıcılarla temsil edilen kısmi organik içeriğe sahip inorganik bir malzemedir. Lifli, açık gözenekli bir yapıya sahip olduğundan hem ısı yalıtımı hem de ses yalıtımına katkı sağlamaktadır [6–8]. Taş yünü üretilen başlıca tiptir, cam yünü ikinci sırada olup, taş yünü hacminin yaklaşık üçte birinden üretilir ve taş yünü gibi mineral yün ailesine girmektedir [9]. Cam yünü, taş yününe kıyasla, daha az CaO ve Al₂O₃ içermekte, daha yüksek SiO₂ ve Na₂O'ya sahip ve kimyasal bileşimi seramik üretiminde eritici ajan olarak kullanılan birçok atık cama benzemektedir [10–14]. Alçı kaplamalı hafif sistemler ise inşaatlarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Çoğu durumda, alçı duvar düzenekleri ayırıcı elemanlar olarak pasif yangın koruması sağlamakta, yangın bölmeleri ve güvenli tahliyeyi sağlamak için kilit unsur olmaktadır. Yaygın bir tür olan hafif sistemler, alçıpan (GPB) duvarlardan yapılır. Bu duvarların yangın davranışı tartışmalı bir şekilde GPB'nin bütünlüğüne ve dolayısıyla GPB termo-mekanik özelliklerine bağlıdır. Genellikle yangınların sonraki aşamalarında yapının deformasyonları, alçı levhaların çatlaması ve düşmesi göçme sürelerini belirlemektedir [15]. Sayısal çalışmaların çoğu, esas olarak GPB'nin termal davranışına odaklanmakla [16–18] birlikte, GPB'nin yüksek sıcaklıklarda mekanik özellikleri hakkında yalnızca sınırlı sayıda çalışma vardır [19–21]. Alçıdan imal edilen iki tarafı kağıtla kaplı olan alçıpanların bir çeşidi olan kırmızı alçıpan yangına karşı dayanım istenen yerlerde kullanılmaktadır. Bu malzemenin hafif, yangına karşı dayanıklı, ses izolasyonu iyi ve kolay uygulanabilen bir malzeme olması tercih edilmesini arttırmaktadır.

Bu yalıtım malzemeleri üzerine literatürde yapılan çalışmalar incelendiğinde, bir çalışmada cam ve taş yünü kullanılarak tuğla duvar ve gazbeton duvar modeline dıştan yalıtım olarak uygulanmıştır. Çalışma sonucunda taş yünü ve gazbeton kompozisyonunun en düşük yalıtım kalınlığı, cam yünü ve tuğla duvar kompozisyonunun ise en yüksek enerji tasarrufu sağladığı görülmüştür [22]. Diğer bir çalışmada taş yünü, cam yünü, EPS ve XPS; duvar modeli olarak tuğla ve bims kullanılmıştır. Çalışma sonucunda yakıt olarak kömür, yalıtım malzemesi olarak XPS ve duvar bileşeni olarak bims kompozisyonunun en düşük optimum yalıtım kalınlığına; cam yününün kullanıldığı doğalgazlı ve tuğlalı bir kompozisyonda ise en yüksek optimum kalınlık hesaplanmıştır [23].

Donatının yüzeyindeki polimerin özellikleri, FRP ile beton arasındaki bağın korunmasında esastır. Cam geçiş sıcaklığı olan T_g'ye yakın bir sıcaklıkta, polimerin mekanik özellikleri azalmaya başlar ve polimer, betondan liflere gerilmeleri daha az aktarabilir, bu da bağ mukavemetinde önemli düşümlere neden olur. T_g değeri reçinenin tipine bağlıdır, ancak beton için çoğu FRP donatıda kullanılan reçineler için tipik olarak 93 ila 120°C aralığındadır [24]. Bu nedenle sıcaklık FRP donatılar için önemli bir problemdir. Hamad [25] tarafından yapılan bir çalışma sonucunda FRP donatılarının, referans gerilme dayanımlarının yaklaşık %50-70'ini kaybettikleri 450 °C'ye varan aşırı sıcaklıklara maruz kaldıklarında nihai gerilme dayanımlarında

önemli düşüşler yaşadıkları bulunmuştur. Başka bir çalışmada, betona gömülmüş epoksi reçine matrisli cam ve karbon elyaf takviyeli polimer (FRP) donatılarının mekanik özellikleri, geniş bir yüksek sıcaklık aralığında araştırıldı. Sonuç olarak gömülü FRP donatılarının çekme dayanımının genellikle artan sıcaklıkla azaldığını gösterdiği ifade edilmiştir; ayrıca, beton kaplamanın doğrudan ısı ve oksijenin donatılara ulaşmasını engellediğini buna bağlı olarak, gömülü FRP donatının doğrudan ısıya maruz kalan çıplak donatılara kıyasla yüksek sıcaklıklarda daha iyi performansı sergilediği ifade edilmiştir [26]. Spagnuolo ve arkadaşları tarafından yapılan bir çalışmada, GFRP donatılar 100-700 °C arasındaki sıcaklıklara maruz bırakılmıştır. Deneysel sonuçlarda donatıların elastisite modüllerinde ve çekme dayanımlarında düşüşler gözlemlenmiştir [27]. Yapılan bir çalışmada, beton yapılarında iç takviye olarak kullanılan FRP donatılarının yüksek sıcaklıklarda mekanik özelliklerine ilişkin deneysel bir çalışmanın sonuçlarını sunmaktadır. Çalışmada karbon elyaf takviyeli polyester cam elyaf takviyeli polyester donatılar kullanılmıştır ve geleneksel çelik donatıyla karşılaştırılmıştır. Deneysel çalışmanın sonuçları, elastisite modülleri 300–400 °C'ye kadar neredeyse hiç değişmemiş, bu sıcaklıktan sonra ise keskin bir düşüş olduğu ifade edilmiştir [28]. Masmoudi ve arkadaşları tarafından beton örtü kalınlığının GFRP donatı çapına oranının, -30/+80 °C arasındaki termal yüklemeler altında beton ve FRP donatıda oluşan deformasyon dağılımına etkisini incelemişlerdir. FRP donatıların enine ve boyuna termal genleşme katsayıları arasında 4 katı kadar fark olduğu ifade edilmiştir. Ayrıca, beton örtü kalınlığı/donatı çapı oranı 1,5 veya daha az olan numunelerde, +50 ile +60°C arasında değişen sıcaklıklarda, yüksek sıcaklıktan kaynaklanan çatlaklar beton silindirelerin yüzeyinde gelişmeye başladığı gözlemlenmiştir. +80°C'ye kadar olan yüksek sıcaklıklarda betonun çatlamasını önlemek için beton örtü kalınlığının cam elyaf takviyeli polimerlere oranının 2,0'den büyük veya buna eşit olmasının yeterli olabileceği belirlenmiştir [29]. Başka bir çalışmada termostabilitesi yüksek olan Geopolimer beton türünün GFRP donatıyla yüksek sıcaklıklara karşı mekanik özelliklerinde meydana gelebilecek değişimler araştırılmıştır. Sonuçlar, çıplak GFRP donatıların çekme özelliklerinin 400 °C ila 600 °C sıcaklık aralığında önemli ölçüde azaldığını ve çekme dayanımı kaybı oranının %50-%90 gibi yüksek olduğunu gösterdiği belirtilmiştir. Geopolimer beton kaplama, yüksek sıcaklığa maruz kaldıktan sonra (400–600 °C) GFRP donatıların çekme dayanımı ve elastik modülündeki bozulmayı etkili bir şekilde yavaşlatabildiği ve azaltabildiği, ancak bu etki, maruz kalma sıcaklığı ve süresindeki artışın ardından zayıfladığı ifade edilmiştir [30]. Deneysel çalışmaların yanı sıra nümerik ve parametrik çalışmalar da yapılmıştır. Yüksek sıcaklıklara maruz kalan FRP betonarme kirişlerin performansını analitik olarak incelenmiş, Belirli bir süre yangına maruz kalan FRP betonarme kirişlerin artık eğilme ve kesme dayanımlarını tahmin etmek için yöntemler geliştirilmiştir. Beton kaplamanın, yangına maruz kalma süresinin FRP sıcaklıkları ve betonarme kirişlerin kesme ve eğilme kapasiteleri üzerindeki etkisini incelemek için parametrik bir çalışma yapılmıştır. Beton kaplamanın artmasıyla FRP sıcaklıklarının düştüğü ve FRP betonarme kirişlerin kesme ve eğilme dayanımlarında önemli derecede bozulma gösterdiği tespit edilmiştir. Son olarak çalışmada, FRP donatılı betonarme elemanın yangına dayanması için minimum 64 mm pas payı önermektedir [31]. Yangın sonucunda sıyrılmaya etkilerinin gözlemlenmesi ile alakalı yapılan bir çalışmada GFRP, BFRP, CFRP ve çelik donatılar kullanılarak dökülen kirişler 500°C sıcaklıkta 4 saat tutulmuştur. Çalışma sonucunda çelik donatılı kirişler, FRP donatılı benzer kirişlere kıyasla yüksek sayıda çatlak ve daha düşük ortalama çatlak boyutları ile birlikte, verilen sıcaklıktan önce ve sonra tamamen eğilme kırılması gösterdiği ifade edilmiştir. Ayrıca CFRP donatılı kirişler, önceki donatıların ısınmaya karşı daha yüksek direnci nedeniyle, yüksek sıcaklıklarda GFRP ve BFRP donatılara göre daha üstün eğilme davranışı sergilediği ifade edilmiştir. 90 dakika boyunca 500 °C'ye maruz kaldıktan sonra, FRP donatılı betonarme kirişler, donatıların çekme dayanımının bozulması ve FRP donatılar ile çevreleyen beton arasındaki bağ kaybı nedeniyle nispeten düşük yük seviyelerinde hasar aldığı gözlemlenmiştir [32]. Polat ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada çelik ve GFRP donatılar aşamalı olarak 800 °C'ye kadar sıcaklık etkisine maruz bırakılarak çekme deneyleri ve betonda pull out deneyleri yapılarak karşılaştırılmıştır. GFRP donatılar 500 °C'den sonraki sıcaklıklara maruz bırakıldığında tamamen yanarken çelik donatının akma dayanımının 800 °C'de %30 azaldığı görülmüştür. Beton ile aderansta iki donatı türü de benzer karakteristik eğriler gösterdiği, GFRP donatıların çelik donatıya yakın seviyede aderansta başarı gösterdiği ifade edilmiştir [33].

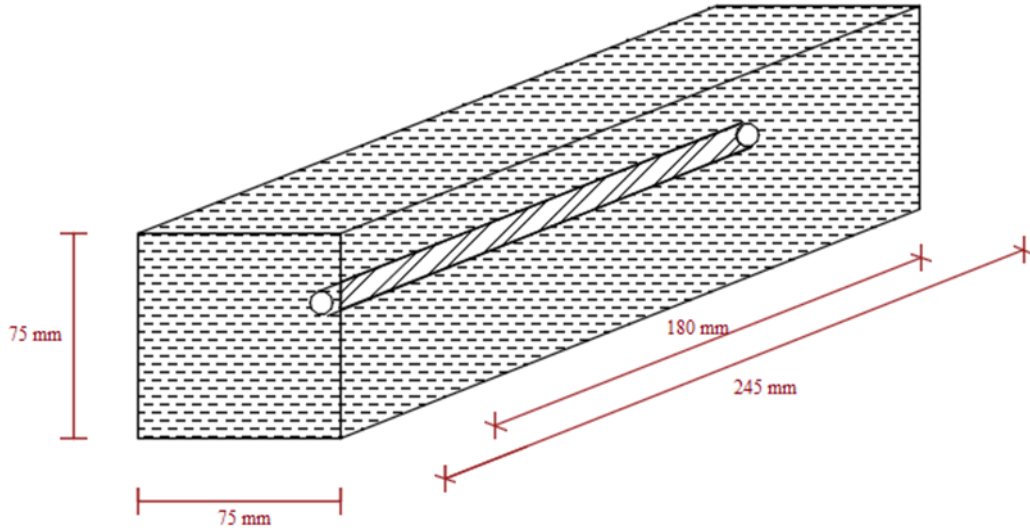
Bu çalışmada literatürden farklı olarak sıcaklık etkisine maruz FRP donatılı betonarme yapı elemanlarında yalıtım malzemesi türünün ve beton dayanımının ısı geçişine etkilerini belirlemek amacıyla deneysel çalışmalar yapılmıştır. Üç tip yangın yalıtım malzemesi kullanılarak FRP donatılı yapı elemanları yüksek sıcaklıklara maruz bırakılmıştır. 500°C dereceye ulaşan ortam sıcaklığında beton yüzeyine ve FRP donatıya

ulaşan sıcaklıklar problar vasıtasıyla ölçülmüştür. Ayrıca FRP donatıyı koruyan beton dayanımının etkisini belirlemek amacıyla üç farklı dayanım sınıfında beton numuneler üretilerek betonarme elemanlar taş yünü ile izole edilerek deneyler tekrarlanmıştır.

2. MALZEME VE METOT (MATERIAL AND METHOD)

2.1. Malzeme (Material)

DeneySEL çalışmalarında, bir adet cam FRP donatı içeren 75x75x245 mm boyutlarında betonarme numuneler üretilerek deneyler tekrarlanmıştır. Binaların Yangından Korunması Hakkında Yönetmelikte Değişiklik Yapılmasına Dair Yönetmelik'e göre [34] kolonlarda 40 mm, döşemelerde 25 mm pas payı kalınlığı önerilmektedir. Yapılan bu çalışmada pas payı kalınlığı 25-40 mm arasında olacak şekilde maksimum agrega boyutuna ($D_{max}=32$ mm) göre pas payı seçimi yapılmıştır. Cam lif takviyeli plastik (GFRP) donatılar nervürlü ve 10 mm çapında olup kalıp içerisine pas payı kalınlığı 32,5 mm olacak şekilde yerleştirilmiş, üç farklı dayanım sınıfında (Tablo 1) hazırlanan betonlar ile örtülmüştür (Şekil 1). Tablo 2'de farklı dayanımlardaki numunelerin boyutları verilmiştir.



Şekil 1. Betonarme numunelerin boyutları.

Tablo 1. Beton karışım değerleri

| Malzemeler (dm ³) | C20 | C30 | C40 |
|-------------------------------|-------|-------|-------|
| Su | 210 | 208 | 170 |
| Çimento | 111 | 127 | 136 |
| Katkı | - | - | 2 |
| 1.Mıdır | 160 | 157 | 172 |
| 2.Mıdır | 180 | 176 | 193 |
| Kum | 339 | 332 | 327 |
| Toplam | 1000 | 1000 | 1000 |
| Basınç Dayanımı (MPa) | 26,80 | 40,92 | 51,50 |

Tablo 2. Betonarme numunenin özellikleri

| Donatı türü | Donatı Çapı | Donatı Uzunluk | Betonarme Uzunluk | Betonarme Genişlik | Betonarme Yükseklik | Pas payı |
|-------------|-------------|----------------|-------------------|--------------------|---------------------|----------|
| FRP | 10 mm | 180 mm | 245 mm | 75 mm | 75 mm | 32,5 mm |

Yangın yalıtım malzemesi olarak kırmızı alçıpan, taş yünü ve cam yünü kullanılmıştır (Tablo 3). Farklı kalınlıklara sahip yangın yalıtım malzemeleri uygulamalarda yapıldığı gibi mevcut kalınlıkları ile betonarme numunenin üzerine monte edilerek 1200 °C kapasiteye sahip fırında testler gerçekleştirilmiştir.

Tablo 3. Yalıtım malzemelerinin özellikleri

| Malzeme | Yoğunluk | Kalınlık | Sınıf | Katsayı |
|-----------------|-------------------------|-----------|-------|-------------|
| | kg/m³ | mm | | W/mk |
| Taş Yünü | 150 | 50 | A1 | 0,035 |
| Cam Yünü | 50 | 50 | A1 | 0,04 |
| Kırmızı Alçıpan | 16,3 | 12 | A2 | 0,25 |

2.2. Metot (Method)

Üç dayanım sınıfında üretilen betonarme numunelere ve içindeki FRP donatılara ısıölçer problar bağlanılmıştır. Betonarme elemanlara yalıtım malzemeleri kaplanıp fırında ortam sıcaklığı 500 °C'ye kadar bekletilmiş ve geçen zaman ölçülmüştür. Yüksek sıcaklıkta bekletilen yalıtılmış numunelerde; ortamın sıcaklığı, betonun yüzey sıcaklığı ve donatıda meydana gelen sıcaklık değişimleri yerleştirilen problarla ölçülmüş geçen zaman kronometre kullanılarak kayıt altına alınmıştır. Yalıtım malzemelerinin karşılaştırılmasında betonarme yapı elemanının beton sınıfı sabit tutularak testler gerçekleştirilmiştir (Şekil 2-3). Beton dayanım sınıfının etkisinin incelendiği deneysel çalışmalarda C20, C30 ve C40 betonları üretilmiştir.



Şekil 1. Betonarme numuneleri yalıtım malzemesiyle kaplanması



Şekil 2. Yangın yalıtımlı betonarme elemanlar

3. DENEYSEL SONUÇLAR (EXPERIMENTAL RESULTS)

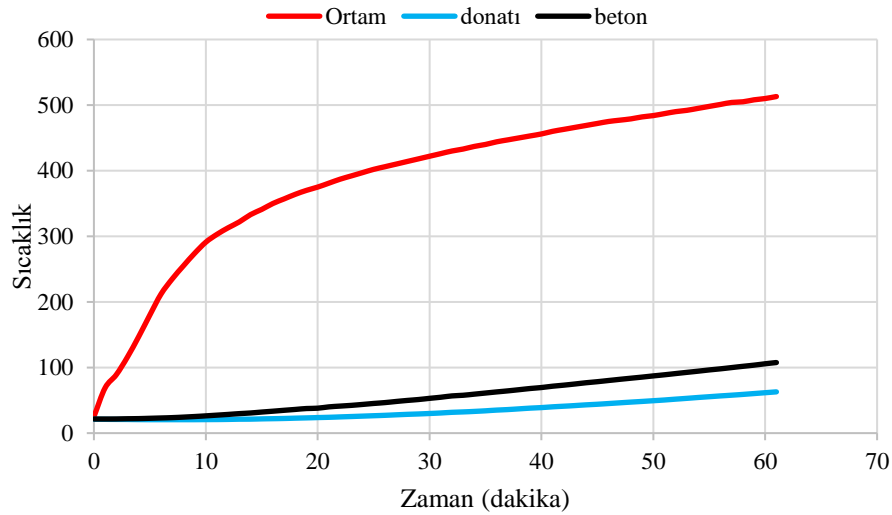
FRP donatılı yapı elemanlarında kullanılan yangın yalıtım malzeme türü ve beton dayanımının FRP donatıları sıcaklığa karşı koruma performansının değerlendirildiği bu çalışma sonuçları iki başlık altında incelenmiştir. İlk grupta yalıtım malzeme türünün etkileri değerlendirilmiş, ikinci grupta ise beton dayanım sınıfının artmasının etkileri yorumlanmıştır.

3.1. Yalıtım Malzeme Türünün Etkileri (Effects of Insulation Material Type)

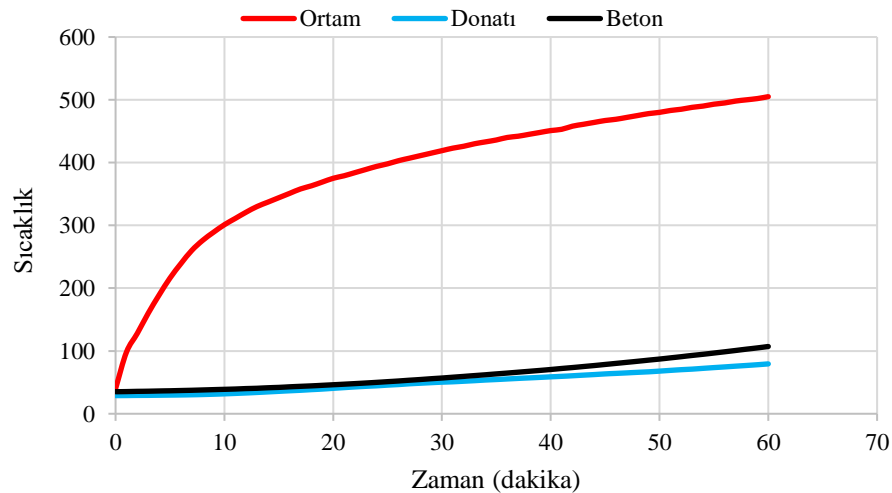
Farklı yalıtım malzemeleri ile korunan betonarme elemanların sıcaklık etkisinde betonda ve donatıda meydana gelen sıcaklık değişimleri grafikler halinde verilmiştir (Şekil 4-6). Ortam sıcaklığından betona ve donatıya ısı geçişler formül 1 ile hesaplanarak Tablo 4'te verilmiştir.

$$\frac{(\text{Ortam Sıcaklığı} - \text{Beton veya donatı sıcaklığı})}{\text{Beton sıcaklığı}} \times 100 \quad (1)$$

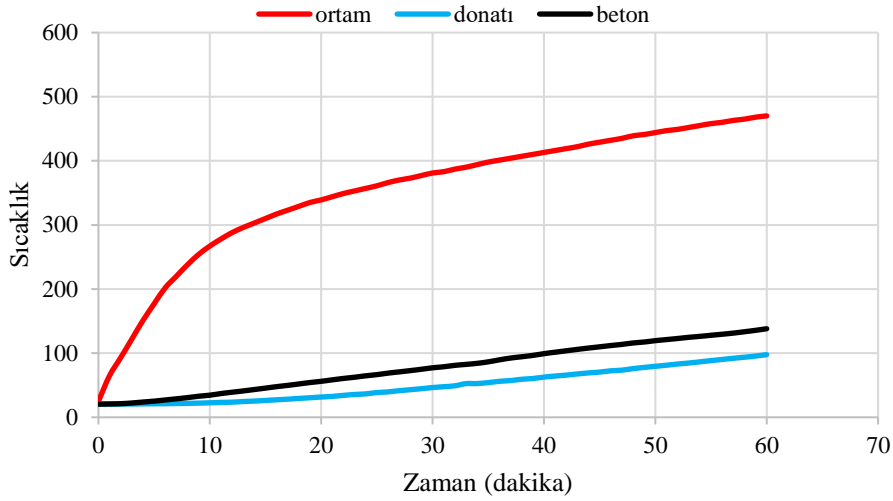
Taş yünü ısının %13'ünü betona iletirken cam yünü %22 oranında ve kırmızı alçıpan %26 oranında iletmiştir. Donatıya iletilen ısı oranları ise taş yününde %9, cam yününde %15 ve kırmızı alçıpanda %20 oranlarında meydana gelmiştir. Ortam sıcaklığı 500 °C'ye ulaştığında taş yünü, cam yünü ve kırmızı alçıpanda beton sıcaklığı ortalama sırasıyla 64 °C, 111,7 °C ve 130 °C dereceye ulaşmaktadır. Donatı ortalama sıcaklığı ise sırasıyla 45 °C, 73 °C ve 102 °C dereceye ulaşmaktadır.



Şekil 3. Taş yünü kullanılan betonarme elemanların sıcaklık-zaman grafiği



Şekil 4. Cam yünü kullanılan betonarme elemanların sıcaklık-zaman grafiği

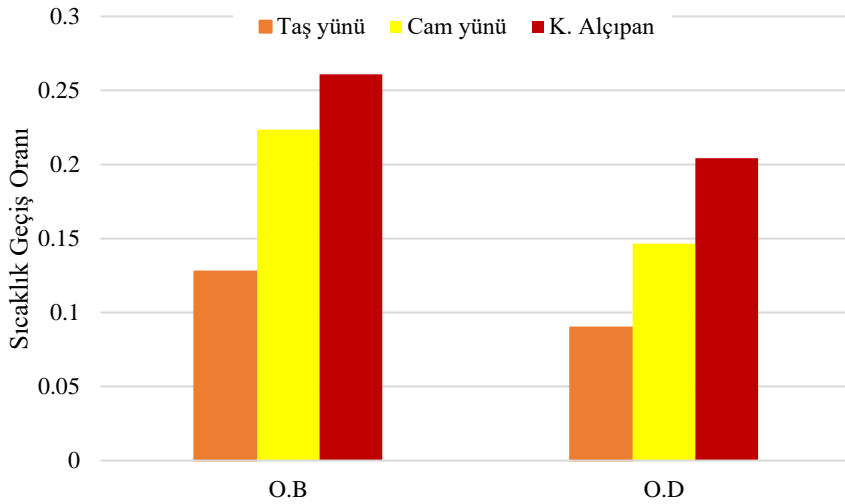


Şekil 5. Kırmızı alçıpan kullanılan betonarme elemanların sıcaklık-zaman grafiği

Tablo 4. Isı Geçiş Yüzdeleri

| Yalıtım Malzemesi Türü | Ortamdan/ Betona ısı geçiş yüzdesi (%) | Ortamdan/Donatıya ısı geçiş yüzdesi (%) |
|------------------------|--|---|
| Taş Yünü | 13 | 9 |
| Cam Yünü | 22 | 15 |
| Kırmızı Alçıpan | 26 | 20 |

Şekil 7’de taş yünü ve kırmızı alçıpan arasında iki katı oranda geçiş farkı vardır. Beton yangına karşı FRP donatıdan daha iyi performans gösterdiği için FRP donatıya ulaşan sıcaklık değeri büyük önem taşımaktadır. Yalıtım malzemesi betonu korurken beton FRP donatıyı korumaktadır. Bu nedenle yalıtım malzemesinin yanı sıra betonun etkisi de göz önüne alınmalıdır.



Şekil 6. Yalıtım malzemelerinin sıcaklık geçiş oranı. (O.B: Ortamdan Betona, O.D: Ortamdan Donatıya geçiş)

Yüksek sıcaklık sonrasında fırından çıkarılan numunelerde meydana gelen görüntü değişimi Şekil 8’de verilmiştir. Taş yününde hasar gözlemlenmezken, kırmızı alçıpanında kararma ve dökülmeler görülmüştür. Cam yününde ise kısmi renk değişimleri meydana gelmiş olmasına karşın malzeme bütünlüğü korunmuştur.

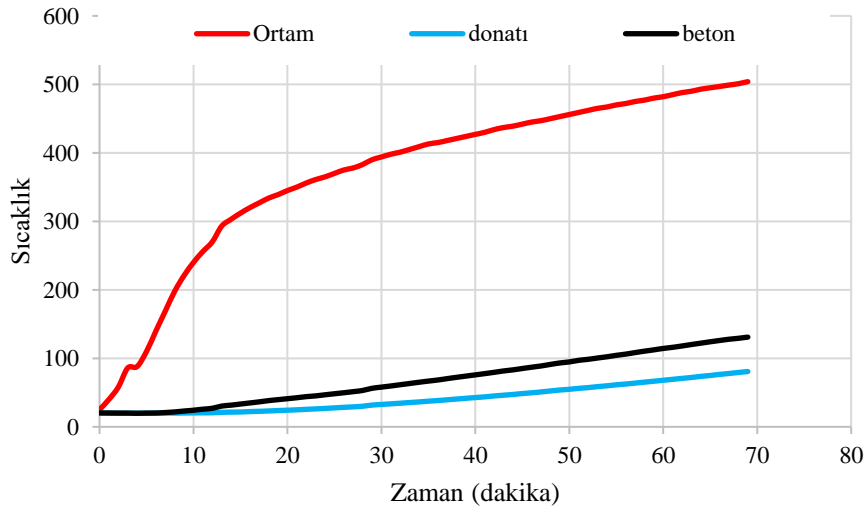


Şekil 7. Yüksek sıcaklık sonrası yalıtım malzemeleri

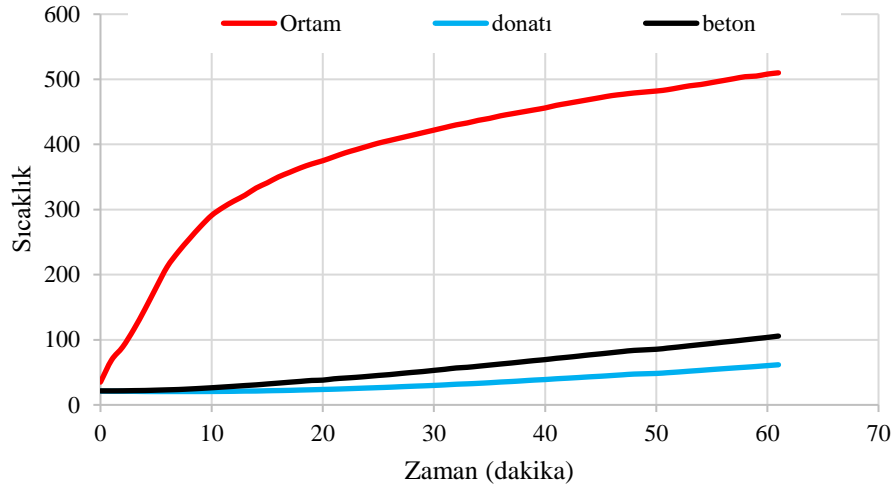
3.2. Beton Dayanımının Etkileri (Effects of Concrete Strength)

Beton içerisindeki donatıların sıcaklık yalıtımında beton dayanımının etkilerini incelemek amacıyla üç farklı dayanım sınıfında betonarme yapı elemanlar üretilerek 50 mm kalınlığında taş yünü ile kaplanarak testler yapılmıştır. Farklı dayanım sınıfındaki betonarme elemanların sıcaklık zaman grafikleri sırasıyla Şekil 9-10-11’de verilmiştir. Çalışmanın bu kısmında önemli olan durum sıcaklığın betondan donatıya geçişidir ve formül 2 ile sıcaklık geçiş yüzdeleri hesaplanarak Tablo 5’te verilmiştir.

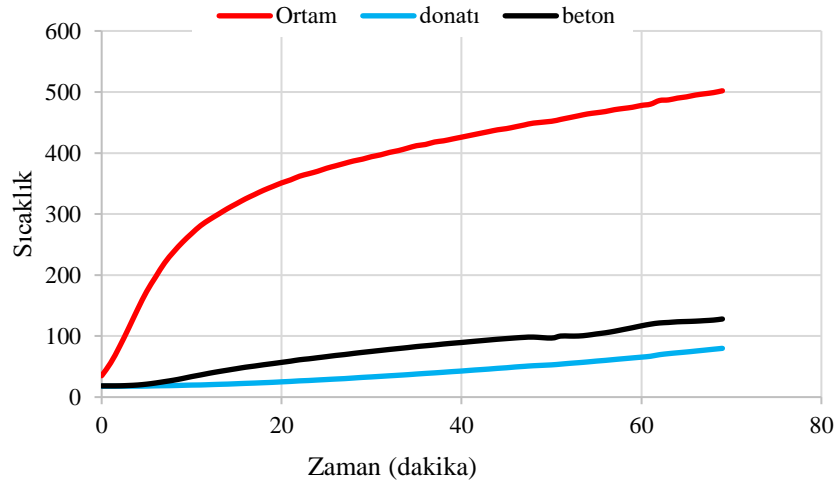
$$\frac{\text{Beton yüzeyindeki sıcaklık} - \text{donatıdaki sıcaklık}}{\text{beton yüzeyindeki sıcaklık}} \times 100 \quad (2)$$



Şekil 8. Yalıtılmış C20 betonunun sıcaklık-zaman grafiği



Şekil 9. Yalıtılmış C30 betonunun sıcaklık-zaman grafiği



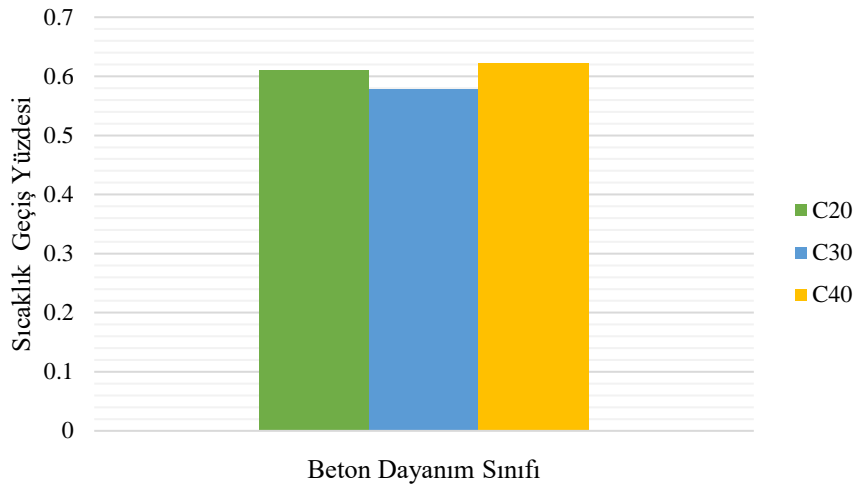
Şekil 10. Yalıtılmış C40 betonunun sıcaklık-zaman grafiği

İlgili şekillerde görüldüğü gibi tüm beton sınıflarında donatı ve beton sıcaklığındaki ısı geçişleri yakın değerlerde olduğu görülmektedir. Sıcaklık geçiş oranlarına bakıldığında C30 betonun ortalama olarak C20 ve C40'a göre %3-4 daha az ısı geçişi sağlamıştır. Beton dayanımları arasındaki yakın değerler sıcaklık transferinde beton dayanım sınıfının etkisinin sınırlı oranda olduğunu göstermektedir.

Tablo 5. Yalıtım malzemesi ve beton sınıfına göre betondan donatıya geçen sıcaklık yüzdesi.

| Beton Sınıfı | C20 | C30 | C40 |
|--------------|-----|-----|-----|
| % | 61 | 58 | 62 |

Tüm beton sınıfları için betondan donatıya gelen sıcaklık transferinin ortalama yaklaşık %60 olduğu görülmektedir (Şekil 12). 128 °C ulaşan bir betonda donatıların sıcaklığının 78 °C'e ulaştığı gözlemlenmiştir. Bu durumda asıl görevi üstlenenin betonu koruyan yalıtım malzemesi olduğu sonucu çıkarılabilir.



Şekil 11. Beton dayanım sınıflarına ve yalıtım malzemelerine göre sıcaklık geçiş oranları.

Yüksek sıcaklıklara GFRP donatıların çıplak halde bırakılarak mekanik özelliklerindeki değişimle alakalı literatürde birçok çalışma yapılmıştır. Robert ve arkadaşları [35] tarafından yapılan bir çalışmada GFRP donatıları yüksek sıcaklıklara maruz bırakılmıştır. 300 °C'ye maruz bırakılan donatılar oda sıcaklığındaki (25 °C) donatılara oranla çekme dayanımlarında %46 düşüş gözlemlenmiştir. Aydın [36] tarafından yapılan çalışmada GFRP donatılar 60°C'ye uzun süre maruz bırakılmıştır. Çalışma sonunda %5 oranında çekme dayanımında düşüş gözlemlenmiştir. Yüksek sıcaklıklar sadece mekanik mukavemetleri etkilemez ayrıca FRP donatı ve beton arasındaki aderansı da olumsuz etkilemektedir. Solyom [37] tarafından sıcaklık arttıkça bağ kuvveti azaldığını ifade edilmiştir. Özellikle, camsı geçiş sıcaklığına (T_g'ye) yakın sıcaklıklara maruz kalan numuneler için bağ mukavemetinin %30 kadar düştüğü, ayrıca 300 °C'de ise %10'un altına düştüğü ifade edilmiştir. Bağ performansındaki düşüş, nispeten düşük bir sıcaklık seviyesinde (80 °C) beton basınç dayanımındaki ve daha yüksek sıcaklıklarda GFRP donatının Elastisite modülündeki bir azalmadan etkilenmektedir. Literatürde yapılan bu çalışmalar sonucunda çıkarılan önemli sonuçlar göz önüne alındığında FRP donatıların sıcaklığa karşı korunması gerekmektedir. Bu çalışmadan çıkarılan sonuçlara göre beton dayanımının artması, donatıları sıcaklığa karşı koruma işlevini yeterli seviyede yapamadığı belirlenmiştir. Fakat yangın yalıtım malzemelerinin iyi oranda koruma sağlayabileceği sonucu çıkmaktadır.

4. SONUÇ VE ÖNERİLER (CONCLUSION AND RECOMMENDATIONS)

Yüksek sıcaklıklara maruz bırakılan FRP donatılı betonarme elemanların farklı yalıtım malzemesi ve farklı dayanım sınıfının betona ve donatıya geçen sıcaklık oranlarıyla ilgili deneysel araştırmanın sonuçları aşağıda özetlenmiştir:

- Taş yünü ile yalıtım yapılan betonarme elemanların koruyuculuğu cam yünü ve kırmızı alçıpana göre daha yüksektir. Taş yünü ortamdan betona sadece %13'lük sıcaklık iletimi sağlamıştır. Diğer yalıtım malzemelerine göre daha ince kalınlığa sahip olan kırmızı alçıpana bu oran %26'dır.
- Yüksek sıcaklıklarda farklı beton sınıflarının sıcaklık geçirimsizliğine etkisi sınırlı düzeyde kalmaktadır. Ortam sıcaklığı 500 °C'de yalıtımlı C20, C30 C40 beton sınıfındaki FRP donatılı betonarme elemanlarının beton yüzeyinden donatıya sıcaklık iletim oranları birbirine yakın ve %55'in üstünde gerçekleşmiştir.
- Yalıtımlı betonarme elemanların içerisindeki FRP donatılara ulaşan sıcaklık, taş yününde ortam sıcaklığının %9'u, cam yününde %15'i, kırmızı alçıpana %20'sine denk gelmektedir.

- Yalıtım malzemesi ve beton sınıfının katkısı ayrı ayrı değerlendirildiğinde, yalıtım malzemesinin sıcaklık geçişindeki rolünün çok önemli olduğu belirlenmiştir. Beton dayanımının ise donatıyı sıcaklığa karşı korumada sınırlı kaldığı tespit edilmiştir.
- Yüksek sıcaklıklarda kırmızı alçıpan yüzeyinde kararmalar ve kısmen dökülmeler görülmüştür. Cam yününün bazı bölgelerinde renk değişimleri görülürken, taş yününde önemli bir hasar gözlemlenmemiştir.
- Bu konuda yeni çalışmalar ile yalıtım malzemesinin ve beton paspayı kalınlığını etkileri birlikte değerlendirilebilir.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] A. Bahrami and M. Nematzadeh, "Bond behavior of lightweight concrete-filled steel tubes containing rock wool waste after exposure to high temperatures," *Constr. Build. Mater.*, vol. 300, p. 124039, Sep. 2021, doi: 10.1016/J.CONBUILDMAT.2021.124039.
- [2] C. Buzkan and E. Erten, "Yüksek Katlı Çelik ve Betonarme Taşıyıcı Sistemli Yapıların Yangın Davranışları Üzerine Bir Araştırma," *Ç.Ü. Fen ve Mühendislik Bilim. Derg.*, vol. 34, no. 2, 2016.
- [3] F. Kocataşkın, *Yapı Malzemesi Bilimi*. İstanbul: Birsen Yayınevi, 2000.
- [4] A. S. Abdulrahman and M. R. A. Kadir, "Behavior and flexural strength of fire damaged high strength reinforced rectangular concrete beams after strengthening with CFRP laminates," *Ain Shams Eng. J.*, vol. 13, no. 6, p. 101767, Nov. 2022, doi: 10.1016/J.ASEJ.2022.101767.
- [5] A. M. Papadopoulos, "State of the art in thermal insulation materials and aims for future developments," *Energy Build.*, vol. 37, no. 1, pp. 77–86, Jan. 2005, doi: 10.1016/J.ENBUILD.2004.05.006.
- [6] T. Vrána and K. Gudmundsson, "Comparison of fibrous insulations – Cellulose and stone wool in terms of moisture properties resulting from condensation and ice formation," *Constr. Build. Mater.*, vol. 24, no. 7, pp. 1151–1157, Jul. 2010, doi: 10.1016/J.CONBUILDMAT.2009.12.026.
- [7] X. Wu, J.-Y. Liu, X. Zhao, A.-H. Yi, and Y.-L. Wu, "Research on fire resistance performance of rock wool material element," *World Build. Mater.*, p. 6, 2011.
- [8] A. Yörükoğlu, F. Akkurt, and S. Çulha, "Investigation of boron usability in rock wool production," *Constr. Build. Mater.*, vol. 243, p. 118222, May 2020, doi: 10.1016/J.CONBUILDMAT.2020.118222.
- [9] J. Yliniemi, O. Laitinen, P. Kinnunen, and M. Illikainen, "Pulverization of fibrous mineral wool waste," *J. Mater. Cycles Waste Manag. 2017 202*, vol. 20, no. 2, pp. 1248–1256, Dec. 2017, doi: 10.1007/S10163-017-0692-3.
- [10] J. Yliniemi, P. Kinnunen, P. Karinkanta, and M. Illikainen, "Utilization of Mineral Wools as Alkali-Activated Material Precursor," *Mater. 2016, Vol. 9, Page 312*, vol. 9, no. 5, p. 312, Apr. 2016, doi: 10.3390/MA9050312.
- [11] A. P. Luz and S. Ribeiro, "Use of glass waste as a raw material in porcelain stoneware tile mixtures," 2006, doi: 10.1016/j.ceramint.2006.01.001.
- [12] F. Matteucci, M. Dondi, and G. Guarini, "Effect of soda-lime glass on sintering and technological properties of porcelain stoneware tiles", Accessed: Jul. 14, 2022. [Online]. Available: www.elsevier.com/locate/ceramint
- [13] R. V Silva, J. De Brito, C. Q. Lye, and R. K. Dhir, "The role of glass waste in the production of ceramic-based products and other applications: A review," 2017, doi: 10.1016/j.jclepro.2017.08.185.

- [14]A. Tucci, L. Esposito, E. Rastelli, C. Palmonari, and E. Rambaldi, "Use of soda-lime scrap-glass as a fluxing agent in a porcelain stoneware tile mix", doi: 10.1016/S0955-2219(03)00121-3.
- [15]D. Norsk, A. Sauca, and K. Livkiss, "Fire resistance evaluation of gypsum plasterboard walls using machine learning method," *Fire Saf. J.*, vol. 130, p. 103597, Jun. 2022, doi: 10.1016/J.FIRESAF.2022.103597.
- [16]J. R. Mehaffey, P. Cuerrier, and G. Carisse, "A model for predicting heat transfer through gypsum-board/wood-stud walls exposed to fire," *Fire Mater.*, vol. 18, no. 5, pp. 297–305, Sep. 1994, doi: 10.1002/FAM.810180505.
- [17]G. Thomas, "Thermal properties of gypsum plasterboard at high temperatures," *Fire Mater.*, vol. 26, no. 1, pp. 37–45, Jan. 2002, doi: 10.1002/FAM.786.
- [18]B. Andres, K. Livkiss, A. Bhargava, and P. van Hees, "Using Micro-Scale and Solid Material Data for Modelling Heat Transfer in Stone Wool Composites Under Heat Exposures," *Fire Technol.*, vol. 57, no. 4, pp. 1541–1567, Jul. 2021, doi: 10.1007/S10694-021-01122-0/TABLES/13.
- [19]B. Close Andres and P. van Hees, "Properties of Gypsum Plasterboard Exposed to Standard Fires."
- [20]S. Cramer, O. Friday, R. White, and G. Sriprutkiat, "Mechanical Properties of Gypsum Board at Elevated Temperatures, Fire and Materials 2003," in *8th International Conference*, 2003, pp. 33–42.
- [21]I. Rahmanian, "Thermal and Mechanical Properties of Gypsum Boards And Their Influences on Fire Resistance of Gypsum Board Based Systems," University of Manchester, 2011.
- [22]S. Yerel KANDEMİR, B. Şeyh Edebalı Üniversitesi, İ. Mühendisliği Bölümü, and M. Mühendisliği Bölümü, "Dıştan yalıtım uygulamalarında farklı duvar modelleri için optimum yalıtım kalınlıklarının belirlenmesi ve ekonomik analizleri Veli BEKTAŞ Emin AÇIKKALP," *DÜMF Mühendislik Derg.*, vol. 10, pp. 275–288, 2019, doi: 10.24012/dumf.401958.
- [23]B. E. Yüce, C. Acar, N. Ömer, H. Üniversitesi, M. Fakültesi, and M. M. Bölümü, "Bitlis İlinde Farklı Yakıtlar ve Duvar Bileşenleri İçin Optimum Yalıtım Kalınlığı ve Enerji Tasarrufunun Analizi Analysis of Optimum Insulation Thickness and Energy Saving for Different Fuels and Wall Components in Bitlis Province," *BEU J. Sci.*, vol. 10, no. 4, pp. 1426–1434, 2021, doi: 10.17798/bitlisfen.959930.
- [24] ACI, "(American Concrete Institute). Guide for the design and construction of concrete reinforced with FRP bars. ACI 440.1R-15. Farmington Hills, MI," 2015.
- [25] H. Ashrafi, M. Bazli, E. P. Najafabadi, and A. Vatani Oskouei, "The effect of mechanical and thermal properties of FRP bars on their tensile performance under elevated temperatures," *Constr. Build. Mater.*, vol. 157, pp. 1001–1010, Dec. 2017, doi: 10.1016/J.CONBUILDMAT.2017.09.160.
- [26] E. P. Najafabadi, A. V. Oskouei, M. H. Khaneghahi, P. Shoaie, and T. Ozbakkaloglu, "The tensile performance of FRP bars embedded in concrete under elevated temperatures," *Constr. Build. Mater.*, vol. 211, pp. 1138–1152, Jun. 2019, doi: 10.1016/J.CONBUILDMAT.2019.03.239.
- [27] S. Spagnuolo, A. Meda, Z. Rinaldi, and A. Nanni, "Residual behaviour of glass FRP bars subjected to high temperatures," *Compos. Struct.*, vol. 203, pp. 886–893, Nov. 2018, doi: 10.1016/J.COMPSTRUCT.2018.07.077.
- [28] Y. C. Wang, P. M. H. Wong, and V. Kodur, "An experimental study of the mechanical properties of fibre reinforced polymer (FRP) and steel reinforcing bars at elevated temperatures," *Compos. Struct.*, vol. 80, no. 1, pp. 131–140, Sep. 2007, doi: 10.1016/J.COMPSTRUCT.2006.04.069.
- [29] R. Masmoudi, A. Zaidi, & P. Gérard, "Transverse thermal expansion of FRP bars embedded in concrete." *Journal of Composites for Construction*, 9(5), 377-387, 2005.

- [30] Z. Wang, K. Wang, J. Zhao, S. Wang, E. D. Shumuye, & Z. Yang. " The mechanical properties of GFRP bars embedded in geopolymer concrete after high temperature exposure." *Journal of Building Engineering*, 62, 105355 2022, [doi: 10.1016/j.jobbe.2022.105355](https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2022.105355).
- [31] M. Saafi, "Effect of fire on FRP reinforced concrete members," *Compos. Struct.*, vol. 58, no. 1, pp. 11–20, Oct. 2002, doi: 10.1016/S0263-8223(02)00045-4.
- [32] R. J. A. Hamad, M. A. Megat Johari, and R. H. Haddad, "Effects of bars slippage on the pre-and post-heating flexural behavior of FRP reinforced concrete beams: Experimental and theoretical investigations," *Int. J. Civ. Eng. Technol.*, vol. 10, no. 2, pp. 574–602, 2019.
- [33] M. Polat, M. Yağan, M. O. Öztürk, & F. M. Özkal, "GFRP ve Çelik Donatıların Yüksek Sıcaklık Etkileri Altında Aderans Kayıplarının İncelenmesi" II. In *International Conference on Advanced Engineering Technologie* (pp. 238-247) September 2017.
- [34] Yönetmelik, "Binaların Yangından Korunması Hakkında Yönetmelikte Değişiklik Yapılmasına Dair Yönetmelik" *Resmi Gazete*, 19 Aralık 2007 Sayı: 26735., 9.
- [35] M. Robert and B. Benmokrane, "Behavior of GFRP Reinforcing Bars Subjected to Extreme Temperatures," *Artic. J. Compos. Constr.*, 2010, doi: 10.1061/(ASCE)CC.1943-5614.0000092.
- [36] F. Aydın and Ş. Arslan, "Investigation of the durability performance of FRP bars in different environmental conditions," *Adv. Concr. Constr.*, vol. 12, no. 4, pp. 295–302, 2021, doi: 10.12989/acc.2021.12.4.295.
- [37] S. Solyom, M. Di Benedetti, M. Guadagnini, and G. L. Balázs, "Effect of temperature on the bond behaviour of GFRP bars in concrete," *Compos. Part B Eng.*, vol. 183, p. 107602, Feb. 2020, doi: 10.1016/J.COMPOSITESB.2019.107602.



Experimental investigation of engineering properties of silica sand filled mortars containing high doses of SWCNT

Fatih DOĞAN¹ Heydar DEHGHANPOUR^{2,*} Serkan SUBAŞI³ Muhammed MARAŞLI²

¹Munzur University, Rare Earth Elements Application & Research Center, Tunceli, Türkiye

²Fibroboton Company, R&D Center, Düzce, Türkiye

³Department of Civil Engineering, Düzce University, Engineering Faculty, Düzce, Türkiye

Article Info

Research article
Received:06/08/2022
Revision:19/12/2022
Accepted:29/12/2022

Keywords

Conductive Mortars
SWCNT
Resistivity
Damping Ratio
Steel Fiber

Abstract

Recently, great efforts have been made by researchers on the mixture of electrically conductive concretes that have been developed for different purposes. In this study, an experimental research was carried out on electrically conductive mortar mixtures especially for shell elements produced for building facade cladding. Six different mixtures were produced, including the non-conductive reference mixture. Single-walled carbon nanotube (SWCNT) was used as nano-sized conductive additive material. SWCNT was added at 0.2% and 0.3% of cement weight. Steel fiber (SF) was added to the same mixtures as another group at the rate of 4% by total weight. 2, 14, 28, 90 and 180 days electrical resistivities of the obtained conductive mortar samples were measured. As a non-destructive method, dynamic resonance testing was performed and the 28-day damping rates of the samples were determined. Ultrasonic pulse velocity (UPV) and Leeb hardness tests were performed, respectively, by using other non-destructive testing methods to obtain information about the internal structure voids and surface hardness of the samples. The internal microstructure morphologies of the composite materials were analyzed by SEM (Scanning Electron Microscope) characterization method. In addition, elemental occurrences in the samples were explained by elemental mapping. The crystal phase formations in the cement matrix were characterized by XRD (X-Ray Diffraction) analyzer. SWCNT, which causes low machinability and therefore internal structure voids, caused a decrease in compressive strength and flexural strength, as well as a significant increase in electrical conductivity. Addition of 0.3 SWCNT reduced the electrical resistance of the material up to 3154 Ω .cm.

1. INTRODUCTION

Crack formation, which causes a decrease in the strength of cement-based concrete, which is used as a construction building material, leads researchers to use various additives. Also, interest in studies to improve the mechanical properties of cementitious materials has increased [1]. To increase the strength of Portland cement, there are studies on the use of nanoscale materials that will reduce the porous structure of the material [2, 3]. Particularly, nanoparticle-containing components are included in the cement mixture for structures requiring high strength in building materials [4]. There is increasing interest in studies on conductive concrete, which is obtained by mixing the conductive component, cement materials and aggregate in a certain ratio. Carbon nanotubes (CNTs) are of interest to researchers as reinforcement materials in cementitious materials due to their high electrical conductivity and high mechanical properties [5]. Rocha et al. reported that CNTs added to the cement mixture at well below 1% increased the flexural strength of concrete up to 50%. In addition, it was stated that C-S-H, which is the main component of hydrated Portland cement, is at nanoscale. Thus, it is important to add carbon nanotubes to Portland cement to produce new concrete with superior properties [6]. CNTs, which are considered as alternatives to improve the mechanical and electrical properties of Portland cement, show superior performance even

though they are used in small amounts in the cement mixture [7]. The preference of carbon nanotubes in cementitious structures is associated with high strength and high modulus of elasticity [8]. In different studies, it is stated that CNTs, which can be homogeneously dispersed in the cement matrix, prevent the growth of cracks that may occur in concrete [9–11]. Since high-strength cementitious materials exhibit brittle properties, it is stated that the addition of CNTs to the cement mixture provides an increase in flexural strength. Parveen et al. [12] reported that the mechanical and microstructural properties of the material were improved with the addition of CNTs to the cement mixture.

However, in this study, it is aimed to examine the relationship between mechanical strength and electrical resistance of the concrete to be produced by adding different reinforcement materials to the cement mixture, considering the studies made with CNTs, in comparison with the literature studies. Although there is more research on CNT reinforcement to strengthen concrete material, applications of single-walled carbon nanotube (SWCNT) and multi-walled carbon nanotube (MWCNT) are more preferred [13]. In the literature, it is stated that the SWCNT additive to the cement mortar better reflects the thermal properties of the material compared to MWCNT [14]. The fact that SWCNT is not preferred as much as MWCNT in building materials is stated as high cost and hydrophobic feature. To solve this problem, it has been explained that processes that facilitate the dispersion of SWCNT, which has a higher surface area, in the solution can be performed [15]. In addition, Hu et al. [16] reported that SWCNTs with high specific area contribute more to the increase in strength in cementitious mixtures compared to MWCNTs. Studies investigating the mechanical and electrical properties of SWCNT reinforced to the cement mixture in concrete production are limited. It has been reported by Makar and Chan [9] that SWCNT added to Portland cement improves the mechanical strength results of concrete. This is explained by the fact that SWCNT included in the cement mix accelerates the hydration process. Tyson et al. added dispersed SWCNT to the cement mixture and emphasized that the mechanical properties of the concrete were improved [17].

Adding fiber to the cement matrix prevents the formation of cracks in the concrete and the spread of cracks and contributes to the increase in the strength of the concrete [18]. Research has been carried out on the workability of concretes produced with the reinforcement of various fiber components. Fiber reinforced concrete significantly improves the mechanical properties of the material compared to normal concrete [19]. Among the fibers, steel fibers with high strength properties are preferred in industrial applications. In the study of Yazıcı et al. [20], it was reported that there was an improvement in the flexural strength of concrete reinforced with steel fiber. It has been stated that the steel fibers added to the cement paste increase the strength properties of the concrete and prevent the formation of cracks by reducing the porous structure [21]. The strength and ductility of concrete materials containing steel fiber are quite high compared to normal concrete [22]. In addition, the steel fibers dispersed in the cement matrix contribute to the damping of the impact energy under dynamic load [23]. In the literature, it has been explained that the steel fibers added to the cement paste form a dense structure by reducing the porous structure of the concrete [24]. It has been explained that by adding conductive steel fibers to the cement mixture, the fiber distribution in the matrix affects the electrical properties of the concrete [25]. Furthermore, in studies the performance of concretes containing CNT and fiber, it has been stated that the compressive strength of CNT/steel fiber reinforced concrete is higher than only CNT reinforced concrete [26, 27]. In the previous study, the resistivity of ferrochrome filled conductive mortars containing SWCNT-SF decreased to 1000 Ω .cm [28]. In addition, the resistivity of CF reinforced ferrochrome filled conductive mortars has been reported up to 200 Ω .cm [29].

In this study, the microstructure, strength, and electrical resistance performances of SWCNT/steel fiber reinforced concrete, which have not yet been studied in the literature, were researched. Also, the effects of dispersed SWCNT and steel fiber on the engineering properties of cement paste were investigated comparatively. It is aimed to improve the resistivity properties and improve the mechanical properties of SWCNT/steel fiber conductive concrete. Compressive strength, flexural strength, dynamic resonance, UPV, and Leeb hardness tests were performed to examine the effect on the mechanical behavior of cementitious materials containing SWCNT and steel fiber. Also, the effect of SWCNT on damping ratio was investigated by dynamic resonance tests. Scanning electron microscopy (SEM) was used to investigate the role of SWCNTs and steel fibers in increasing the fracture resistance of conductive concretes and to investigate the morphological properties of the fibers. To examine the effect of additive components added

to cement paste on the electrical conductivity performance of concrete, measurements were made at different time intervals.

2. MATERIALS AND METHODS

2.1. Material Properties

Silica sand was used as the fine aggregate material in the all mixtures. In the literature, there are studies on electrically conductive cementitious materials produced with silica aggregate [28, 29]. CEM II-42.5 R white cement, which is preferred in facade cladding, was used as binder. As a pozzolanic additive material, calcined kaolin was preferred in equal proportions in all mixtures. Previous studies have shown that calcined kaolin performs well when used with white cement [30, 31]. The particle size ranges of silica sand, cement and calcined kaolin were compared in Table 1. The SWCNT dispersed with the carboxy methyl cellulose agent used in the study was provided by TUBAL. The carbon content of the SWCNT used was 99 ± 1 wt% and had a diameter of 1 – 2 nm. The length of this material, which is very flexible and strong, is about 3000 times its diameter. Normal tap water was used as mixing water. Stainless steel fiber (SF) with a length of 12.5 mm and a diameter of 0.175 mm was preferred as conductive fiber in mixtures. Polycarboxylate based superplasticizer was used to ensure adequate workability in all mixtures. Details of conductive mortar mixtures are given in Table 2. Silica sand (SS) filled pure mixture is a normal premix mortar consisting of filler, binder, pozzolanic, water and plasticizer, and is defined as the matrix for other mixtures. In the premix mixture, all dry ingredients are put into the mixer, mixed for 90 seconds, then plasticizer is added together with water and mixed for 90 seconds again and placed in molds. In the mixtures containing SWCNT, the water of the solution with SWCNT was taken as the basis instead of mains water. In steel fiber mixtures, after all the components came together, when the matrix was ready, the fibers were added and mixed with a mixer for one minute.

Table 1. Granulometry of aggregates, cement and calcined kaolin used.

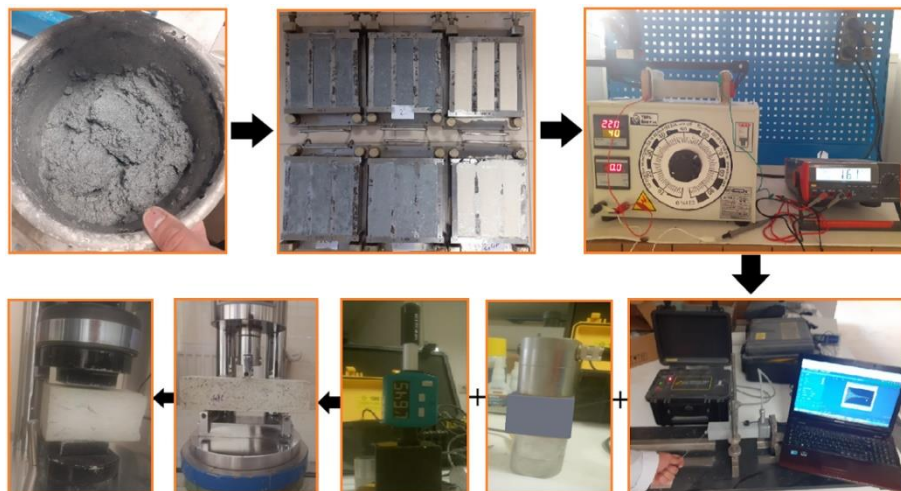
| <i>silica sand</i> | | <i>Cement</i> | | <i>calcined kaolin</i> | |
|--|--------------------|--|--------------------|--|--------------------|
| <i>sieve size (μm)</i> | <i>Passing (%)</i> | <i>sieve size (μm)</i> | <i>Passing (%)</i> | <i>sieve size (μm)</i> | <i>Passing (%)</i> |
| 10 | 3.49 | 2 | 6.54 | 10 | 67.11 |
| 20 | 5.9 | 3 | 11.59 | 20 | 90.57 |
| 30 | 9.76 | 4 | 15.88 | 30 | 99.32 |
| 40 | 12.33 | 5 | 19.25 | 40 | 100 |
| 45 | 12.97 | 6 | 22.1 | - | - |
| 50 | 13.3 | 7 | 24.86 | - | - |
| 60 | 13.51 | 8 | 27.81 | - | - |
| 70 | 13.51 | 9 | 31.07 | - | - |
| 80 | 13.51 | 10 | 34.66 | - | - |
| 90 | 13.51 | 20 | 76.9 | - | - |
| 100 | 13.51 | 30 | 97.35 | - | - |
| 150 | 14.7 | 40 | 100 | - | - |
| 200 | 23.53 | - | - | - | - |
| 250 | 39.2 | - | - | - | - |
| 300 | 56.01 | - | - | - | - |
| 350 | 70.45 | - | - | - | - |
| 400 | 81.46 | - | - | - | - |
| 450 | 89.16 | - | - | - | - |
| 500 | 94.13 | - | - | - | - |
| 1000 | 100 | - | - | - | - |

Table 2. Component ratios in electrically conductive mortars.

| No | Code | Silica sand (g) | Cement (g) | Calcined kaolin (g) | Water (g) | SF (%) | SWCNT (%) | Superplasticizer (g) |
|----|--------------|-----------------|------------|---------------------|-----------|--------|-----------|----------------------|
| 1 | SS | 1350 | 500 | 50 | 209 | 0 | 0 | 6 |
| 2 | SS-SF | 1270 | 500 | 50 | 209 | 4 | 0 | 6 |
| 3 | SS-CNT0.2 | 1350 | 500 | 50 | 209 | 0 | 0.2 | 8.5 |
| 4 | SS-CNT0.3 | 1350 | 500 | 50 | 209 | 0 | 0.3 | 10.5 |
| 5 | SS-SF-CNT0.2 | 1270 | 500 | 50 | 209 | 4 | 0.2 | 8.5 |
| 6 | SS-SF-CNT0.3 | 1270 | 500 | 50 | 209 | 4 | 0.3 | 10.5 |

2.2. Test methods

Within the scope of the study, non-destructive tests were carried out on 40 x 40 x 160 mm prismatic specimens without being subjected to destructive tests (compressive and flexural strength). Electrical resistivity measurement, ultrasonic pulse velocity (UPV), dynamic resonance and Leeb hardness tests were performed as non-destructive tests. Two-point uniaxial test method was used for electrical resistivity measurement. This method is also used frequently in the literature [32, 33]. In this method, a certain potential difference is applied between the two surfaces of the sample and the amount of current flowing is measured. Using ohm's law, the resistivity of the sample is obtained. A potential difference of 30V was used in all resistivity measurements. The frequency was fixed at 50 Hz during the resistivity measurement. The UPV test was carried out to obtain information about the defects in the internal structure of the samples. In the UPV test, probes are placed on both sides of the sample. While one of the probes sounds, the other probe reads the elapsed time of the sound. The UPV value is obtained by dividing the sample length by the elapsed time. In the dynamic resonance test method, the sample was fastened in the midpoint between two supports and oscillation was applied from one end of the sample with a spherical impact pull, while the impact response from the other end was measured with an accelerometer. The damping ratio of the sample was determined according to the data obtained. Test setup images summarizing the all experimental procedure are shown in figure 1. UPV tests were performed according to ASTM C597 [34]. Longitudinal resonance frequency testing was performed for all samples according to ASTM C215 standard [35]. The ASTM A956 standard [36] was used to determine the Leeb hardness of the produced samples. Flexural and compressive strength tests were carried out in accordance with the TS EN 196-1 standard [37]. In addition, densities were calculated by measuring the dry weight and dimensions of all 28-day samples. Microstructural and morphological properties of SS, SS-CNT0.2 and SS-CNT0.3 samples were determined by SEM characterization tests. Also, the effect of adding a high amount of SWCNT to the conductive concrete on the elemental formations in the structure was investigated by EDS-mapping of the SS-CNT0.3 sample. In addition, the crystal phases of the SS, SS-CNT0.2 and SS-CNT0.3 samples were analyzed using X-ray diffractometry at a scan rate of 1°/min and a test range of 10°–70°.

**Figure 1.** Experimental flow view.

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1. Electrical Resistivity

The electrical resistivity values of the mortar samples are summarized in figure 2. All values are calculated according to the amount of current obtained by applying a potential difference of 40 volts. Considering the 180-day resistivity results, it was determined that the resistivity value of the reference sample was 2-13 times higher than the resistivity values of the other mixtures. In addition, when the electrical resistivity values of all mixtures were examined according to the age of the sample, a decrease of approximately 9-22 times was observed between the values of 2 and 180 days. As can be seen from the figure, the difference in resistivity decreased in older ages. This may mean the complete disappearance of the internal water. The highest conductivity loss due to age was observed in the SS-SF sample as 22 times. While the 2-day resistivity value of this mixture was 939 Ω .cm, the 180-day resistivity value increased to 21300 Ω .cm. In this mixture, a remarkable conductivity value was read when the presence of hydration water in the mixture and the intrinsic conductivity of the steel fiber were combined in the first 2 days. However, the conductivity decreased as a result of the loss of water over time. Another important reason in this mixture is that the electrical current path is closed/decreased by coating the steel fibers with hydration products over time [32]. The electrical resistivity results of the mixtures with the addition of 0.2% and 0.3% carbon nanotubes for 180 days were decreased by 28% and 89%, respectively, when compared to the reference mixture. It can be said that this is entirely due to the conductivity effect of SWCNT itself. When the resistivity results of the 2-days 0.2% and 0.3% carbon nanotube added mixtures were examined, it decreased by 68% and 87%, respectively, when compared to the reference mixture. The point that draws attention here is that the resistivity of the mixture with 0.3% SWCNT changes very little over time. When SF was added to these two SWCNT added mixtures, the resistivity values were observed to decrease 7.4 and 12.9 times, respectively, compared to the reference sample. Steel fibers form a network within the matrix containing the SWCNT, both providing the current passing through it and reducing the resistivity of the matrix by connecting the SWCNTs to each other. The 180-day resistivity values obtained within the scope of the study were between 40557-3154 Ω .cm. The specification of a conductivity class for concretes may vary for different purposes. The electrical resistivity of the outdoor dried concrete was determined as 6.54×10^5 – 11.4×10^5 Ω .cm. In addition, according to studies conducted by different researchers, the electrical resistivity of saturated concrete and dry concrete were found to be 106 Ω .cm and 109 Ω .cm, respectively [38].

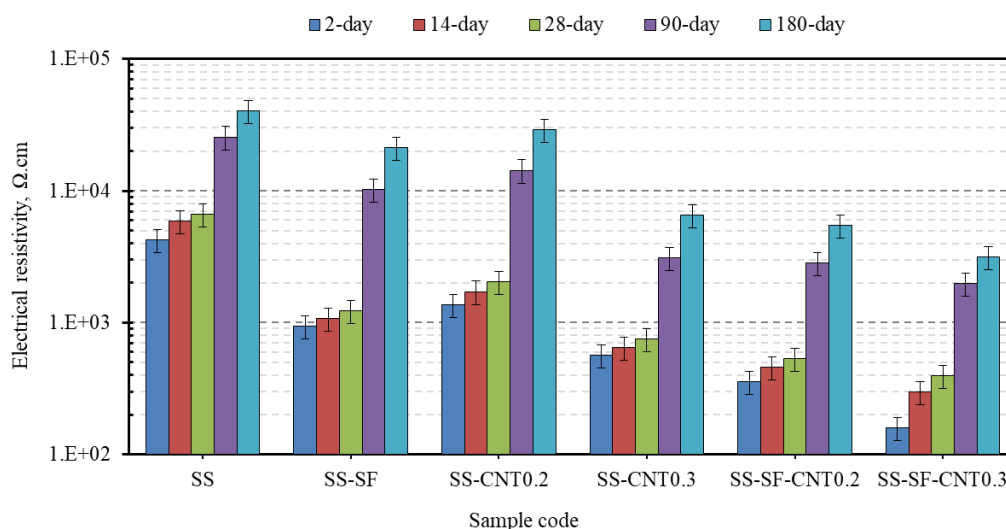


Figure 2. 2-180 Days electrical resistivity results of mortar specimens.

3.2. Dynamic Resonance Test Results

The results of the dynamic resonance test, which is one of the important test methods for building materials within the scope of the study, are summarized in figure 3. In the figure, damping ratios are shown as balls and highlighted in the same color as the guide lines colored according to the sample codes. Amplitude curve was drawn in wide frequency range under the resonance test results, and damping ratios of all samples were

calculated accordingly. When the figure is examined in general, it is observed that the damping ratio values increase as the amplitude curves become horizontal. In the literature [39], high-narrow amplitude curves correspond to low damping ratio and low-wide curves correspond to high damping ratio. Considering the damping ratio values, it was observed that the damping property increased with the addition of steel fiber and SWCNT. The highest damping ratio was obtained for the SS-SF-CNT0.2 sample as 11%. The damping ratio of this sample improved as 84.40% compared to the reference (SS) sample. The damping ratio of the SS-SF sample containing 4% SF increased by 52.8% compared to the reference. Also, the damping rate of the samples containing 0.2% and 0.3% SWCNT improved 42.5% and 22%, respectively, compared to the reference. However, damping ratios of SS-CNT0.2 and SS-SF-CNT0.3 samples were obtained as equal. Luo et al. [40] in their study on cementitious composites containing carbon nanotubes, they emphasized that carbon nanotubes act as bridging microcracks, increase the interfacial "stick-slip" capacity and therefore improve the damping ratio. Also, in a previous study [41] on UHPCs, positive effects on the damping ratio of steel fiber were proven.

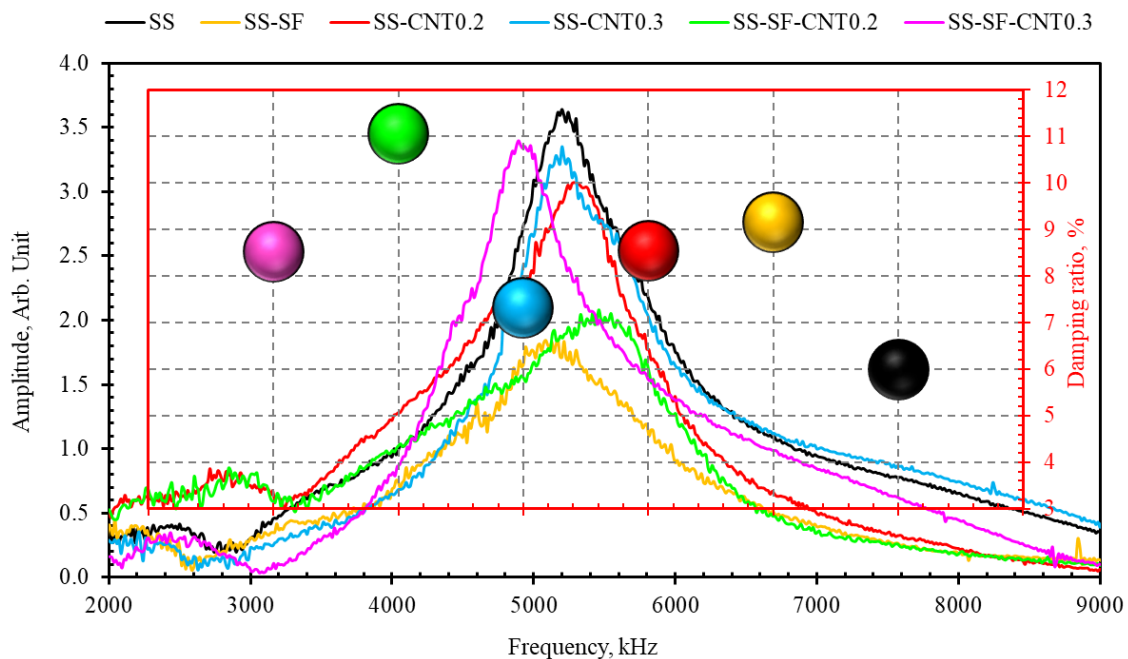


Figure 3. Dynamic resonance test results.

3.3. Ultrasonic Pulse Velocity

When the UPV values are examined, it is observed that they are mostly in a parallel relationship with the density values. The UPV test method, known as the nondestructive method, is a technique used to determine the estimated compressive strength of building materials. UPV refers to the time it takes for the ultrasonic pulse to transfer a certain distance along the material, usually in concrete and mortar samples. In addition, internal defects such as porosity, microcracks and voids can also be detected by UPV testing. Therefore, it is possible to obtain information about the homogeneity of the material by performing the UPV test [42]. In order to obtain information about the internal structure defects of the samples produced in this study, UPV tests were performed and their dry densities were calculated. The results are summarized and compared in figure 4. Also, the linear relationship between UPV and density is given in figure 5. When the correlation coefficient between them was examined, a strong parallelism was observed. This is proof that the UPV values are directly related to the sample porosity ratio. Only the UPV value of the SS-SF sample decreased compared to the SS, while the density value increased. The UPV reduction in this mixture was 6.04%. Since the unit weight of steel fiber is about 4 times higher than the mortar, an increase in the density of the mortar with steel fiber addition can be observed, but the voids that occur in the mortar may cause a decrease in the ultrasonic transmission velocity. In the previous study [41], an increase in density and a decrease in UPV were observed in cementitious products with steel fiber added. The UPV values of the SS-CNT0.2 and SS-CNT0.3 mixtures decreased by 18% and 32%, respectively, compared to the reference.

SS-CNT0.3 had the lowest UPV and density values among the samples. Therefore, except for electrical conductivity, other properties such as mechanical and physical are expected to weaken.

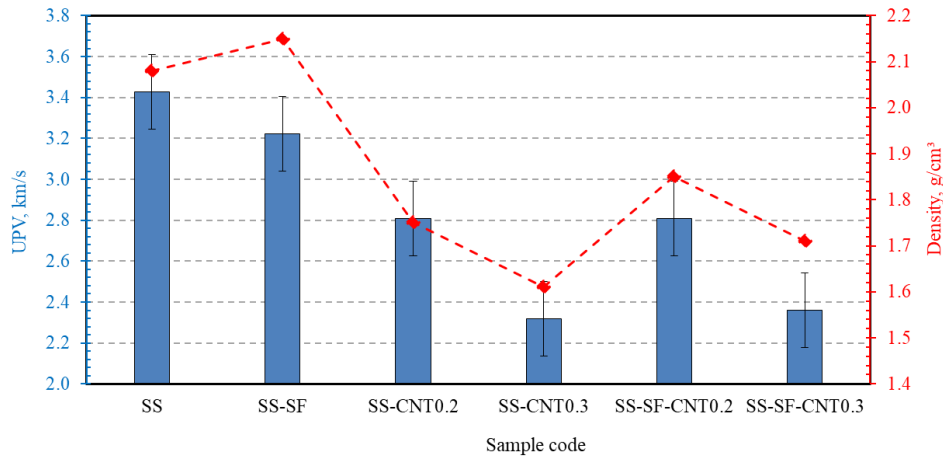


Figure 4. UPV test results and density values of specimens.

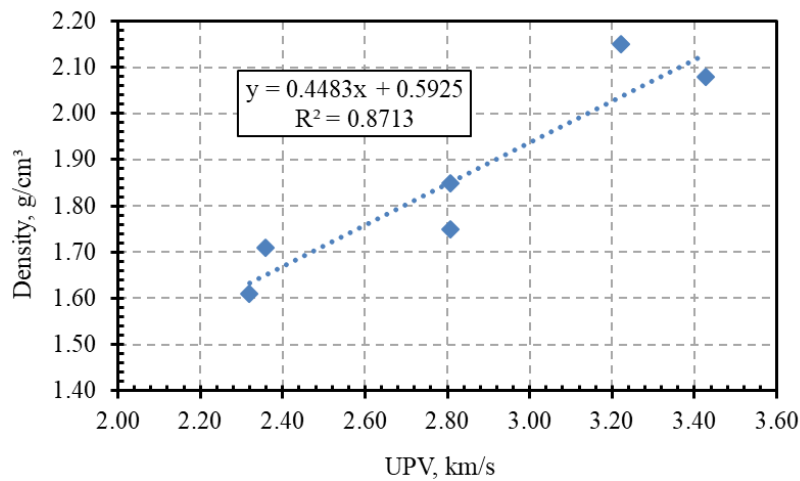


Figure 5. Relationship between UPV and Density values.

3.4. Leeb Hardness Results

Leeb hardness test was applied to obtain information about the surface hardness of the conductive mortar samples and the results are shown in figure 6. Leeb hardness value of SS-SF sample increased by 8.25% compared to SS. The reason for this is that steel fibers not only form a network in the mortar mixture, but also create a texture on the sample surface, increasing its hardness. The hardness values of SS-CNT0.2, SS-CNT0.3, SS-SF-CNT0.2 and SS-SF-CNT0.3 samples decreased by 15.13%, 28.90%, 9.48% and 22.21%, respectively, compared to the SS reference sample. With the addition of SWCNT, serious decreases were observed in the hardness values as well as the UPV values of the mixtures. This is entirely related to void formation due to low workability. Despite all these, the hardness values were obtained as 365-555 within the scope of the study.

There are a few Leeb hardness studies on normal concretes, although limited. Song et al. [43] investigated the Leeb hardness of sodium silicate based concrete and normal C30 concrete and concluded that the average hardness value of normal concrete was 362 HL and that of sodium silicate based concrete was 405 HL. The hardness values of the 28-day GRC specimens produced in this study were measured between 509 and 548 HL. Therefore, the results prove to be compatible when compared to normal concrete. The 2 and 7 day Leeb hardness results were measured as 396-438 and 456-510, respectively. Gomez-Heras et al. [44] stated that the finer the grain size, the higher the Leeb hardness. This situation is directly related to the filling of fine-grained minerals into micro and macro pores [45]. However, since the ratio of nano-sized SWCNT used in this study was higher than necessary and the presence of carboxymethyl cellulose as a

carrier material also caused defects in the mixture. Leeb hardness values were also low due to the imperfections.

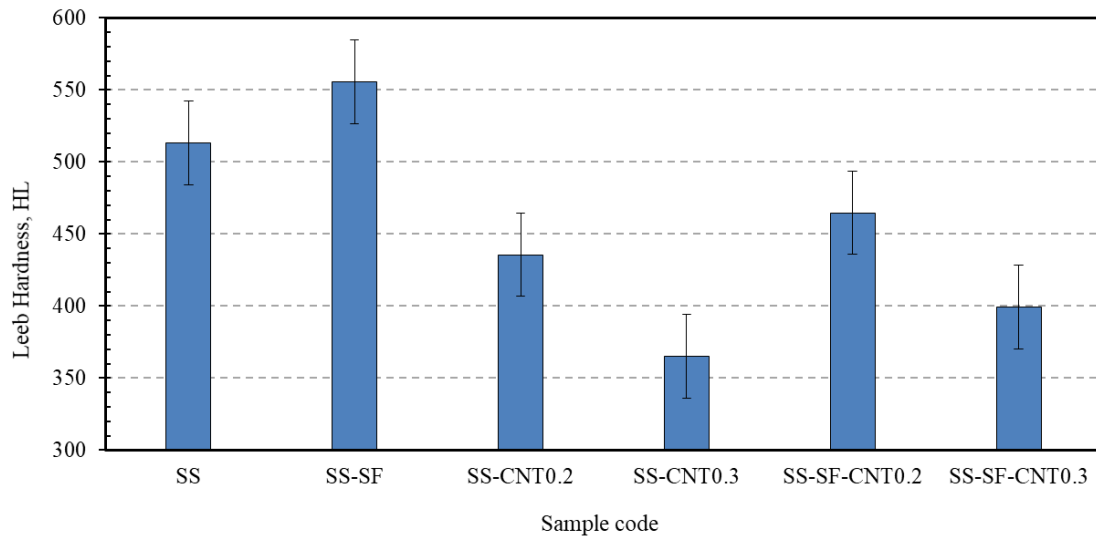


Figure 6. Leeb hardness values of conductive mortars.

3.5. Mechanical Test Results

The compressive and flexural strength results of conductive mortars containing carbon nanotubes are compared in figure 7. It is noteworthy that the strength of the mixtures decreased with the addition of SWCNT. However, considering the electrical resistivity results, the strength values were at an acceptable level considering the purpose of the study. The reason for the decrease in strength of SWCNT added mixtures is that the carbon nanotube has a high interfacial area, leading to low machinability and the formation of a more defective structure. In addition, the high concentration of carboxymethyl cellulose used as a dispersing agent in the SWCNT solution may leave permanent voids in the internal structure of the mortar, causing a decrease in strength. On the other hand, since the aim of this study was to design a conductive mortar mix, the SWCNT ratio was kept above the literature, which may decrease the strength by causing low adherence between the filler and the binder in the mixture. Studies [31, 46], have reported improvements in the strength of cementitious materials using lower dosages of SWCNT.

The compressive strengths of the mixtures containing 0.2% and 0.3% SWCNT decreased by 41.5% and 57.8%, respectively, compared to the reference sample. When 4% SF was added to the same mixtures, the decrease in strength was 30.3% and 52.1% compared to the reference. In addition, the compressive strength of the mixture containing only 4% SF increased by 17.4% compared to the reference. When the flexural strength results are examined, it is understood from both figure 7 and figure 8 that the values are in a parallel relationship with the compressive strength results. The flexural strength of the SF added mixture increased by 61.4% compared to the reference sample. The flexural strengths of the 0.2% and 0.3% SWCNT added mixtures decreased by 21.1% and 34.7%, respectively. The flexural strength of the mixture with 0.2% SWCNT and 4% SF increased by 26.3%. Also, the flexural strength of the mixture with 0.3% SWCNT and 4% SF was decreased by 26.3% compared to the reference. As a result, the decrease in compressive and flexural strengths may be related to the high SWCNT ratio. [47] Kang et al. investigated the strength of SWCNT-added cement composites at 0, 0.02, 0.04 and 0.06 wt% (based on cement weight). The positive effect of SWCNT was observed in mixtures using dispersion additive. The maximum compressive strength was obtained for the composite containing 0.06% by weight of SWCNT. While Musso et al. [48] reported that functionalized CNTs had a negative effect on mechanical properties, they reported a significant improvement with both grown and annealed CNTs.

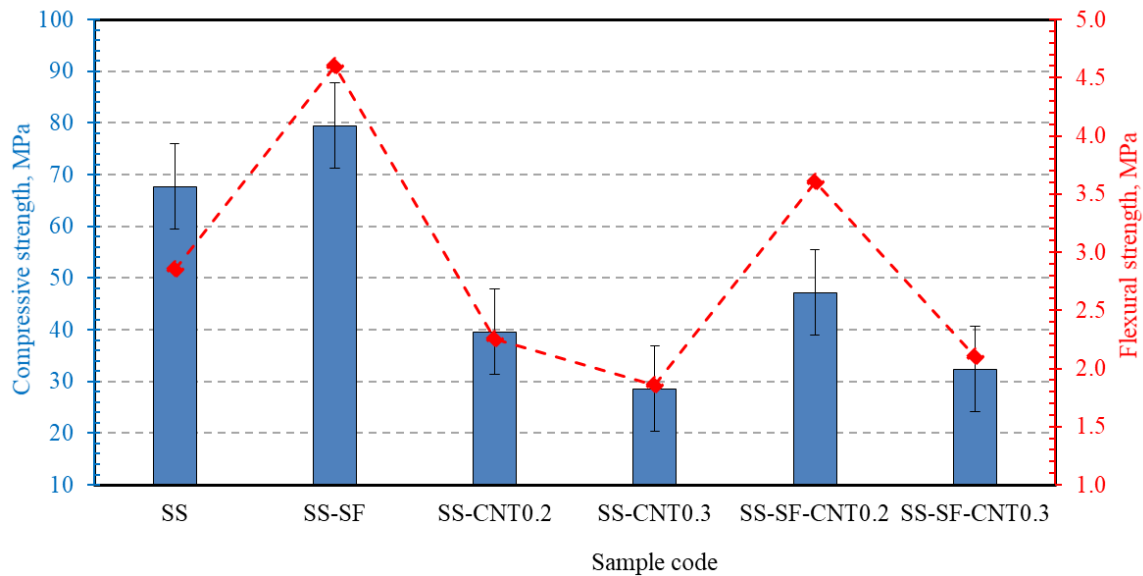


Figure 7. Compressive and flexural strength results.

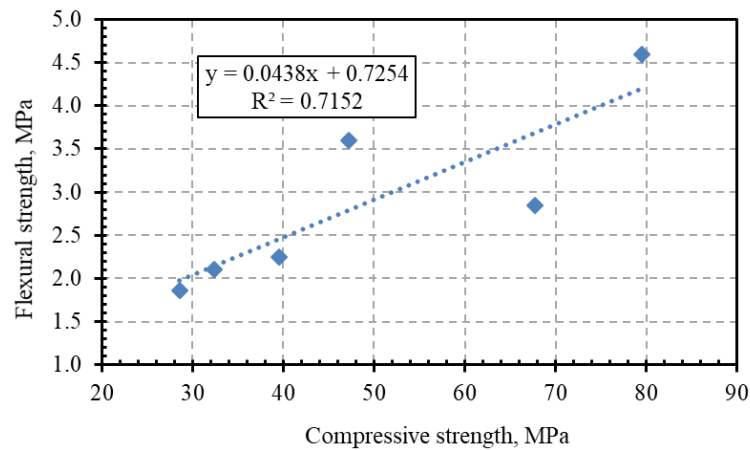


Figure 8. Linear relationship between compressive and flexural strengths.

3.6. Microstructure Analysis Results

Microstructure pictures of silica sand characterized by SEM at different magnifications are shown in figure 9. In figure 9 (a), it is seen that silica sand particles form a high-density structure. On the other hand, it was observed that air voids were formed in the microstructure. It can be stated that SiO_2 , which is the main component of silica sand, provides a high level of binding in the cement mixture and influences the strength values of the concrete sample (figure 9 (b)). It is understood that the intertwined SiO_2 particles have irregular shapes. The non-homogeneity of the particles can be attributed to the interparticle Van-der-Waals force and the tendency of the particles to agglomerate as reported by Saleh et al. [49]. The lack of porous structures in the morphology of the SS sample in high magnification SEM images (fig. 9 (c) and (d)) may be associated with $\text{Ca}(\text{OH})_2$ in the mixture. The presence of C-S-H gel formed by the hydration reaction was determined. Thus, it can be said that C-S-H formations are effective on the compressive and flexural strengths of the SS concrete sample. The association of C-S-H formations with high compressive strength can be attributed to the bond strength of the particles in the mixture. It is reported that silica sand fills the pores by reducing the $\text{Ca}(\text{OH})_2$ components and transforms the $\text{Ca}(\text{OH})_2$ crystals of silica sand into C-S-H structure [49]. In addition, the ratio of silica sand in the cement mixture of the SS sample prevented the increase in the pore size in the matrix and contributed to the formation of dense structure. Furthermore, Huynh et al. [50] reported that the silica content in the cement paste prevented the formation of cracks in the concrete sample. Accordingly, the absence of cracked structures in the SEM images of the silica sand filled SS sample can be attributed to the silica content in the cement mixture.

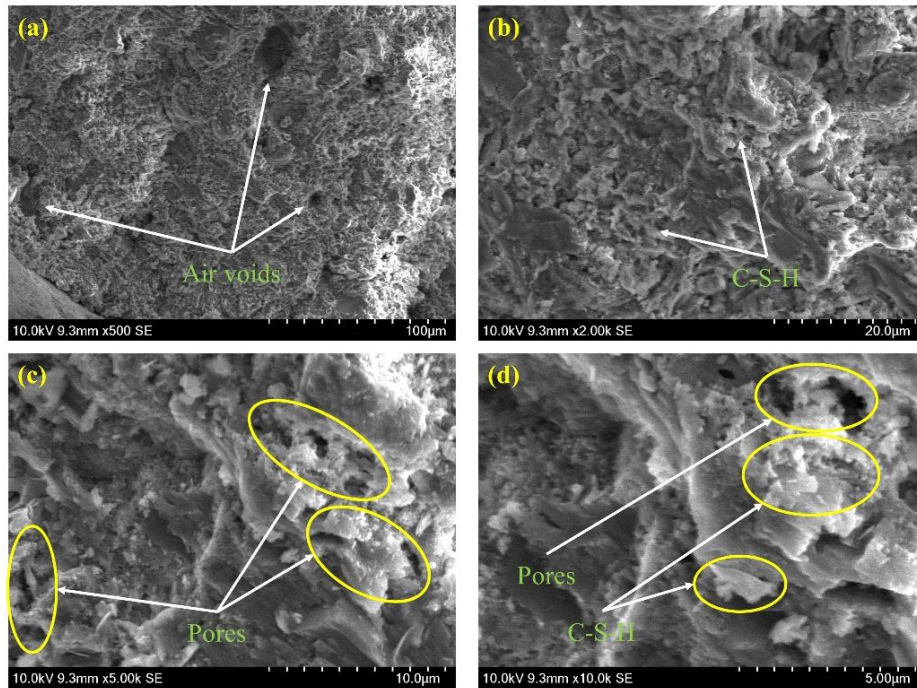


Figure 9. SEM images of SS sample at different magnifications.

SEM images of the conductive concrete sample containing 0.2% by weight of SWCNT at different magnifications are shown in figure 10. The low magnification SEM image shows micro-crack formation in the cement matrix (figure 10 (a)). The resulting micro-crack can be associated with the decrease in compressive and flexural strength values of 0.2% SWCNT added to the silica filled concrete mortar. C-S-H gel formations seen in figure 10 (b) morphology contributed to the compact structure in the sample. However, it can be said that the ettringite formations shown in the yellow dashed circle have a negative effect on the strength of the cement mortar. The enlarged SEM picture of the yellow dashed circle in figure 10 (b) is shown in figure 10 (c). It is seen that ettringite phases are formed clearly. The magnified SEM morphology of figure 10 (c) shows prominent ettringite formations and SWCNTs shown in the red dashed circle (figure 10 (d)). It can be noted that SWCNTs dry conductive network forming electrical conductivity between components in cement mortar [14]. In addition, the C-S-H formations shown in the red dashed circle and the SWCNT fibers interlocked to form a compact structure.

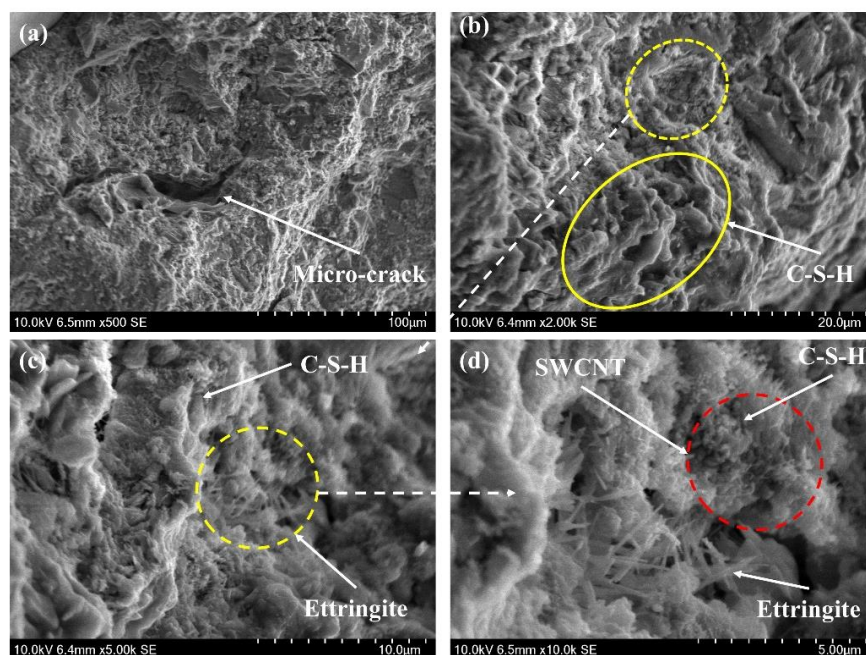


Figure 10. Microstructure of SS-CNT0.2 conductive concrete sample at different magnifications.

Figure 11 shows SEM images of a 0.3% SWCNT reinforced silica-filled cement mortar sample at different magnifications. As in the morphology picture of SS-CNT0.2 sample with 0.2% SWCNT additive, micro-crack formation is observed in the low-magnification SEM image of SS-CNT0.3 sample. In the SS-CNT0.3 sample, voids were formed in the morphology due to the increase in the amount of reinforcement component added to the cement mortar. The voids formed by the increase in the SWCNT content in the mixture caused the above-mentioned compressive and flexural strength values to decrease compared to the SS-CNT0.2 sample. It is seen that ettringite occurrences increase along the morphology in figure 11 (b). In addition, the presence of C-S-H products, which contribute to the increase in density in the microstructure, prevented a serious decrease in the strength values of concrete. Moreover, the CMC component shown in the green circle in figure 11 (b) improved the adhesion of the products in the cement mixture. Figure 11 (c) shows SWCNT fibers as well as C-S-H and ettringite components. In addition, it is seen that the SWCNT fibers shown in the blue circle act as a bridging link between the hydration products. A high-magnification SEM image of the region shown in the black dashed circle in figure 11 (c) is given in figure 11 (d). Ettringite and C-S-H products are more prominent. In addition, the SWCNT fibers are seen to be clearer in the high magnification image and it has been confirmed that it forms conductive bonds between the hydration products. Nguyen et al. [5] reported that the fibers in the cement matrix effectively bond with the hydration products. Although the mechanical properties decrease with the increase in the SWCNT content added to the cement mixture in the above-mentioned strength test results, it can be said that SWCNT fibers contribute to the strength of the SS-CNT0.3 conductive concrete sample and improve its electrical conductivity properties. Furthermore, as stated by Hu et al. [16], very few SWCNTs in porous areas and their scattered clusters in the matrix caused a decrease in the mechanical strength of the SS-CNT0.2 sample.

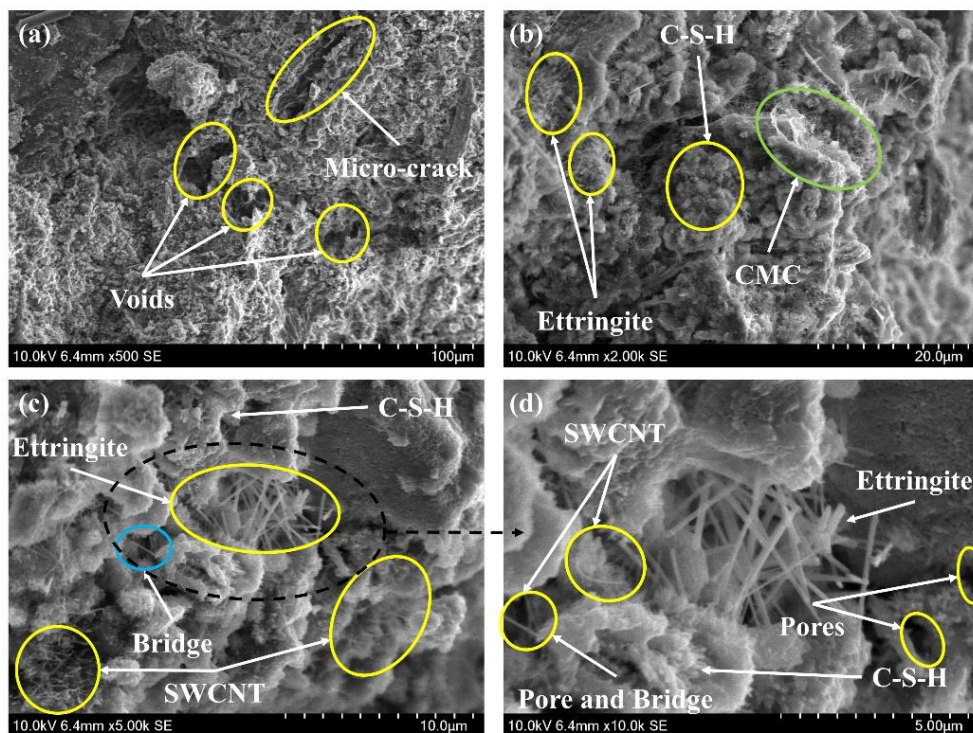


Figure 11. Microstructure of SS-CNT0.3 conductive concrete sample at different magnifications.

Figure 12 shows the elemental analysis results of the EDS mapping process taken from the low magnification SEM image of the SS-CNT0.3 sample. Calcium (Ca), oxygen (O), carbon (C), silicon (Si) and magnesium (Mg) elements were detected in the EDS mapping of the 0.3% SWCNT supplemented sample. It is seen that silica sand and cement mortar are dispersed in every region of the sample. The homogeneous distribution of Ca and Si elements constituting the C-S-H component in the mapped microstructure can be attributed to its contribution to improving the compactness of the sample structure. The porous structures are seen in the black circles in the EDS mapping image shown in figure 12 (b). When the distribution of the carbon element in figure 12 (c) is examined on the mapping, it is seen that the mapping in figure 12 (b) does not exist in the porous structures. Thus, it can be said that the SWCNT fibers in the matrix are not very effective in closing the gaps in the morphology and as a result, they do not provide

the desired contribution to the mechanical properties of the concrete sample. On the other hand, it can be stated that the distribution of the carbon element throughout almost the entire morphology in EDS mapping contributes to the resistance reduction of the conductive concrete sample by forming a conductive network between the cement matrix components of the SWCNTs.

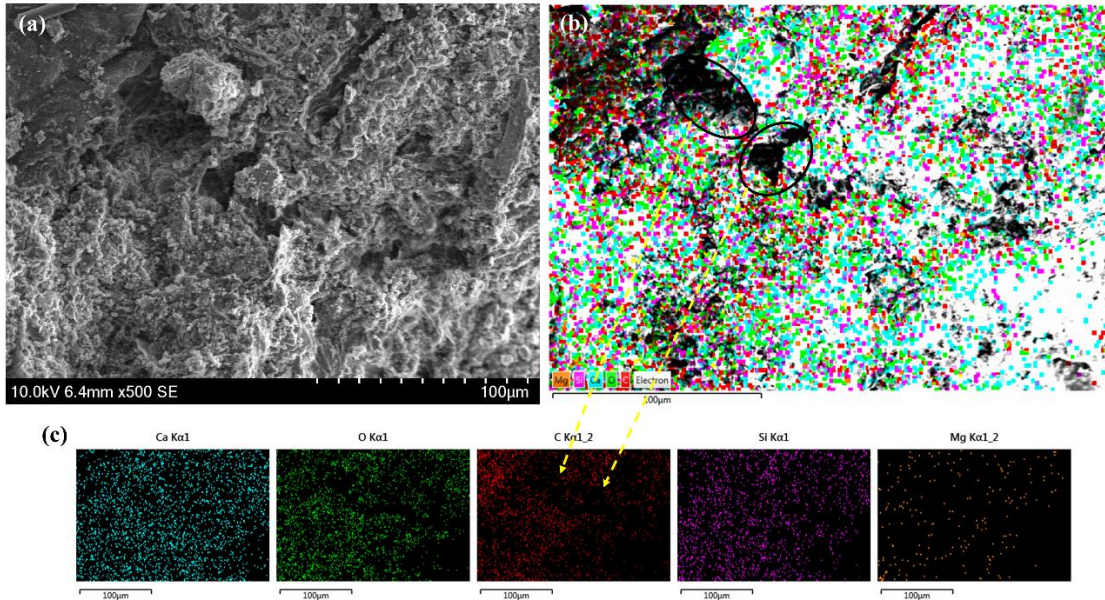


Figure 12. Elemental mapping of SS-CNT0.3 sample.

XRD patterns of SS, concrete sample is presented in the figure 13 quartz, calcite, and C_3S phases were formed in the X-ray diffraction patterns of the SS sample. The compact structure formed by the hydration products described in the SEM analysis of the SS sample in the sample morphology can be associated with the crystal phases detected in the XRD analysis of the SS sample. In addition, it can be said that the silica sand in the SS sample has an improving effect on the mechanical properties of the concrete sample by affecting the microstructure in the cement mixture. C_3S phase was formed with the hydration of minerals that harden the cement. It is seen that the crystals formed because of hydration are compatible with the SEM analysis results and these crystals have contributed to the strength of the concrete sample by filling the voids in the microstructure [49]. On the other hand, carbon, C_3S , ettringite, portlandite phases are seen in the XRD analyzes of the conductive component samples produced with 0.2% and 0.3% SWCNT added to the SS sample. As seen in figure 13, the higher carbon peak intensity in the SS-CNT0.2 sample compared to the SS-CNT0.3 sample may be associated with the agglomeration of SWCNTs in the matrix. However, the higher C_3S and portlandite peak intensities in the SS-CNT0.3 sample compared to the SS-CNT0.2 sample confirms that the high SWCNT content in the cement mixture causes agglomeration in the matrix and the hydration products are dominant in the matrix. In addition, the reduction of calcite phases in the SS-CNT0.2 and SS-CNT0.3 samples can be attributed to the improvement of the structural properties of the samples [51].

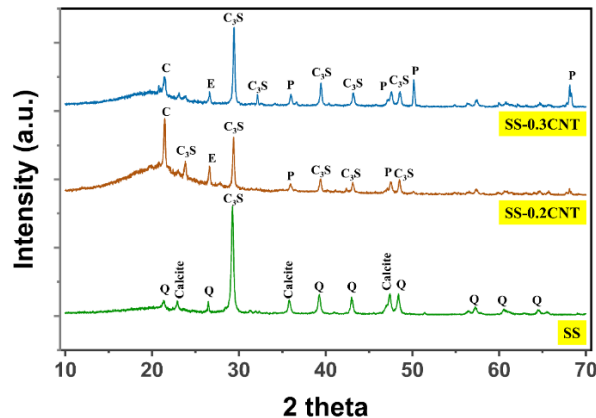


Figure 13. XRD patterns of SS, SS-CNT0.2 and SS-CNT0.3 conductive concrete samples.

4. CONCLUSIONS

While electrical resistivity values increased rapidly in the first ages, the rate of increase decreased in advanced ages. The reason for this was the drying of the samples and the loss of water in their bodies over time. A positive effect of SWCNT on conductivity was observed, but more reasonable results were obtained when used with SF. According to the dynamic resonance test results, SWCNT and SF caused the damping ratio to improve. Proving each other, the UPV, Leeb hardness and density values decreased with the addition of SWCNT. This was due to void formation due to low machinability. The compressive and flexural strengths of mixtures containing only carbon nanotubes were significantly reduced compared to the reference sample, but the addition of steel fiber slightly improved the values. In SEM morphology analysis, it has been reported that the particles in the SS sample have irregular shapes and the particles form a compact structure by intermingling with each other. It was observed that the pore size increased, and crack formation was prevented in the microstructure of the SS sample, depending on the silica sand ratio. In the SEM images of CNT reinforced silica sand samples (SS-CNT0.2 and SS-CNT0.3), it was stated that the SWCNT fibers in the cement matrix contributed to the reduction of the electrical resistance of the sample by establishing a conductive bond between the hydration products. However, the SWCNT in the cement mixture was not very effective in improving the strength properties of the concrete sample due to poor bridging function in the matrix porous structures. Although the SWCNTs were not fully active in the porous structures in the EDS-mapping analysis, their distribution in morphology improved the electrical conductivity of the sample. The crystalline phases in the structure were determined by X-ray analysis of SS, SS-CNT0.2 and SS-CNT0.3 samples. Accordingly, it was understood that the microstructures in the SEM characterizations and the XRD results were compatible with each other. It has been explained that the carbon peak intensities determined in the XRD phase analyzes of the samples containing SWCNT in the cement mixture are effective on the strength and conductivity of the concrete sample.

ACKNOWLEDGEMENTS

This study was carried out within the scope of the project coded STB-072161 of Fibrobeton R&D Center. Thank you to Fibrobeton Company for their support. We also thank Eti Krom Inc. for their support of olivine materials.

REFERENCES

- [1] Nežerka, V., Bílý, P., Hrbek, V., & Fládr, J. (2019). Impact of silica fume, fly ash, and metakaolin on the thickness and strength of the ITZ in concrete. *Cement and Concrete Composites*, 103, 252–262.
- [2] Zhan, B. J., Xuan, D. X., & Poon, C. S. (2019). The effect of nanoalumina on early hydration and mechanical properties of cement pastes. *Construction and Building Materials*, 202, 169–176.
- [3] Rupasinghe, M., San Nicolas, R., Mendis, P., Sofi, M., & Ngo, T. (2017). Investigation of strength and hydration characteristics in nano-silica incorporated cement paste. *Cement and Concrete Composites*, 80, 17–30.
- [4] Zhou, C., Li, F., Hu, J., Ren, M., Wei, J., & Yu, Q. (2017). Enhanced mechanical properties of cement paste by hybrid graphene oxide/carbon nanotubes. *Construction and Building Materials*, 134, 336–345.
- [5] Nguyen, T. N. M., Yoo, D.-Y., & Kim, J. J. (2020). Cementitious material reinforced by carbon nanotube-Nylon 66 hybrid nanofibers: Mechanical strength and microstructure analysis. *Materials Today Communications*, 23, 100845.
- [6] Gopalakrishnan, K., Birgisson, B., Taylor, P., & Attoh-Okine, N. O. (Eds.). (2011). *Nanotechnology in Civil Infrastructure*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg.
- [7] Danoglidis, P. A., Konsta-Gdoutos, M. S., Gdoutos, E. E., & Shah, S. P. (2016). Strength, energy absorption capability and self-sensing properties of multifunctional carbon nanotube reinforced mortars. *Construction and Building Materials*, 120, 265–274.

- [8] Zheng, L. X., O'Connell, M. J., Doorn, S. K., Liao, X. Z., Zhao, Y. H., Akhadov, E. A., ... Zhu, Y. T. (2004). Ultralong single-wall carbon nanotubes. *Nature Materials*, 3(10), 673–676.
- [9] Makar, J. M., & Chan, G. W. (2009). Growth of Cement Hydration Products on Single-Walled Carbon Nanotubes. *Journal of the American Ceramic Society*, 92(6), 1303–1310.
- [10] Raki, L., Beaudoin, J., Alizadeh, R., Makar, J., & Sato, T. (2010). Cement and Concrete Nanoscience and Nanotechnology. *Materials*, 3(2), 918–942.
- [11] Konsta-Gdoutos, M. S., Metaxa, Z. S., & Shah, S. P. (2010). Highly dispersed carbon nanotube reinforced cement based materials. *Cement and Concrete Research*, 40(7), 1052–1059.
- [12] Parveen, S., Rana, S., Fanguero, R., & Paiva, M. C. (2015). Microstructure and mechanical properties of carbon nanotube reinforced cementitious composites developed using a novel dispersion technique. *Cement and Concrete Research*, 73, 215–227.
- [13] Abu Al-Rub, R. K., Ashour, A. I., & Tyson, B. M. (2012). On the aspect ratio effect of multi-walled carbon nanotube reinforcements on the mechanical properties of cementitious nanocomposites. *Construction and Building Materials*, 35, 647–655.
- [14] Lee, H., Kang, D., Kim, J., Choi, K., & Chung, W. (2019). Void detection of cementitious grout composite using single-walled and multi-walled carbon nanotubes. *Cement and Concrete Composites*, 95, 237–246.
- [15] Kim, J.-H., Choi, I.-J., & Chung, C.-W. (2021). Dispersion of single wall carbon nanotube using air entraining agent and its application to portland cement paste. *Construction and Building Materials*, 302, 124421.
- [16] Hu, T., Jing, H., Li, L., Yin, Q., Shi, X., & Zhao, Z. (2019). Humic acid assisted stabilization of dispersed single-walled carbon nanotubes in cementitious composites. *Nanotechnology Reviews*, 8(1), 513–522.
- [17] TYSON, B. M. (2012). Carbon nanotube and nanofiber reinforcement for improving the flexural strength and fracture toughness of Portland cement paste. Doctoral dissertation, Texas A & M University.
- [18] Brandt, A. M. (2008). Fibre reinforced cement-based (FRC) composites after over 40 years of development in building and civil engineering. *Composite Structures*, 86(1–3), 3–9.
- [19] Ryu, G. S., Kim, S. H., Ahn, G. H., & Koh, K. T. (2012). Evaluation of the Direct Tensile Behavioral Characteristics of UHPC Using Twisted Steel Fibers. *Advanced Materials Research*, 602–604, 96–101.
- [20] Yazıcı, Ş., İnan, G., & Tabak, V. (2007). Effect of aspect ratio and volume fraction of steel fiber on the mechanical properties of SFRC. *Construction and Building Materials*, 21(6), 1250–1253.
- [21] Kakooei, S., Akil, H. M., Jamshidi, M., & Rouhi, J. (2012). The effects of polypropylene fibers on the properties of reinforced concrete structures. *Construction and Building Materials*, 27(1), 73–77.
- [22] Su, Y., Li, J., Wu, C., Wu, P., & Li, Z.-X. (2016). Effects of steel fibres on dynamic strength of UHPC. *Construction and Building Materials*, 114, 708–718.
- [23] Liang, X., & Wu, C. (2018). Investigation on Thermal Conductivity of Steel Fiber Reinforced Concrete Using Mesoscale Modeling. *International Journal of Thermophysics*, 39(12), 142.
- [24] Liang, X., & Wu, C. (2018). Meso-scale modelling of steel fibre reinforced concrete with high strength. *Construction and Building Materials*, 165, 187–198.

- [25] Van Damme, S., Franchois, A., De Zutter, D., & Taerwe, L. (2004). Nondestructive determination of the steel fiber content in concrete slabs with an open-ended coaxial probe. *IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing*, 42(11), 2511–2521.
- [26] Lee, S. H., Kim, S., & Yoo, D.-Y. (2018). Hybrid effects of steel fiber and carbon nanotube on self-sensing capability of ultra-high-performance concrete. *Construction and Building Materials*, 185, 530–544.
- [27] Park, H. M., Kim, G. M., Lee, S. Y., Jeon, H., Kim, S. Y., Kim, M., ... Yang, B. J. (2018). Electrical resistivity reduction with pitch-based carbon fiber into multi-walled carbon nanotube (MWCNT)-embedded cement composites. *Construction and Building Materials*, 165, 484–493.
- [28] DEHGHANPOUR, H., DOĞAN, F., SUBAŞI, S., & MARAŞLI, M. (2022). Effects of single-walled carbon nanotubes and steel fiber on recycled ferrochrome filled electrical conductive mortars. *Journal of Sustainable Construction Materials and Technologies*.
- [29] DOĞAN, F., DEHGHANPOUR, H., SUBAŞI, S., & MARAŞLI, M. (2022). Characterization of carbon fiber reinforced conductive mortars filled with recycled ferrochrome slag aggregates. *Journal of Sustainable Construction Materials and Technologies*, 7(3), 145–157.
- [30] Marasli, M., Subasi, S., & Dehghanpour, H. (2022). Development of a maturity method for GFRC shell concretes with different fiber ratios. *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, 26(15).
- [31] SUBASI, S., DEHGHANPOUR, H., & MARASLI, M. (2022). Production and Characterization of GRC-SWCNT Composites for Shell Elements. *Materials Science*.
- [32] DEHGHANPOUR, H., & YILMAZ, K. (2020). Heat Behavior of Electrically Conductive Concretes with and without Rebar Reinforcement. *Materials Science*, 26(4), 471–476.
- [33] El-Dieb, A. S., El-Ghareeb, M. A., Abdel-Rahman, M. A. H., & Nasr, E. S. A. (2018). Multifunctional electrically conductive concrete using different fillers. *Journal of Building Engineering*, 15(June 2017), 61–69.
- [34] ASTM C597. (2009). Standard test method for pulse velocity through concrete. American Society for Testing and Materials.
- [35] ASTM C215. (2019). Standard Test Method for Fundamental Transverse, Longitudinal, and Torsional Resonant Frequencies of Concrete Specimens. American Society for Testing and Materials.
- [36] ASTM A956. (2006). Standard Test Method for Leeb Hardness Testing of Steel Products. American Society for Testing and Materials.
- [37] TS EN 196-1. (2005). Methods of testing cement–Part 1: Determination of strength. Turkish Standard.
- [38] Dehghanpour, H., Yilmaz, K., Afshari, F., & Ipek, M. (2020). Electrically conductive concrete: A laboratory-based investigation and numerical analysis approach. *Construction and Building Materials*, 260, 119948.
- [39] Tian, J., Fan, C., Zhang, T., & Zhou, Y. (2019). Rock breaking mechanism in percussive drilling with the effect of high-frequency torsional vibration. *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization and Environmental Effects*, 0(00), 1–15.
- [40] Luo, J., Duan, Z., Xian, G., Li, Q., & Zhao, T. (2015). Damping Performances of Carbon Nanotube Reinforced Cement Composite. *Mechanics of Advanced Materials and Structures*, 22(3), 224–232.

- [41] Dehghanpour, H., Subasi, S., Guntepe, S., Emiroglu, M., & Marasli, M. (2022). Investigation of fracture mechanics, physical and dynamic properties of UHPCs containing PVA, glass and steel fibers. *Construction and Building Materials*, 328, 127079.
- [42] Kabirova, A., Uysal, M., Hüsem, M., Aygörmez, Y., Dehghanpour, H., Pul, S., & Canpolat, O. (2022). Physical and mechanical properties of metakaolin-based geopolymers containing various waste powders. *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, 1–20.
- [43] Song, Z., Xue, X., Li, Y., Yang, J., He, Z., Shen, S., ... Zhang, N. (2016). Experimental exploration of the waterproofing mechanism of inorganic sodium silicate-based concrete sealers. *Construction and Building Materials*, 104, 276–283.
- [44] Gomez-Heras, M., Benavente, D., Pla, C., Martinez-Martinez, J., Fort, R., & Brotons, V. (2020). Ultrasonic pulse velocity as a way of improving uniaxial compressive strength estimations from Leeb hardness measurements. *Construction and Building Materials*, 261, 119996.
- [45] García-Del-Cura, M. Á., Benavente, D., Martínez-Martínez, J., & Cueto, N. (2012). Sedimentary structures and physical properties of travertine and carbonate tufa building stone. *Construction and Building Materials*, 28(1), 456–467.
- [46] Dehghanpour, H., Doğan, F., & Yılmaz, K. (2022). Development of CNT–CF–Al₂O₃-CMC gel-based cementitious repair composite. *Journal of Building Engineering*, 45, 103474.
- [47] Kang, J., & Al-sabah, S. (2020). Effect of Single-Walled Carbon Nanotubes on Strength Properties of Cement Composites. *Materials*, 1–21.
- [48] Musso, S., Tulliani, J. M., Ferro, G., & Tagliaferro, A. (2009). Influence of carbon nanotubes structure on the mechanical behavior of cement composites. *Composites Science and Technology*, 69(11–12), 1985–1990.
- [49] Saleh, N. J., Ibrahim, R. I., & Salman, A. D. (2015). Characterization of nano-silica prepared from local silica sand and its application in cement mortar using optimization technique. *Advanced Powder Technology*, 26(4), 1123–1133.
- [50] Huynh, T.-V., Seo, Y., & Lee, D. (2021). The Effect of Silica Sand Proportion in Laser Scabbling Process on Cement Mortar. *Metals*, 11(12), 1914.
- [51] Mousavi, M. A., & Bahari, A. (2019). Influence of functionalized MWCNT on microstructure and mechanical properties of cement paste. *Sādhanā*, 44(5), 103.



A Smart Movie Suitability Rating System Based on Subtitle

Murat IŞIK^{1*}

¹Kirsehir Ahi Evran University, Faculty of Engineering and Architecture, Department of Computer Engineering, 40100, Merkez/KIRŞEHİR

Article Info

Research article
Received:21/07/2022
Revision:07/11/2022
Accepted:21/11/2022

Keywords

Machine Learning
Subtitles
Movie Ratings
Parental Guidelines
NLP
Natural Language
Processing

Abstract

With the enormous growth rate in the number of movies coming into our lives, it can be very challenging to decide whether a movie is suitable for a family or not. Almost every developed country has a Movie Rating System that determines movies' suitability age. However, these current movie rating systems require watching the entire movie with a professional. In this paper, a model has been developed which can determine the rating level of the movie by only using its subtitle with no professional help. To convert the text data to numbers, TF-IDF (Term Frequency Inverse Document Frequency) vectorizer, WIDF (Weighted Inverse Document Frequency) vectorizer, and GWS (Glasgow Weighting Scheme) have been used. RF (Random Forest), SVM (Support Vector Machine), KNN (K-Nearest Neighbour) and MNB (Multinomial Naive Bayes) have been utilized to find the best combination that achieves the highest results. The accuracy of the results has been achieved of 85%. The result of the proposed classification approach is promising, and the model can be used by the movie rating committee for pre-evaluation.

Cautionary Note: There may be some inappropriate words in the paper that one may find offensive; however, this cannot be avoided because of the nature of the work.

1. INTRODUCTION

Movies produced in the world are growing at an exponential rate so the number of movies coming into our lives is increasing day by day. It can be very difficult to monitor if a movie is suitable for the family or not. That's why there is a system named "Movie Ratings" in almost every country. The Movie Ratings also called Parental Guidelines or Rating Certificate or Parental Certificate, provide information about the content and age-appropriateness of the movies. Before the movies are released, they are evaluated based on their content. Although many countries have their own movie rating processes and approaches, the drawback of these approaches is that they require a professional involvement which causes and consumes great time and effort. In this study, our motivation is to reduce the consumed time and effort by developing a model using the dialogues of characters in the movies.

In a movie, a story is proceeded by dialogues of characters also known as subtitles. These subtitles can contain detailed descriptions of all the information related to the movie [1], [2]. Hence, we can consider the subtitles as they constitute large amounts of conversational, interesting resources for dialogue modelling [3] and information about the movie. This means the subtitles of the movies can be used to analyse the content of the movies. By doing so, it's possible to identify various types of patterns. The use of these patterns enables extracting much information associated with the movies such as finding anomalies, correlations, similarities and so on. Therefore, many researchers have developed such techniques that extract meaningful information from movies for genre classification, browsing, searching, and indexing [1].

A model has been developed to classify a movie automatically into its suitability rating degree for the parental guide without any professional help by using its subtitle. For the suitability rating degree, The Motion Picture Association of America (MPAA) system has been used. The proposed model utilizes machine learning algorithms (ML) and natural language processing (NLP).

2. RELATED WORKS

Since determining the rating certificate of a movie just by using its subtitles is a novel idea, there are some gaps in the literature. However, there are other works to determine violent scenes of a movie using subtitles or image processing techniques on the video itself. Additionally, there have been some other papers for searching, extracting, and analysing various types of patterns using ML algorithms, Deep Learning techniques and NLP on movie subtitles.

Shafaei et al. [28] developed a model to predict MPAA ratings based on movie dialogues. They have used tagged dialogues which show the level of Violence, Profanity, Nudity, Frightening and Alcohol as the training data. With a recurrent neural network-based architecture, they have achieved an F1-score of 81%. Khan et al. [29] proposed a violence detection scheme to eliminate violent scenes from movies to stop underaged people from watching them. They segmented the entire movie into shots and classify these shots into violence and non-violence classes using a lightweight DL model. Shafaei et al. [30] developed a multi-modal DL pipeline addressing the movie trailer age suitability rating problem. They attempted to combine video, audio, and speech information. Shafaei et al. [33] proposed RNN-based architecture to classify a movie into its corresponding suitability age class of MPAA by using movie scripts. They have achieved a weighted F1-score of 78%.

Vajjala and Meurers [4] have created a model to analyse linguistic features of subtitles to measure the “Readability” degree for spoken language from the perspective of understanding. Their main idea was to classify a TV show for ages as a matter of understanding. They classified the shows into three classes and achieved an accuracy of 95.9%. The paper proves that subtitles can be used to classify a movie as a matter of understanding. Boguszewski et al. [5] applied different approaches to detect offensive and hateful speech. They have achieved a F1-Score of 77%. The paper shows that the subtitles can be used to specify if a movie has hateful dialogue.

Hesham et al. [6] developed a model to create a trailer from a video using its subtitles in 2018. The model was tested with movies, and they achieved an accuracy rate of 89% in classifying the movies into their corresponding genres but when it comes to creating an automatic trailer, they only achieved an accuracy of 47% comparing the original movie trailer. Their research aims to create a Trailer using subtitles without any professional interfere. The study shows that trailer frames can be detected just by using subtitles. Li et al. [9] propose a framework for classifying videos. Their aim was to automatically annotate and organize the videos using their named entity. They used several ML algorithms and achieved an accuracy of 43.60% - 46.58%. Katsioulis et al. [2] proposed an innovative method for the unsupervised classification of video content by applying NLP techniques to their subtitles. They utilized the TextRank algorithm, W3D technique and WordNet domains. They achieved various accuracy scores based on movie kind/genre. These studies aim to classify the videos/movies into their corresponding genre by using subtitles or named entities.

Bougiatiotis and Giannakopoulos [7] developed a model to determine the similarity between the movies in 2016. In their work, they utilize NLP and a topic modelling algorithm, namely Latent Dirichlet Allocation (LDA). Their model calculates the existence of a similar correlation between movies. Scaiano et al. [8] attempted to segment movies into scenes using subtitles. Cosine and the WordNet similarity measure have been calculated to specify the segments based on TextTiling which is for text segmentation. Their research aims to calculate a similarity score between movies. These studies show that the subtitles contain enough information about the movie to infer similarities. But they didn't work on Parental Guidelines.

Jenkins et. al. [10] studied violence in movies in 2005. They aimed to determine whether MPAA rating system distinguishes among the 3 primary rating categories (PG, PG-13, and R) with respect to violence. They worked on a sample of 100 films, a total of almost 2143 bodily violent actions from 1994. They concluded that the frequency of violence in films cannot be predicted by the rating system. The paper shows that determining only violent actions is not enough to predict the age rating. Martinez et. al. [34] develop a model to identify violence from the language used in movie scripts. Their approach was based on a broad range of features designed to capture lexical, semantic, sentiment and abusive language characteristics. SVM and RNN-based classification models were employed in their study, and they achieved a macro average F1 score of 60.4%.

Subtitles are textual versions of the dialogue in movies and provide condensed information about the contents of the movie [11]. Therefore, there are many works which use movie subtitles. Conventional strategies mostly focus on video classification [12], video segmentation [13], [14], parallel corpora [15], subtitles alignment [16], emotional classification [17] and so on. The novelty of this research is that the rating certificate of a movie for the parental guide can be simply defined just by using its subtitle. The comparison of the proposed model with conventional studies has been presented in Table 3.

Table 1. Comparison of previous studies

| <i>Study</i> | <i>Aim</i> | <i>Difference</i> |
|--|---|---|
| <i>Shafaei et al. [28]</i> | <i>Predicting MPAA rating based on movie used tagged dialogues. (They achieved 81% weighted F1-score)</i> | <i>The model needs tagged data and only works with respect to some specific severity tag as Violence, Profanity, Nudity, Frightening and Alcohol.</i> |
| <i>Khan et al. [29]</i> | <i>Eliminating just violent scenes from movies for underaged people using a lightweight deep learning model on the segmented movie. (They achieved an accuracy of 96.3%)</i> | <i>They only evaluate violent scenes for children's suitability but there are maybe other scenes like drugging, nudity and so on.</i> |
| <i>Shafaei et al. [30]</i> | <i>Addressing the movie trailer age suitability rating problem using a multi-modal deep learning model on movie trailers. (They achieved 86.06% weighted F1-score)</i> | <i>They didn't use subtitles and their model only tested with trailers.</i> |
| <i>Shafaei et al. [33]</i> | <i>To predict the suitability of the movie content for children and young adults based on scripts. (They achieved weighted F1-score of 78%)</i> | <i>The scripts are the story written with planned dialogues associated with actions. The scripts may change during to film the movie. However, subtitles are the last form of dialogue.</i> |
| <i>Martinez et al. [34]</i> | <i>To predict if a movie is violent or not using scripts of movies. (They obtained a macro-averaged F1-score of 60.4%)</i> | <i>They didn't use raw data in their study and the classification result is not considerably high.</i> |
| <i>Vajjala and Meurers [4]</i> | <i>Determining a readability score for spoken language based on subtitles. (They achieved a classification accuracy of 95.9%)</i> | <i>The study is for evaluating subtitles in the name of just determining the reading capacity. They didn't interest in any suitable age or Rating Certificate.</i> |
| <i>Boguszewski et al. [5]</i> | <i>Detecting offensive and hateful speech. (They obtained a macro-averaged F1-score of 77%)</i> | <i>They didn't work on determining the age of suitability but only detecting offensive and hateful speech</i> |
| <i>Hesham et al. [6]</i> | <i>Classifying the movies into their corresponding genres and creating a trailer using subtitles. (They achieved an accuracy 89% for classification the movies into genres and an accuracy 47% for automatic trailer.)</i> | <i>The subtitles only used for making genre classification and creating trailers. They didn't work on the Parental Guidelines.</i> |
| <i>Bougiatiotis and Giannakopoulos [7]</i> | <i>Developing a model to determine the similarity between the movies using subtitles.</i> | <i>The subtitles were only used to calculate similarities between movies not to determine Parental Guidelines.</i> |
| <i>Jenkins et. al. [10]</i> | <i>Determining whether MPAA rating system distinguishes among the 3 primary rating categories (PG, PG-13, and R) with respect to violence.</i> | <i>They just work to determine in the name of violent scenes, not for the suitability age.</i> |

3. METHOD

During the application phase of the study, a computer with Intel (R) Core (TM) i7-10750H CPU (2.6 GHz) processor feature, 32.00 GB of installed memory (RAM), and 64-bit Operating System, and 8GB Nvidia GPU system have been used. Also, each implementation in the study has been performed in python language with NLTK (Natural Language Toolkit) and spacy library. Figure 1 illustrates the proposed model architecture. The very first step is to collect the data and the second step is the pre-processing of the data which is one of the major steps. The last one is the training of the model. Each step will be detailed below.

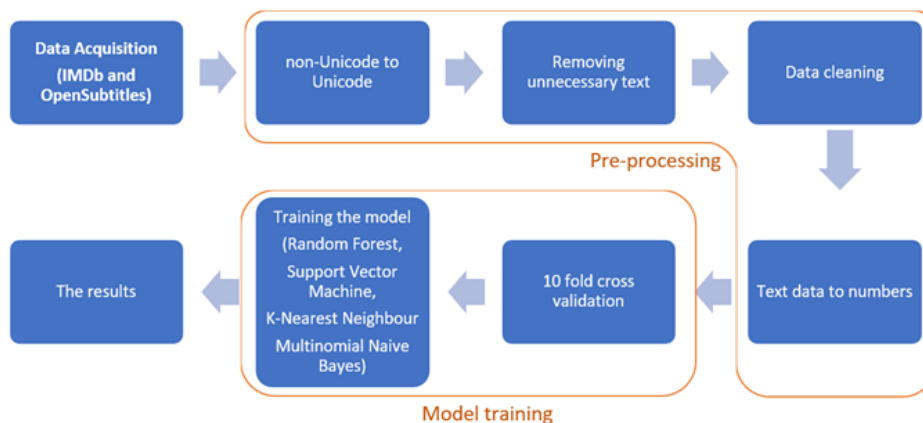


Figure 1. Model architecture diagram

3.1. Data Acquisition

Sometimes the determined rating may change over time as the age suitability rules are updated or if a movie is popular and it has high quality. Therefore, a couple of certain movie selection criteria have been used. IMDb movie quality measure also known as IMDb score was used to choose the movies. IMDb is one of the most popular platforms [18] that contains a great deal of information [19] about movies including the Parental Guidelines for many countries. IMDb has also reliable valid measures of movie quality [20] based on users' views. 279 movies have been used in compliance with the following criteria:

- To be 7.0 or more quality scores with at least 1000 users' views. The reason is that sometimes age suitability certificates may change after the movie is released in particular if the movie is popular and it has high quality.
- To be released between 2000 and 2022. The reason is that sometimes the determined rating may change over time as the age suitability rules are updated.

OpenSubtitles has been used to get the subtitles of the movies. OpenSubtitles provides a large collection of user-contributed subtitles in various languages for movies and TV programs [21]. Over 6 million subtitles in 65 different languages are available on the Web Page [22]. English subtitles of the chosen movies are downloaded from OpenSubtitles. It is noteworthy that sometimes a movie may have multiple subtitles for the same language, especially if the movie is relatively popular. In such cases, the best quality one has been preferred according to the subtitle quality rating of OpenSubtitles which is based on user reviews. USA rating class, UK rating class, names of the screenplay writer and IMDb score information were added to the subtitle files after they have been downloaded. The dataset has also been shared on the WEB for other research purposes [34].

Almost every country has its own movie rating system, but a movie may not have any rating certificate if it is not released in the country. In this study, the USA certificate rating system has been used to train and test the proposed model, since almost every movie has a rating certificate in this country. MPAA assigns age-based ratings for every film that is released in the United States [10]. Table 2 shows the Ratings Certificate System and the number of films ever made so far into their corresponding ratings based on IMDb. The table also lists the number of movies in compliance with the selection criteria and the distribution of the dataset. As it can be seen, the dataset is unbalanced due to the selection criteria. Besides, most of the movies are in R Class, then PG-13 class and PG Class. G Class are generally animations and

usually, their scores are less than 7.0. There are not many NC-17 Class movies and almost none of them has a higher score of 7.0. Therefore, the number of G and NC-17 Classes are not enough to train the model. So, only “R”, “PG-13” and “PG” Classes which are also known as primary rating categories [10] have been used.

Table 2. USA Movie Ratings Certificate [23]

| Rating Certificate | Suitable Ages (MPAA) | Movie Count | Movies match the criteria | Distribution of the Dataset |
|--------------------|--|--------------|---------------------------|-----------------------------|
| G | Nothing that would offend parents for viewing by children. | 1538 | 30 | 0 |
| PG | Parents are urged to give “parental guidance.” May contain some materials parents might not like for their young children. | 5130 | 242 | 51 |
| PG-13 | Parents are urged to be cautious. Some material may be inappropriate for pre-teenagers. | 5401 | 557 | 103 |
| R | Contains some adult material. Parents are urged to learn more about the film before taking their young children with them. | 17318 | 980 | 125 |
| NC-17 | Adult. Children are not admitted. | 77 | 7 | 0 |
| TOTAL | | 29464 | 1816 | 279 |

3.2. Pre-Processing

| | | | |
|---|---|--|---|
| 1 00:00:14,430 --> 00:00:17,020 [man over radio] We have a place, a compound. | a | 10 00:01:29,398 --> 00:01:32,604 <i>More like a fifth of tequila and ass-kicking.</i> | b |
| 58 00:03:36,552 --> 00:03:37,553 (AUTOMATED GATE OPENING) | c | 19 00:01:59,425 --> 00:02:00,993 } Go, go, go, go | d |
| 1 00:00:20,015 --> 00:00:25,020 Subtitles by explosiveskull | e | 26 00:01:55,915 --> 00:01:59,695 keeping the truth of their power from the outside world. | e |
| 177 00:11:08,920 --> 00:11:10,490 FRANKLIN: Joy! | f | 11 00:01:48,275 --> 00:01:49,418 GIRL: Dad? | g |

Figure 2. Different types of subtitles

There are a variety of subtitle formats like SRT, SUB, SSA and so on. Each of them has its own layout. SRT format which is the most regular and reachable one has been used for the study. Figure 2 shows some different content types of SRT format. SRT files consist of three parts. The first one is a number that shows the sequence of subtitles. The second one is the interval duration for subtitles to be appeared on the screen and the last one is the subtitle itself.

Before training the model, the subtitle files must be undergone several pre-processing steps. The first step is to fix encoding problems. The subtitles have specific formats and encodings [24] based on the language. Especially, older files rely on language-specific encodings instead of Unicode. Since we are only working in the English language, all the files must be Unicode. Dealing with non-Unicode files is a difficult and error-prone process, also opening non-Unicode files and reading non-Unicode characters are also other tough problems to deal with. In this step, all non-Unicode characters are converted to Unicode characters.

The second step is to remove unnecessary texts from Subtitle files. Because some contents in the subtitles give us no useful information about the movie rating certificate, such as time duration, subtitle sequence number, subtitled song lyrics (see Figure 2d) and attribution to the maker (see Figure 2e) and so on.

The third step is text cleaning using the advantage of regular expressions. Data cleaning is a process that includes removing unwanted characters from text data. The aim of this process is to prepare the raw text for analysing in machine learning algorithms. If we subdivide this cleaning process into six steps: (1) removing sound expressions which written between brackets and parentheses (see Figure 2c and Figure 2a) (2) removing the tag of the current speaker's name which is written in the uppercase form (see Figure 2g) (3) removing HTML tags which written between '<' and '>' (see Figure 2f and Figure 2b) (4) removing non-alpha and non-ASCII characters (5) removing punctuation marks and emoticon character encodings. (6) removing numbers.

The last step in pre-processing part is to remove some words depending on their occurrence frequency to prevent overfitting and improve classification accuracy. Thus, some word has been ignored if the word count is less than 16 and more than 70% of the entire subtitle. A crucial point is that if a word is ignored or allowed mistakenly, some important terms may loose and thus may reduce the classification quality. Figure 3 shows an example of pre-processed data.

| | |
|---|---|
| <pre> 66 00:08:53,241 --> 00:08:56,962 ..if you were to see the Brittle Brothers again, you could recognize them? 143 00:16:18,060 --> 00:16:20,734 I track that man, I find that man, I kill that man. 146 00:16:27,904 --> 00:16:30,703 I show that corpse to the authorities, proving yes, indeed, </pre> | <pre> brittle brothers recognize track man find man kill man corpse authorities proving indeed </pre> |
|---|---|

Figure 2. A part of subtitle before (a) and after (b) pre-processing procedure

Machine learning algorithms only work on numbers, not raw text data. In the literature, there are many different models for representing text documents with numbers. The selection of the model may significantly affect the accuracy rate. Among these models, TF-IDF vectorizer is one of the most famous algorithms used in text mining research [25] [26]. TFIDF vectorizer, WIDF vectorizer and Glasgow weighting scheme (GSW) have been used for classification. The dataset is limited due to the movie selection criteria therefore 10-cross validation has been used during the training to prevent overfitting.

3.2.1. Term Frequency Inverse Document Frequency (TF-IDF)

TF-IDF is a very common algorithm to transform the raw text into a meaningful representation of numbers which can be used for ML algorithms for prediction. The core idea of TF-IDF is not only to measure the word frequency but to measure the weightage of the word and this way calculate the importance of the word in the overall context. As it can be understood from Equation 1, TF-IDF concerns term occurrence across a collection of texts but a drawback of TF-IDF is that all the texts that contain a certain term are treated equally. So, TF-IDF does not distinguish between one occurrence of a term in a text and many [31]. In this paper, we call this problem as "Proportional Importance".

$$TFIDF(d, t) = TF(d, t) \cdot \log\left(\frac{N}{df(t)}\right) \quad 1$$

Where N is the total number of files in the corpus. Then, df(t) is the number of documents containing the word t. TF(d,t) is obtained by dividing the number of occurrences of the word t in file d to sum of the occurrences of all words in the file d.

3.2.2. Weighted Inverse Document Frequency (WIDF)

WIDF's main purpose is to take into account the occurrence counts of a term. As it can be seen from Equation 2, WIDF overcomes the Proportional Importance problem by weighting terms that sum up to one over the collection of texts [31]. In this way, the greater number of appearance of words in the document

will provide greater value relevance. Our purpose is to see if the occurrence count has any effect on this study.

$$WIDF(d, t) = \frac{TF(d, t)}{\sum_{i \in N} TF(i, t)} \quad 2$$

Where d is a document collection, t is word or term, i is a related document. Then, TF (d, t) is the appearance of a word (t) in a document divided by TF (i, t), which is the total number of words (t) in the related document (i).

3.2.3. Glasgow Weighting Scheme (GSW)

As it can be seen from the Equation 3, GSW is similar to TF-IDF vectorizer. However, the difference lies in the frequency part of the equations, especially in the normalization [32].

$$GSW(d, t) = \frac{\log(TF(d, t) + 1)}{\log(\text{length of } d)} \cdot \left(\log\left(\frac{N}{df(t)}\right) + 1 \right) \quad 3$$

Where N is the total number of files in the corpus. Then, df(t) is the number of documents containing the word t. TF(d,t) is obtained by dividing the number of occurrences of the word t in file d to sum of the occurrences of all words in the file d.

Since the stop words like ‘the’, ‘you’, ‘can’ and so on will not have any good effect on the model, the standard spacy library for English has been used to remove the stop words with all vectorizers. As a classifier, RF, SVM, KNN and MNB have been chosen. They are well-known algorithms in the literature, and they have been widely used [27]. The hyperparameters used with ML algorithms will be detailed. Accuracy, F1-Score, precision, and recall have been used to compare and analyse the results.

3.3. Model Training

SVM is an algorithm that is based on statistical learning theory by finding a hyperplane in N-dimensional space that distinctly classifies the data points. With the SVM model, sigmoid type, 30-degree polynomial kernels have been used for training. RF is an ensemble of many decision trees. With the RF, 1000 trees have been used for training and the entropy function has been used as a quality measure. The core idea of KNN is that similar points are near to each other. So simply we can say that this algorithm performs classification based on the distance measure of the samples in the data points. With the KNN, 15 neighbours and Euclidean as a distance metric have been used. For closer neighbours to have a greater influence, the distance function was used as a weight function. MNB is a probability-based classification algorithm based on Bayesian theorem. With the MNB, smoothing parameter has been set to 0.9, 1.0 and 1.1 separately.

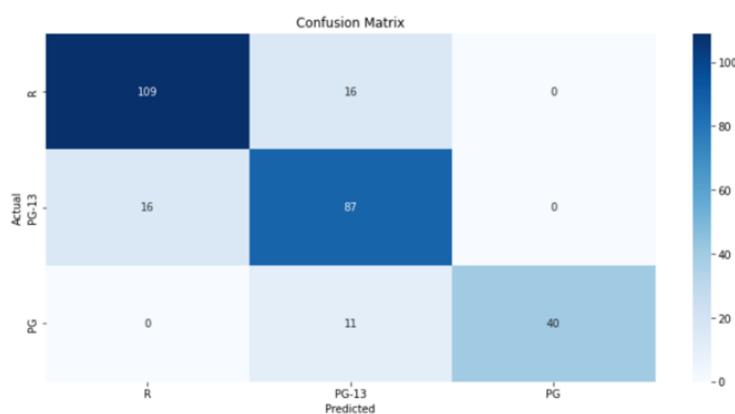
4.RESULTS

Table 3 shows the Classification Performance. Since 10-cross validation on the test/train dataset has been used, all the results are the macro average of 10-cross samples. An accuracy of 85% has been achieved with RF classifier using GSW as a feature extractor. A similar accuracy of 83% has also been obtained with SVM algorithm with TF-IDF. Although the model is trained with various types of hyperparameters with KNN, the accuracy never gets better than 45% with GSW and WIDF vectorizers. 85% accuracy shows how close the predicted rating classes are to their true classes, while precision of 87% shows how close the predicted classes to each other.

Figure 4 visualizes and summarizes the performance of RF algorithm which has the highest accuracy with GSW as a future extractor. Since 10-Cross validation has been used during training process, the confusion matrix is concatenated matrix which is generated by all confusion matrices from 10 samples. 2% of R Class movies, 1,65% of PG-13 Class movies and 5,6% pf PG Class movies has been misclassified.

Table 3. Classification Performance

| Vectorizer | Classifier | Macro average Accuracy | Macro average Precision | Macro average Recall | Macro average F1-score |
|------------|------------|------------------------|-------------------------|----------------------|------------------------|
| TF-IDF | SVM | 0.82 | 0.86 | 0.83 | 0.83 |
| | RF | 0.83 | 0.88 | 0.83 | 0.84 |
| | KNN | 0.74 | 0.79 | 0.72 | 0.73 |
| | NB | 0.77 | 0.83 | 0.75 | 0.76 |
| WIDF | SVM | 0.76 | 0.80 | 0.76 | 0.77 |
| | RF | 0.84 | 0.87 | 0.85 | 0.85 |
| | KNN | 0.45 | 0.25 | 0.35 | 0.23 |
| | NB | 0.75 | 0.77 | 0.78 | 0.76 |
| GSW | SVM | 0.74 | 0.81 | 0.73 | 0.74 |
| | RF | 0.85 | 0.87 | 0.85 | 0.85 |
| | KNN | 0.45 | 0.21 | 0.35 | 0.24 |
| | NB | 0.70 | 0.69 | 0.74 | 0.69 |

**Figure 3.** Confusion matrix of RF algorithm with GSW

5. DISCUSSION

In this study, four different classifiers namely, SVM, RF, KNN, MNB have been used with three different text feature extractors TF-IDF, WIDF, GSW. Each classifier has been tried with each feature extractor, hence there are 12 different results. Choosing the films in accordance with the film selection criteria has caused to limit the amount of data. The limited training data can cause undesired overfitting. A cross-validation procedure has been utilized to prevent this issue during the training process.

G Class are generally animations and there are not many NC-17 Class movies. Also, almost none of them is suitable for the movie selection criteria. So, the proposed model does not work on NC-17 Class and G Class movies. It only deals with three classes; R Class, PG 13 Class, and PG Class which are known as primary rating categories [10]. As a matter of fact, most of the movies are already in these rating classes.

The proposed model with RF algorithm and GSW has reached to the highest accuracy of 85%. Although some algorithms other than RF with GSW in this study appear to give similar high accuracy, their recall and F1-score are lower. The results validate that RF algorithm with GSW can be used on the subtitles to classify movies into their Rating Certificate of MPAA. In other words, the proposed model can accurately predict a movie to its corresponding suitability class with 85% probability.

The comparison of the proposed model with similar studies has been presented in Table 3. Since none of these studies in Table 3 has classified movies into their corresponding age certificate based on subtitles, it is therefore not possible to make quantitative comparisons with the proposed strategy. As has been discussed, determining the rating certificate of a movie through its subtitles is a novel strategy in this paper.

In movies, words that appear too frequently or less may affect the accuracy of the classification results. For example, a specific person, place, or object name can be decisive for age suitability during the training. Thus, if there has been a word used less or more than a certain number through the entire subtitle, that particular word has been ignored in the proposed method. The reason is that there is a trade-off between the ignored word count and the accuracy of the results. In this paper, the optimum accuracy of the results has been achieved when the number of word counts is less than 16 and more than 70% of the entire word count. The accuracy in this case study has reduced down to 56% when the limits are not applied while the optimum accuracy has been achieved as 85%.

A drawback of the proposed model is that there could be some silent scenes where inappropriate content may appear which affect the rating directly but cannot be precisely evaluated with the model. Since the proposed model only works based on subtitles. To determine the suitability age of a movie in the conventional approach, every single part of a movie including silent scenes should be analysed in considering whether it contains any Sex, Nudity, Violence, Gore, Profanity, Alcohol, Drugs, Smoking, Frightening, Intense and so on. The proposed model has achieved an accuracy of 85% only with subtitles. The main reason for such high accuracy is because there is a typical conversation regarding any inconvenient scenes either before or after that particular scene including silent ones. By way of an example, if there is a drug usage on a silent scene, there would be a conversation either before or after the usage of the drug. In almost every inappropriate scene, this approach can be used. However, 16 R Class movies have been misclassified by the proposed model. The underlying reason is that the movies contain some sex and nudity without any related conversation. The mentioned drawback can be pruned in the next version of this paper by taking advantage of image processing and deep learning techniques on the frames of movies. The success of classification results from R to PG-13 and from PG-13 to PG gets lower gradually. This may be due to the distribution ratio in the dataset, which gets lower from R to PG-13 and from PG-13 to PG.

The golden method for rating a movie is watching the whole movie with a professional help and defining an age limit. The proposed model uses the weightage of words giving the importance of that particular word in the overall context. By utilizing those bags of words, the model has determined the rating of the movie with an accuracy of 85%. Therefore, the professional help is not always necessarily needed owing to the acceptable accuracy of the proposed strategy.

4.CONCLUSIONS

The movie rating system is the way for defining suitability age. Developed countries have their own strategies to determine suitability age. The main drawback of these strategies is the requirement of watching the entire movie with a professional. In this paper, a new model has been proposed to determine the Parental Guidelines of a movie without the need for a professional help. The result of the proposed classification approach is promising and can be used by the rating committee for pre-evaluation.

Future work may combine the proposed model with a new model which aim to silent scenes by taking advantage of image processing and deep learning techniques. In this way, it can be achieved to further increase the accuracy of the results.

REFERENCES

- [1] Park SB, Kim HN, Kim H, Jo GS "Exploiting script-subtitles alignment to scene boundary detection in movie". 2010 IEEE International Symposium on Multimedia, Taichung, Taiwan, 13-15 December 2010.
- [2] Katsioulis P, Tsetsos V, Hadjiefthymiades S. "Semantic Video Classification Based on Subtitles and Domain Terminologies". KAMC 2007 Workshop on Knowledge Acquisition from Multimedia Content, Genoa, Italy, 5 December 2007.

- [3] Lison P, Meena R. "Automatic turn segmentation for movie & tv subtitles". 2016 IEEE Spoken Language Technology Workshop (SLT), San Juan, Porto Riko, 13-16 December 2016.
- [4] Vajjala S, Meurers D. "Exploring measures of 'readability' for spoken language: Analyzing linguistic features of subtitles to identify age-specific tv programs", 3rd Workshop on Predicting and Improving Text Readability for Target Reader Populations (PITR), Gothenburg, Sweden, 27 April 2014.
- [5] von Boguszewski N, Moin S, Bhowmick A, Yimam SM, Biemann C. "How Hateful are Movies? A Study and Prediction on Movie Subtitles". arXiv preprint, 2108.10724(1), 2021.
- [6] Hesham M, Hani B, Fouad N, Amer E. "Smart trailer: Automatic generation of movie trailer using only subtitles", IEEE 2018 First International Workshop on Deep and Representation Learning (IWDRL), Cairo, Egypt, 29-29 March 2018.
- [7] Bougiatiotis K, Giannakopoulos T. "Content representation and similarity of movies based on topic extraction from subtitles", 9th Hellenic Conference on Artificial Intelligence, Thessaloniki, Greece, 18-20 May 2016.
- [8] Scaiano M, Inkpen D, Laganiere R, Reinhartz A. "Automatic text segmentation for movie subtitles", 23rd Canadian Conference on Artificial Intelligence, Ottawa, Canada, 31 May - 2 June 2010.
- [9] Li Y, Rizzo G, Redondo García JL, Troncy R, Wald M, Wills G. "Enriching media fragments with named entities for video classification", 22nd International Conference on World Wide Web (WWW13), Rio de Janeiro Brazil, 13 – 17 May 2013.
- [10] Jenkins L, Webb T, Browne N, Afifi AA, Kraus J. "An evaluation of the motion picture association of america's treatment of violence in pg-, pg-13-, and r-rated films", American Academy of Pediatrics, 115(5), 512-517, 2005.
- [11] Park SB, Oh KJ, Kim HN, Jo GS. "Automatic subtitles localization through speaker identification in multimedia system". 2008 IEEE International Workshop on Semantic Computing and Applications, Incheon, South Korea, 10-11 July 2008.
- [12] Agarwal R. "Video Classification into Academic and Entertainment using Subtitles", Turkish Journal of Computer and Mathematics Education (TURCOMAT), 12(11), 5633-5639, 2021.
- [13] Lee AS, Oh H, Seo M. "ViSeRet: A simple yet effective approach to moment retrieval via fine-grained video segmentation", arXiv preprint, 2110.05146(2), 2021.
- [14] Abdhussain SH, Al-Haddad SAR, Saripan MI, Mahmmod BM, Hussien A. "Fast temporal video segmentation based on krawtchouk-tchebichef moments". Institute Electrical And Electronics Engineers, 8, 72347-72359, 2020.
- [15] Lison P, Doğruöz AS. "Detecting machine-translated subtitles in large parallel corpora", 11th Workshop on Building and Using Comparable Corpora (BUCC 2018), Miyzaki, Japan, 8 May 2018.
- [16] Saz O, Deena S, Doulaty M, Hasan M, Khaliq B, Milner R, Ng RWM, Olcoz J, Hain, T. "Lightly supervised alignment of subtitles on multi-genre broadcasts". Multimedia Tools and Applications, 77(23), 30533-30550, 2018.
- [17] Topal K, Ozsoyoglu G. "Emotional classification and visualization of movies based on their IMDb reviews", Information Discovery and Delivery, 45(3), 149-158, 2017.
- [18] Kumar HM, Harish BS, Darshan HK. "Sentiment Analysis on IMDb Movie Reviews Using Hybrid Feature Extraction Method", International Journal of Interactive Multimedia & Artificial Intelligence, 5(5), 109-114, 2019.

- [19] Dhir R, Raj A. "Movie success prediction using machine learning algorithms and their comparison", 2018 First International Conference on Secure Cyber Computing and Communication (ICSCCC), Jalandhar, India, 15-17 December 2018.
- [20] Baugher D, Ramos C. "The Cross-Platform Consistency of Online User Movie Ratings", *Atlantic Marketing Journal*, 5(3), 9, 2017.
- [21] Tiedemann J. "Finding alternative translations in a large corpus of movie subtitle", 10th International Conference on Language Resources and Evaluation (LREC'16), Portorož, Slovenia, 23-28 May 2016.
- [22] OpenSubtitles.org, "Subtitles", <https://www.opensubtitles.org>, (31.03.2022).
- [23] Motion Picture Association Inc, "The Voluntary Movie Rating System: How the Ratings Are Decided", <https://www.motionpictures.org/film-ratings>, (31.03.2022).
- [24] Mangeot M, Giguet E. "Multilingual aligned corpora from movie subtitles", *Information and Knowledge Processing Laboratory (LISTIC)*, 1, 6-14, 2005.
- [25] Dadgar SMH, Araghi MS, Farahani MM. "A novel text mining approach based on TF-IDF and Support Vector Machine for news classification", 2016 IEEE International Conference on Engineering and Technology (ICETECH), Tamil Nadu India, 17-18 March 2016.
- [26] Durahim AO, Setirek AC, Özel BB, Kebapci H. "Music emotion classification for Turkish songs using lyrics", *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 24(2), 292-301, 2018.
- [27] Brigadoi I, Genre classification using syntactic features. MSc Thesis, Uppsala University, Uppsala, Sweden, 2021.
- [28] Shafaei M, Samghabadi NS, Kar S, Solorio T, "Age suitability rating: Predicting the MPAA rating based on movie dialogues", In *Proceedings of The 12th Language Resources and Evaluation Conference*, Marseille, France, 13-15 May 2020.
- [29] Khan SU, Haq IU, Rho S, Baik SW, Lee MY, "Cover the violence: A novel Deep-Learning-Based approach towards violence-detection in movies", *Applied Sciences*, 9(22), 4963, 2019.
- [30] Shafaei M, Smailis C, Kakadiaris I, Solorio T, "A Case Study of Deep Learning-Based Multi-Modal Methods for Labeling the Presence of Questionable Content in Movie Trailers", *International Conference on Recent Advances in Natural Language Processing (RANLP 2021)*, Online, 1-3 September 2021.
- [31] Tokunaga T, Makoto I, "Text categorization based on weighted inverse document frequency", In *Special Interest Groups and Information Process Society of Japan (SIG-IPJS)*, 1994.
- [32] Sabbah T, Selamat A, Selamat MH, Al-Anzi FS, Viedma EH, Krejcar O, Fujita H, "Modified frequency-based term weighting schemes for text classification", *Applied Soft Computing*, 58, 193-206, 2017.
- [33] Shafaei M, Samghabadi NS, Kar S, Solorio T, "Rating for parents: Predicting children suitability rating for movies based on language of the movies", *arXiv preprint arXiv:1908.07819*, 2019.
- [34] Martinez VR, Somandepalli K, Singla K, Ramakrishna A, Uhls YT, Narayanan S, "Violence rating prediction from movie scripts", In *Proceedings of the AAAI Conference on Artificial Intelligence (Vol. 33, No. 01, pp. 671-678)*, July, 2019.
- [35] www.kaggle.com/dataset/e6440f4fb6d17b55e56ee8baffb55d9dc7931560b4b710608db33ab5c29296c7, E.T.: 16.07.2022

Experimental Investigation of the Effects of Different Heat Treatment and Climatic Applications on the Physical and Mechanical Properties of Structural Wood

Mustafa ALTUNOK^{1,*}  Ramazan BÜLBÜL¹  Mehmet GÜNEŞ² 

¹ Gazi University, Faculty of Technology, WoodproductsIndustrial Engineering Department,06500, Yenimahalle/ANKARA

² Çankırı Karatekin University Vocational School Department of Design Interior Architecture, 18200, Merkez/ÇANKIRI

Graphical/Tabular Abstract

Article Info:

Research article
Received: 18.10.2022
Revision: 31.01.2023
Accepted: 03.03.2023

Highlights

- Heat treatment
- Climatic Conditions.
- Mechanical strength, Thermal conductivity

Keywords

Heat treatment
Structural wood
Thermal conductivity
Modulus of elasticity
Bending strength

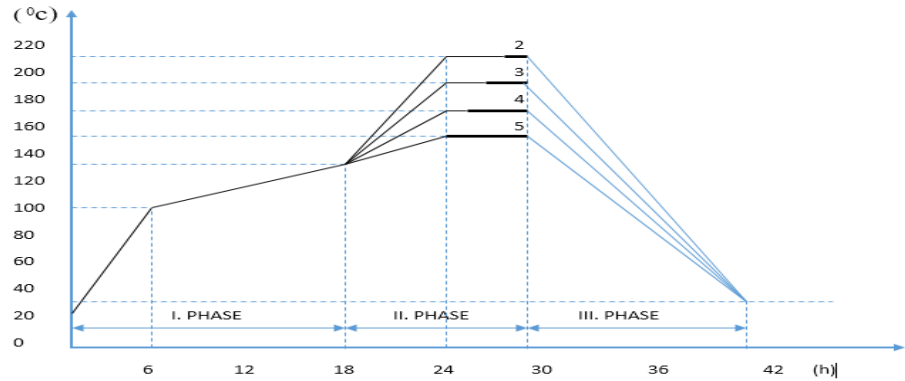


Figure A. Temperature and time change in heat treatment phases

Purpose: In this study, Scotch pine (*Pinus Sylvestris*), chestnut (*Castanea Sativa*), and sessile oak (*Quercus Petraea*) wood, which are widely used in production, were given to the samples for 5 hours at 150°C, 4 hours at 170°C, and 3 hours at 190°C. hours, heat treatment was applied at 210°C with a temperature and duration of 2 hours. After the heat treatment, climatic treatment was applied to the samples at 20±2°C temperature 65% ±5% relative humidity, 40±2°C temperature 35±5% relative humidity, 10±2°C temperature 50±5% relative humidity conditions. density, bending strength, modulus of elasticity, thermal conductivity coefficient, and heat permeability value changes were determined. At this stage, it was determined in which heat treatment condition the climatic condition (seasonal effect) caused the least mechanical and physical change. In the heat treatment with four different conditions in each wood species, some variable effects of decreasing the processing time on the mechanical and physical properties of the wood were investigated while the temperature degrees increased. Thus, it was tried to determine “which temperature, which time, and which climatic condition is optimum”.

Methods: In many literature studies, the effect of heat treatment applied at any or more temperatures on the physical and mechanical properties of wood material has been investigated. In this study, unlike the others; Optimization of heat treatment temperature-heat treatment time was made for each wood species and four heat treatment conditions (starting with low temperature and long time and ending with very high temperature and a short time: 5 hours at 150°C, 4 hours at 170°C, 3 hours at 190°C, 2 hours at 210°C).

Results and Conclusion:: As a result, while the losses in physical and mechanical properties of wood due to structural deterioration are low in low temperature and long-term different heat treatment processes, these losses increase more in high temperature and short-term heat treatment conditions, therefore 170°C/4s and 190°C/3s heat treatment processes. It has been determined that the processing conditions are more suitable, the self-load of the wood and the thermal conductivity coefficient are decreased, the insulation and mechanical resistance values are increased, and the climate condition suitable for the use of wood (in terms of equilibrium humidity) is 40 °C 35%.



Experimental Investigation of the Effects of Different Heat Treatment and Climatic Applications on the Physical and Mechanical Properties of Structural Wood

Mustafa ALTUNOK^{1,*} Ramazan BÜLBÜL¹ Mehmet GÜNEŞ²

¹Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Ağaççileri Endüstri Mühendisliği Bölümü, 06500, Yenimahalle/ANKARA

²Çankırı Karatekin Üniversitesi, Meslek Yüksekokulu, Tasarım Bölümü, İç Mekan Tasarım, 18200, Merkez/ÇANKIRI

Abstract

In this study, Scotch pine (*Pinus Sylvestris*), chestnut (*Castanea Sativa*) and sessile oak (*Quercus Petraea*) wood, which are widely used in the production of wood products, were tested at 150°C for 5 hours, at 170°C for 4 hours, at 190°C for 3 hours. Heat treatment was applied at 210°C with a temperature and duration of 2 hours. Variable effects of decreasing the processing time while increasing the temperature in heat treatment on wood properties were investigated. For this purpose, a total of 1440 samples were prepared from three wood species. After the heat treatment, climatic treatment was applied to the samples at 20±2°C temperature 65% ±5% relative humidity, 40±2°C temperature 35±5% relative humidity, 10±2°C temperature 50±5% relative humidity conditions. density, bending strength, modulus of elasticity, thermal conductivity coefficient and heat permeability value changes were determined. As a result, while the losses in the physical and mechanical properties of wood due to structural deterioration are low in low temperature and long-term heat treatment processes, these losses increase more in high temperature and short-term heat treatment conditions, therefore 170°C/4s and 190°C/3s heat treatment processes. It has been determined that the processing conditions are more suitable, the self-load of the wood and the thermal conductivity coefficient are reduced, the insulation and mechanical resistance values increase, and the climate condition suitable for wood use (in terms of equilibrium humidity) is 40°C%35.

Makale Bilgisi

Araştırma makalesi
Başvuru: 18.10.2022
Düzeltilme: 31.01.2023
Kabul: 03.03.2023

Keywords

Heat treatment
Structural wood
Thermal conductivity
Modulus of elasticity
Bending strength

Anahtar Kelimeler

Isıl işlem
Yapısal ahşap
Isıl iletkenlik
Elastikiyet modülü
Eğilme direnci

Farklı Isıl İşlem ve Klimatik Uygulamanın Yapısal Ahşabın Fiziksel ve Mekanik Özellikleri Üzerine Etkilerinin Deneysel İncelenmesi

Öz

Bu çalışmada, ağaç ürünler üretiminde yaygın olarak kullanılan Sarıçam (*Pinus Sylvestris*), kestane (*Castanea Sativa*) ve sapsız meşe (*Quercus Petraea*) odunu örneklerle 150°C'de 5 saat, 170°C'de 4 saat, 190°C'de 3 saat, 210°C'de 2 saatlik sıcaklık ve sürelerle ısıl işlem uygulanmıştır. Isıl işlemde sıcaklık artarken işlem sürenin azalmasının ahşap özelliklerindeki değişken etkileri araştırılmıştır. Bu maksatla üç ahşap türünden toplam 1440 adet örnek hazırlanmıştır. Isıl işlemden sonra örneklerle 20±2°C sıcaklık %65 ±5 nispi nem, 40±2°C sıcaklık %35±5 nispi nem, 10±2°C sıcaklık %50±5 nispi nem şartlarında klimatik işlem uygulanmış ve bu örneklerde ilgili standartlara göre; yoğunluk, eğilme direnci, elastiklik modülü, ısı iletkenlik katsayısı ve ısı geçirgenlik değeri değişimleri belirlenmiştir. Sonuç olarak, düşük sıcaklık ve uzun süreli farklı ısıl işlem süreçlerinde ahşabın yapısal bozunuma bağlı fiziksel ve mekanik özelliklerinde kayıpları az iken, yüksek sıcaklık ve kısa süreli ısıl işlem şartlarında bu kayıpların daha fazla arttığı, bu nedenle 170°C/4s ve 190°C/3s ısıl işlem şartlarının daha uygun olduğu, ahşabın öz yükünün ve ısıl iletkenlik katsayısının azaldığı, yalıtkanlığının ve mekanik direnç değerlerinin artış kaydettiği, ahşap kullanımı için (denge rutubeti bakımından) uygun olan iklim şartının ise 40°C%35 olduğu tespit edilmiştir.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Isıl işlemin, neme, haşaratların atağına ve çürümeye karşı bir ahşap modifikasyon yöntemi olarak uzun zamandan beri kullanıldığı bilinmektedir. Ancak, yüksek sıcaklık ve uzun süreli ısıl işlem uygulamaları mekanik özelliklerde önemli oranda kayıplara neden olmaktadır. Bu durum dikkate alınarak, farklı sıcaklık derecesi ve sürelerde ısıl işlemin ahşap malzemenin özelliklerine etkileri literatüre bakıldığında araştırılmaya devam ettiği anlaşılmaktadır.

Isıl işlemin ahşabın mekanik özelliklerini etkilediği ve sert ağaç türlerinin yumuşak ağaç türlerinden daha hassas olduğu bildirilmiştir. Laboratuvar ve saha testlerinde ısıl işlem görmüş ahşabın zemin ile temas gören yerlerde kullanılması önerilmiştir [1]. Isıl işlem sürecinde odunda direnç kayıpları meydana geldiği için üzerine yük gelecek yerlerde kullanılması tavsiye edilmemiştir [2]. Sarıçam (*Pinus sylvestris* L.), Doğu kayını (*Fagus orientalis* L.) ve Karakavak (*Populus nigra* L.) odunlarından kesilen örnekler 130°C, 165°C ve 200°C'de 2, 6 ve 10 saat ısıl işleme maruz bırakılmıştır. Isıl işlemlen odunlarda mekanik özelliklerdeki en az düşüş 130°C'de 2 saat işlem görmüş örneklerden elde edilmiştir [3]. Yüksek sıcaklıklarda ısıl işlem gören örnekler için, eğilme direncindeki ortalama düşüş yaklaşık %44-50 iken elastikiyet modülünde sadece %4-9 azaldığı tespit edilmiştir [4].

Isıl işlem sıcaklığının artmasıyla eğilme direncinde %20 azalma, örneklerin MOE değerlerinde az miktarda artışlar kaydedilmiştir [5]. Boonstra ve arkadaşları yapıda ortaya çıkan gerilmeleri hesaba katarak, ısıl işlem görmüş odunların inşaatta kullanılabileceğini incelemişlerdir. Yapılan çalışmada iki aşamalı ısıl işlem uygulanmıştır. Birinci aşamada; örneklere 165°C'de 30 dakika hidro termoliz işlemine tabi tutulduktan sonra 50-60°C'lik sıcaklıkta kurutulmuştur. İkinci aşamada; 180°C'de 6 saat boyunca kızgın buhar işleminde bekletilmiştir. Bu işlemler sonucunda eğilme direncinde %6'lık ve elastiklik modülünde %17'lik bir artış sağlanmıştır [5]. Eğilme direncindeki azalma odun türüne ve işlem şartlarına bağlı olarak değiştiği tespit edilmiştir. Elastiklik modülü düşük sıcaklık ve kısa süreli ısıl işlemlerde artmış, daha yüksek sıcaklık ve uzun bekletme sürelerince azaldığı görülmüştür [6].

Sarıçam (*Pinus sylvestris* L.) odunu 4, 6 ve 8 saat süre ile 150°C, 170°C ve 190°C'de ısıl işleme tabi tutulmuştur. Isıl işlem sıcaklığı ve süresi arttıkça ağırlık kayıplarının da arttığı görülmüştür. En fazla ağırlık kaybı 8 saat ve 190°C'de, en az ise 4 saat ve 150°C işlem gören örneklerde tespit edilmiştir. Elastikiyet modülü en düşük 190°C'de en yüksek kontrol numunelerinde elde edilmiştir. Eğilme direnci en yüksek kontrol numunelerinde en düşük ise 190°C ve 8 saat süreyle ısıl işlem gören örneklerden elde edilmiştir [7]. Altunok ve arkadaşları yaptıkları çalışmada Karaçam ve dişbudak odunlarına ısıl işlem uygulamanın; hava kurusu ve tam kuru yoğunluk özelliklerini önemli oranda düşürmüştür. Bununla beraber çalışma, su geçirime, çarpılma veya burulmayı azalttığı bildirilmiştir [8]. Küreli ve arkadaşları yaptıkları çalışmada; Thermo-Prosesin meşe ve çam ahşap türünde teknolojik özelliklerin azalmasına neden olduğu bildirilmiştir (9). Fataratie ve arkadaşları yaptıkları çalışmada ısıl işlem süresi ve sıcaklığının artması eğilme direncinde kayıplara neden olmuştur. Düşük sıcaklıkta uzun süreli ısıl işlem, yüksek sıcaklıkta kısa süreli ısıl işleme kıyasla daha az performans azalması ile sonuçlanmıştır [10].

Metsä-Kortelainen ve arkadaşları yaptıkları çalışmada 170°C, 190°C, 210°C ve 230°C sıcaklıkta ısıl işlem görmüş, İskoç çamı ve Norveç ladinini arasında öz odun ve diri odunun su alma farklılıkları incelenmiştir. Isıl işlem, ladin ve çam öz odunlarının su almasını belirgin bir şekilde azaltmıştır. Isıl işlem sıcaklığı ne kadar yüksek olursa, emilen nem miktarı o kadar düşük bulunmuştur [11]. Saçlı ve arkadaşlarının yaptıkları çalışmada farklı iklim şartı ve doğal tanen ile modifikasyonun kontrol örneklerine göre ısı iletkenliği (λ) katsayısını azalttığı ve daha fazla yalıtıklık sağladığı tespit edilmiştir [12]. Ordu ve arkadaşlarının yaptıkları çalışmada Karaçamın (*Pinus nigra*), eğilme basınç ve yapışma direnci üzerine ısıl işlemin etkisini belirlemek için örneklere 150°C'de 4 saat ısıl işlem uygulanmıştır. Deneyler sonucunda ısıl işlem görmüş örneklerin sıcaklık artışından dolayı daha iyi sonuç verdiği tespit edilmiştir [12].

Bu çalışmada, dört farklı şartta ısıl işlem (düşük sıcaklık ve uzun süreden yüksek sıcaklık ve kısa süre süreye doğru değişen) uygulanmış ahşap türlerinde ve farklı iklim şartlarında yapısal ahşabın bazı mekanik ve termik özelliklerinin değişimi incelenmiştir. Araştırmada, farklı ısıl işlem sıcaklık ve sürelerinin

birbirleri arasında kıyaslama yapılarak, iklimsel farklılık bakımından optimum ısı işlem şartının belirlenmesi amaçlanmıştır.

2. MATERYAL VE METOTLAR (MATERIALS AND METHODS)

2.1. Ağaç Malzeme (Wood Material)

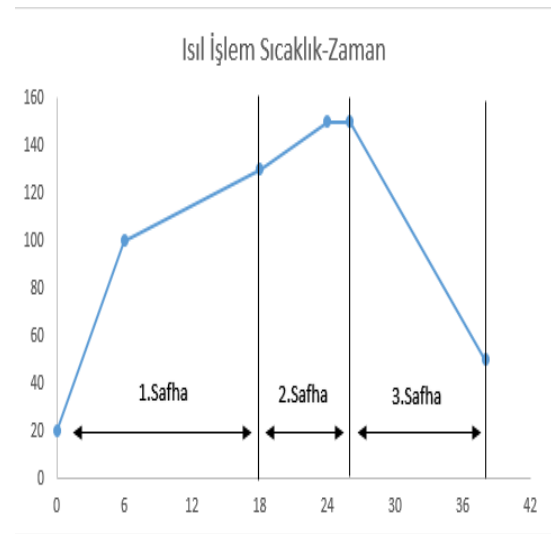
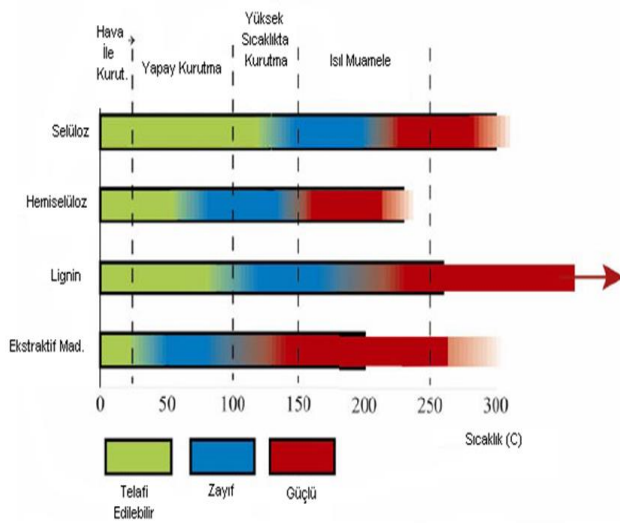
Araştırmada, I. sınıf Sarıçam (*Pinus Sylvestris*), kestane (*Castanea Sativa*) ve sapsız meşe (*Quercus Petraea*) odunu kullanılmıştır. Kusursuz, düzgün lifli her bir ahşap türünden yeterli miktarda kereste Ankara Keresteciler Sitesi'nden rasgele yöntemle temin edilmiştir.

2.2. Örneklerinin Hazırlanması, Isıl İşlem Şartı ve Test/Ölçümler (Preparation of Samples, Heat Treatment Condition and Test/Measurements)

Her üç ahşap türünden yeterli miktardaki taslak ahşap parçalara G.Ü. Teknoloji Fakültesi Ahşap Teknolojisi Laboratuvarında bulunan ısı işlem fırınında ısı işlem uygulanmıştır. Bu süreçte, ahşap örnek taslaklarına Tablo 1'de verilen sıcaklık ve sürelerde mümkün olduğu kadar oksijensiz bir ortamda buhar koruması altında ısı işlem uygulanmıştır. Bu işlemler üç aşamada gerçekleştirilmiştir (Şekil 1).

Tablo 1. Isıl işlem aşamaları

| Isıl işlem aşamaları | Sıcaklık (°C) | Süre (s) |
|------------------------------------|--|--|
| 1. Aşama: Ön kurutma | 100°C kadar | 6 saat |
| | 130°C kadar (buhar destekli) | 12 saat |
| | 150 (170, 190, 210) °C | 6 saat |
| 2. Aşama: Isıl işlem | 150 (170, 190, 210) °C sıcaklıkta bekletme, (gaz destekli) | 5 (4, 3, 2) saat |
| 3. Aşama: Soğutma ve iklimlendirme | 30°C (buhar destekli) | 10 saat sıcaklıkta bekletme (gaz destekli) |



Şekil 1. Isıl işlem uygulama aşamaları grafiği odun bozunum süreçleri (*Heat Treatment Handbook*)

Gerekli örneklere yetecek büyüklükte üç tür ahşaptan kaba boyutlarda işlemsiz taslak parçalara dört farklı şartta ısı işlem uygulandıktan sonra, tüm ahşap parçalar 20°C sıcaklık ve %65 nispi nem şartlarındaki iklimlendirme odasında değişmez ağırlığa ulaşmaya kadar (yaklaşık bir hafta) bekletilmiştir. İklimlendirilmiş taslak parçalardan Tablo 2’de yer alan test ve ölçümler için ilgili standartlarda belirtilen boyut ve sayıda örnek hazırlanmıştır. Örneklere *Universal Test Cihazında (Instron 5969)* eğilme ve eğilmede elastiklik modülü testleri, Linseis HFM300 cihazında ısı iletkenliği belirleme testi uygulanmıştır.

Tablo 2. Ahşap türü, ısı işlem ve iklim koşullarına göre mekanik ve fiziksel özellik deneme deseni

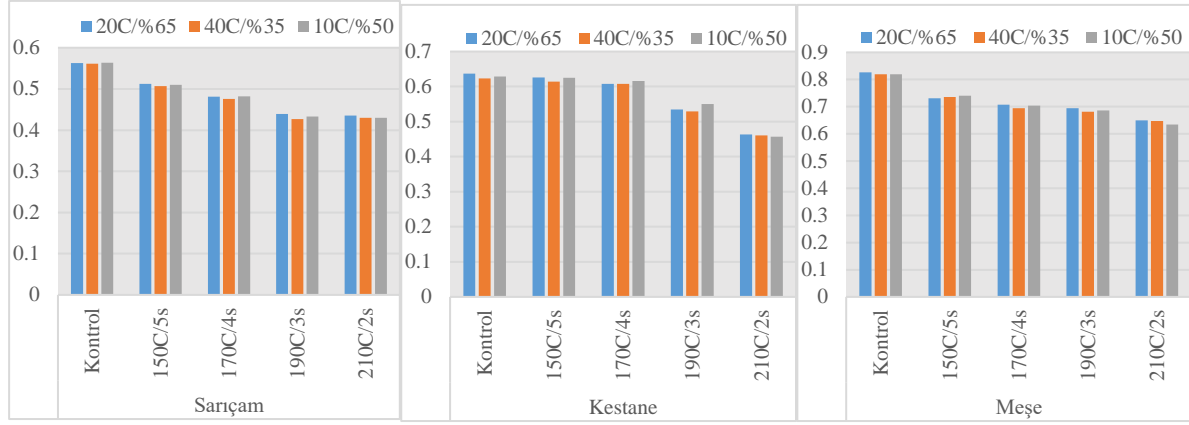
| Ahşap türü | Isıl işlem | Klimatik şart | Deney/ölçüm | Boyut (mm) | Adet | Toplam | Standart No |
|----------------------------|----------------------------------|---------------|-------------------|------------|------|--------|-------------|
| Sarıçam Kestane Meşe | 150/5 170/4 190/3 210/2 | 20°C/%65 | Yoğunluk | 20x20x20 | 10 | 120 | TS 2472 |
| | | | Eğilme direnci | 20x20x340 | 10 | 120 | TS 2472 |
| | | | Elastiklik modülü | 20x20x340 | 10 | 120 | TS 2472 |
| | | | U-Değeri | 20x295x295 | 10 | 120 | TS EN 12667 |
| | | | λ-Katsayısı | | | | |
| | | 40°C/%35 | Yoğunluk | 20x20x20 | 10 | 120 | TS 2472 |
| | | | Eğilme direnci | 20x20x340 | 10 | 120 | TS 2472 |
| | | | Elastiklik modülü | 20x20x340 | 10 | 120 | TS 2472 |
| | | | U-Değeri | 20x295x295 | 10 | 120 | TS EN 12667 |
| | | | λ-Katsayısı | | | | |
| | | 10°C/%50 | Yoğunluk | 20x20x20 | 10 | 120 | TS 2472 |
| | | | Eğilme direnci | 20x20x340 | 10 | 120 | TS 2472 |
| | | | Elastiklik modülü | 20x20x340 | 10 | 120 | TS 2472 |
| | | | U-Değeri | 20x295x295 | 10 | 120 | TS EN 12667 |
| | | | λ-Katsayısı | | | | |

Bu aşamadan itibaren, her bir ahşap türü ve 150/5s şarta sahip ısı işlem görmüş test örnekleri 200C/%65 iklimlendirme cihazına konarak, klimatize edildikten sonra eğilme direnci ve eğilmede elastiklik modülünü belirlemek üzere 10’ar adet örneklere üniversal test cihazında kırılıncaya kadar yükleme yapıldı ve sonuçlar kaydedildi. Isı iletkenlik katsayısı (λ) ve ısı geçirgenlik (u) değerleri örnekler üzerinde herhangi bir tahribat meydana gelmeden belirlendi. Daha sonra, eğilme direnci ve eğilmede elastiklik modülü belirlemede kullanılmak üzere kalan diğer tüm örnekler, ısı iletkenlik katsayısı ve ısı geçirgenlik (yalıtkanlık) belirlemede kullanılmış örnekler 40°C/%35 ve 10°C/%50 iklim şartlarında (her iki bahar, yaz ve kış mevsimlerini temsilen ve bu mevsimsel ortamlardaki ahşap malzemedeki değişimleri tespit için) bekletilerek test ve ölçüm işlemleri yapılmıştır. Aynı işlemler 170°C/4s, 190°C /3s ve 210°C /2s şartlara sahip ısı işlemli örneklerde ve her üç iklim şartında tekrarlanarak gerçekleştirilmiştir. Böylece, farklı ısı işlem düzeyine sahip her bir ahşap türünün ardışık olarak farklı iklim şartlarındaki mekanik davranışı ve termik davranışı belirlenmiştir.

3. DENEYSEL BULGULAR (EXPERIMENTAL RESULTS)

3.1. Yoğunluk (Density)

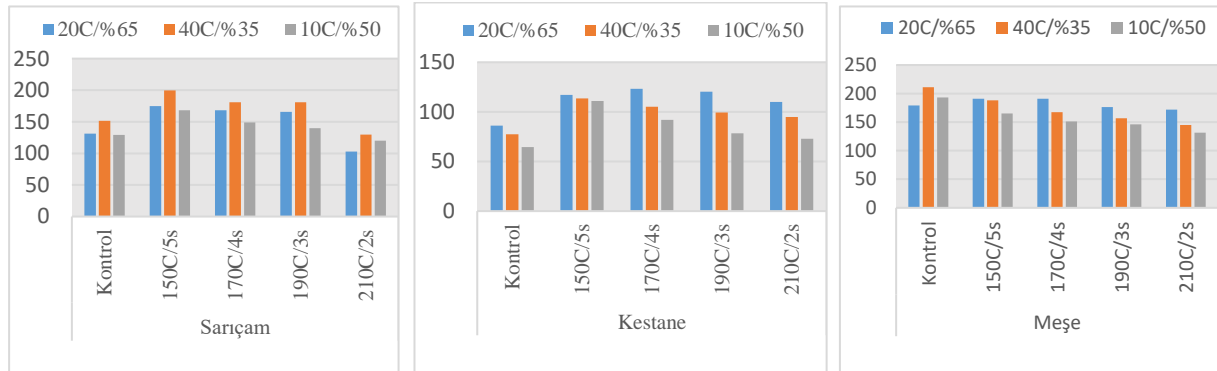
Dört farklı şartta ısı işlem uygulanmış ve üç farklı iklim şartında bekletilmiş her üç ahşap türü örneklerde yoğunluk değişim sonuçları Şekil 2’de verilmiştir. Buna göre, her üç ahşap türünde en yüksek yoğunluk değerleri kontrol örneklerinden Sarıçamda 0,563 g/cm³, kestane 0,636 g/cm³ ve meşede 0,826 g/cm³ olarak belirlenmiştir. Yoğunluk değişimi her üç ahşap türünde de daha çok 170C/4s ısı işlem şartından sonra arttığı gözlemlenmiştir.



Şekil 2. Farklı ısı işlem ve iklim koşullarında işlem uygulanan üç ağaç türünde yoğunluk (g/cm^3) değişimi

3.2. Eğilme Direnci (Bending Strength)

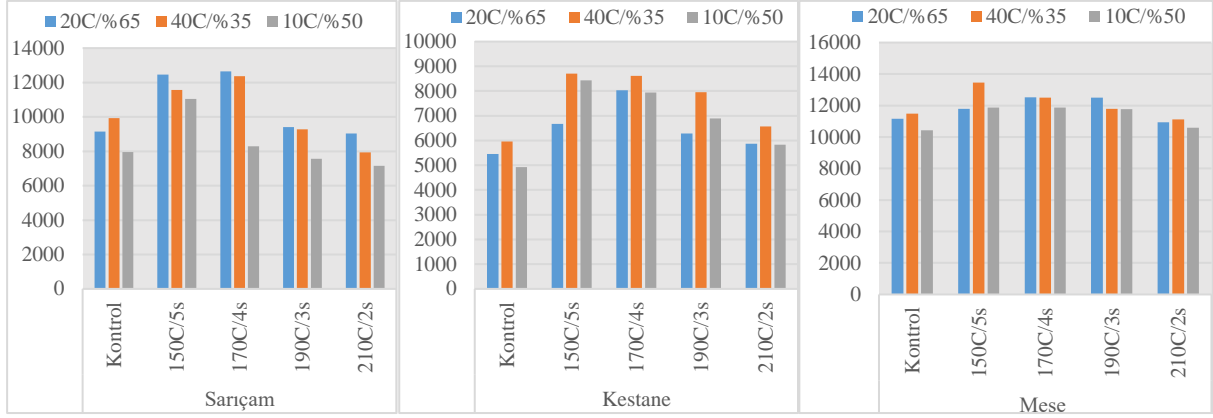
Dört farklı şartta ısı işlem uygulanmış ve üç farklı iklim şartında bekletilmiş her üç ağaç türünde eğilme direnci değişim sonuçları Şekil 3'te verilmiştir. Buna göre, her üç ağaç türünde en yüksek eğilme direnci değerleri sırasıyla meşe kontrol örneklerinden 40C/%35 iklimik ortamda bekletilenlerde 211,29 MPa, Sarıçam 150C/5s ısı işlem görmüş ve 40C/%35 iklimik ortamda bekletilmiş örneklerde 199,61 MPa ve kestane 170C/4s ısı işlem görmüş ve 20C/%65 iklimik ortamda bekletilmiş örneklerde 123,23 MPa olarak belirlenmiştir.



Şekil 3. Farklı ısı işlem ve iklim koşullarında işlem uygulanan üç ağaç türünde eğilme direnci (Mpa) değişimi

3.3. Elastiklik Modülü (Modulus of Elasticity)

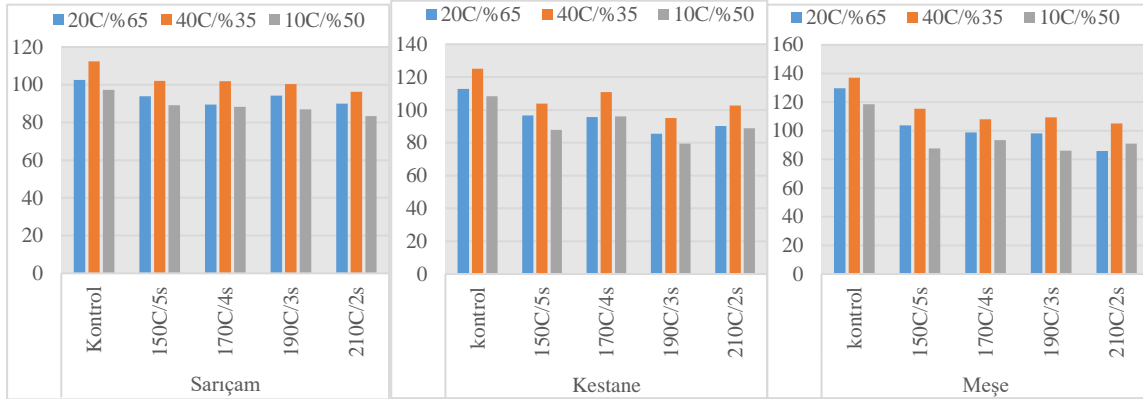
Dört farklı şartta ısı işlem uygulanmış ve üç farklı iklim şartında bekletilmiş her üç ağaç türünde elastiklik modülü değişim sonuçları Şekil 4'de verilmiştir. Buna göre, her üç ağaç türünde en yüksek eğilme direnci değerleri Sarıçamda 170C/4s ön-ısı işlem görmüş ve 20C/%65 iklimik ortamda bekletilmiş örneklerde 12652,89 MPa, kestane 150C/5s ön-ısı işlem görmüş ve 40C/%35 iklimik ortamda bekletilmiş örneklerde 8703,7 MPa ve 150C/5s ön-ısı işlem görmüş ve 40C/%35 iklimik ortamda bekletilmiş örneklerde 13464,41 MPa olarak belirlenmiştir.



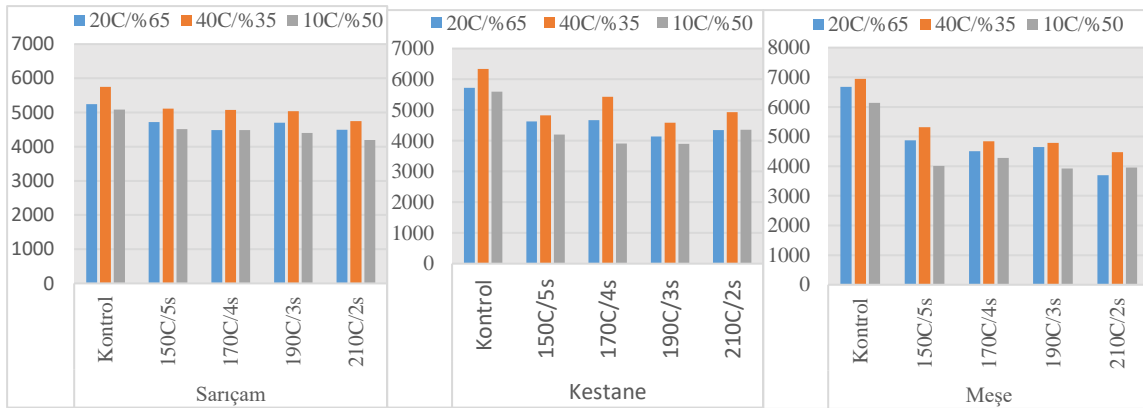
Şekil 4. Farklı ısı işlem ve iklim koşullarında işlem uygulanan üç ağaç türünde elastiklik

3.4. Isı İletkenlik Katsayısı- λ ve Isı Geçirgenlik (Yalıtıklık) Değeri-u (Thermal Conductivity Coefficient - λ and Thermal Conductivity (Insulator) Value-u)

Dört farklı şartta ısı işlem uygulanmış ve üç farklı iklim şartında bekletilmiş her üç ağaç türünde iletkenlik katsayısı ve ısı geçirgenlik değeri (yalıtıklık) değışim sonuçları Şekil 5 - Şekil 6'da verilmiştir.



Şekil 5. Farklı ısı işlem ve iklim koşullarında işlem uygulanan üç ağaç türünde ısı iletkenlik katsayısı (λ : W/m.K)



Şekil 6. Farklı ısı işlem ve iklim koşullarında işlem uygulanan üç ağaç türünde ısı geçirgenlik (U-değeri: W/m²K) değışimi

Şekil 5'te verilen sonuçlara göre ısı iletkenlik katsayısı (λ) en yüksek, sırasıyla meşede 0,000137 W/m.K, kestanede 0,000125 W/m.K ve Sarıçamda 0,000112 W/m.K olarak kontrol örnekleri 40C/%35 iklimik ortamda bekletilmiş örneklerde belirlenmiştir. Isıl işlem sıcaklık değerlerinin artışına göre ve her bir ısıl işlem şartındaki 40C/%35 iklimik bekletme şartında en yüksek kalmak şartıyla, doğrusal olarak ısı iletkenlik katsayılarının azaldığı görülmektedir. Bunun nedeni, her bir ısıl işlem şartına sahip ve 40C/%35 iklimik ortamda bekletilmiş örnekler diğerlerine göre daha kuru olmaları ve ısıl işlem ile ahşap iyice bozunuma uğrayıp homojenliğin kaybolmasından kaynaklandığı söylenebilir.

Şekil 6'daki ısı geçirgenlik (yalıtkanlık) değerleri (u) esas alındığında ısı iletkenlik katsayısının benzeri bir değişim görülmektedir. Yalıtkanlık değerindeki bu benzer değişim, ısı iletkenlik katsayısının sabit bir değer olan malzeme kalınlığına oranlanması ile hesaplanmasından kaynaklanmaktadır.

4. BULGULAR (FINDINGS)

Dört farklı şartta ısıl işlem uygulanmış ve üç farklı iklim şartında bekletilmiş her üç ahşap türünde genel olarak tüm değişkenler (yoğunluk, eğilme direnci, elastiklik modülü, ısı iletkenlik katsayısı ve ısı geçirgenlik - yalıtkanlık değerleri); düşük sıcaklık ve uzun süreli ısıl işlem sürecinde daha düşük düzeyde değişime uğradığı tespit edilmiştir. Buna kıyasla, yüksek sıcaklıkta kısa süreli ısıl işlem sürecinde daha yüksek düzeyde değişim meydana geldiği görülmüştür. Bunun nedeni, ısıl işlemde ahşabın hücre yapısındaki bozunumun ve buna bağlı olarak fiziksel - mekanik özelliklerdeki düşüşün daha çok sıcaklık derisinin artışından etkilendiği söylenebilir [9 nolu literatürle örtüşmektedir].

4.1. Yoğunluk Değişimi (Density Change)

Isıl işlem şartı değişimine bağlı olarak yoğunluk azalması; Sarıçamda ve meşede kontrol örneklerine göre ısıl işlemlilerde doğrusal olarak azalmıştır. Kestane kontrol örneklerine göre 150C/5s ve 170C/4s şartta sahip ısıl işlemlilerde yoğunluk değişimi düşük oranda gerçekleşmiş, 190C/3s ve 210C/2s şartta sahip ısıl işlemlilerde daha yüksek oranda azalmıştır. Bu sonuçlara göre, ısıl işlem etkisini 150°C-170°C'den sonra göstermekte ve bozunum başlamaktadır denilebilir. Sarıçam, kestane ve meşede kontrol örneklerine göre ısıl işlem sıcaklığı arttıkça bozunum gerçekleşmiş (Şekil 1; özellikle 150 dereceden sonra ekstraktif maddeler çözülüp buharlaşmış ve hem selülozlar bozunuma başlamıştır) ve yoğunluk doğrusal olarak azalmıştır. Yapılan çalışmalarda da azalmalar tespit edilmiştir [7 nolu literatürle örtüşmektedir].

İklim şartı değişimine bağlı olarak yoğunluk azalması; her üç ahşap türünde de 20°C/%65'den 40°C/%35 ortam şartına geçişte kurumadan dolayı yoğunluk azalırken (ortalama %10), 10°C/%50 ortam şartına geçişte, rutubet almaya bağlı olarak; az da olsa bir yoğunluk artışı meydana geldiği görülmektedir. Ancak bu yoğunluk artış durumu 210°C/2s ısıl işlemlilerde oluşmamıştır. Bunun nedeni, ısıl işlemin her üç ahşap türünü de iyice plastikleştirip, ağaç-nem tutunma özelliğinin azalmasından kaynaklandığı söylenebilir.

4.2 Eğilme Direnci Değişimi (Bending Strength Variation)

İklim şartı değişimine bağlı olarak eğilme direnci değişimi; Sarıçamda 20°C/%65'den 40°C/%35 ortam şartına geçişte kurumadan dolayı eğilme direnci artarken (ortalama %10-12 civarında), 10°C/%50 ortam şartına geçişte, rutubet almaya bağlı olarak; eğilme direnci azalması meydana geldiği görülmektedir. Ancak bu eğilme direnci azalma durumu 210°C/2s ön-ısıl işlemlilerde artış biçiminde gerçekleşmiştir (%10 civarında). Bunun nedeni, ısıl işlemin ahşabı iyice bozunuma uğrattığı plastikleştirdiği ve düşük sıcaklığın rijitliği artırmasından kaynaklandığı söylenebilir.

Kestane ve meşe kontrol örneklerinde eğilme direnci en düşükten yükseğe doğru 20°C/%65, 10°C/%50 ve 40°C/%35 sıralanmıştır. En yüksek eğilme direncinin 40°C/%35 iklimik ortamda bekletilenlerde kurumadan dolayı meydana gelip literatür çalışmalarına paralellik göstermiştir [14]. İkinci sırada 10°C/%50 iklimik ortamda bekletilenlerin olması düşük sıcaklıkta ahşabın rijitleşmesinden kaynaklandığı söylenebilir. Kestane ve meşede ön-ısı işlem görmüş tüm örneklerde eğilme direnci değişimi (150°C/5s, 170°C/4s, 190°C/3s, 210°C/2s sırası ile) ve 20°C/%65, 40°C/%35, 10°C/%50 iklimik ortam şartları sırasıyla %5 -%10 arasında azalma şeklinde gerçekleştiği görülmektedir (Şekil 3). Sıcaklık derecesi arttıkça kestane ve meşe odunu hücrelerindeki bozunumun da tedricen arttığından kaynaklandığı [4 nolu literatürle örtüşmektedir] söylenebilir.

4.3. Elastiklik Modülü Değişimi (Modulus of Elasticity Replacement)

Elastiklik modülü 150°C/5s ve 170°C/4s ısı işlem konseptine sahip tüm ahşap örneklerde ve tüm iklimik ortam şartlarında kontrol örneklerine göre yüksek çıkmıştır. Sıcaklık arttıkça ısı işlemin etkisi ile bozunumdan kaynaklanan elastiklik modülü azalması meydana gelmiştir (Şekil 4) [6].

4.4. Isı İletkenlik Katsayısı -A ve Isı Geçirgenlik (Yalıtkanlık) Değeri-u Değişimi (Change in Thermal Conductivity Coefficient-A and Thermal Conductivity (Insulator) Value-u)

Şekil 5’de verilen sonuçlara göre ısı iletkenlik katsayısı (λ) en yüksek, sırasıyla meşede 0,000137 W/m.K, kestanede 0,000125,1 W/m.K ve Sarıçamda 0,000112,4 W/m.K olarak kontrol örnekleri 40°C/%35 iklimik ortamda bekletilmiş örneklerde belirlenmiştir. Isıl işlem sıcaklık değerlerinin artışına göre ve her bir ısı işlem konseptindeki 40°C/%35 iklimik bekletme şartında en yüksek kalmak şart ile, doğrusal olarak ısı iletkenlik katsayılarının azaldığı görülmektedir. Literatürde benzer sonuçlar elde edilmiştir [12]. Bunun nedeni, her bir ısı işlem şartına sahip ve 40°C/%35 iklimik ortamda bekletilmiş örnekler diğerlerine göre daha kuru olmaları ve ısı işlem ile ahşap iyice bozunuma uğrayıp homojenliğin kaybolmasından kaynaklandığı söylenebilir.

Şekil 6’daki ısı geçirgenlik (yalıtkanlık) değerleri (u) esas alındığında ısı iletkenlik katsayısının benzeri bir değişim görülmektedir. Yalıtkanlık değerindeki bu benzer değişim, ısı iletkenlik katsayısının sabit bir değer olan malzeme kalınlığına oranlanması ile hesaplanmasından kaynaklanmaktadır.

5. ÖNERİLER (SUGGESTIONS) :

Üç ahşap türünden (Sarıçam, meşe, kestane) örneklere dört farklı şartta (150°C/5s, 170°C/4s, 190°C/3s, 210°C/2s) ısı işlem uygulandığı ve bu örneklerin üç farklı iklim şartında (20°C/%65, 40°C/%35, 10°C/%50) münavebeli olarak bekletilip test ve ölçümlerin uygulandığı bu çalışma sonuçlarına göre öne çıkan öneriler;

Yoğunluk, eğilme direnci ve elastiklik modülü değişimi her üç ahşap türünde de daha çok 170°C/4s ve 190°C/3s ısı işlem şartlarından sonra arttığı gözlemlenmiştir. Daha yüksek sıcaklığa sahip şartlarda her üç özellik iyice azalmaktadır. Bu nedenle, 170°C/4s ya da 190°C/3s ısı işlem şartları diğerlerine göre öncelikli olarak önerilebilir.

Isı iletkenlik katsayısı ve ısı geçirgenlik değerinin 170°C/4s ve 190°C/3s ısı işlem şartlarından sonra çok fazla değişmediği tespit edilmiştir. Bu durumda, Isı iletkenlik katsayısı ve ısı geçirgenlik değeri bakımından da bu iki şarttan birisi öncelikli olarak önerilebilir.

Her üç ahşap türünde de yoğunluk, ısı iletkenlik katsayısı ve ısı geçirgenlik (yalıtkanlık) bakımından en düşük değerlerin 40°C/%35 iklim şartında elde edildiği görülmektedir. Bu iklim şartında bekletme ahşabı iyice kuruttuğu için öz yükünün hafiflediği ve birçok olumsuzluğa sebep olan rutubetin azaldığı, ahşabın rutubete dayalı ısı iletkenliğinin zayıfladığı bu iklim şartında oluşacak denge rutubetinin ahşap kullanımlarında her zaman sağlanması önerilebilir.

Eğilme direnci ve elastiklik modülü değerlerinin en yüksek değerlerin 40°C/%35 iklim şartında elde edildiği görülmektedir. Bu iklim şartında bekletme ahşabı iyice kuruttuğu için birçok olumsuzluğa sebep

olan rutubetin azaldığı, ahşabın rutubete dayalı mekanik özellik zayıflamasının ortadan kalktığı ya da direnç değerlerinin iyice yükseldiği bu iklim şartının sağladığı avantajlardan dolayı ahşap kullanımlarında her zaman öncelikli olarak önerilebilir.

6. KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Kamdem D., Pizzi A., Jermannaud A., Durability of heat-treated wood, Holz als Roh-und Werkstoff, 60 No.1 (2002) 1-6.
- [2] Aydemir D., Gündüz G., Ahşabın Fiziksel, Kimyasal, Mekaniksel ve Biyolojik Özellikleri Üzerine Isıyla Muamelenin Etkisi, Bartın Orman Fakültesi Dergisi, 11 No. 15 (2009) 61-70.
- [3] Doruk Ş., Perçin O., Isıl İşlemin Bazı Ağaç Malzemelerin Eğilme ve Basınç Direncine Etkileri, Politeknik Dergisi, 13 No. 2 (2010) 143-150.
- [4] Bekhta P., Niemz P. Effect of high temperature on the change in color, dimensional stability and mechanical properties of spruce wood, Holzforschung, 57 No.5 (2003) 539-546.
- [5] Boonstra M.J., Van Acker J., Kegel E., Effect of a two-stage heat treatment process on the mechanical properties of full construction timber, Wood Material Science and Engineering, 2 No. 3-4 (2007) 138-146.
- [6] Esteves B., Marques A.V., Domingos I., Pereira H. Influence of steam heating on the properties of pine (*Pinus pinaster*) and eucalypt (*Eucalyptus globulus*) wood. Wood science and technology, 41 No. 3 (2007) 193.
- [7] Özçifçi A., Altun S., Yapıcı F., Isıl İşlem Uygulamasının Ağaç Malzemenin Teknolojik Özelliklerine Etkisi, Uluslararası İleri Teknolojiler Sempozyumu, (2009) 13-15.
- [8] Altunok M., Percin O., Doruk Ş., Effects of Heat Treatment on Technological Properties of Wood Material, Dumlupınar University Journal of Science, No. 23 (2010) 71-83.
- [9] Küreli İ., Altınok M., Percin O., Experimental Investigation of some technological Properties of Thermo Modified and Impregnated Wood Samples, Wood Research, No. 58 (2013) 369-380.
- [10] Fataraitė-Urbonienė E., Juodeikienė I., Albrektas D., Meškauskas S., Influence of Heat Treatment on the Static Bending Strength of Spruce Wood, Materials science, 25 No. 4 (2019) 455-459.
- [11] Metsä-Kortelainen S., Antikainen T., Viitaniemi P., The water absorption of sapwood and heartwood of Scots pine and Norway spruce heat-treated at 170 C, 190 C, 210 C and 230 C, Holz als Roh-und Werkstoff, 64 No. 3 (2006) 192-197.
- [12] Sacli C., Altınok M., Dogan N.N., Determining the effects of modification with natural tannin and climatic conditions on thermal transmittance in some types of wood, Journal of the Indian Academy of Wood Science, 18 No .1 (2021) 45-51.
- [13] Ordu M., Altunok M., Atilgan A., Ozalp M., Peker H. The Effects of Heat treatment on Some Mechanical Properties of Laminated Black Pine *Pinus nigra*, International Journal of Physical Science, 8 No .19 (2013) 1029-1035.
- [14] Güneş M., Altunok M., Ön Isıl İşlem Uygulanmış Ahşap Kirişlerin Farklı İklim Şartlarındaki Mekanik Davranışlarının İncelenmesi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Part C: Tasarım ve Teknoloji, 10 No.2 (2022).

Production and Aging Heat Treatment of Ceramic Reinforced Al6061 Matrix MMCs by Vacuum Infiltration Method

Nurcihan KISAOĞLU¹  Nimet KARDEŞ SEVER²  Hasan DURAN¹  Sinan AKSÖZ^{1,*} 

¹Pamukkale University, Faculty of Technology, Department of Metallurgical and Materials Engineering, 20160, Pamukkale/DENİZLİ

²Pamukkale University, Faculty of Technology, Department of Automotive Engineering, 20160, Pamukkale/DENİZLİ

Graphical Abstract

A vacuum infiltration unit was used to produce hybrid MMCs. The samples were examined metallurgically and mechanically.

Article Info:

Research article
Received: 25.11.2022
Revision: 20.12.2022
Accepted: 28.12.2022

Highlights

- Hybrid MMC
- Heat treatment

Keywords

Al6061
Ceramic reinforcement
Vacuum infiltration
Hybrid composite
Aging

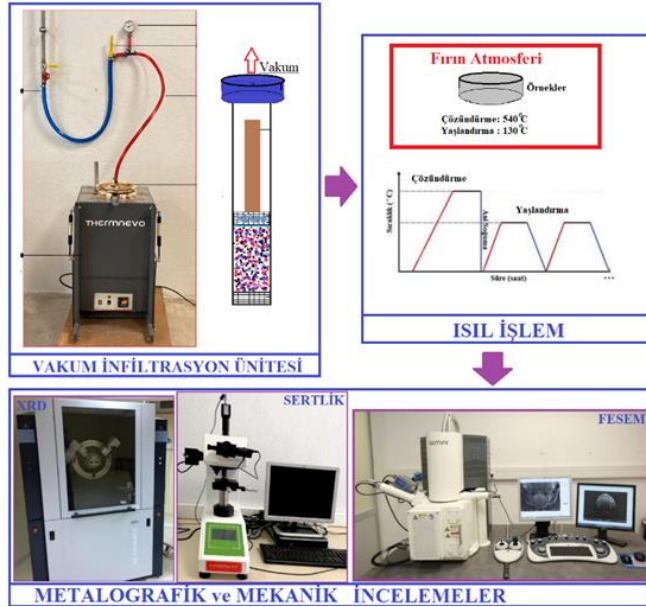


Figure A. Vacuum infiltration unit for the production of Al6061 MMCs

Purpose: The researchers aimed to produce hybrid MMCs by vacuum infiltration method. This method was a combination of powder metallurgy and casting processes. The main purpose of this study to distribute the ceramic reinforcements uniformly and to improve the mechanical properties by heat treatment.

Material and Method: The matrix material was Al6061 powder and the hybrid ceramic reinforcements were SiC, TiC and B₄C. The MMCs were produced by vacuum infiltration method. The produced samples were heat treated to improve mechanical properties. These samples were examined through FESEM, EDS, XRD and microhardness analysis.

Results: When the boron and silicon carbide hybrid structure hardness data were evaluated, the highest output was measured at 3% and 5% and the lowest output was measured at 10% reinforcement rates. For the titanium and silicon carbide hybrid structure, the highest hardness was at 3% and the lowest hardness was at 10% reinforcement rate. For the boron and titanium carbide hybrid structure, the highest hardness was at 1% and 5% and the lowest hardness was at 10% reinforcement rate.

Conclusion: In general, the hardness of hybrid structures was improved with dissolution and aging heat treatments. It has been observed that the added reinforcement contents and weight ratios affect the hardness.



Production and Aging Heat Treatment of Ceramic Reinforced Al6061 Matrix MMCs by Vacuum Infiltration Method

Nurcihan KISAOĞLU¹ Nimet KARDEŞ SEVER² Hasan DURAN¹ Sinan AKSÖZ^{1,*}

¹Pamukkale Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 20160, Pamukkale/DENİZLİ

²Pamukkale Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Otomotiv Mühendisliği Bölümü, 20160, Pamukkale/DENİZLİ

Abstract

In this study, hybrid reinforced composites with Al6061 matrix and different %wt. amounts TiC, SiC and B₄C were produced by vacuum infiltration method. After dissolution at 540°C for 3 hours, aging heat treatment was applied to the produced samples at 130°C with 3-hour intervals for a total of 24 hours. FESEM, EDS and XRD analyzes were performed to evaluate the homogeneity and wettability of hybrid composites after production and heat treatment. When the analysis results were evaluated; reinforcements in the produced composites were homogeneously dispersed in the matrix. These reinforcements exhibited good wettability in the structures produced in a ~ 420mmHg vacuum environment for 5 minutes at a melting temperature of 900°C. In addition, microhardness measurements were made after the heat treatments. Depending on the aging temperature applied after dissolution, it was observed that the hardness increased up to 18 hours and decreased after 18 hours. The growth of precipitates and the formation of intermetallics during heat treatment are thought to be the reason for the increase in hardness.

Makale Bilgisi

Araştırma makalesi
Başvuru: 25.11.2022
Düzeltilme: 20.12.2022
Kabul: 28.12.2022

Keywords

Al6061
Ceramic reinforcement
Vacuum infiltration
Hybrid composite
Aging

Anahtar Kelimeler

Al6061
Seramik takviye
Vakum infiltrasyon
Hibrit kompozit
Yaşlandırma

Seramik Takviyeli Al6061 Matrisli MMK'ların Vakum İnfiltrasyon Yöntemi ile Üretimi ve Yaşlandırma Isıl İşlemi

Öz

Bu çalışmada, vakum infiltrasyon yöntemiyle Al6061 matrisli, % ağırlıkça farklı miktarlarda TiC, SiC ve B₄C içeren hibrit takviyeli kompozitler üretilmiştir. Üretilen numunelere, 540°C sıcaklıkta 3 saat çözündürme işlemi sonrasında 130°C sıcaklıkta, 3'er saat aralıklarla toplam 24 saat yaşlandırma ısıl işlemi uygulanmıştır. Üretim ve ısıl işlemlerden sonra hibrit kompozitlere homojenliğini ve ıslatılabilirliğini değerlendirmek için FESEM, EDS ve XRD analizleri yapılmıştır. Analiz sonuçları değerlendirildiğinde; üretilen kompozitlerdeki takviyeler matris içinde homojen olarak dağılmıştır. Bu takviyeler 900°C ergitme sıcaklığında, 5 dakika süreyle ~ 420mmHg vakum ortamında üretilen yapılarda iyi ıslatılabilirlik sergilemiştir. Ayrıca ısıl işlemlerden sonra mikro sertlik ölçümleri yapılmıştır. Çözündürme sonrası uygulanan yaşlandırma sıcaklığına bağlı olarak sertliğin 18 saate kadar arttığı, 18 saat süreden sonra ise düştüğü görülmüştür. Sertliğin artmasının nedeninin ısıl işlem sırasında çökeltilerin büyümesi ve intermetaliklerin oluşması olduğu düşünülmektedir.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Son yıllarda mühendisler ve araştırmacılar tarafından yapılan çalışmalarda, çeliğin yerini alabilecek alternatif malzemeler geliştirilmiştir. Kompozitler, polimerler, magnezyum (Mg) ve alüminyum (Al) alaşımları bu malzemelere örnek olarak gösterilmektedir [1]. Alternatif malzemeler arasında çelikten sonra en çok kullanılan malzeme grubu Al ve alaşımları olmuştur. Yeryüzünde çok bulunması, geri dönüştürülebilir olması ve kolay şekillendirilmesi tercih edilme sebeplerinin arasında yer almaktadır [2]. Aynı zamanda Al ve alaşımları düşük yoğunluk, yüksek korozyon dayanımı, yüksek mukavemet, iyi elektriksel iletkenlik ve düşük maliyetli olmaları sayesinde birçok kullanım alanında yer bulmaktadır.

Otomotiv, havacılık, uzay, inşaat, elektronik ve makine sektörleri kullanım alanlarının başında gelmektedir [3]. Otomotiv sanayinde, otomobil gövde ve panellerinde genellikle Al-Mg-Si (Silisyum) alaşımı tercih edilmektedir [4]. 6061 Al alaşımı Al-Mg-Si alaşımlarından biridir. Uygulanan çözündürme ve yaşlandırma ısıl işlemleri ile de istenilen dayanıma ulaşabilmektedir [5].

Al6061, esas alaşım elementinin Mg ve Si olduğu ve 6XXX serisinde en yaygın kullanılan Al alaşımıdır. İyi derecede korozyon direnci ve dayanıma sahiptir. Bunun yanı sıra iyi kaynak edilebilirlik özelliği ile savunma sanayinde, gemi inşa sektöründe, köprülerde, kazan imalatında ve borularda yaygın olarak kullanılmaktadır [6]. Al6061 alaşımının kullanım alanlarında teknolojik gelişmeler ile birlikte kompozit malzeme üretimi üzerine çalışmalar yapılmaya başlanmıştır.

Al ve alaşımları sahip oldukları yüksek özgül mukavemet sayesinde, günümüzde birçok farklı alanda kullanıma sahiptir [7]. Ancak sahip oldukları özelliklerin iyileştirilmesi için, Al ve alaşımlarına günümüzde farklı seramik içeriklerin (SiC, TiC v.b.) ilavesi ile mekanik özelliklerin iyileştirilmesi ve kullanım alanlarının artırılması için çalışmalar yapılmaktadır [8]. İçerisinde iki ve daha fazla içeriğe sahip bu metal matrisli kompozitler (MMK'lar) için hibrit kompozitler terimi kullanılmakta olup mühendislik alanında ve akademik çalışmalarda kullanımı giderek artmaktadır. İlave edilen sert seramik içerikler sayesinde Al matrisli yapısal kompozitler üzerine yapılan araştırmalar hız kazanmıştır. Al matris yapısına ilave edilen farklı içeriklere ve boyutlara sahip takviyeler sayesinde, malzemenin yoğunluğunu önemli ölçüde değiştirmeden (düşük yoğunluk) kompozitlerin özgül mukavemetinde ve modülünde önemli artışlar sağlanabilmiştir [9, 10]. Bu sayede Al ve alaşımlarında geleneksel yöntemler ile elde edilemeyen mekanik özellikler ve geleneksel yöntemlerde karşılaşılan problemler (homojen dağılmama gibi), için ikincil işlemler yerine, doğrudan üretim sağlanabilecektir [11].

Bu çalışmada; vakum infiltrasyon yöntemi kullanılarak Al6061 matris içine B₄C, SiC ve TiC seramik takviyelerin farklı % ağırlık oranlarında yerleştirilmesiyle oluşmuş hibrit kompozit üretimi gerçekleştirilmiştir. Üretilen hibrit MMK'ların mekanik özelliklerini iyileştirmek için çözündürme ve yaşlandırma ısıl işlemleri uygulanmıştır. Uygulanan ısıl işlemlerden sonra MMK içindeki takviyelerin homojenliğini, ıslatılabilirliğini incelemek için FESEM, EDS ve XRD analizleri gerçekleştirilmiştir. Ayrıca sertlik ölçümleri yapılmıştır.

2. MATERYAL VE METOTLAR (MATERIALS AND METHODS)

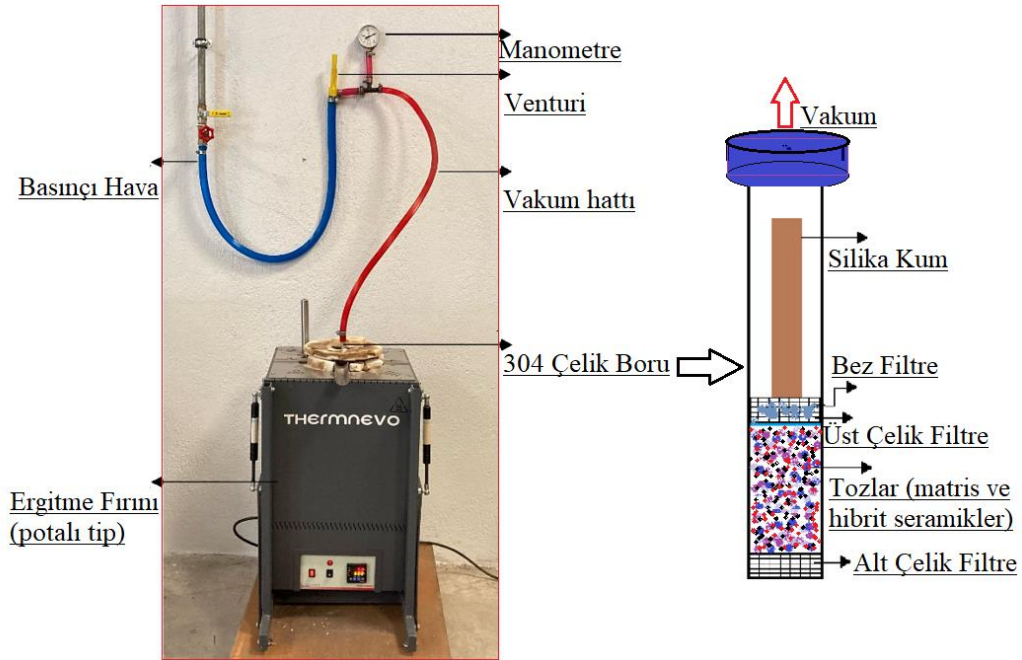
İnfiltrasyon işlemi için Al6061 matrisinin hem toz hem de kütük hali kullanılmıştır. Deneysel çalışmalarda kullanılan Al6061 matris tozu, gaz atomizasyon yöntemi ile üretilmiş olup yüksek saflığa (%99) sahiptir. Al6061 tozunun ortalama toz boyut dağılımı 20µm'dir. Al6061 toz için seçilen üretim yönteminin gaz atomizasyon olması ve 40µm altı tozların kullanımı sayesinde tüm tozlar küresel şekle sahip olarak yer almaktadır [12].

Çalışmada kullanılan Al6061 kütük malzemesi AVAS METAL San. Tic. A.Ş., Al6061 tozu ve seramik tozları yurt dışından İSM DIŞ Tic. firması tarafından temin edilmiştir. Al6061 malzemesine ait T/M ve ingot Al6061 içerikleri incelendiğinde yaklaşık olarak; ağı. %1,1 Mg, 0,65 Cu, 0,7 Si, 0,1 Ti, 0,5 Fe, 0,25 Zn, 0,1 Cr ve geri kalan Al içeriğine aittir. İnfiltrasyon yöntemi için Al6061 tozları ve B₄C+SiC, TiC+SiC ve B₄C+TiC hibrit takviyeleri homojen karışım için %40 doluluk oranına sahip silindirik kapta 120 dak. oda sıcaklığında karıştırma işlemine tabi tutulmuştur. Ayrıca matris içerisine takviye edilen tozlar % ağırlıkça ilave edilmiştir. Tablo 1'de takviye ağırlık oranları ve hibrit yapı elde etmek için seramik takviyelerin karışımı verilmiştir.

Tablo 1. Matris malzemesine eklenen seramik takviyelerin % ağırlık oranları

| Matris | Seramik takviyeler | Toplam % ağırlık takviye oranları |
|--------|--|-----------------------------------|
| Al6061 | Bor Karbür (%50) + Silisyum Karbür (%50) | 1, 3, 5 ve 10 |
| | Titanyum Karbür (%50) + Silisyum Karbür (%50) | 1, 3, 5 ve 10 |
| | Titanyum Karbür (%50) + Bor Karbür (%50) | 1, 3, 5 ve 10 |

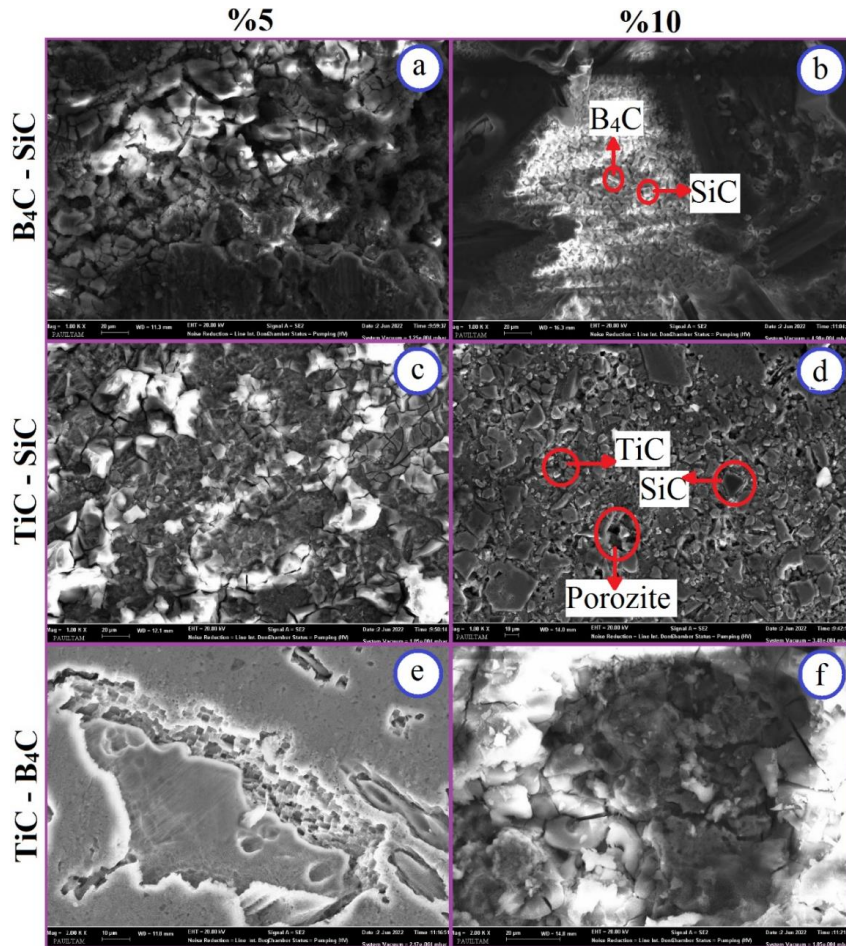
Şekil 1’ de görülen vakum infiltrasyon düzeneği Pamukkale Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Döküm Laboratuvarına tez kapsamında kurulmuştur. Düzenekte basınçlı hava, venturi kanal tasarımı eklenerek negatif basınca (vakuma) dönüştürülmüştür. İnfiltrasyon sürecinde fırın sıcaklığı 750°C ile 1000°C aralığı için denemeler yapılmış ve optimum fırın ertme sıcaklığı 900°C olarak belirlenmiştir. Hibrit MMK’lar, paslanmaz çelik boru içinde bulunan toz karışımlarının sıvı metal matrise daldırılmasıyla elde edilmiştir (Şekil 1.b). Toz karışımlarının vakum hattına ve potaya geçişini engellemek için filtreler kullanılmıştır. Hızlı katılaşmaları önlemek amacıyla paslanmaz çelik boru pota içerisine yerleştirilmeden önce 150°C’ye ısıtılmıştır. Paslanmaz çelik boru yerleştirildikten sonra 5 dakika süreyle ~ 420mmHg büyüklüğünde negatif basınca tabi tutulmuş ve böylece sıvı metalin hibrit toz karışımına infiltre edilmesi sağlanmıştır.

**Şekil 1.** T/M ve ertme ünitesinin birlikte yer aldığı vakum infiltrasyon sistemi

Elde edilen hibrit MMK'lardan alınan örnekler yaşlandırma işlemi uygulanmıştır. Numuneler 540°C'de 3 saat çözündürme ısıl işlemine tabi tutulmuş, çözündürme sonrasında 130°C'de 3'er saat arayla toplamda 24 saate kadar yaşlandırılmıştır. Her bir ısıl işlem sonrasında numunelere 5 adet mikro sertlik testi uygulanarak sertlikleri ölçülmüş ve ortalama sertlik değerleri hesaplanmıştır. Sertlik ölçümlerinde, Hardway DV1AT-4.3 marka mikro sertlik cihazı (HV0.1) kullanılmıştır.

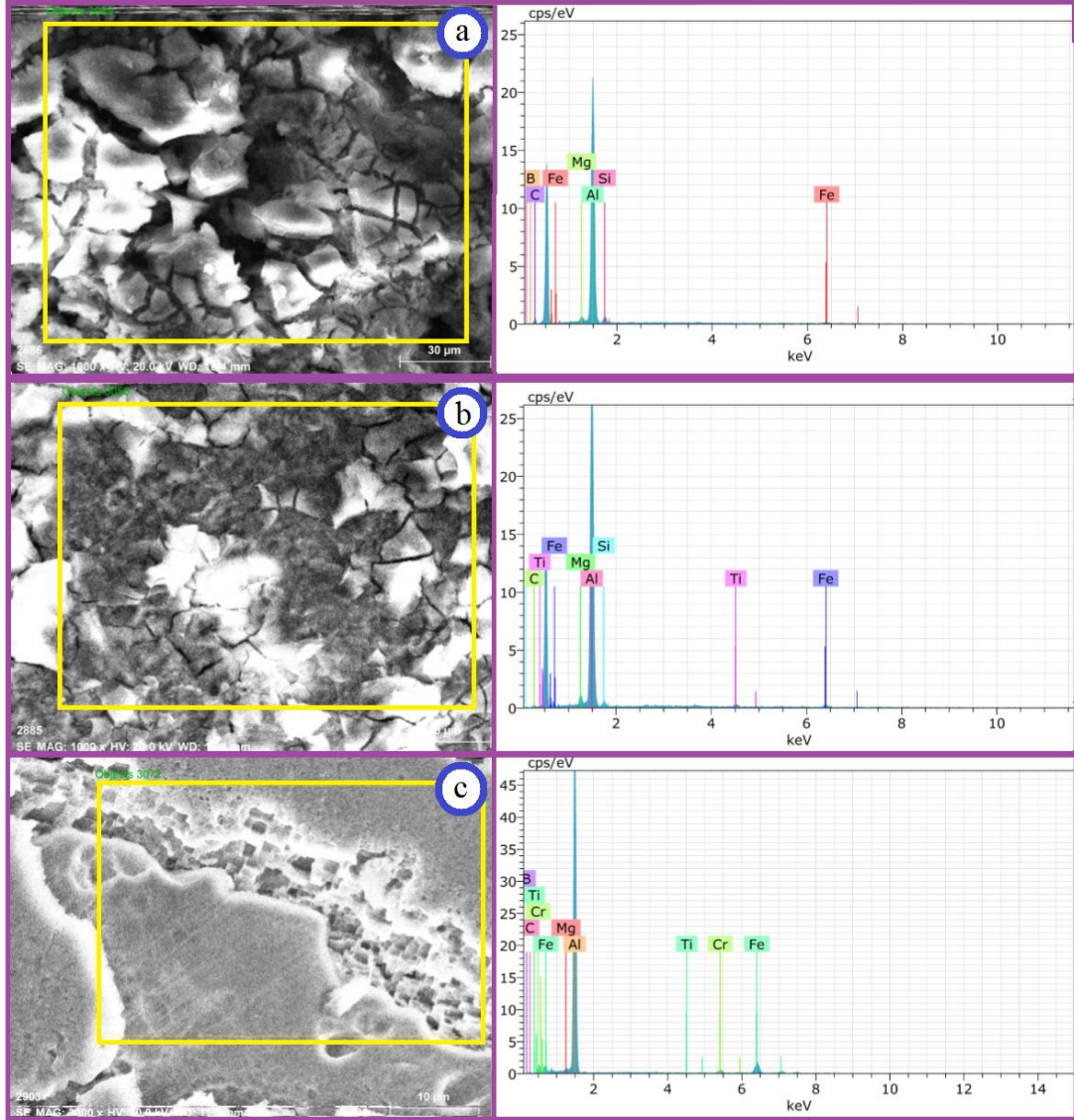
3. BULGULAR (RESULTS)

Vakum infiltrasyon yöntemi ile üretilen B₄C-SiC-TiC takviyeli Al6061 matrisli MMK'ların FESEM görüntüleri Şekil 2'de yer almaktadır. Üretilen hibrit MMK'larda tercih edilen toz boyutlarının küçük olmasından dolayı %1 ve %3 takviye ağırlık oranlarında istenilen homojenlik elde edilememiştir. Daha yüksek takviye oranları için homojen dağılım elde edilebilmiştir. Bunun yanı sıra takviye oranı %10 seviyesine çıkarıldığında porozitelerin ve topaklanmaların oluştuğu görülmüştür [13, 14]. Seramik takviyelerin genelde tane sınırlarına yöneldiği görülmüş, matrisin tane boyutuna etkisi olmadığı düşünülmektedir.



Şekil 2. Hibrit MMK'lara ait FESEM görüntüleri

Her biri ayrı olarak %5 oranında Al6061 matrise seramik takviyelerin (Bor, Silisyum ve Titanyum Karbürler) eklenmesiyle oluşturulmuş hibrit MMK'lara ait EDS verileri Şekil 3'de yer almaktadır. Tablo 2'de verilen EDS oranları seramik takviyelerin (B, Ti, Si) ve matriste yer alması gereken elementlerin (Mg, Si, vb.) varlığını göstermektedir. EDS verilerinde ana yapının Al ağırlıklı olduğu (ağ. %60'ın üzerinde) ve yapıda takviyelerden gelen (B₄C, SiC, TiC) C içeriğinin yer aldığı görülmektedir [13].

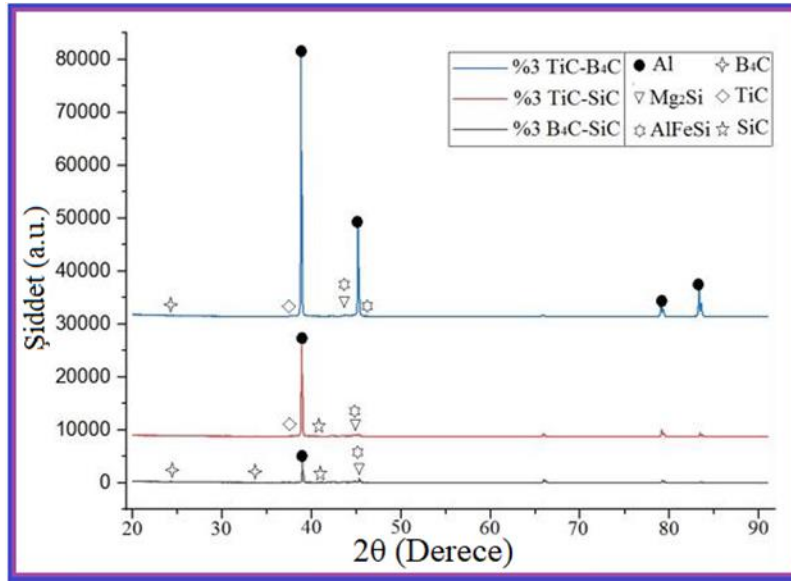


Şekil 3. Hibrit MMK'lara ait EDS analizi; a) %5 bor ve silisyum karbür, b) %5 titanyum ve silisyum karbür, c) %5 bor ve titanyum karbür

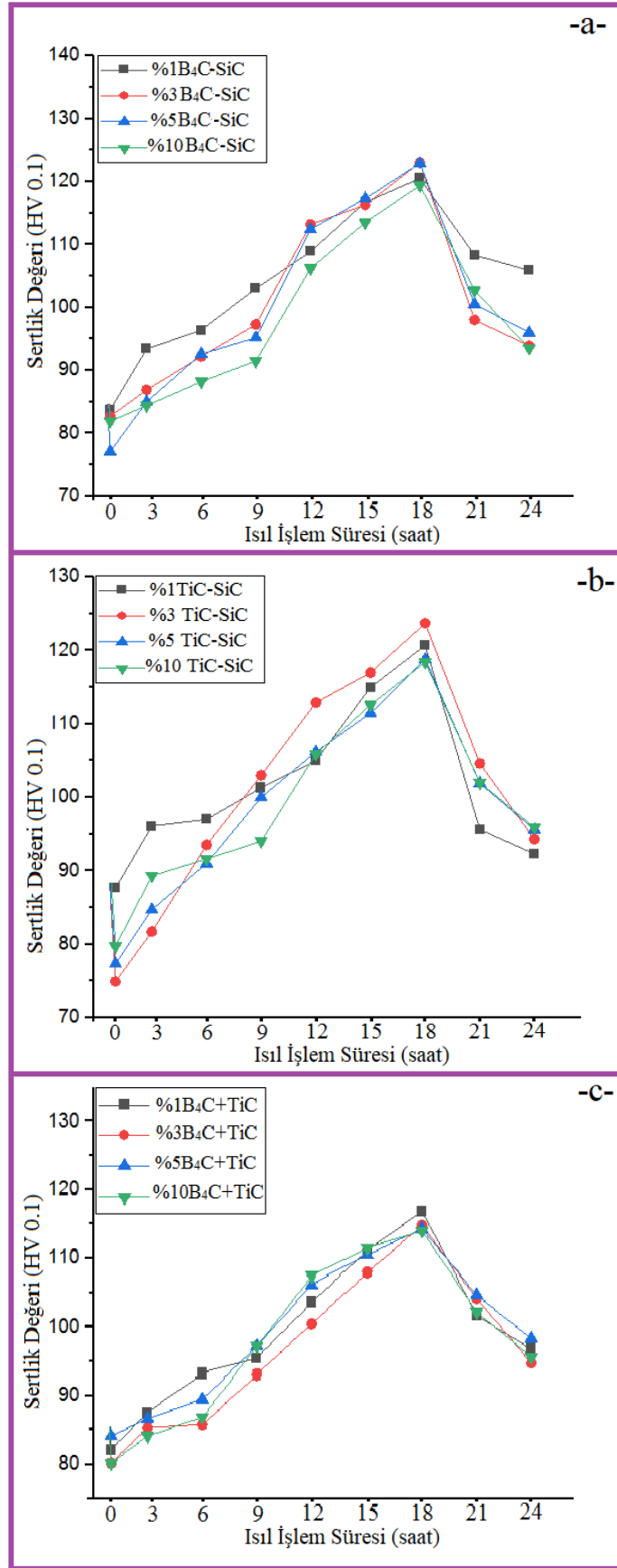
Tablo 2. Element dağılım oranları (%ağ. ve %at.)

| Elementler | %5 B-Si | | %5 Ti-Si | | %5 Ti-B | |
|----------------|-----------|--------|-----------|--------|-----------|--------|
| | % ağırlık | % atom | % ağırlık | % atom | % ağırlık | % atom |
| Al | 62,98 | 45,59 | 76,9 | 66,57 | 68,24 | 61,11 |
| Ti | 0 | 0 | 2,12 | 1,04 | 0 | 0 |
| Si | 2,9 | 2,01 | 2,28 | 1,9 | 0 | 0 |
| B | 2,79 | 5,04 | 0 | 0 | 7,77 | 17,37 |
| Fe | 2,08 | 0,73 | 2,88 | 1,2 | 14,28 | 6,18 |
| Mg | 1,14 | 0,92 | 1,5 | 1,43 | 0,68 | 0,66 |
| C | 28,11 | 45,71 | 14,32 | 27,86 | 6,77 | 13,63 |
| Cr | 0 | 0 | 0 | 0 | 2,26 | 1,05 |
| Toplam: | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |

Şekil 4'te %3 oranında seramik takviye eklenmiş hibrit MMK'lara ait XRD grafikleri verilmiştir. XRD analizleri değerlendirildiğinde, yapıda bulunması muhtemel Al matrisi ve Mg_2Si çökeltilerinin ve AlFeSi intermetaliklerinin yer aldığı görülmüştür. Ayrıca takviyelerden gelen B_4C , TiC ve SiC seramik karbürlere ait şiddetler yer almaktadır [13]. $900^\circ C$ 'de uygulanan ergitme yapıda α -AlFeSi intermetaliklerinin ve $540^\circ C$ 'de 2 saat uygulanan çözündürme + $130^\circ C$ 'de 18 saat yaşlandırma ise β -AlFeSi intermetaliklerinin oluşmasında etken rol oynamıştır [15]. Oluşması muhtemel α -AlFeSi ve β -AlFeSi intermetalikleri, sertlikteki artışlar için açıklayıcı olarak nitelendirilebilir [16]. Ayrıca takviye içerik ve oranları, yapıda oluşması muhtemel faz ve içeriklerin boyut ve şiddetine de doğrudan etki ettiği Şekil 4'de görülmektedir. Tuncay ve ark. yaptığı çalışmada Al alaşımı içeriğine Fe oranının artırılması ile oluşması muhtemel faz ve şiddetlerdeki değişimi açıklamıştır [17].



Şekil 4. Hibrit MMK'lara ait XRD analizi (ağ. %3 takviye oranı için)



Şekil 5. Hibrit MMK'lara sertlik analizleri

Üretilen hibrit MMK'lara uygulanan çözündürme ve yaşlandırma ısıl işlemi sonrasında her numune için alınan ortalama mikrosertlik verileri Şekil 5' de verilmiştir. Çözündürme sonrası yapılan ölçümlerde en düşük sertlik değerleri elde edilmiştir. Uygulanan yaşlandırma ısıl işlemi neticesinde oluşması muhtemel θ fazları ile sertlikte 18 saate kadar artış gözlemlenmiş, 18 saatin üzerinde yapılan yaşlandırma süreci aşırı yaşlanma ile sertlikte düşüş meydana gelmiştir. Aksöz ve ark. yaptıkları çalışmada yaşlandırma neticesinde sertlikte meydana gelen artışı ve sonrasındaki düşüşü benzer şekilde açıklamıştır [18]. Gündoğdu ve Özşarı yaptıkları basınçlı infiltrasyon sisteminde takviyelerinde sertlikte etkili olduğunu göstermiştir [19]. Kıymaz ve Özçatalbaş ise yaptıkları B₄C takviyesi ile Al6061 matrisli yapının mekanik özelliklerinin iyileştirilebileceğini göstermiştir [20].

Şekil 5.a'daki bor ve silisyum karbür hibrit yapısına ait sertlik verileri değerlendirildiğinde, en yüksek sertlik %3 ve %5 ve en düşük sertlik %10 takviye oranlarında ölçülmüştür. Şekil 5.b'deki titanyum ve silisyum karbür hibrit yapısına ait sertlik verileri değerlendirildiğinde, en yüksek sertlik %3 ve en düşük sertlik %10 takviye oranlarındadır. Şekil 5.c'deki bor ve titanyum karbür hibrit yapısına ait sertlik verileri değerlendirildiğinde, en yüksek sertlik %1 ve %5 ve en düşük sertlik %10 takviye oranlarındadır.

4. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

Bu çalışmada geleneksel döküm ve T/M yöntemleri bir arada kullanılarak (vakum infiltrasyon yöntemi) seramik takviyeli Al6061 matrisli hibrit kompozitler üretilmiştir. Her iki yöntemdeki dezavantajlar giderilmiştir. Örneğin geleneksel döküm ile üretimde karşılaşılan heterojen dağılım problemi bu yöntemle üretilen hibrit kompozitlerde giderilmiştir. Üretim sonrası sertliği iyileştirmek için bu hibrit MMK'lara çözündürme ve yaşlandırma ısıl işlemleri uygulanmış ve aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir;

Şekil 2 ve 3'te görüldüğü üzere ağırlıkça %5'e kadar takviye içeren hibrit yapılarda ıslatılabilirliğin iyi olduğu, %10 olduğunda ise düştüğü görülmüştür. Ayrıca ağırlıkça %10 takviye oranında porozite ve topaklanma problemleri ortaya çıkmıştır. EDS verilerinde matris ve takviye seramiklere ait element piklerinin yer aldığı görülmüştür.

Şekil 3 ve 4'teki EDS ve XRD grafikleri beraber incelendiğinde, elementel piklerin, oluşması muhtemel Al matrisi, Mg₂Si çökeltisi, AlFeSi intermetalik bileşiği ve seramik takviyelere ait olduğu anlaşılmaktadır. Matris içinde yer alan çökelti ve seramik takviyeler sertliği olumlu olarak etkilemiştir.

Genel olarak çözündürme sonrası yaşlandırılan hibrit yapıların sertliği iyileşmiştir. Eklenen takviye içeriklerinin ve oranlarının sertliği etkilediği görülmüştür. Örnek olarak 18 saat yaşlandırma neticesinde en yüksek sertlik verisi ağırlıkça %5 B₄C+SiC hibrit seramik takviyesi için yaklaşık 125HV olarak ölçülmüştür. Aynı yaşlandırma süresi için en düşük sertlik ise ağırlıkça %10 B₄C+TiC hibrit seramik takviyesi için yaklaşık 112HV olarak ölçülmüştür. Oluşması muhtemel α -AlFeSi ve β -AlFeSi gibi intermetaliklerin ve Mg₂Si gibi çökelti sertliği 18 saate kadar artırdığı fakat 18 saatin üzerinde ise düşürdüğü düşünülmektedir.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGMENTS)

2021FEBE058 Kodlu PAÜ BAP Projeleri kapsamında tasarlanmış İnfiltrasyon Sistemi kullanılmıştır. Yazarlar, katkılarından dolayı 2021FEBE058 Kodlu Yüksek Lisans Projesini destekleyen PAU BAP birimine teşekkürlerini sunmaktadır.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Benedyk, J.C. (2010). Aluminum alloys for lightweight automotive structures. Materials, Design and Manufacturing for Lightweight Vehicles. Woodhead Publishing Limited.
- [2] Florea, R.S., Solanki, K.N., Bammann, D. J., Baird, J. C., Jordon, J. B., & Castanier, M. P. Resistance spot welding of 6061-T6 aluminum: Failure loads and deformation. Materials & Design, 34(624-630), (2012).

- [3] Siddiqui, R.A., Abdullah, H.A., & Al-Belushi, K. R. Influence of aging parameters on the mechanical properties of 6063 aluminium alloy. *Journal of Materials Processing Technology*, 102(1-3)(234-240), (2000).
- [4] Wang, N., Zhou, Z., & Lu, G. Microstructural Evolution of 6061 Alloy during Isothermal Heat Treatment. *Journal of Materials Science and Technology*, 27(1)(8–14), (2011).
- [5] Buha, J., Lumley, R. N., & Crosky, A. G. Microstructural development and mechanical properties of interrupted aged Al-Mg-Si-Cu alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37(10)(3119-3130), (2006).
- [6] Dietrich, G. A. (1998). *Aluminum: technology, applications, and environment. A profile of a modern metal.*
- [7] Gopalakrishnan, S., & Murugan, N. Prediction of tensile strength of friction stir welded aluminium matrix TiCp particulate reinforced composite. *Materials & Design*, 32(1)(462-467), (2011).
- [8] Naseri, M., Hassani, A., & Tajally, M. An alternative method for manufacturing Al/B4C/SiC hybrid composite strips by cross accumulative roll bonding (CARB) process. *Ceramics International*, 41(10)(13461-13469), (2015).
- [9] Kim, H. H., J. S. S. Babu, and C. G. Kang. "Fabrication of A356 aluminum alloy matrix composite with CNTs/Al₂O₃ hybrid reinforcements." *Materials Science and Engineering: A* 573(92-99), (2013).
- [10] Ashuri, H., & Hassani, A. Characterization of severely deformed new composites fabricated by powder metallurgy including a stage of mechanical alloying. *Journal of alloys and compounds*, 617(444-454), (2014).
- [11] Pramod, S. L., Bakshi, S. R., & Murty, B. S. Aluminum-based cast in situ composites: a review. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 24(6)(2185-2207), (2015).
- [12] Tsaknopoulos, K., Walde, C., Champagne, V. et al. Gas-Atomized Al 6061 Powder: Phase Identification and Evolution During Thermal Treatment. *JOM* 71(435–443), (2019).
- [13] Halil, K., İsmail, O., Sibel, D., & Ramazan, Ç. Wear and mechanical properties of Al6061/SiC/B4C hybrid composites produced with powder metallurgy. *Journal of Materials Research and Technology*, 8(6) (5348-5361), (2019).
- [14] Maurya, N. K., Maurya, M., Srivastava, A. K., Dwivedi, S. P., & Chauhan, S. Investigation of mechanical properties of Al 6061/SiC composite prepared through stir casting technique. *Materials Today: Proceedings*, 25(755-758), (2020).
- [15] Belmares-Perales, S., Castro-Román, M., Herrera-Trejo, M., & Ramírez-Vidaurre, L. E. Effect of cooling rate and Fe/Mn weight ratio on volume fractions of α -AlFeSi and β -AlFeSi phases in Al– 7.3 Si– 3.5 Cu alloy. *Metals and Materials International*, 14(3), 307-314, (2008).
- [16] Alvarez-Antolin, F., Asensio-Lozano, J., Cofiño-Villar, A., & Gonzalez-Pociño, A. Analysis of Different Solution Treatments in the Transformation of β -AlFeSi Particles into α -(FeMn) Si and Their Influence on Different Ageing Treatments in Al–Mg–Si Alloys. *Metals*, 10(5), 620, (2020).
- [17] Tunçay, T., & Bayoğlu, S. The effect of iron content on microstructure and mechanical properties of A356 cast alloy. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 48(2), 794-804, (2017).
- [18] Aksöz, S., Özdemir, A. T., Çalın, R., Altınok, Z., & Bostan, B. Sinterleme, Yaşlandırma Ve Kriyojenik Isıl İşlemlerinin AA2014-B4C Kompozit Yapısına ve Mekanik Özelliklerine Etkileri. *Gazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 28(4), (2013).

- [19] Gündođan, K., & ÖZSARI, A. R. B. Basınçlı İnfiltrasyon Yöntemiyle Üretilen AA2024 ve AA6061 Matrisli, B4C ve SiC Takviyeli Kompozit Malzemelerin Mikroyapı, Mekanik ve Isıl İletkenlik Özelliklerine Basıncın Etkisi. *International Journal of Engineering Research and Development*, 11(2) (657-669), (2019).
- [20] Kıymaz, T., & Özçatalbaş, Y. B4C Takviye Oranı ve İkincil Sinterleme İşlemlerinin Al6061 Matrisli MMKp Malzemelerin Özelliklerine Etkisi. *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Part C: Tasarım ve Teknoloji*, 8(3) (601-615), (2020).

Hyper Duplex Stainless Steels and Their Weldability

Uğur ÖZDEMİR^{1,*}  Tayfun FINDIK¹  Can YILMAZ² 

¹Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 06500, Yenimahalle/ANKARA

²Gedik Kaynak A.Ş., 34906, Pendik/İSTANBUL

Graphical/Tabular Abstract

Article Info:

Review article

Received: 28.12.2022

Revision: 15.01.2023

Accepted: 05.03.2023

Highlights

- N Solubility.
- Intermetallics.
- Application Areas.

Keywords

Hyper Duplex Stainless Steels
Weldability
Mechanical Properties
Ferrite
Austenite

In this study, a comprehensive review of hyper duplex stainless steels and their weldability has been carried out. Due to the fact that this future-promising material is relatively new and its application areas are very limited for now, there are only a handful of studies on its welding, which has been the source of motivation for this review.

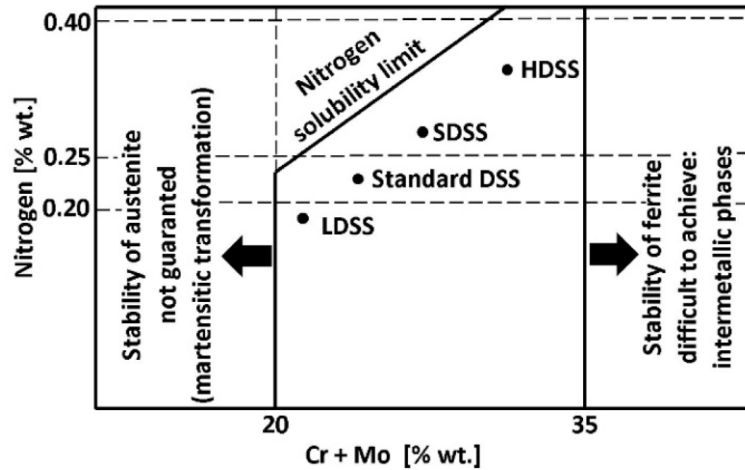


Figure A. Graph of N dissolution limit and corresponding duplex stainless steel grades in wt% Cr+Mo

Purpose: It is predicted that the use of hyper duplex stainless steels, which is one of the new material groups emerging with the developing needs, will increase in the near future with its application areas. The weldability of these materials is important, including the current application areas. This review aims to bring together the studies that have been done in this field so far.

Theory and Methods: In this study, especially the welding parameters used in hyper duplex stainless steels and the intermetallic phases that may occur, welding methods and welding with dissimilar metals are examined and explained in detail.

Results: Hyper duplex stainless steels are susceptible to the precipitation of intermetallic phases, carbides and nitrides in high-temperature service, heat treatment and welding processes due to increased alloying elements. Still, the addition of N and W largely prevents this susceptibility. In order to prevent the formation of intermetallic phases that may occur in the welding process, it is necessary to keep the heat input in the range of 0.2-1.5 kJ/mm depending on the material thickness, not to perform pre-annealing and post-weld heat treatment and to apply a maximum interpass temperature of 100 °C.

Conclusion: It is concluded that hyper duplex stainless steels have superior mechanical and especially corrosive properties compared to the austenitic and other duplex stainless steels it surpasses, and exhibit good weldability properties using certain welding methods and paying attention to the necessary parameters in the welding process.



Hyper Duplex Stainless Steels and Their Weldability

Uğur ÖZDEMİR^{1,*} Tayfun FINDIK¹ Can YILMAZ²

¹Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 06500, Yenimahalle/ANKARA

²Gedik Kaynak A.Ş., 34906, Pendik/İSTANBUL

Abstract

Hyper duplex stainless steels (HDSS), which are the most advanced products of the duplex stainless steel class, containing ferrite and austenite phases in high densities, still have a very niche and limited application area due to their cost and production process complexity. However, it is expected that the application areas will expand and its field of use will become widespread within the scope of developing technology and diversifying needs. The widespread use of this fairly new product group also depends on its machinability and weldability properties. Fusion welding methods can change the thermal history of the material and therefore the α/γ balance in duplex stainless steel. Therefore, friction stir welding method along with some arc welding with low heat input are the methods applied for joining hyper duplex stainless steels. In this study, hyper duplex stainless steels are introduced, their production methods, fields of use, and advantages are mentioned, and previous studies are evaluated by giving information about suitable welding methods and weldability.

Makale Bilgisi

Derleme makalesi
 Başvuru: 28.12.2022
 Düzeltme: 15.01.2023
 Kabul: 05.03.2023

Keywords

Hyper Duplex Stainless Steels
Weldability
Mechanical Properties
Ferrite
Austenite

Anahtar Kelimeler

Hiper Dupleks Paslanmaz Çelikler
Kaynaklanabilirlik
Mekanik Özellikler
Ferrit
Östenit

Öz

Ferrit ve östenit fazını yüksek yoğunluklarda içerisinde bulunduran dupleks paslanmaz çelik sınıfının en gelişmiş ürünleri olan hiper dupleks paslanmaz çelikler (HDSS), yüksek maliyeti ve üretim süreci kompleksliği nedeniyle dar bir kullanım alanı vardır. Ancak gelişen teknoloji ve çeşitlenen ihtiyaçlar dâhilinde kullanım alanlarının genişlemesi ve kullanımının yaygınlaşması beklenmektedir. Oldukça yeni olan bu ürün grubunun kullanımının yaygınlaşması işlenebilirlik ve kaynaklanabilirlik özelliklerine de bağlıdır. Füzyon kaynak yöntemleri, malzemenin termal geçişini ve dolayısıyla dupleks paslanmaz çelik özelinde α/γ dengesini değiştirebilmektedir. Bu yüzden düşük ısı girdisi ile bazı ark kaynakları ile beraber sürtünme karıştırma kaynak yöntemi de hiper dupleks paslanmaz çeliklerin birleştirilmesinde uygulanan yöntemlerdir. Sunulan bu çalışmada, hiper dupleks paslanmaz çelikler tanıtılarak üretim yöntemleri, kullanım alanları ve avantajlarına değinilmiş, uygun kaynak yöntemleri ve kaynaklanabilirliği hakkında bilgiler verilerek önceden yapılmış çalışmalar değerlendirilmiştir.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Paslanmaz çelik grubunun en yeni türlerinden biri olan dupleks paslanmaz çelikleri ilk kez Bain ve Griffiths, 1927 yılında yaptıkları çalışmada ortaya koymuşlardır [1]. Ticari olarak 1930 yılında İsveç'te geliştirilmiş ve ferritik paslanmaz çeliklere daha iyi bir korozyon direnci ile alternatif olmuştur [2]. Ancak dönemin çelik üretim teknolojisinin yetersizliği sebebiyle yalnızca döküm yöntemi ile üretilebilmesi, malzemenin gevrekliğinden dolayı düşük tokluğa sahip olması ve ark kaynak yöntemleri ile birleştirilme zorluğu sebepleriyle fazla tercih edilmemişti [3]. Mikroyapısında yüzey merkezli kübik latisli östenit ve hacim merkezli kübik latisli ferrit fazlarını kabaca eşit miktarda bulundurması sebebiyle dupleks adı verilmiştir. Ticari ürünlerde optimum faz dengesi üreticiler arasında değişiklik gösterse de genel olarak hacimce %45 ile %60 arasında bir östenit fazı yoğunluğu beklenir [4]. Östenitik paslanmaz çelikte karşılaştırıldığında, alaşımındaki temel farklılıklar, dupleks çeliklerin yüksek Cr (%32'ye kadar); yüksek

Mo (%5'e kadar); daha düşük Ni (%9'a kadar) ve %0.05–0.50 arası N elementlerini bulundurması söylenebilir. Özellikle klorür aralık (crevice) ve klorür çukur (pitting) korozyonu olmak üzere daha iyi korozyon direnci ve standart östenitik paslanmaz çeliklerden daha yüksek mukavemet sağlaması sebebiyle başlıca mimaride, petrol doğalgaz hatlarında, basınçlı kaplarda, gıda sanayiinde, vana ve valflerde, su arıtma tesislerinde ve otomotiv sanayiinde yaygın olarak kullanılmaktadır [5-8].

Dubleks paslanmaz çelik ürün gamı, endüstrilerin geliştikçe artan taleplerini karşılamak için özellikle Cr, Mo, N ve W gibi alaşım element içerikleri artırılarak oldukça çeşitlenmiştir [9]. Bu elementlerin etkisinin kapsamı, çukur korozyonu direnci eşdeğerliği (PREN) ile formüle edilmiştir. En yaygın kullanılan PREN formülü:

$$\bullet \text{PREN} = \text{Cr} + 3.3\text{Mo} + 16\text{N}$$

Eğer alaşım W içeriyorsa:

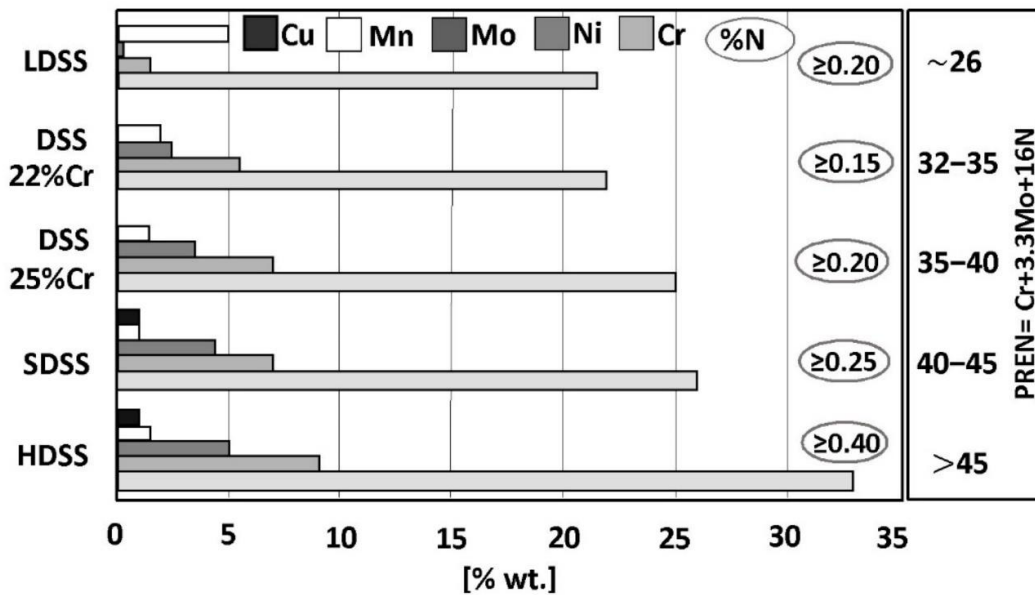
$$\bullet \text{PREN}_w = \text{Cr} + 3.3(\text{Mo} + 0.5\text{W}) + 16\text{N}$$

PREN ve PREN_w formülasyonları, azot miktarının çukur korozyonu direncinde oldukça güçlü bir etkisinin olduğunu ve tungstenin etkisinin molibdenin yarısı kadar olduğunu göstermektedir. Azot aynı zamanda östenit fazındaki yüksek çözünürlüğü nedeniyle güçlü bir östenit yapıcıdır ve östenit-ferrit faz dengesinin kontrolünde önemli bir rol oynamaktadır.

Dubleks paslanmaz çelikler kimyasal analizlerine, mekanik özelliklerine ve PREN değerlerine göre 5 temel gruba ayrılmıştır. Bunlar:

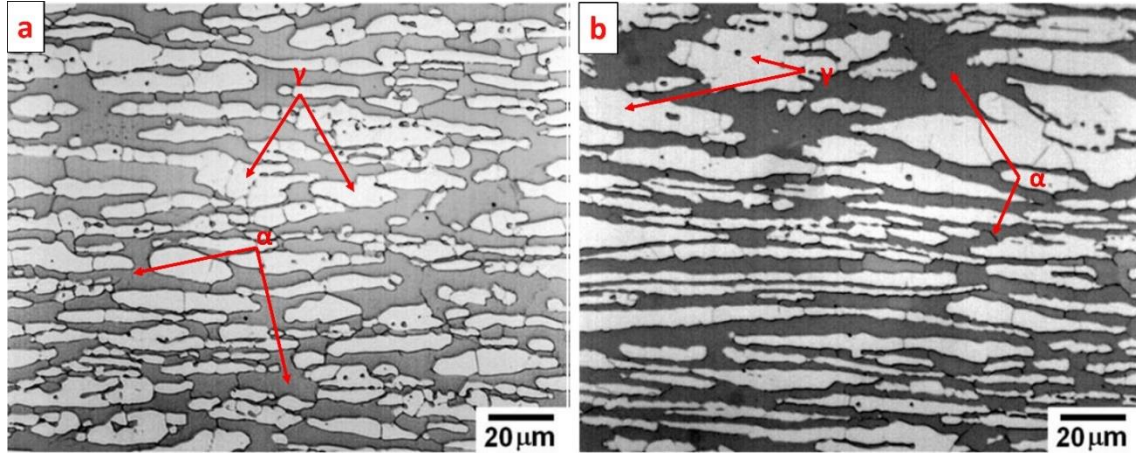
- Yalın Dupleks Paslanmaz Çelikler (LDSS);
- %22 Cr İçeren Standart Dupleks Paslanmaz Çelikler (DSS %22 Cr)
- %25 Cr İçeren Yüksek Alaşımli Standart Dupleks Paslanmaz Çelikler (DSS %25 Cr)
- Süper Dupleks Paslanmaz Çelikler (SDSS)
- Hiper Dupleks Paslanmaz Çelikler (HDSS)

Bu grupların tipik kimyasal kompozisyonları ve PREN değerleri Şekil 1.'de verilmiştir.



Şekil 1. Dupleks paslanmaz çelik gruplarının ağırlıkça tipik kimyasal kompozisyonları ve PREN değerleri [10]

Yalın dubleks paslanmaz çelikler, düşük molibden ve nikel içermesi sebebiyle mukavemeti yüksek ve maliyeti düşük bir malzeme olarak 304L ve 316L gibi östenitik paslanmaz çeliklere alternatif olmuştur. UNS S32101, S32102 ve S32104 en yaygın kullanılan yalın dubleks paslanmaz çeliklerdir. %22 ve %25 Cr içeren standart dubleks paslanmaz çelikler, artan alaşım elementleriyle korozyon direnci daha yüksek, molibden ve azot ilaveleriyle daha iyi kaynaklanabilirlik özelliğine sahip çeliklerdir. En yaygın kullanılanları UNS S32205 ve S32520 alaşımlarıdır. Şekil 2’de yalın ve standart dubleks çeliklerin mikroyapı görüntüleri sırasıyla verilmiştir.



Şekil 2. %60 HNO₃ ile elektrolitik dağlama yapılmış a) UNS S32101 ve b) UNS S32205 dubleks paslanmaz çeliklerin optik mikroskopta çekilmiş mikroyapıları [11]

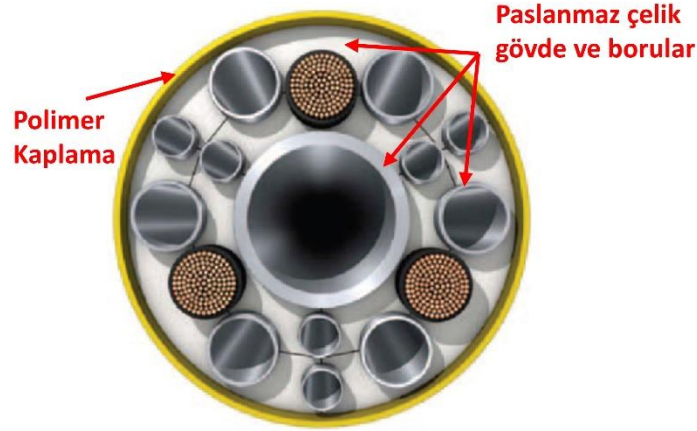
Süper dubleks paslanmaz çelikler (SDSS), yalın ve standart dubleks çeliklerin getirdiği faydaların tümüne sahip olmakla beraber daha yüksek krom, molibden ve azot içeriğine sahiptir. PREN değerinin ve buna bağlı olarak muhtelif korozyon direncinin yüksek olması, açık deniz platformlarında (off-shore), petrol ve gaz endüstrisinde, kimyasal proses ekipmanlarında, kazanlar ve basınçlı kaplarda tercih edilen malzemeler olmasını sağlamıştır [12,13]. UNS S32750 ve S32760 en yaygın kullanılan süper dubleks paslanmaz çeliklerdir. Artan alaşım içeriği ile birlikte SDSS'ler, sıcak işlem, ısıtma işlem ve kaynak sırasında istenmeyen ikincil fazların (σ fazı, χ fazı ve Cr₂N gibi) çökmesine karşı daha duyarlı hale gelmişlerdir [14-16]. Bu ikincil fazlar, mekanik özelliklerin yanı sıra korozyon direncini de önemli ölçüde bozmaktadır [17,18]. Özellikle 850-900 °C’de çok kısa sürede oluşan σ fazı ve 830 °C’de oluşmaya başlayan χ fazı, malzemenin mekanik ve korozyon dayanımını düşürmektedir [19].

Çalışmanın ileriki kısımlarında, en yeni dubleks paslanmaz çelik türü olan hiper dubleks paslanmaz çelikler tanıtılmış, kullanım alanları ve kaynaklanabilirliği ile ilgili bir kısım çalışmalar değerlendirilerek aktarılmıştır. Malzemenin yeni olması, nitelikli sanayiler olmasının yanı sıra oldukça kısıtlı kullanım alanı nedeniyle hakkında nispeten daha az çalışma yapılmıştır. Hiper dubleks paslanmaz çeliklerin kullanımının yaygınlaşması, bu malzeme ile ilgili çalışma sürdürenler veya planlayanlara katkı sağlaması amacıyla bir mevcut çalışmalardan bir derleme hazırlanmıştır.

2. HİPER DUBLEKS PASLANMAZ ÇELİKLER (HYPER DUPLEX STAINLESS STEELS)

Hiper dubleks paslanmaz çelikler hakkındaki ilk çalışmalar 2007 ve 2009 yıllarında, yine bu ürünü ticarileştiren Sandvik şirketi tarafından, özellikle denizaltında kullanılan göbek kordonu yapısına benzerliği itibarı ile kordon adı verilen borularda (umbilical tube) kullanım hedefiyle yapılmıştır [20,21]. Denizaltı kordon boruları, platform kontrol istasyonları ile deniz tabanındaki kuyu başlıkları arasında bir bağlantı olarak gerekli kontrol sinyallerini sağlamak ve deniz altı petrol ve gaz kuyularına kimyasal enjekte etmek için kullanılır. Şekil 3’te görüldüğü üzere bu kordon boruların dışı polimer kaplama olup, kabloların ve akışkanların geçeceği kanallar da dâhil olmak üzere içyapısı paslanmaz çelikten oluşmaktadır. Kullanım sahası gereği bakım ve tamiri oldukça zor ve masraflı olduğundan kordon borusunu oluşturan bütün

malzemelerin yüksek korozyon direnci ve yüksek yorulma dayanımına sahip olması gerekmektedir. Uzun yıllar S32750 kalite süper dubleks paslanmaz çelikler bu ve diğer sualtı petrol ve gaz hatları için tercih edilmekteydi [22].



Şekil 3. Denizaltı kordon borusunun şematik kesit alanı gösterimi [22]

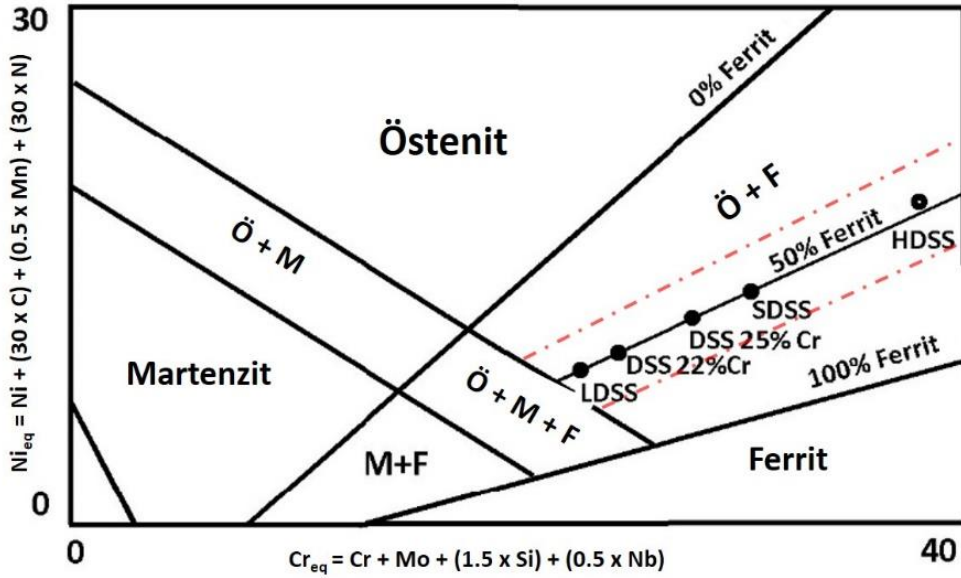
Günümüzde gelişen çok daha yüksek su derinliklerinde petrol ve gaz arama çalışmaları ve aktarma hatları kurma ihtiyacı, yeni malzeme arayışlarını da beraberinde getirmiştir. Süper dubleks paslanmaz çeliklerin yüksek su derinliğinde ve basınçta hizmet verebilmesi için duvar kalınlığını artırmak ve ayrıca korozyon koruması için ilave bir kaplama yapmak gerekmektedir. Malzemenin duvar kalınlığını artırmak, maliyet artışına sebep olmasının yanında, malzemenin ağırlığından kaynaklı bir gerilim oluşturmakta ve izin verilen gerilim sınırına ulaştığında borunun uzunluğunu da kısıtlamaktadır [8]. Hiper dubleks paslanmaz çelikler, 3000 m. ve üzeri su derinliği ve 15000 psi basınca dayanacak mukavemette ve yüksek korozyon direncine sahip malzeme ihtiyacını gidermiştir [23]. Sandvik, içeriğinde %0.5'e kadar N içeren, işlenebilirliği ve kaynaklanabilirliğinden ödün vermeden PREN \geq 50 değerinde olağanüstü korozyon direnci sağlayan iki ürünü geliştirmiş ve UNS standardında S32707 (SAF 2707HD) ve S33207 (SAF 3207HD) normları hiper dubleks paslanmaz çelik sınıfı olarak oluşmuştur. Tablo 1.'de iki hiper dubleks paslanmaz çeliğin nominal kimyasal kompozisyonları ve PREN değerleri verilmiştir. Geliştirilen bu malzemeler aynı zamanda 90 °C'ye kadar servis sıcaklığına ve süper dubleks paslanmaz çeliklere göre %20 daha yüksek akma dayanımına sahiptir [24].

Tablo 1. İki hiper dubleks paslanmaz çeliğin ağırlıkça % kimyasal kompozisyonları ve PREN değerleri

| Ticari İsim | UNS | C _{max} | Cr | Ni | Mo | N | PREN* |
|-------------|--------|------------------|----|----|-----|-----|-------|
| SAF 2707 HD | S32707 | 0.03 | 27 | 7 | 5 | 0.4 | 48 |
| SAF 3207 HD | S33207 | 0.03 | 32 | 7 | 3.5 | 0.5 | 50 |

*Boru malzemeler için minimum PREN değeri.

Paslanmaz çeliklerin mikroyapısında bulunan fazların birbirine oranlarını tayin etmek için, eksenlerini krom eşdeğerliği (Cr_{eq}) ve nikel eşdeğerliği (Ni_{eq}) formülasyonlarının oluşturduğu Schaeffler diyagramı kullanılır. Schaeffler diyagramı ve dubleks paslanmaz çeliklerin diyagramdaki yeri Şekil 4.'te verilmiştir.



Şekil 4. Schaeffler diyagramında dubleks çelik kategorilerinin yeri

Teorik olarak %50 ferrit hizasında sıralandırlılsa da, pratikte, dengeli bir dubleks paslanmaz çeliğin mikroyapı faz oranı aralığı, kesikli kırmızı çizgilerle kabaca gösterildiği üzere, biraz daha genişir.

3. ALAŞIM ELEMENTLERİNİN DUBLEKS PASLANMAZ ÇELİKLERE ETKİSİ (EFFECT OF ALLOYING ELEMENTS ON DUPLEX STAINLESS STEELS)

Çeliğin paslanmaz statüsünde sayılması için içerisinde bulunmazı zaruri olan krom, pasif bir oksit-hidroksit film oluşturarak lokal korozyon direncini artırır. Ayrıca güçlü bir ferrit oluşturucu elementtir. Ancak Cr içeriğinin ağırlıkça %30 ve üzeri seviyelere çıkması sigma gibi istenmeyen intermetalik fazların çökmesine sebep olabilmektedir. Bu intermetalik fazlar da genellikle tokluk, süneklik ve korozyon direncinde düşüğe sebebiyet verir [4,25].

Molibden ilavesi, klorlu ortamlarda çukur ve çatlak korozyon direncinde dikkate değer bir artış sağlar. Ayrıca kromun oluşturduğu pasif filmi ve pasif potansiyel aralığı genişletir ve korozyon akımı yoğunluğunu azaltır. Ferrit kararlaştırıcı elementlerdendir. Ağırlıkça %4'ün üzerinde bulunan Molibden 1000 °C ve üzerindeki sıcaklıklarda sigma fazı oluşumunu tetiklemektedir [4,8,25,26].

Östenit oluşturucu elementlerin başında gelen nikel, dubleks paslanmaz çeliklerde ferrit oranını %40 ile %60 arasında tutmak için oranı Cr içeriğine bağlı olarak alaşıma dahil edilir. Östetnitik yapının dubleks malzemeye kazandırdığı tokluk ve özellikle düşük sıcaklıklardaki süneklik nikel içeriğinden ötürüdür. Alaşımda Ni oranının çok yüksek olması yapıdaki östenit oranını %50'nin kabul edilebilir toleranslarının da üzerine çıkaracak, bu da kalan az oranda ferritin Cr ve Mo açısından zenginleşmesine sebep olacaktır. Cr ve Mo elementlerinin yüksek seviyede bulunması intermetalik fazların oluşumunu tetiklediğinden, ferritik yapıda intermetalik faz dönüşüm riski artacaktır [4,26,27]. Ayrıca yüksek Ni bulunması, yine kırılğan bir intermetalik faz olan birincil alfa fazı oluşumuna sebep olur [28].

Paslanmaz çeliklerde azot, çukur ve aralık korozyonu direncini, östenit oranını ve mukavemeti artırmaktadır [29]. Çukur korozyon direnci üzerinde PREN değerini artırarak, Cr ve Mo gibi pasif potansiyel aralığını genişletir. Cr çökmesinin de önüne geçen N, sigma ve chi gibi intermetalik fazların oluşumunu engelleyerek dubleks paslanmazlarda faz stabilitesi sağlar [4]. Azotun ancak çok uzun yaşlanma sürelerinde Cr₂N oluşumuna sebebiyet verdiği de bildirilmiştir [30]. Şekil 6'te alaşımdaki Cr ve Mo toplamına göre N çözünme limitleri ve bu limitlere karşılık gelen dubleks paslanmaz çelik sınıfları verilmiştir.

Mangan her ne kadar paslanmaz çeliklerde östenit oluşumuna katkı sağlasa da [31], dubleks paslanmaz çeliklerde, dubleks faz dengesine etkisi oldukça düşüktür. Mn abrazyon ve aşınma direncini tokluktan kayıp vermeden yükseltmeye yardımcı olur. Ayrıca azot çözünebilirlik sınırını artırır, bu da alaşıma daha fazla N eklenebilmesini sağlar [4]. Ağırlıkça %2'nin üzerinde bulunan Mn intermetalik fazların oluşumuna sebebiyet verir [27].

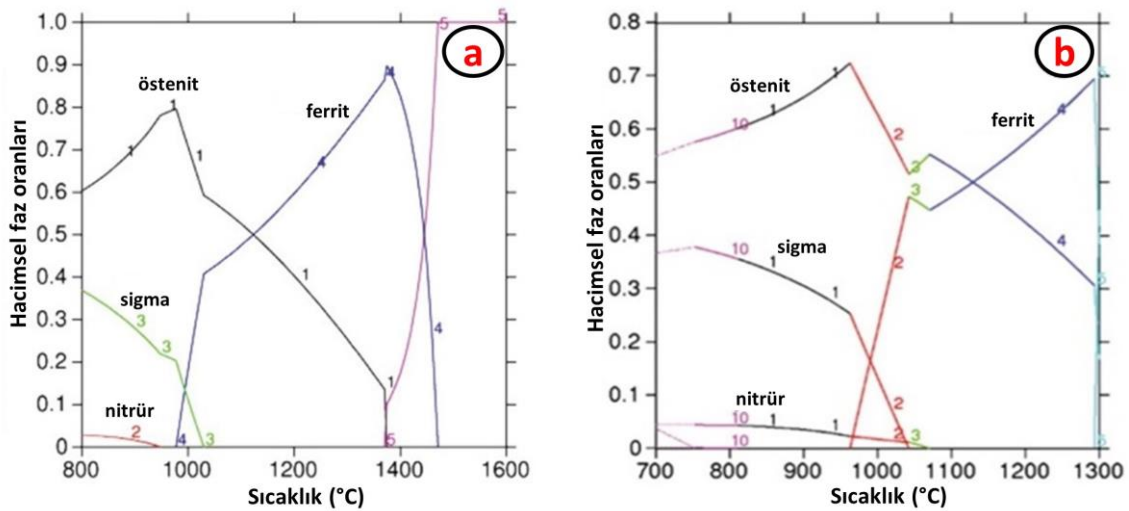
Bakır, östenitik paslanmaz çeliklerde H₂SO₄ vb. oksitleyici olmayan ortamlarda korozyon oranını düşürür. Bazı dubleks paslanmaz çelik tiplerinde de tam bu sebepten dolayı alaşıma katılmaktadır. Bakırın çözünlülüğü östenitte nispeten yüksektir (~%4) ve ferritte düşüktür (~0.2%) [32]. Daha yüksek Cu ilavesi (≥%2), diğer paslanmaz çelik türlerinde (ör.: 17-4PH paslanmaz çelik) görüldüğü gibi sıcak sünekliğin azalmasına ve çökeltme sertleşmesine neden olabilir [4,32,33]. Cu, östenit oluşumuna katkı sağlar ve ferrit miktarını önemli ölçüde azaltır [34].

Tungsten katkılı dubleks paslanmazlar için PREN formülasyonunun W ilaveli versiyonunun geliştirilmesinden da anlaşılacağı üzere, ağırlıkça yaklaşık %2.2 oranına kadar eklendiğinde, W, çukur ve aralık korozyon direncinde ve yeniden pasivasyon potansiyeli üzerinde belirgin bir faydalı etkiye sahiptir [35]. Süper dubleks paslanmaz çeliklerde W ilavesinin üçüncül fazların çökeltme kinetiği üzerindeki etkisinin incelendiği güncel bir çalışmada, ağırlıkça yaklaşık %2 W katkısının σ -fazının çökeltmesini geciktirdiğini, tane ve faz sınırlarında χ -fazının oluşumunu desteklediğini ve zararlı fazların toplam konsantrasyonunu azalttığını ortaya koymuşlardır [36].

Artan Si içeriği ile Cr_{eq}/Ni_{eq} değeri arttıkça ferrit fraksiyonu artar ve ikincil östenit miktarı azalır [37]. Silisyum nitrik asitli ortamlar ve yüksek sıcaklıklarda oksidasyon direncini artırır. Bu sebepten dolayı ağırlıkça %3.5 - %5.5 içeren yüksek silisyumlu dubleks paslanmaz çelikler ortaya çıkmıştır. Ancak genellikle sigma fazı oluşumunu tetiklediği için ağırlıkça %1 seviyesi dubleks paslanmaz çeliklerde Si limiti olarak kabul edilir [4].

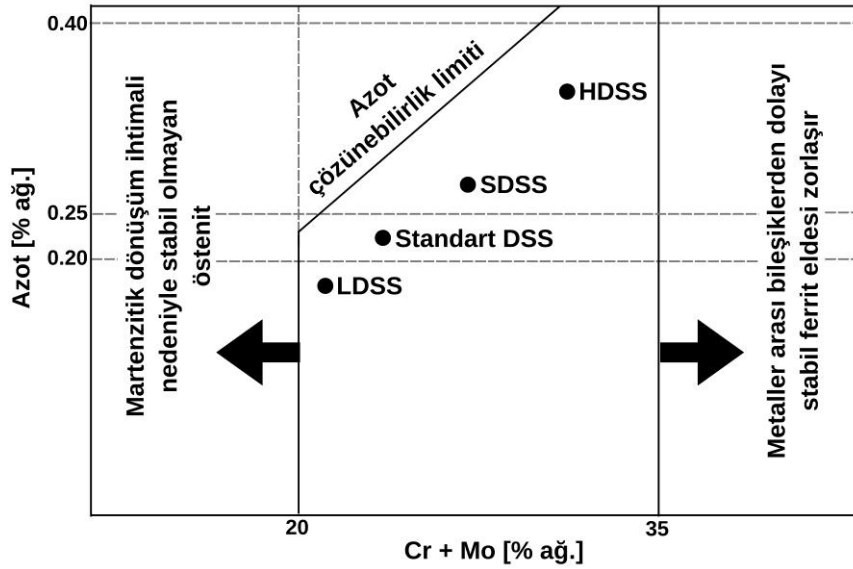
Karbon oranı dubleks paslanmaz çelikler için ağırlıkça maksimum %0.03 olması önerilmektedir. Yüksek karbon içeriği, Cr-C karbürleri oluşumuna sebep olarak, çukur ve aralık korozyon direncini azaltır ve çatlak oluşumuna yol açabilir [38,39]. Benzer şekilde, S ve P içerikleri de tamamen sıfırlanmasa da, düşük seviyelerde kontrol altında tutulmalıdır [4].

Şekil 5.'te Thermo-Calc ile oluşturulmuş (a) süper dubleks (b) hiper dubleks paslanmaz çeliklerin faz diyagramları verilmiştir. Faz diyagramlarına göre mikroyapılar, östenit ve ferrit fazlarının yanı sıra, 800 ila 1300°C arasında oluşan sigma fazı, diğer intermetalik çökeltiler ve krom nitrürlerden oluşmaktadır [8].

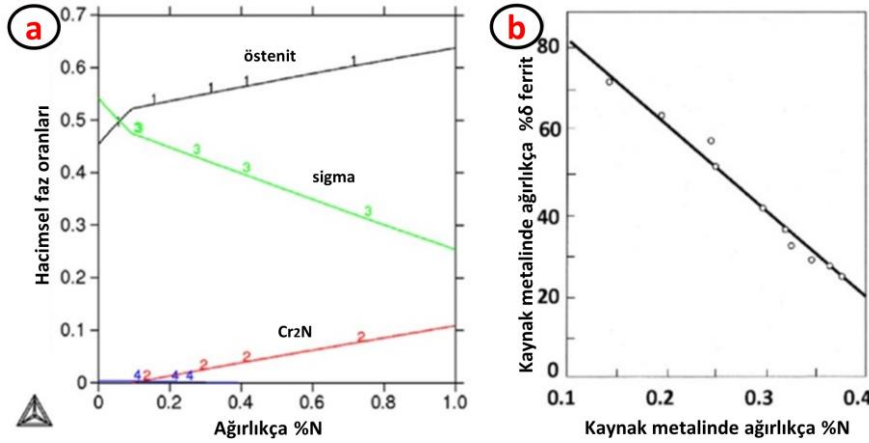


Şekil 5. Thermo-Calc ile oluşturulmuş a) süper dubleks b) hiper dubleks paslanmaz çeliklerin faz diyagramları [8]

Yukarıda açıklandığı üzere, dubleks paslanmaz çeliklerde Cr, Mo ve N gibi alaşım elementleri artırıldığında intermetalik fazların oluşum riski artmaktadır. Ancak Thermo-Calc ile yapılan termodinamik modellemeler ve ürün çıktılarını incelendiğinde yüksek seviyedeki Cr, Mo ve N alaşımlarının beklenmedik pozitif sinerjik etkileri bulunmuştur. Bunlardan en önemlisi, Cr ve Mo'nun eş zamanlı olarak artırılması, alaşımların N çözünübilirliğini artırmaktadır [40]. Alaşıma bu sayede daha fazla N ilave edilmesi, sigma fazı ve delta ferrit oluşumunu baskılamaya yaramaktadır. Bu iki etki Şekil 6. ve Şekil 7.'de grafiksel olarak gösterilmiştir.



Şekil 6. Ağırlıkça %Cr+Mo içinde N çözünme sınırı ve karşılık gelen dubleks paslanmaz çelik sınıflarının grafiği [10]



Şekil 7. Dubleks paslanmaz çeliklerde ağırlıkça %N oranına göre a) Sigma fazı oluşumu b) kaynak metalindeki delta ferrit oluşumu [8,41]

Nitrür oluşturmadan alaşımda çözünen azot, bütün olumlu korozif ve faz stabilizasyon özelliklerini malzemeye aktarır. Bu sayede intermetalik faz oluşumu azaltılmış olur.

4. DUBLEKS PASLANMAZ ÇELİKLERİN KAYNAĞI (WELDING OF DUPLEX STAINLESS STEELS)

Füzyon kaynak yöntemleri, malzemenin termal geçmişini ve dolayısıyla dubleks paslanmaz çelik özelinde α/γ dengesini değiştirebilmektedir. Bu nedenle, kaynak işlemi sonrası, bir kaynak metali, bir ısının tesiri

altında kalan bölge (ITAB) ve ana metal olarak ayrı bölgeler oluşur. Kaynak metali, ana metalin kimyasal bileşiminin, dolgu metaliyle ve varsa koruyucu gazın mikro yapıyı etkilediği karışım bir alaşımdır. ITAB'da oluşan mikro yapı, maksimum sıcaklıktan dönüşüm sonu sıcaklığına kadar olan soğuma hızına bağlıdır. Bu yüzden kaynak işlemi öncesi ve sonrasında ısı girdisini, sıcaklık değişimini ve soğuma hızını kontrol altında tutmak oldukça önemlidir [42-44]. Kaynak parametrelerinin yanı sıra kullanılan ilave metalin de faz dengesinde ve intermetalik fazların oluşumunda etkisi fazladır.

Kaynakta iyi bir yapı stabilitesi sağlamak için gerekli olan ferrit aralığı, ferrit içeriğini belirten standartlar veya spesifikasyonlar tarafından tanımlanmıştır. API 938-C'ye göre; ana metalde %30-65, ITAB'da %40-65 ve kaynak metalinde %25-60 arasında bir ferrit içeriği, NACE MR0175'e göre ferrit içeriği; hacimce %30-70 ve DNV-OS-F101'e göre; hem ITAB'da hem de kaynak metalinde %35-65 ferrit içeriği bulunmalıdır. Kaynak metalindeki ferrit farklı yöntemlerle belirlenebilir; en çok kullanılan ASTM E562'ye göre nokta sayımıdır. Bunun dışında ferritin manyetik tepkisini ölçen Ferritscope cihazı nispeten doğru bir ölçüm aracıdır.

Dubleks paslanmaz çeliklerin kaynağında ön tav yapılmamakla beraber intermetalik fazların oluşumunu engellemek için ısı girdisi düşük tutulmalıdır (yalın dubleksler için 1.75-2.0 kJ/mm ve süper dubleksler için 1.5-1.75 kJ/mm). Tablo 2.'de dubleks paslanmaz çeliklerde oluşan intermetalik fazlar ve çökelme sıcaklıkları verilmiştir.

Tablo 2. *Dubleks paslanmaz çeliklerde oluşan intermetalik fazlar ve çökelme sıcaklıkları*

| Intermetalik Faz | Çökelme Sıcaklığı |
|--|-------------------|
| α' (alfa-prime) | 300 – 525 °C |
| γ_2 (Gama) | 650 – 900 °C |
| χ (Chi) | 700 – 900 °C |
| Cr ₂ N, CrN | 700 – 950 °C |
| G (G-faz) | 300 – 400 °C |
| σ (Sigma) | 600 – 1000 °C |
| R (Laves) | 550 – 650 °C |
| M ₇ C ₃ , M ₂₃ C ₆ | 650 – 950 °C |

Pasolararası ısı girdisi de buna aynı sebepten dolayı yalın dubleksler için maksimum 250 °C ve süper dubleksler için 150 °C tavsiye edilmektedir [45]. Cr ve Mo oranı arttıkça dubleks paslanmaz çeliklerin kaynaklanabilirliği azalmakta ve kaynak işlemine etki eden her etkenin sınırları dar ve rijit olarak çizilir. 475 °C'de oluşan intermetalik alfa fazı, ve 800-1300 °C arasında oluşan sigma fazı sebebiyle dubleks paslanmaz çeliklerde kaynak sonrası ısıl işlem (PWHT) mekanik ve korozyon özelliklerine olumsuz etki eder. Bu sebeple dubleks paslanmaz çeliklere PWHT yaygın kullanımda uygulanmamaktadır.

Çok pasolu kaynaklarda, pasolararası sıcaklık göz önünde bulundurularak, her pasoda ısı girdisini sabit tutmak, oksijenin kaynak metaline ihtivasını sınırlamak, ferritin ayrışması için geçerli süreyi sağlamak ve bu sayede optimum östenit miktarını yakalamak gerekmektedir. Bu sebeplerden dolayı, 1200 °C ile 1050 °C arasında yavaş soğutma yapılması ve zararlı ikincil fazların oluşumunu önlemek için 1050 °C ile 300 °C arasında hızlı soğutma yapılması gerekir [28].

4.1. Hiper Dupleks Paslanmaz Çeliklerin Kaynağı (Welding of Hyper Duplex Stainless Steels)

Hiper dupleks paslanmaz çeliklerin kritik sektörlerde kullanımının artması, bu malzemelerin güvenli bir şekilde kaynaklanabilmesi ihtiyacını da beraberinde getirmektedir. Yalın ve süper dupleks paslanmaz çelikler için gazaltı ve elektrik ark kaynağı yöntemleri için dolgu metalleri ticari olarak üretilmiş ve piyasada farklı şirketlerin ürünleri rahatça bulunabilmektedir. Ancak HDSS'ler oldukça yeni bir ürün grubu olduğu için, dünyada MIG ve TIG için kullanılan yalnızca iki adet ürün bulunmaktadır (Exaton 27.7.5.L ve Sandvik 27.9.5.L) [46,47]. Bu iki ürün aynı zamanda tozaltı kaynak yöntemi (SAW) için de denmektedir.

Tablo 3'te HDSS'lerin kaynağı için uygun iki kaynak telinin tipik kimyasal kompozisyonu verilmiştir. Kaynak tellerindeki yüksek azot içeriği, kaynak sırasında hızlı östenit oluşumunu sağlar. İntermetalik çökeltilerden arınmış bir mikro yapı elde etmek için ferrit içeriğini kontrol etmek önemlidir. Genel olarak, ısıdan etkilenen bölgedeki (ITAB) kaynak metali, %30-70 oranında bir ferrit içeriğine sahip olmalıdır.

Tablo 3. HDSS kaynak telleri ağırlıkça tipik kimyasal kompozisyonu [46,47]

| Ticari İsim | EN 14334 | C | Cr | Ni | Mo | N | Co |
|------------------|--------------|-------|------|-----|-----|------|-----|
| Exaton 27.7.5.L | Z 27 7 5 L | 0.015 | 27.0 | 6.5 | 5.0 | 0.4 | 1.0 |
| Sandvik 27.9.5.L | Z 27 9 5 N L | 0.02 | 27.0 | 9 | 5.0 | 0.32 | 1.0 |

Elektrik ark kaynağı yönteminde sarf malzeme olarak kullanılan elektrotların kimyasal bileşimi, örtüden ve çekirdek telden modifiye edilebilmektedir [48]. Ancak hiper dubleks paslanmaz çelikler için elektrik ark kaynak yöntemi hiç denenmemiş olup, ne ticari bir sarf malzemesi ürün karşılığı, ne de tüm dünyada kabul edilen kaynak sarf malzemeleri standartlarında (AWS, ISO) bir sınıfı veya normu bulunmamaktadır.

HDSS'lerin kaynağında ön tavlama tavsiye edilmez, ancak oda sıcaklığının altında bir ortamda kaynak yapılacaksa iş parçasının 50-80 °C'de tavllanması kaynak metalinin nemden etkilenmesinin önüne geçer. Kaynak sırasında ısı girdisinin olabildiğince düşük tutulması intermetalik faz oluşumunu engeller. Bu sebeple, malzeme kalınlığına bağlı olarak ısı girdisi 0.2-1.5 kJ/mm aralığında belirlenmelidir. Çok pasolu kaynaklarda, pasolararası sıcaklık en fazla 100 °C olmalıdır [49]

Literatürde hiper dubleks paslanmaz çeliklerin kaynağı ile ilgili oldukça sınırlı sayıda çalışma bulunmaktadır. Kim ve arkadaşları, koruyucu gazdaki N₂ katkısının etkisini araştırmak için, HDSS boruları ilave dolgu metali olmadan, saf Ar ve Ar+%2 N₂ koruyucu gazları kullanarak TIG kaynak yöntemi ile birleştirmiştir. Yapılan mikroyapı incelemeleri ile korozyon testleri sonrasında, N₂ katkılı koruyucu gazın alaşıma etki ettiği ve mikroyapıda γ fazının oluşumunu güçlendirdiği, α ve Cr₂N çökelti oluşumlarının azalmasıyla beraber korozyon direncini artırdığı belirtilmiştir [50]. Jang ve arkadaşlarının benzer çalışmasının sonuçları da bu çalışmayı destekler niteliktedir [51]. Pimenta ve arkadaşları, ilave metal kullanmadan TIG yöntemi ile yaptıkları çalışmada, %1.5, %2.5, %3.5, %4.5 ve %5.5 N₂ katkılı Ar koruyucu gaz kullanmışlardır. Koruyucu gazdaki azotun kaynak metaline geçişinin sağlandığı gözlenirken, kaynak metalinde azotun artışı ile östenitin hacim fraksiyonu arasında neredeyse lineer bir ilişki saptanmıştır. Ayrıca koruyucu gazda artan azot miktarına bağlı olarak sigma, chi fazları ile nitrür ve karbür oluşumunun artmadığı; kaynak metalinde, ITAB'da ve ana metalde mikrosertlik değerlerinin değişmediği görülmüştür [52].

Acuna ve arkadaşları, hiper dubleks paslanmaz çelikler için bir kaynak spesifikasyonu geliştirmek amacı ile yaptıkları çalışmada iki farklı ısı girdisiyle (1.1 kJ/mm ve 1.65 kJ/mm) karbon çeliği üzerine üstüste üç paso HDSS kaynak metali oluşturmuşlardır. Her iki ısı girdisinde de, ilk iki pasoda ferrit/östenit oranı korunurken, son pasoda hacim olarak daha fazla ferrit ve krom-nitrür görülmüş, sigma fazına rastlanmamıştır. Bu çalışmada simülasyon programı yardımıyla oluşturulmuş CCT ve TTT diyagramları oluşturulmuş, kinetik modelleme ile kaynak sonrası 4°C/s'den daha yüksek soğuma hızlarında sigma fazı oluşması beklenmediği ortaya konulmuştur [53].

Hosseini ve arkadaşları, SDSS ve HDSS plakalarda ve kaynak metallere, ferrit içinde Fe ve Cr'nin ayrışması sebebiyle oluşan 475 °C-gevrekliğini araştırdıkları çalışmalarında, kaynak metallere 475 °C'de 5 dk. yaşlandırmaya tabi tutmuşlardır. Numunelerin kaynakları alaşıma uygun ilave tel kullanılarak TIG kaynak yöntemi ile yapılmıştır. Plakaların yüzeylerinde soğuma hızı daha yüksek olması sebebiyle Fe-Cr ayrışması, plakaların yüzeyinden daha fazla olmuştur. Kaynak metallere HDSS, SDSS'ye kıyasla daha düşük düzeyde Fe ve Cr ayrışması göstermesine rağmen toklukta daha büyük bir düşüşle karşılaşmıştır. Bu fenomen, HDSS'nin SDSS'ye göre daha düşük Ni içeriğine sahip olmasıyla açıklanmıştır. Çalışmada, malzemelerin 475 °C-gevrekliğinden az etkilenmesi için düşük seviyede kalıntı gerilim ve fazla kafes kusuru bulunması önerilmiştir [54].

Kim ve arkadaşları, HDSS kaynak metallerinin yüksek sıcaklıkta yaşlanma ile çatlak oluşumu ve korozyon karakteristiklerini yaptıkları çalışma ile incelemişlerdir. Modifiye edilmiş bir özlü tel ile gazaltı kaynak yöntemi (FCAW) kullanarak hazırlanan kaynaklı parçalar, intermetalik çökeltilerin oluşumlarını ve bunların etkilerini görmek için 600 °C'de 1 saatten 100 saate kadar yaşlandırmaya maruz bırakılmıştır. Çalışma sonucunda, kaynak metalinde 40 saat yaşlandırma sonucu çatlak oluşumu gözlenmiş, çatlak çevrelerinde yüksek oranda Cr ve Mo'nun yanı sıra ikincil östenit, σ ve χ fazları tespit edilmiş, sertlik de buna bağlı olarak artış göstermiştir. Çatlak oluşumuna kadarki yaşlanma süresinde, deniz tuzu ortamında, korozyon direncinde bir azalma olmamış, çatlak sonrasında ise korozyon direnci yarıya düşmüş ve yaşlanma devam ettikçe kademeli olarak düşüş devam etmiştir [55].

Kim ve arkadaşları, HDSS kaynak metalinde Mo'nun korozyif ve mekanik özelliklere etkisini araştırmışlardır. Masif telde alaşım tasarımının zorluğu sebebi ile çalışma, ağırlıkça % 3, 4, 5 ve 6 Mo içeren modifiye özlü teller ile gerçekleştirilmiştir. %Mo içeriği arttıkça %uzamanın azaldığı, kaynak metalinin sertliği ve mukavemetinin ise arttığı görülmüştür. %Mo içeriği arttıkça δ -ferrit faz oranı arttığı ve γ -östenit faz oranının azaldığı ortaya konulmuştur [56]. Çalışmada kullanılan özlü tellerde tek değişken %Mo olması, Mo oranı artırılırken östenit oluşturuca hiçbir element ilave edilmemesi sebebiyle mikroyapıda ferrit baskın hale gelmiştir. Süneklikteki düşüşle beraber sertlik ve mukavemetteki artış bu sebeple açıklanabilir.

Li ve arkadaşları SAF2707 sınıfı HDSS malzemenin sürtünme karıştırma kaynak kabiliyetini inceledikleri çalışmada, istenmeyen intermetalik fazlar içermeyen, ince ve eş eksenel taneli bir kaynak metalini elde etmişlerdir. Kaynak metalini, ince taneli olması ve intermetalik faz içermemesi nedeniyle, hem korozyon direnci hem de mekanik özellikler bakımından ana metalden daha iyi performans göstermiştir [57]. Li ve arkadaşlarının, bahsedilen çalışmaya devam niteliğinde olan bir başka çalışmasında ise sürtünme karıştırma kaynağındaki başlık dönüş hızının mikroyapı ve korozyon direncine olan etkisi incelenmiş, 200 ve 300 rpm hızlarda intermetalik fazların oluştuğu ve özellikleri olumsuz etkilediği vurgulanmıştır [58].

Stenvall ve arkadaşı, SAF2707 sınıfı HDSS malzemenin TIG ve SAW yöntemleri ile kaynak kabiliyetini incelemiştir. Aynı dolgu metalini ve bazik tozaltı tozu ile yapılan kaynaklarda, iki yöntemle hazırlanan numunelerin de iyi korozyon direncine sahip olduğu gözlenmiştir. SAW ile yapılan kaynakta darbe tokluğu daha düşük çıkmış, bunun da tozda ve cürufta bulunan yüksek oksijen miktarına bağlı olabileceği belirtilmiştir [20].

Mohan ve arkadaşları, yüksek entropi alaşımı ($\text{Fe}_5\text{Co}_{20}\text{Ni}_{20}\text{Mn}_{35}\text{Cu}_{20}$) dolgu metalini kullanarak S33207 HDSS ile 6061 sınıfı alüminyum malzemenin lazer kaynağı ile birleştirilebilirliğini araştırmıştır. Ara yüzeyde oluşan intermetalik faz katmanının kalınlığı, gerçekleşen faz dönüşümleri ve birleşme yüzeyinin genişliğinin yapılan kaynağın mekanik ve metalürjik özellikleri üzerinde baskın bir etkiye sahip olduğu ortaya konulmuştur [59].

5. SONUÇ (CONCLUSION)

Hiper dubleks paslanmaz çeliklerin tanıtıldığı ve kaynağı ile ilgili önceden yapılmış bazı çalışmaların incelendiği bu derlemede;

- Hiper dubleks paslanmaz çeliklerin mevcutta oldukça sınırlı bir kullanım alanına sahip olmasına rağmen, zamanla östenitik paslanmaz ve dubleks paslanmaz çelik kullanılan sektörde ihtiyaçların gelişmesi ile kullanımının artacağı,
- Dubleks paslanmaz çelikler arasında en yüksek kritik çukurlaşma sıcaklığına ve kritik çatlak korozyon sıcaklığına sahip olduğu [23,60,61]
- Dubleks paslanmaz çelikler arasında en yüksek çekme ve yorulma dayanımlarına sahip olduğu [20,24],
- Artan alaşım elementleri nedeniyle, yüksek sıcaklıkta servis, ısıtma işlem ve kaynak proseslerinde intermetalik fazların, karbür ve nitürlerin çökmesine karşı hassas olduğu [4,8,25-28], ancak N ve W ilavesinin de bu hassasiyeti büyük oranda engellediği [4,35,36],

- Piyasada HDSS'ler için kısıtlı kaynak sarf malzemesi bulunmasına rağmen [46,47], gerekli önlemler alındığında iyi bir kaynaklanabilirlik sergilediği [49,54],
- HDSS'lerin kaynağı ile ilgili oldukça az çalışmanın yapılmış olması, MIG, TIG ve SAW yöntemlerinden farklı kaynak yöntemlerinin denenmemiş olması nedeniyle bu alanın geliştirilmeye muhtaç olduğu [8,24,49],
- Azotun kaynak kabiliyetine olan olumlu etkisinin, gazaltı kaynak yöntemlerinde koruyucu gazla azot ilave ederek intermetalik faz oluşumunun önüne geçilebildiği [50-52],
- Derin sularda kullanılan HDSS'lerin tamir ve bakım kaynaklarının su altında yapılması gerektiği göz önüne alındığında, TIG ve MIG kaynak yöntemleri su altında kaynak yapmaya elverişli olmadığı için elektrik ark kaynak yöntemine uygun elektrot ve bir sonraki aşama olarak sualtı kullanımına uygun elektrik ark kaynağı elektrodu üretilmesinin gerekli olduğu, çıkarımları yapılmıştır.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Bain E.C., Griffiths W.E., "An Introduction to iron–chromium–nickel alloys", Trans. Am. Inst. Min. Metall. Eng., 75: 166–211, (1927)
- [2] Outokumpu. "History of duplex stainless steel"
<https://www.outokumpu.com/en/expertise/2020/duplex-90-years/history-of-duplex-stainless-steel>
- [3] Zhang Z., van der Mee V., Golding M. et al, "Pitting corrosion resistance properties of super duplex stainless steel weld metals and influencing factors", Weld World, 63: 617–625, (2019).
<https://doi.org/10.1007/s40194-018-00684-y>
- [4] Robert N. Gunn. (1997). Duplex Stainless Steels, Woodhead Publishing.
<https://doi.org/10.1533/9781845698775.24>
- [5] Euro-Inox. "Innovative Facades in Stainless Steel", Euro-Inox Publication, Building series, Brussels, 19: 34, (2013).
- [6] "Hong Kong-Zhuhai-Macau Bridge: the world's longest sea bridge". <https://www.roadtraffic-technology.com/projects/hong-kong-zhuhai-macau-bridge/>
- [7] Zuili D., "The use of stainless steels in oil & gas industry". Proceedings of the Duplex Stainless Steel Conference, Beaune, 576-582, (2010).
- [8] Guocai C., Pasi K., "Super and hyper duplex stainless steels: structures, properties and applications", Procedia Structural Integrity, 2: 1755-1762, (2016) <https://doi.org/10.1016/j.prostr.2016.06.221>.
- [9] Lula R. A., "Duplex Stainless Steels", KCI publishing, Zutphen, (1983).
- [10] Stankiewicz M., Slazak B., "Resistance to pitting corrosion of duplex steel and its welded joints." The Importance of Steel Selection, Modeling Methods and Experimental Tests in the Design of Building Structures, Maslak, M., Ed., Publishing House of the Cracow University of Technology, Cracow, (2020).
- [11] Magnani M. & Terada M., Lino A., Tallo V., Bertoni da Fonseca E., Santos T. F., Ramirez A., "Microstructural and Electrochemical Characterization of Friction Stir Welded Duplex Stainless Steels". International Journal of Electrochemical Science. 9: 2966-2977, (2014).
- [12] Tan H., Jiang Y.M., Deng B., Sun T., Xu J.L., Li J., "Effect of annealing temperature on the pitting corrosion resistance of super duplex stainless steel UNS S32750", Mater. Charact., 60: 1049-1054, (2009).
<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2009.04.009>

- [13] Martins M., Casteletti L.C., “Microstructural characteristics and corrosion behavior of a super duplex stainless steel casting”, *Mater. Charact.*, 60: 150-155, (2009). <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2008.12.010>
- [14] Wroński S., Tarasiuk J., Bacroix B., Baczmański A., Braham C., “Investigation of plastic deformation heterogeneities in duplex steel by EBSD” *Mater. Charact.*, 73: 52-60, (2012). <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2012.07.016>
- [15] Hong J.F., Han D., Tan H., Li J., Jiang Y.M., “Evaluation of aged duplex stainless steel UNS S32750 susceptibility to intergranular corrosion by optimized double loop electrochemical potentiokinetic reactivation method” *Corros. Sci.*, 68: 249-255, (2013). <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2012.11.024>
- [16] Liang X.Z., Dodge M.F., Liang W., Dong H.B., “Precipitation of chromium nitride nano-rods on lamellar carbides along austenite-ferrite boundaries in super duplex stainless steel” *Scr. Mater.*, 127: 45-48, (2017). <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2016.09.004>
- [17] Jeon S.H., Park I.J., Kim H.J., Kim S.T., Lee Y.K., Park Y.S., “Effect of Cu on the precipitation of deleterious phases and the mechanical properties of 27Cr-7Ni hyper duplex stainless steels” *Mater. Trans.*, 55: 971-977, (2014). <http://doi.org/10.2320/matertrans.M2013471>
- [18] Villanueva D.M.E., Junior F.C.P., Plaut R.L., Padilha A.F., “Comparative study on sigma phase precipitation of three types of stainless steels: austenitic, superferritic and duplex”, *Mater. Sci. Technol.*, 22: 1098-1104, (2006). <https://doi.org/10.1179/174328406X109230>
- [19] Nùria L.I., Héctor L.L., Isabel L.J., Maria V.B., “Identification of sigma and chi phases in duplex stainless steels”, *Mater. Charact.*, 112: 20-29, (2016). <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2015.12.004>
- [20] Stenvall P., and Holmquist M., “New Hyper Duplex Stainless Steel Welding Material For Improved Weld Performance”. *Corrosion 2007*, Nashville, (2007).
- [21] Kivisäkk U., Eidhagen J., & Juhlin J.J. “Uns S33207 A New Hyper Duplex Stainless Steel For Umbilicals”, *Corrosion 2009*, Atlanta, (2009).
- [22] Guocai C. , Kivisäkk U., Tokaruk J., Eidhagen J. “Hyper duplex stainless steel for deep subsea applications”, *Stainless Steel World*, 3: 27-33, (2009).
- [23] Aker Solutions, “Subsea Power Distribution Systems”, <https://www.akersolutions.com/what-we-do/subsea-production-systems-and-lifecycle-services/subsea-power-distribution-systems/>
- [24] Chai G., Kangas P., “New hyper duplex stainless steels” *Proc. Duplex stainless steels*, 1043-1054, (2011).
- [25] Elhoud A.M., Renton N.C., Deans W.F., “The effect of manufacturing variables on the corrosion resistance of a super duplex stainless steel”, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 52: 451–461, (2011), <https://doi.org/10.1007/s00170-010-2756-6>.
- [26] C.A. Olsson, “The influence of nitrogen and molybdenum on passive films formed on the austenoferritic stainless steel 2205 studied by AES and XPS”, *Corr. Sci.*, 1995, 37(3): 467-479.
- [27] Liou H.Y., Tsai W.T., Pan Y.T. et al., “Effects of alloying elements on the mechanical properties and corrosion behaviors of 2205 duplex stainless steels”, *J. of Materi. Eng. and Perform.*, 10: 231–241, (2001), <https://doi.org/10.1361/105994901770345268>.

- [28] Maslak M., Stankiewicz M., Slazak B., “Duplex Steels Used in Building Structures and Their Resistance to Chloride Corrosion”, *Materials* 14: 5666, (2021), <https://doi.org/10.3390/ma14195666>.
- [29] Kaçar R., Ertek Emre H., Sinoplu Ö., “Dubleks Paslanmaz Çeliklerin Statik Yaşlanma Davranışları”, 6th International Advanced Technologies Symposium (IATS’11), Elazığ, 142-146, (2011).
- [30] Binbin Z., Huabing L., Shucui Z., Zhouhua J., Yue L., Hao F., Hongchun Z., “Effect of nitrogen on precipitation behavior of hyper duplex stainless steel S32707”, *Materials Characterization*, 175: 111096 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2021.111096>.
- [31] Altuntaş G., Altuntaş O., Öztürk M.K., Bostan B., “Metallurgical and Crystallographic Analysis of Different Amounts of Deformation Applied to Hadfield Steel”, *Inter. Metalcast.*, (2022). <https://doi.org/10.1007/s40962-022-00860-3>
- [32] Banas J., Mazurkiewicz A., “The effect of copper on passivity and corrosion behaviour of ferritic and ferritic–austenitic stainless steels”, *Mater Sci Eng A.*, 277: 183-191, (2000). [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(99\)00530-4](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00530-4)
- [33] Ressel G., Gsellmann M., Brandl D., Landefeld A., Keplinger A., Zhang Z.L., Maier-Kiener V., Schnitzer R., “Copper and its effects on microstructure and correlated tensile properties of super duplex stainless steels”, *Mater Sci Eng A.*, 821: 141544, (2021). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141544>.
- [34] De Lima H.M.L.F., Tavares S.S.M., Martins M., Araújo W.S., “The effect of copper addition on the corrosion resistance of cast duplex stainless steel”, *Journal of Materials Research and Technology*, 8(2): 2107-2119, (2019). <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.01.018>.
- [35] Haugan E.B., Næss M., Rodriguez C.T., Johnsen R., Iannuzzi M., “Effect of Tungsten on the Pitting and Crevice Corrosion Resistance of Type 25Cr Super Duplex Stainless Steels”, *Corrosion*, 73(1): 53–67 (2017). <https://doi.org/10.5006/2185>.
- [36] Torres C., Iannuzzi M., Johnsen R., “Use of the Critical Acidification Model to Estimate the Influence of W in the Localized Corrosion Resistance of 25Cr Super Duplex Stainless Steels”, *Metals*, 10(10): 1364, (2020). <https://doi.org/10.3390/met10101364>.
- [37] Lee B.H. et al., “The effect of silicon content on the pitting corrosion of duplex stainless steel weldment”, *Archives of materials science and engineering*, 67: 60-69, (2014).
- [38] Altuntaş O., Güral A., Tekeli S. “Microstructure engineering for superior wear and impact toughness strength of hypereutectoid powder metallurgy steel”, *Powder Metallurgy*, 65:2, 101-111, (2022). <https://doi.org/10.1080/00325899.2021.1954280>
- [39] Knyazeva M., Pohl M., “Duplex Steels. Part II: Carbides and Nitrides”, *Metallogr. Microstruct. Anal.*, 2: 343–351, (2013). <https://doi.org/10.1007/s13632-013-0088-2>.
- [40] High H., “Hyper-duplex stainless steels” https://www.materials.sandvik/contentassets/2fb9a78a95e54cfba303361e04151a68/sav0049_whitepaper_hyperduplex_150606.pdf.
- [41] Sato Y.S., Kokawa H., Kuwana T., “Effect of nitrogen on σ transformation in duplex stainless steel weld metal”, *Science and Technology of Welding and Joining*, 4(1): 41-49, (1999). <https://doi.org/10.1179/stw.1999.4.1.41>.

- [42] Ghosh P.K., “Introduction to Gas Metal Arc Welding Process, Pulse Current Gas Metal Arc Welding: Characteristics, Control and Applications”, Springer, Singapore, (2017).
- [43] Korkmaz E., Meran C., “Mechanical properties and microstructure characterization of GTAW of micro-alloyed hot rolled ferritic XPF800 steel”, Engineering Science and Technology, an International Journal, 24(2): 503-513, (2021). <https://doi.org/10.1016/j.jestch.2020.04.006>.
- [44] Kumar S., Nath S. K., “Studies on Microstructure and Mechanical Properties of Simulated Heat Affected Zone in a Micro Alloyed Steel”, International Journal of Materials and Metallurgical Engineering, 8(9): 1056 – 1059, (2014). <https://doi.org/10.5281/zenodo.1112153>.
- [45] Mathers G., “Duplex Stainless Steel Part 1”, <https://www.twi-global.com/technical-knowledge/job-knowledge/duplex-stainless-steel-part-1-105>.
- [46] ESAB, “Exaton 27.7.5.L GMAW Wire FactSheet”, <https://www.esabna.com/us/en/products/filler-metals/specialty-alloys/mig-mag-wires-gmaw/stainless-steel-wires/exaton-27-7-5-l.cfm>.
- [47] Sandvik, “27.9.5.L Welding Wire Factsheet”, <https://www.acerostitanium.cl/docs/sandvik-EN-N-Z-27-9-5-N-L.pdf>.
- [48] Sözeri M., Fındık T., Özdemir U., “Düşük Alaşımli Çeliklere Kaynakla Kaplama Yapılarak Balistik Özellik Kazandırılması”, Gazi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 8(2): 168-177, (2022).
- [49] Karlsson L., “Welding duplex stainless steels—a review of current recommendations”, Weld World, 56(3): 65–76, (2012). <https://doi.org/10.1007/BF03321351>
- [50] Kim H.-J., Jeon S.-H., Kim S.-T., Park Y.-S., “Influence of the shielding gas composition on the passive film and erosion corrosion of tube-to-tube sheet welds of hyper duplex stainless steel”, Corrosion Science, 91: 140-150, (2015). <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2014.11.014>.
- [51] Jang S.-H., Kim S.-T., Lee I.-S., Park Y.-S., “Effect of Shielding Gas Composition on Phase Transformation and Mechanism of Pitting Corrosion of Hyper Duplex Stainless Steel Welds”, Materials Transactions, 52(6): 1228-1236, (2011). <https://doi.org/10.2320/matertrans.M2010414>.
- [52] Pimenta A.R., Diniz M.G., Perez G., Naranjo I.G.S., “Nitrogen addition to the shielding gas for welding hyper-duplex stainless steel”, Soldagem & Inspeção, 25:e2512, (2019). <https://doi.org/10.1590/0104-9224/SI25.12>
- [53] Acuna A., Ramirez A., Menon R., Björnstedt P., Carvalho L., "Developing a Weld Overlay Specification for Hyper Duplex Stainless Steel." Proceedings of the ASME 2021 Pressure Vessels & Piping Conference Volume 4: Materials and Fabrication, Virtual, (2021). <https://doi.org/10.1115/PVP2021-62042>
- [54] Hosseini V. A., Thuvander M., Lindgren K., Oliver J., Folkesson N., Gonzalez D., Karlsson L., “Fe and Cr phase separation in super and hyper duplex stainless steel plates and welds after very short aging times”, Materials & Design, 210: 110055, (2021). <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2021.110055>.
- [55] Kim D.-H., Kim N.-H., Lee H.-W., “Corrosion and cracking characteristics upon aging of hyper duplex stainless steel weld”, Materials Science and Technology, 36(7): 783-792, (2020). <https://doi.org/10.1080/02670836.2020.1743575>.
- [56] Kim N.-h., Gil W., Lim H.-d., Choi C.-h., Lee H.-w., “Variation of Mechanical Properties and Corrosion Properties with Mo Contents of Hyper Duplex Stainless-Steel Welds”, Metals and Materials International, 25(1): 193-206, (2019). <https://doi.org/10.1007/s12540-018-0166-8>.

[57] Li J., Liu X., Li G., Han P., Liang W., “Characterization of the Microstructure, Mechanical Properties, and Corrosion Resistance of a Friction-Stir-Welded Joint of Hyper Duplex Stainless Steel”, *Metals*, 7(4):138, (2017). <https://doi.org/10.3390/met7040138>.

[58] Chen W., Wang J., Li J., Zheng Y., Li H., Liu Y., Han P., “Effect of the Rotation Speed during Friction Stir Welding on the Microstructure and Corrosion Resistance of SAF 2707 Hyper Duplex Stainless Steel”, *Steel Research International*, 89(4): 1700425, (2018). <https://doi.org/10.1002/srin.201700425>.

[59] Mohan D.G., Tomków J., Karganroudi S.S., “Laser Welding of UNS S33207 Hyper-Duplex Stainless Steel to 6061 Aluminum Alloy Using High Entropy Alloy as a Filler Material”, *Appl. Sci.*, 12: 2849, (2022). <https://doi.org/10.3390/app12062849>.

[60] Sandvik. "SAF 2707 HD™ tube and pipe, seamless", Sandvik Datasheet, (2021).

[61] Sandvik. "SAF 3207 HD™ tube and pipe, seamless", Sandvik Datasheet, (2021).