

TÜRK MÜHENDİSLİK ARAŞTIRMA VE EĞİTİMİ DERGİSİ

2022 - Cilt: 1 Sayı: 2

ISSN: 2822-3454

Turkish Journal of Engineering
Research and Education

2022 - Vol: 1 No: 2

Bu dergi Türk Eğitim-Sen tarafından yayınlanmaktadır.

This journal is published by Türk Eğitim-Sen.



İmtiyaz Sahibi/ Owner	Talip GEYLAN - TÜRK EĞİTİM-SEN GENEL BAŞKANI
Sorumlu Yazı İşleri Müdürü /Director	Cengiz KOCAKAPLAN
Yazışma Adresi / Correspondence Address	Erzurum Mahallesi Talatpaşa Bulvarı No:160 Kat:6 Cebeci/ANKARA
İnternet Adresi / Web Address	https://tmaed.org/index-tr.html
Yayın Türü /Publication Type	Sürekli / Periodical Yılda iki sayı yayımlanır: Mayıs, Kasım Published two issues per year: May, November
Baş Editör / Editor-in-Chief	Prof. Dr. Murat Erhan BALCI – Balıkesir Üniversitesi
Baş Editör Yardımcısı / Deputy Editor-in-Chief	Doç. Dr. Nuray GEDİK – Balıkesir Üniversitesi
Alan Editörleri / Area Editors	Prof. Dr. Ahmet DURGUTLU - Gazi Üniversitesi Prof. Dr. Feray KÖÇKAR - Balıkesir Üniversitesi Prof. Dr. İsmail ŞAHİN - Gazi Üniversitesi Prof. Dr. Mehmet Hakan HOCAOĞLU - İstanbul Ticaret Üniversitesi Prof. Dr. Mustafa GÜNAY - Karabük Üniversitesi Prof. Dr. Nihat Sinan IŞIK - Gazi Üniversitesi Prof. Dr. Osman KOLA - Adana Alparslan Türkeş Bilim ve Teknoloji Üniversitesi Prof. Dr. Recep BİRGÜL - Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi Prof. Dr. Şenol GÜRSOY - Karabük Üniversitesi Prof. Dr. Yasin ALEMDAĞ - Karadeniz Teknik Üniversitesi Doç. Dr. Baybars Ali FİL - Balıkesir Üniversitesi Doç. Dr. İlker TEKİN - Karabük Üniversitesi Doç. Dr. Nihat DÖNGEL - Gazi Üniversitesi Doç. Dr. Osman ÖZKARACA - Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi Dr. Öğr. Üyesi Adem TEKEREK - Gazi Üniversitesi Dr. Öğr. Üyesi Mustafa Selman AYDOĞAN - Balıkesir Üniversitesi Dr. Öğr. Üyesi Tuba GÖZEL - Gebze Teknik Üniversitesi
Editör Kurulu / Editorial Board	Prof. Dr. Abid ABU-TAIR - British University in Dubai Prof. Dr. Ahmed F. ZOBAA-Brunel University Prof. Dr. Adil EL-KORDI - Beirut Arab University Prof. Dr. Ali Fuat BOZ – Sakarya Uygulamalı Bilimler Üniversitesi Prof. Dr. Behnam MOHAMMADI-IVATLOO - University of Tabriz Prof. Dr. Can HAŞIMOĞLU– Sakarya Uygulamalı Bilimler Üniversitesi Prof. Dr. Çetin ELMAS - Gazi Üniversitesi Prof. Dr. F. P. Garcia MARQUEZ - University of Castilla-La Mancha Prof. Dr. Gürkan ÖZDEN - Dokuz Eylül Üniversitesi Prof. Dr. İgbal BABAYEV - Azerbaijan Technical University Prof. Dr. Jamal KHATIB - Beirut Arab University Prof. Dr. John KINUTHIA - University of South Wales Prof. Dr. Maksud BOBOJANOV - Tashkent State Technical University Prof. Dr. Mürsel ERDAL - Gazi Üniversitesi Prof. Dr. Nurali YUSUFBEYLİ - Azerbaijan Technical University Prof. Dr. Ömer EYERCİOĞLU - Gaziantep Üniversitesi Prof. Dr. Sergey BUSHİYEV - Azerbaijan Technical University Prof. Dr. Seyhan FIRAT - Gazi Üniversitesi Prof. Dr. Tuncay YİÇİT – Süleyman Demirel Üniversitesi Prof. Dr. Vilayet VELİYEV - Azerbaijan Technical University Prof. Dr. Z. ABDUL-MALEK - Universiti Teknologi Malaysia Assoc. Prof. Dr. S. H. E. Abdel ALEEM- Valley High Institute of Eng. and Tech. Dr. Abbas RABIEE - University of Zanjan Dr. Ali AHMADIAN - University of Bonab Dr. Amin Mohammadpour SHOTORBANI - University of British Columbia Dr. D. R. ALMALYK - The Islam Karimov Tashkent State Technical University Dr. Morteza Zare OSKOU EI - Qatar University Dr. Pouya IFAEİ - Kyung Hee University Dr. Saeed PEYGHAMI - Aalborg University Dr. Vahid VAHIDINASAB - Nottingham Trent University Dr. Zeynep HASIRCI TUĞCU - Karadeniz Teknik Üniversitesi

Mizanpaj Editörleri / Layout Editors	Doç. Dr. Yakup KAYA – Karabük Üniversitesi Öğr. Gör. Mehmet Serkan YILDIRIM – Gazi Üniversitesi
Dil Editörleri / Language Editors	Türkçe: Dr. Öğr. Üyesi Ünsal Yılmaz YEŞİLDAL-Akdeniz Üniversitesi İngilizce: Prof. Dr. Recep BİRGÜL – Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi Doç. Dr. Erkan YÜCE – Aksaray Üniversitesi
Teknik Editörler / Technical Editors	Dr. Öğr. Üyesi Hakan ADA – Kastamonu Üniversitesi Dr. Öğr. Üyesi Onur ALTUNTAŞ – Milli Savunma Üniversitesi Dr. Ramazan ÇAKIROĞLU – Gazi Üniversitesi

Bu Sayının Hakemleri/ Reviewers for the Current Issue	Prof. Dr. Cemal KAYA - Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Prof. Dr. John KINUTHIA - The University of South Wales (USW) Prof. Dr. Mehmet Hakan HOCAOĞLU - İstanbul Ticaret Üniversitesi Prof. Dr. Nizamettin KAHRAMAN - Karabük Üniversitesi Prof. Dr. Seyhan FIRAT - Gazi Üniversitesi Prof. Dr. Tevfik KÜÇÜKÖMEROĞLU - Karadeniz Teknik Üniversitesi Doç. Dr. Dilşat BOZDOĞAN KONUŞKAN - Hatay Mustafa Kemal Üniversitesi Doç. Dr. Kubilay KARACİF - Hitit Üniversitesi Doç. Dr. Osman ÖZKARACA - Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi Doç. Dr. Seyit Ahmet SİS - Balıkesir Üniversitesi Dr. Ayşe Aybike ŞEKER - Aselsan Akademi Dr. Öğr. Üyesi Bekir AKSOY - Isparta Uygulamalı Bilimler Üniversitesi Dr. Öğr. Üyesi Ersin ÖZDEMİR - İskenderun Teknik Üniversitesi Dr. Öğr. Üyesi Fuat KILIÇ - Balıkesir Üniversitesi Dr. Öğr. Üyesi Gürcan ÇETİN - Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi Dr. Öğr. Üyesi Kamil KARAÇUĞA - İstanbul Teknik Üniversitesi Dr. Öğr. Üyesi Semih Mahmut AKTARER - Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi Dr. Öğr. Üyesi Serkan SEZEN - Kocaeli Üniversitesi Dr. Öğr. Üyesi Sinan KUL - Bayburt Üniversitesi Dr. Öğr. Üyesi Onur SÖZÜDOĞRU - Atatürk Üniversitesi
--	--

HAKKINDA

Türk Eğitim-Sen'in bilimsel yayın organı olan Türk Mühendislik Araştırma ve Eğitimi Dergisi, mühendislik alanında hazırlanan güncel, özgün ve nitelikli çalışmalarını yayımlayan uluslararası hakemli bilimsel bir dergidir. Bu dergi, ilk sayısı 15 Haziran 2014 tarihinde yayımlanan "21. Yüzyılda Fen ve Teknik" dergisinin bölünmesi sonucu ortaya çıkmıştır. Türk Mühendislik Araştırma ve Eğitimi Dergisi, Mayıs ve Kasım aylarında yılda iki sayı olarak yayımlanmaktadır. Açık erişim bir dergidir ve makaleler için herhangi bir değerlendirme ve başvuru ücreti talep etmez.

ABOUT

Turkish Journal of Engineering Research and Education, the scientific publication of Türk Eğitim-Sen, is an international peer-reviewed scientific journal that publishes current, original and qualified studies in the field of engineering. This journal emerged as a result of the division of the "Science and Technology in 21st Century" journal, the first issue of which was published on June 15, 2014. Turkish Journal of Engineering Research and Education is published twice a year, in May and November. It is an open access journal and does not charge any evaluation and submission fee for manuscripts.

AMAÇ ve KAPSAM

Türk Mühendislik Araştırma ve Eğitim Dergisi, mühendislik alanında güncel, özgün ve nitelikli çalışmalarını yayımlayarak, mühendislik öğrencilerinin eğitimlerini ve mühendislerin yaşam boyu mesleki gelişimlerini desteklemeyi, ayrıca mühendislik alan yazınına katkıda bulunmayı amaçlamaktadır. Bu dergi, tüm mühendislik disiplinlerinden özgün araştırma makaleleri, derlemeler, kısa makaleler ve editöre mektupları yayımlamak üzere kabul eder.

AIMS and SCOPE

Turkish Journal of Engineering Research and Education aims to support the education of engineering students and the lifelong professional development of engineers, and also to contribute to the engineering literature, by publishing current, original and qualified studies in the field of engineering. This journal welcomes original research articles, reviews, short articles and letters to editor from all engineering disciplines for publication.

İÇİNDEKİLER / CONTENTS

ARAŞTIRMA MAKALELERİ / RESEARCH ARTICLES

- Östenitik Paslanmaz Çelik ve IF Çeliğinin Nokta Direnç Kaynak Yöntemi ile Birleştirilmesine Kaynak Parametrelerinin Etkisi**
Effect of Welding Parameters on Joining Austenitic Stainless Steel and IF Steel with Spot Resistance Welding Method 38
Kadir Kaya, Yakup Kaya
- Aşırı Akım Röle Koordinasyonu için Bozkurt Algoritmasının Kapsamlı Performans Analizi**
Comprehensive Performance Analysis of Greywolf Optimizer for Overcurrent Relay Coordination 52
Mert Bekir Atsever, Mehmet Hakan Hocaoğlu
- Fatty Acids Composition and Bioactive Substances of Cold Pressed Oils from Strawberry Seed**
Çilek Tohumundan Soğuk Sıkımla Elde Edilen Yağların Biyoaktif Bileşenleri ve Yağ Asidi Kompozisyonu 62
Osman Kola, Erva Parıld, Neslihan Keçeli, Murat Reis Akkaya
- Correlations between different shrinkage parameters and expansion of paste and mortar containing limestone fines** 71
Rawan Ramadan, Hassan Ghanem, Jamal Khatib, Adel Elkordi
- Sentetik Atıksulardan Elektrooksidasyon Yöntemiyle Renk Gideriminin Araştırılmasında Başlangıç Boyar Madde Kirliliği ve Sıcaklığın Etkisi**
The Effect of Initial Dyestuff Pollution and Temperature on the Investigation of Color Removal from Synthetic Wastewater by Electrooxidation Method 80
Baybars Ali Fil
- Kirchhoff Yaklaşımı İntegralinin Radon Dönüşümü Yorumu ile Zaman Uzayında Belirlenmesi Üzerine**
On the Evaluation of the Kirchhoff Approximation Integral using Radon Transform Interpretation in Time Domain 86
Aslıhan Aktepe, Ahmet Arif Ergin, Hüseyin Arda Ülkü
- An Experimental Framework for Power Analysis for Side-channel Attacks**
Yan Kanal Saldırılarında Güç Analizi için Deneysel bir Altyapı 92
Halil Said Cankurtaran, Ali Boyacı, Serhan Yarkan
- IoT and Cloud Based Application for Smart Cities**
Akıllı Şehirler için Nesnelerin İnterneti ve Bulut Tabanlı bir Uygulama 100
Ali Çoroz, Ersin Akyüz

İÇİNDEKİLER / CONTENTS

DERLEME MAKALELERİ / REVIEW ARTICLES

LiFePO₄ Bataryalarda Güncel Çalışmalar

Current Studies on LiFePO₄ Batteries

Ezgi Gültek, Serdar Altın

108

Investigation of the Effects of Different Welding Methods Applied on Aluminum 7075 Material on the Mechanical and Microstructure Structure Properties of the Joint Zone

Alüminyum 7075 Malzemesine Uygulanan Farklı Kaynak Metotlarının Birleşme Bölgesinin Mekanik ve İçyapı Özelliklerine Etkisinin İncelenmesi

H. Sercan Çubuk, Gökhan Kurt, Uğur Çavdar

120

ARAŞTIRMA MAKALESİ

Östenitik Paslanmaz Çelik ve IF Çeliğinin Nokta Direnç Kaynak Yöntemi ile Birleştirilmesine Kaynak Parametrelerinin Etkisi

Effect of Welding Parameters on Joining Austenitic Stainless Steel and IF Steel with Spot Resistance Welding Method

Kadir Kaya¹, Yakup Kaya^{2*}

¹MEB Altın Safran İlkokulu Karabük

²Karabük Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Karabük

Geliş / Received: 22.04.2022

Kabul / Accepted: 03.10.2022

*Sorumlu Yazar (Corresponding Author) Yakup Kaya, ykaya@karabuk.edu.tr

ÖZ: Bu çalışmada, 1,2 mm kalınlığındaki yüksek korozyon dayanımlı paslanmaz (AISI 316 L) çelik ve yaşlanmaya dayanıklı ve ekstra derin çekmeye uygun çok düşük karbonlu arayer atomsuz IF (7114) çelikleri farklı parametreler kullanılarak nokta direnç kaynak yöntemi ile birleştirilmiş ve kaynak parametrelerinin (3 ve 6 kN elektrod kuvveti, 3, 5, 7 ve 9 kA kaynak akımı ve 10, 20, 30, 40 ve 50 çevrim kaynak süresi) kaynaklı birleştirmelere etkisinin belirlenmesi için araştırmalar yapılmıştır. Birleştirme dayanımlarını incelemek için numunelere çekme-makaslama testleri uygulanmış ve testler sonucunda numunelerin kırılma tipleri de araştırılmıştır. Ayrıca, numunelerin kaynak bölgeleri üzerinde sertlik ve mikroyapı çalışmaları yapılmıştır. Kaynaklı numuneler üzerinde gerçekleştirilen çekme-makaslama testleri sonucunda, çekme-makaslama dayanımlarının elektrod kuvveti, kaynak akımı ve kaynak süresi artışına bağlı olarak arttığı tespit edilmiştir. Ek olarak çekme-makaslama testleri sonrasında tüm numunelerde kopma, IF 7114 çeliği ITAB'ında meydana gelmiştir. Sertlik testleri sonucunda, en yüksek sertlik değeri AISI 316 L-IF 7114 kaynak çekirdeğinden ölçülmüş onu sırasıyla ITAB'lar (AISI 316 L ITAB>IF 7114 ITAB) ve ana malzemeler (AISI 316 L ana malzeme>IF 7114 ana malzeme) izlemiştir. Mikroyapı incelemeleri sonucunda, artan elektrod kuvveti, kaynak akımı ve kaynak süresiyle kaynak çekirdeği kesitinin genişlediği ve artan ısı girdisi sebebiyle de IF 7114 ITAB'ında belirgin bir tane irileşmesi olduğu gözlemlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Paslanmaz çelik, IF çeliği, nokta direnç kaynağı, mekanik özellikler, mikroyapı

ABSTRACT: In this study, 1,2 mm thick high corrosion resistant stainless (AISI 316L) and very low carbon, resistant aging and suitable extra deep drawing interstitial free IF (7114) steels were combined by resistance spot welding method using different parameters and the welding parameters (3 and 6 kN electrode forces, 3, 5, 7 and 9 kA welding currents and 10, 20, 30, 40 and 50 cycle welding times) studies have been conducted to determine the effect on welded joints. Tensile-shear tests were applied to the samples in order to examine the strength of the welded joints and the fracture types of the samples were investigated as a result of the tests. In addition, hardness and microstructure studies were done on the welded regions of the samples. As a result of the tensile-shear tests carried out on the welded samples, it was determined that the tensile-shear strength of the joints increased depending on the increase in electrode force, welding current and welding time. In addition, after the tensile-shear tests, rupture of all samples occurred in IF 7114 steel the heat effected zone (HAZ). As a result of the hardness tests, the highest hardness value was measured from AISI 316 L-IF 7114 the weld nugget, followed by HAZs (AISI 316 L HAZ>IF 7114 HAZ) and base materials (AISI 316 L base material>IF 7114 base material), respectively. As a result of the microstructure investigations, it was observed that the weld nugget cross section expanded with increasing electrode force, welding current and welding time, and a significant grain coarsening occurred in IF 7114 HAZ due to increased heat input.

Keywords: Stainless steel, IF steel, resistance spot welding, mechanical properties, microstructure

1. GİRİŞ

Paslanmaz çelik, birçok endüstri ve çevresinde geniş kullanım alanına sahip önemli bir mühendislik malzemesidir. Paslanmaz çeliklere yüksek korozyon direncini kazandıran yüzeyinde bulunan krom oksit tabakasıdır. Paslanmaz çelikler; baskın metalürjik faz dağılımına göre östenitik, martenzitik, ferritik, çökeltme sertleşmeli ve dubleks olarak sınıflandırılmaktadırlar [1], [2]. Paslanmaz çelikler içerisinde en yüksek kullanım %70 ile östenitik paslanmaz çeliklere aittir [3]. Bu çelikler, üstün korozyon dayanımı ve yüksek mekanik özelliklere sahiptir. Bu özellikleri sayesinde depolama ve basınç tankları, makine üretim parçaları ve hijyen gerektiren gıda sektörü gibi birçok alanda kullanılan önemli bir malzemedir [4].

Dünyada son zamanlardaki teknolojik gelişmeler ve artan rekabet ortamı, sürekli müşteri memnuniyeti gerektirmektedir. Çelik endüstrisinde bu teknoloji ve rekabete ayak uydurmak zorunda kalmıştır. Arayer atomsuz (Interstitial-Free, IF) çeliklerde bu son teknoloji ürünlerinden birisidir [5]. IF çelikleri derin çekilebilirlik ve kaynak edilebilirliklerinin iyi olması nedeniyle özellikle otomobil, elektronik eşya, beyaz eşya vb. endüstrilerinde kullanımı artmaktadır [6]. IF çeliği sahip olduğu düşük akma mukavemeti ve yüksek "r" değeri sayesinde ekstra derin çekilebilmekte ve çok karmaşık parçaların üretiminde kullanılmaktadır. IF çeliği içeriğinde bulunan C ve N miktarı vakumlu gaz giderme sistemi ve Ti ve/veya Ti + Nb ilave edilmesiyle 20 ppm'e kadar azaltılmıştır ve yaşlanma göstermeyen yüksek şekillendirilebilirlik özelliği sağlanmaktadır [7].

Teknolojik gelişmeler ve araştırmalarla elde edilen malzemelerin de kendine has özelliklerini kaybetmeden birleştirilebilmesi gerekmektedir. İmalat endüstrisinde en çok kullanılan birleştirme yöntemlerinden biri de kaynaktır. Nokta direnç kaynak yöntemi; seri imalata uyarlanabilen ve epeyce yaygın kullanılan bir yöntemdir. Bu yöntem; ilave metal kullanılmaması sebebiyle hafif olması, yüksek kaynak dayanımı, estetik görünüm, operatör becerisi gerektirmemesi ve yüksek kaynak hızı gibi sebeplerle de otomotiv ve uçak sanayinde, ayrıca metal eşya üretiminde yaygın olarak kullanılmaktadır [8].

Bu çalışmanın amacı; yüksek korozyon dayanımı, mekanik özellikleri ve kolay şekillendirilebilir olması dolayısı ile başta otomotiv, kimya ve mutfak eşyası endüstrisi olmak üzere birçok alanda kullanılan östenitik paslanmaz çelik (AISI 316L) ve yüksek şekillendirilebilirlik ve derin çekme özelliklerinden dolayı başta otomotiv ve beyaz eşya endüstrisi olmak üzere birçok alanda yaygın olarak kullanılan arayer atomsuz IF (Interstitial Free) çeliği (7114) levhaları, nokta direnç kaynağıyla 40 farklı parametrede (3 ve 6 kN elektrod kuvveti, 3, 5, 7 ve 9 kA kaynak akımı ve 10, 20, 30, 40 ve 50 çevrim kaynak süresi) birleştirilerek, kaynaklı birleştirmelerin, mikroyapı ve mekanik özelliklerinin araştırılmasıdır.

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu çalışmada, 1,2 mm kalınlıktaki östenitik paslanmaz çelik ve IF çeliği saclar nokta direnç kaynak yöntemi ile birleştirilmiştir. Kaynak işleminde kullanılan AISI 316L ve IF 7114 çelik sacların kimyasal bileşimleri Tablo 1'de, mekanik özellikleri ise Tablo 2'de verilmiştir.

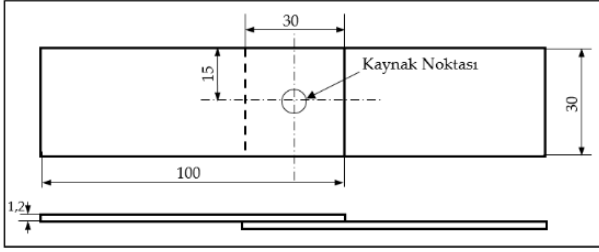
Tablo 1: Sacların kimyasal bileşimi (%Ağırlık).

	C	Mn	P	S	Ti	Si	Cr	Ni	Mo	Fe
AISI 316 L	0,008	1,75	0,045	0,003	-	0,95	17,8	12	2,7	Kalan
IF 7114	0,005	0,15	0,006	0,005	0,068	-	-	-	-	Kalan

Tablo 2: Sacların mekanik özellikleri.

	Akma Dayanımı (N/mm ²)	Çekme Dayanımı (N/mm ²)	Uzama (%)
AISI 316 L	207	539	55
IF 7114	210 max	270-350	38

Kaynak işlemleri için AISI 316 L ve IF 7114 saclar, giyotin makas ile 100x30x1,2 mm boyutlarında kesilmiş ve nokta direnç kaynak standartlarına uygun olarak Şekil 1'de verilen ölçülerde üst üste bindirilerek kaynak işlemlerine hazır hale getirilmiştir. Kaynak işlemlerinde Baykal SPP 60 tipi (Şekil 2) su soğutmalı ve pnomatik kontrollü nokta direnç kaynak makinası kullanılmıştır. Ek olarak kaynaklı parçaların standart olması için bütün kaynak işlemlerinde IF 7114 sacı altta, AISI 316 L sacın ise üstte olmasına dikkat edilmiştir. Ayrıca ön deneyler yapılarak, AISI 316 L çelik ile IF 7114 çelik sac malzemelerin başarıyla birleştirileceği kaynak parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 1: Nokta direnç kaynak standart ölçüleri.



Şekil 2: Kullanılan kaynak makinesi.

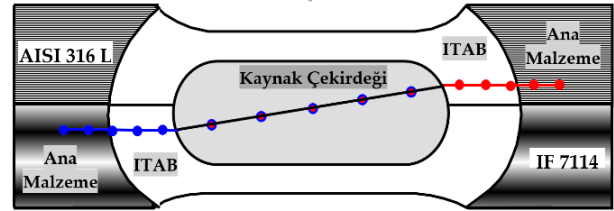
Deneysel çalışmalarda kullanılan kaynak parametreleri Tablo 3'te verilmiştir. Kaynak işlemleri her bir parametreden 4 adet (3 adet çekme-makaslama ve 1 adet mikroyapı/mikrosertlik) olmak üzere toplamda 160 adet yapılmıştır.

Tablo 3: Kaynak parametreleri.

Elektrod kuvveti (kN)	Kaynak Akımı (kA)	Kaynak Zamanı (çevrim)				
3	3	10	20	30	40	50
	5					
	7					
	9					
6	3	10	20	30	40	50
	5					
	7					
	9					

Kaynaklı numunelerin (170x30 boyutlarında) çekme-makaslama dayanımlarının belirlenmesi için, Shimadzu marka (5 ton) çekme cihazı kullanılarak 2 mm/dk çekme hızında çekme deneyleri yapılmıştır. Her bir parametreden 3'er adet çekme-makaslama testi yapılmış ve bu sonuçların ortalaması alınmıştır. Ayrıca kaynaklı numuneler üzerinde mikroyapı ve mikrosertlik çalışmaları yapılabilmesi için numunelerin

bindirme bölgesi (kaynak çekirdeği) ortasından kesilerek (15x30 mm) hazırlanmıştır. 15x30 mm boyutlarında hazırlanan mikroyapı numuneleri bakalite alınmış ve daha sonra bu numunelere zımparalama ve parlatma (standart metalografik numune hazırlama) işlemleri uygulanmıştır. Parlatma işlemleri biten numunelerin AISI 316 L tarafı %10 oksalik asit çözeltisinde ve elektrolitik olarak dağlanır iken IF 7114 tarafı ise %3 nitrik asit çözeltisinde dağlanmıştır. Dağlama işlemlerinden sonra numuneler, NIKON Epiphot 200 optik mikroskop ile görüntülenmiştir. Mikroyapı çalışmalarından sonra aynı numuneler mikrosertlik ölçümlerinde de kullanılmıştır. Sertlik değişimlerini belirlemek için Şekil 3'te görülen noktalardan Shimadzu HMV marka cihaz ile 500 g yük uygulanarak HV (HV_{0,5}) cinsinden sertlik ölçülmüştür.



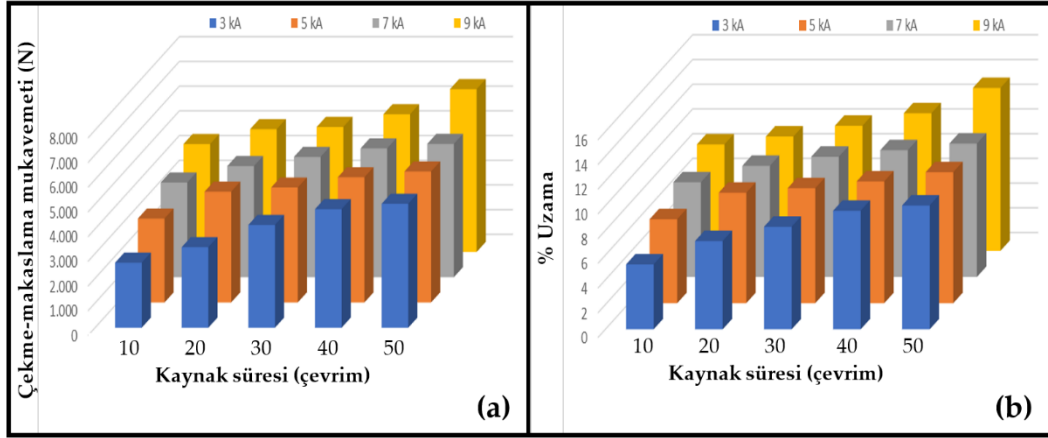
Şekil 3: Mikrosertlik ölçüm noktaları.

3. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

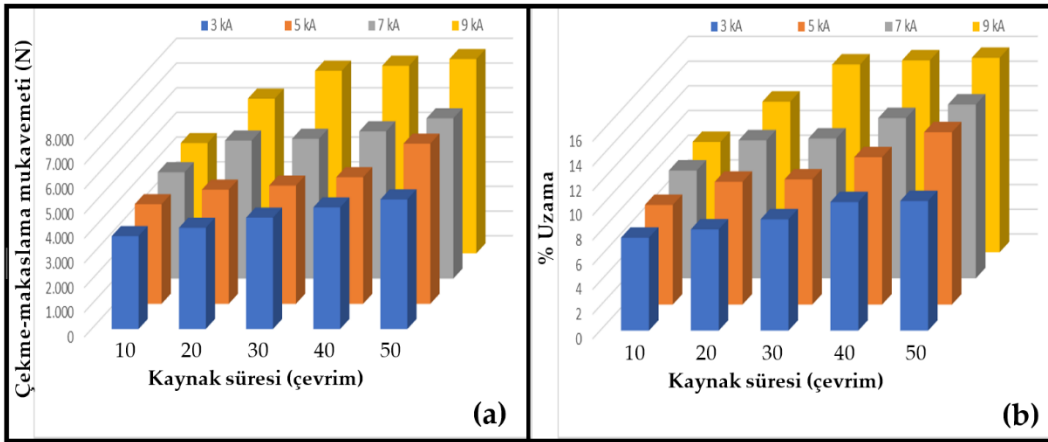
3.1 Çekme-makaslama testi ve kırılma tipi incelemesi

Nokta direnç kaynak yöntemiyle birleştirilen AISI 316 L-IF 7114 numunelere çekme-makaslama testleri uygulanmış ve kullanılan farklı kaynak parametrelerinin mekanik özelliklere etkisi incelenmiştir. Çekme-makaslama testi sonuçları Şekil 4 ve 5'te verilmiştir.

Şekil 4-5 incelendiğinde, en yüksek çekme-makaslama mukavemeti 7.877 N ile 6 kN elektrod kuvveti, 9 kA kaynak akımı ve 50 çevrim kaynak süresinde birleştirilen numunelerden elde edilmiştir. Ayrıca en yüksek % uzama miktarı 17,75 ile aynı parametreden elde edilmiştir. En düşük çekme-makaslama mukavemeti ise 3.396 N ile 3 kN elektrod kuvveti, 3 kA kaynak akımı ve 10 çevrim kaynak süresinden elde edilirken, en düşük % uzama miktarı da 6,79 ile aynı parametreden elde edilmiştir.



Şekil 4: 3 kN elektrod kuvvetinde birleştirilmiş numunelerin çekme testi grafikleri; a) çekme-makaslama, b) % uzama.



Şekil 5: 6 kN elektrod kuvvetinde birleştirilmiş numunelerin çekme testi grafikleri; a) çekme-makaslama, b) % uzama.

3 kN elektrod kuvveti, 5 kA kaynak akımı ve 20 çevrim kaynak süresinde birleştirilen AISI 316 L-IF 7114 numunenin çekme-makaslama mukavemeti 4.482 N ve % uzaması 8,93 olarak ölçülmüştür. Diğer parametreler sabit elektrod kuvveti artırıldığında; 6 kN elektrod kuvveti, 5 kA kaynak akımı ve 20 çevrim kaynak süresinde birleştirilen numunelerin çekme-makaslama mukavemeti 4.626 N ve % uzaması 9,94 olarak belirlenmiştir.

6 kN elektrod kuvveti, 3 kA kaynak akımı ve 40 çevrim kaynak süresinde birleştirilen AISI 316 L-IF 7114 numunenin çekme-makaslama mukavemeti 4.925 N ve % uzaması 10,42 olarak ölçülmüştür. Diğer parametreler sabit kaynak akımı artırıldığında; 6 kN elektrod kuvveti, 5 kA kaynak akımı ve 40 çevrim kaynak süresinde birleştirilen numunelerin çekme-makaslama mukavemeti 5.130 N ve % uzaması 11,93 olarak ölçülürken, 6 kN elektrod kuvveti, 7 kA kaynak akımı ve 40 çevrim

kaynak süresinde birleştirilen numunelerin çekme-makaslama mukavemeti 5.967 N ve % uzaması 12,98 olarak ölçülürken, 6 kN elektrod kuvveti, 9 kA kaynak akımı ve 40 çevrim kaynak süresinde birleştirilen numunelerin çekme-makaslama mukavemeti 7.605 N ve % uzaması ise 15,54 olarak ölçülmüştür.

3 kN elektrod kuvveti, 5 kA kaynak akımı ve 10 çevrim kaynak süresinde birleştirilen AISI 316 L-IF 7114 numunenin çekme-makaslama mukavemeti 3.396 N ve % uzaması 6,79 olarak ölçülmüştür. Diğer parametreler sabit kaynak süresi artırıldığında; 3 kN elektrod kuvveti, 5 kA kaynak akımı ve 20 çevrim kaynak süresinde birleştirilen numunelerin çekme-makaslama mukavemeti 4.482 N ve % uzaması 8,93 olarak ölçülürken, 6 kN elektrod kuvveti, 5 kA kaynak akımı ve 30 çevrim kaynak süresinde birleştirilen numunelerin çekme-makaslama mukavemeti 4.652 N ve % uzaması 9,30

olarak ölçülürken, 6 kN elektrod kuvveti, 5 kA kaynak akımı ve 40 çevrim kaynak süresinde birleştirilen numunelerin çekme-makaslama mukavemeti 5.066 N ve % uzaması 9,85 olarak ölçülürken, 6 kN elektrod kuvveti, 5 kA kaynak akımı ve 50 çevrim kaynak süresinde birleştirilen numunelerin çekme-makaslama mukavemeti 5.301 N ve % uzaması ise 10,60 olarak belirlenmiştir.

Şekil 4-5 genel olarak incelendiğinde, kaynak işlemlerinde kullanılan parametrelerin (elektrod kuvveti, kaynak akımı ve kaynak süresi) artmasıyla birlikte çekme-makaslama mukavemeti ve % uzama değerlerinin de arttığı tespit edilmiştir. Sonuç olarak ise elektrod kuvveti, kaynak akımı ve kaynak süresi artmasıyla kaynak bölgesi ısı girdisinin arttığı buna bağlı olarak da çekirdek çapı artmasıyla birleştirmelerin çekme-makaslama mukavemetlerinin de arttığı belirlenmiştir.

Referans [8]'de nokta direnç kaynak yönteminde kaynak bölgesi ısı girdisinin $Q=I^2.R.t$ formülüyle hesaplandığı, bu formülde I 'nin iş parçasından geçen akımı, R 'nin toplam direnci ve t 'nin ise kaynak süresini ifade ettiğini bildirilmiştir. Ayrıca elektrod kuvvetinin artmasıyla, R toplam direncinin azalacağı, iş parçasından geçen akımın artacağı ve dolayısıyla ısı girdisinin de artacağı, sonuç olarak ise ısı girdisi artışıyla, kaynak çekirdeği çapının artacağı ve kaynaklı birleştirmelerin çekme-makaslama mukavemetlerinin de artışına sebep olacağı rapor edilmiştir.

Hasanbaşıoğlu, IF 7114 çeliği ile AISI 304 ve AISI 316 L östenitik paslanmaz çelikleri nokta direnç kaynak yöntemi ile birleştirmiş ve kaynak akımı artışına bağlı olarak artan ısı girdisiyle, kaynak çekirdeği boyutları ve birleştirme arayüzey kesit kalınlığının arttığı, artan kaynak akımı ile birleştirme çekme-makaslama dayanımının da arttığını bildirmiştir [6]. Hasanbaşıoğlu ve Kaçar, IF 7114 ve AISI 316 L östenitik paslanmaz çelikleri nokta direnç kaynak yöntemi ile birleştirmişler ve kaynak akımındaki artmaya paralel olarak çekirdek çapında artma oluştuğunu ve bu artışa bağlı olarak da birleştirmelerin çekme-makaslama dayanımında artış meydana geldiğini rapor etmişlerdir [9]. Vural ve Akkuş, galvanizli arayer atomsuz çelik levhalar ile östenitik paslanmaz çelik levhaları nokta direnç kaynak yöntemi ile birleştirmişler ve kaynak akımı

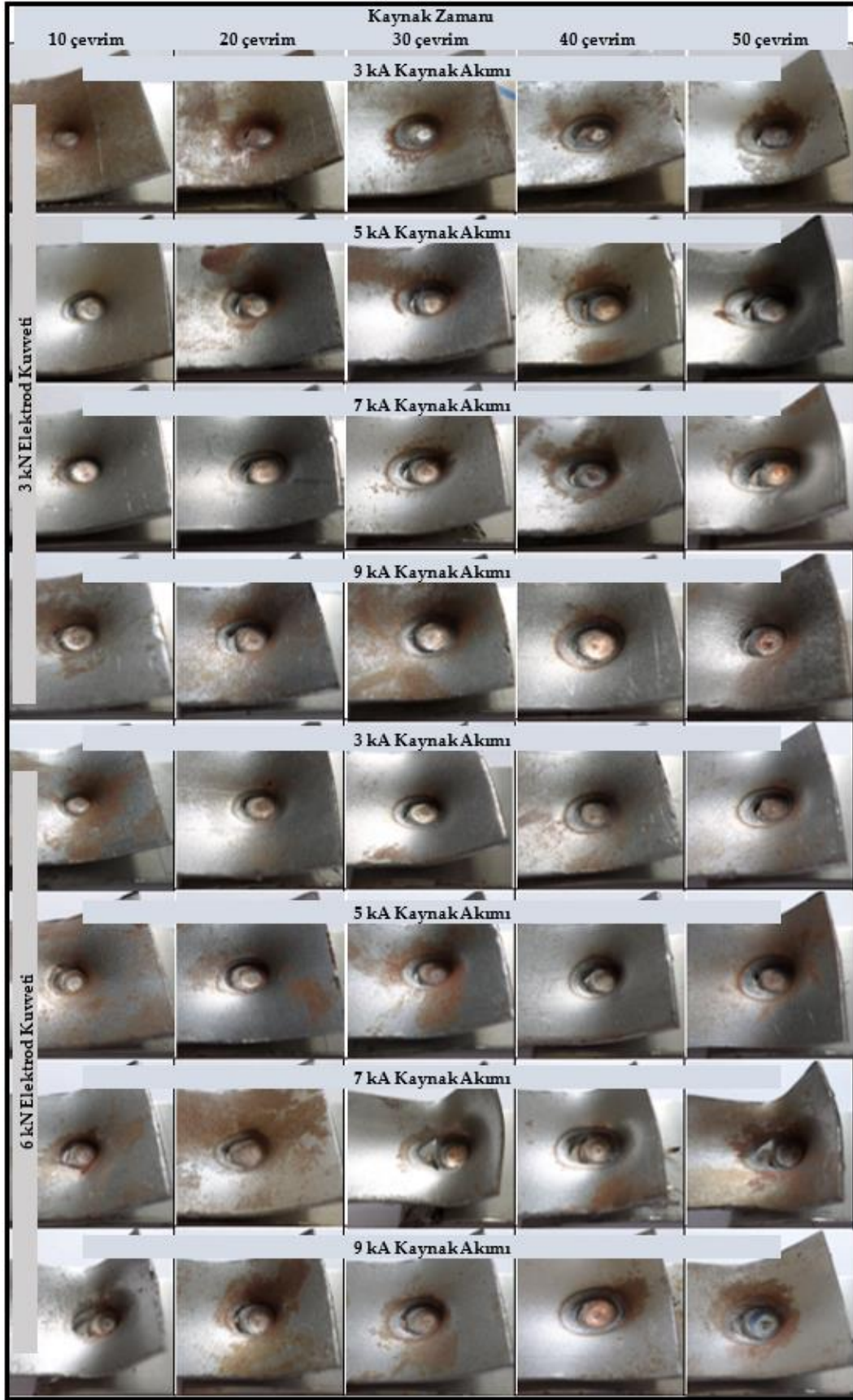
arttırıldığında kritik akım değerine kadar kaynak çekirdeği çapı arttığı, kaynak çekirdeği çapı arttıkça çekme-makaslama mukavemetinin de arttığını bildirilmişlerdir [10].

Nokta direnç kaynak yönteminin kullanıldığı diğer çalışmalarda, Baydemir (AISI 430 ferritik ve AISI 310) artan kaynak akımı ve kaynak zamanı ile kaynak çekirdeği çapı ve elektrod dalma derinliğinin arttığı, buna bağlı olarak da çekme-makaslama mukavemetinin arttığını [11], Hayat vd. (IF) kaynak akımı ve/veya kaynak süresi artması ile kaynak çekirdeği çapının arttığı ve böylece çekme-makaslama ve çekme-sıyırma dayanımlarının arttığını [12], Hayat vd. (7315 IF) kaynak süresinin ve/veya kaynak akımının artmasıyla birlikte kaynak çekirdek çapının arttığı buna bağlı olarak ise nokta kaynaklı numunelerin çekme-makaslama dayanımının da arttığını rapor etmişlerdir [13].

Şekil 6'da nokta direnç kaynak yöntemiyle farklı kaynak parametreleri kullanılarak birleştirilmiş AISI 316 L-IF 7114 çelik numunelerin çekme-makaslama testleri sonucu kaynak bölgesi kopma görüntüleri verilmiştir.

Şekil 6 incelendiğinde, nokta direnç kaynaklı AISI 316 L-IF 7114 çeliklere uygulanan çekme-makaslama testleri sonrasında tüm numunelerde kopma, daha düşük mukavemete sahip olan IF 7114 çelik tarafında meydana gelmiştir. Referans [14]'te AISI 316 L mukavemetinin 539 N/mm² ve IF 7114 mukavemetinin ise 270-350 N/mm² olduğu bildirilmiştir. Kullanılan çelik malzemelerin mukavemetleri incelendiğinde, kopmanın IF 7114 çelik malzemedeki meydana gelmesi beklenen bir durumdur. Ayrıca, birleştirmelerin tümünde kopmanın IF çeliği tarafında ve ITAB tane irileşmesi bölgesinden başladığı tespit edilmiştir.

Hasanbaşıoğlu [6] (IF 7114-AISI 304 ve IF 7114-AISI 316 L), Hasanbaşıoğlu ve Kaçar [9] (IF 7114 ve AISI 316 L) ve Hasanbaşıoğlu vd. [15] (AISI 304 ve IF 7114) arayer atomsuz IF çeliği ve östenitik paslanmaz çelikleri nokta direnç kaynak yöntemi ile birleştirmiş ve birleştirilen numunelere uygulanan çekme-makaslama testleri sonrasında ise IF çeliği ITAB'ında meydana gelen tane irileşmesinden dolayı en zayıf bölge olduğunu, tüm şartlar ve kaynak parametrelerinde kopmanın IF çeliği tarafında meydana geldiğini bildirmişlerdir.



Şekil 6: Çekme-makaslama testi sonucu kaynak bölgesi kopma görüntüleri.

Ek olarak, çekme-makaslama testi sonucu kopma tipleri (Şekil 6) incelenerek, farklı kaynak parametrelerinin kopma tipine etkisi araştırılmıştır.

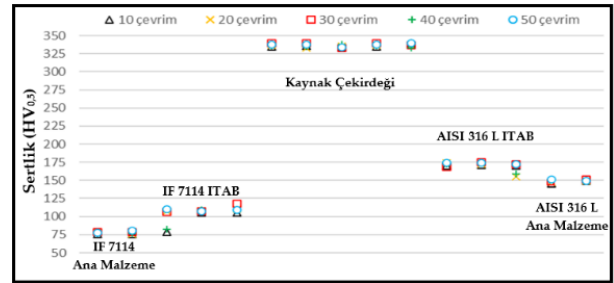
Hayat vd. nokta direnç kaynaklı birleştirmelerin çekme-makaslama testleri sonucunda; ayrılma, düğme ve yırtılma tipi olmak üzere üç farklı kopma tipinin olduğunu bildirmiştir [12]. Aslanlar vd. düğme tip kopmada, kaynak süresi artmasıyla ısı girdisinin arttığını, buna paralel olarak da kaynak çekirdeği çapının arttığını ve çekme-makaslama mukavemetinin de arttığını, bunun ise kullanılan kaynak parametrelerinin uygun olduğunu gösterdiğini ifade etmiştir [16]. Düğme tipi kopma, nokta direnç kaynaklı numunelerde istenilen bir kopma tipidir. Aslanlar vd. ayrılma tip kopmada, düşük kaynak akımı sebebi ile düşük ısı girdisi meydana geldiğini, buna paralel olarak da yetersiz kaynak çekirdeği çapı ve çekme-makaslama mukavemetinin de ana malzeme mukavemetinden daha az olduğunu, bunun ise kullanılan kaynak parametrelerinin yetersiz olduğunu gösterdiğini bildirmişlerdir [17]. Aslanlar vd. yırtılma tip kopmada, aşırı kaynak akımı artışı sebebi ile aşırı ısı girdisi meydana geldiğini, buna paralel olarak da aşırı ergime ve fişırma oluştuğu ve çekme-makaslama mukavemetinde azalma olduğunu, bunun ise kullanılan kaynak parametrelerinin aşırı olduğunu gösterdiğini tespit etmişlerdir [16]. Ayrılma ve yırtılma tipi kopmalar, nokta direnç kaynaklı numunelerde istenilmeyen kopma tipleridir.

Bu çalışmada, kaynak işlemlerinden önce kullanılacak parametreleri belirlemek için ön testler yapıldığı için nokta direnç kaynaklı numunelerin çekme-makaslama testleri sonucunda ayrılma ve yırtılma tipi kopmalar olmamış, bütün parametrelerde de düğme tipi kopma meydana gelmiştir. Çekme-makaslama testleri sonucunda, kaynak çekirdeği çekme-makaslama mukavemetinin, IF 7114 malzeme (AISI 316 L-IF 7114 numunelerde kopma tüm parametrelerde de IF çeliği tarafında meydana gelmiştir.) çekme-makaslama mukavemetinden daha yüksek olması sebebi ile düğme tipi kopma meydana gelmiştir. Nokta direnç kaynaklı numunelerde, düğme tipi kopma istenilen bir kopma tipi olmasından dolayı ön testlerle belirlenerek seçilen ve kullanılan kaynak parametrelerinin uygun olduğu söylenebilir.

3.2 Sertlik testi

Nokta direnç kaynak yöntemi ile farklı kaynak parametreleri kullanılarak birleştirilen AISI 316 L-IF 7114 çelik malzemelerin (ana malzemeler, ITAB'ları ve kaynak çekirdeği) sertlik değişimlerini incelemek için kaynaklı numunelere sertlik testleri uygulanmıştır. Sertlik ölçümleri Şekil 3'te gösterildiği gibi AISI 316 L ve IF 7114 çelik saclarda yatay ekseninde birbirine paralel olarak toplamda 15 noktada (Ana malzemeler 4, ITAB 6 ve kaynak çekirdeği 5 nokta) yapılmıştır.

3 kN kaynak kuvvetinde gerçekleştirilen sertlik sonuçları sırasıyla Şekil 7-10 ve 6 kN kaynak kuvvetinde gerçekleştirilen sertlik sonuçları sırasıyla Şekil 11-14'te verilmiştir



Şekil 7: 3 kN elektrod kuvveti ve 3 kA kaynak akımında birleştirilmiş numunelerin sertlik grafiği.



Şekil 8: 3 kN elektrod kuvveti ve 5 kA kaynak akımında birleştirilmiş numunelerin sertlik grafiği.



Şekil 9: 3 kN elektrod kuvveti ve 7 kA kaynak akımında birleştirilmiş numunelerin sertlik grafiği.,



Şekil 10: 3 kN elektrod kuvveti ve 9 kA kaynak akımında birleştirilmiş numunelerin sertlik grafiği.



Şekil 14: 6 kN elektrod kuvveti ve 9 kA kaynak akımında birleştirilmiş numunelerin sertlik grafiği.



Şekil 11: 6 kN elektrod kuvveti ve 3 kA kaynak akımında birleştirilmiş numunelerin sertlik grafiği.



Şekil 12: 6 kN elektrod kuvveti ve 5 kA kaynak akımında birleştirilmiş numunelerin sertlik grafiği.



Şekil 13: 6 kN elektrod kuvveti ve 7 kA kaynak akımında birleştirilmiş numunelerin sertlik grafiği.

Şekil 7-14'teki sertlik grafikleri genel olarak değerlendirildiğinde; kaynak çekirdeğinden (kaynak metalinden) ana malzemelere doğru ilerledikçe (sol taraf IF 7114 ve sağ taraf AISI 316 L) sertlik değerlerinde azalma olduğu görülmektedir. En yüksek sertlik değerleri AISI 316 L-IF 7114 kaynak çekirdeğinden ölçülmüş onu sırasıyla ITAB'lar (AISI 316 L ITAB>IF 7114 ITAB) ve ana malzemeler (AISI 316 L ana malzeme>IF 7114 ana malzeme) izlemektedir.

Farklı kaynak parametreleri kullanılarak birleştirilen numunelerin sertlik test sonuçları birbirleri ile kıyaslandığında ise, en yüksek sertlik değeri, belirgin olmamakla birlikte, 6 kN elektrod kuvveti ve 9 kA kaynak akımında birleştirilen numunelerin kaynak çekirdeğinden 359 ± 5 HV olarak ölçülmüştür. En düşük kaynak çekirdeği sertliği de 3 kN elektrod kuvveti ve 3 kA kaynak akımında birleştirilen numunelerde 333 ± 5 HV olarak ölçülmüştür. Ayrıca, kaynak işlemlerinde kullanılan ana malzemelerin sertlik değerleri ise AISI 316 L 151 ± 5 HV ve IF 7114 81 ± 5 HV olarak tespit edilmiştir.

Kaynak süresinin sertlik değerleri üzerindeki etkileri incelendiğinde, 6 kN elektrod kuvveti, 5 kA kaynak akımı 10, 20, 30, 40 ve 50 çevrim kaynak sürelerinde kaynak çekirdeği sertliği 339 ± 5 HV- 354 ± 5 HV aralığında ölçülmüştür. Kullanılan bütün parametrelerde de kaynak süresinin sertlik profiline (kaynak çekirdeği ve ITAB'lara) belirgin bir etkisinin olmadığı görülmüştür.

Kaynak akımının sertlik değerleri üzerindeki etkileri incelendiğinde ise, 3 kN elektrod kuvveti, 3 kA kaynak akımı ve 20 çevrim kaynak süresinde 333 ± 5 HV- 337 ± 5 HV aralığında ölçülmüştür. Diğer parametreler sabit kaynak akımı artırıldığında; 3 kN elektrod kuvveti, 5 kA kaynak akımı ve 20

çevrim kaynak süresinde 335±5 HV-337±5 HV olarak ölçülürken, 3 kN elektrod kuvveti, 7 kA kaynak akımı ve 20 çevrim kaynak süresinde 335±5 HV-340±5 HV olarak ölçülürken, 3 kN elektrod kuvveti, 9 kA kaynak akımı ve 20 çevrim kaynak süresinde 336±5 HV-340±5 HV olarak ölçülmüştür. Kullanılan bütün parametrelerde de kaynak akımının sertlik profiline (kaynak çekirdeği ve ITAB'lara) belirgin bir etkisinin olmadığı görülmüştür.

Son olarak, elektrod kuvvetinin sertlik değerleri üzerindeki etkileri incelendiğinde ise, 3 kN elektrod kuvveti, 7 kA kaynak akımı ve 10 çevrim kaynak süresinde 335±5 HV-342±5 HV aralığında ölçülmüştür. Diğer parametreler sabit elektrod kuvveti artırıldığında; 6 kN elektrod kuvveti, 7 kA kaynak akımı ve 10 çevrim kaynak süresinde 351±5 HV-358±5 HV olarak ölçülmüştür. Kullanılan bütün parametrelerde de elektrod kuvvetinin artmasıyla sertlik profilinde (kaynak çekirdeği ve ITAB'lara) bir artış olduğu görülmüştür.

Çekme-makaslama kısmında da belirtildiği gibi elektrod kuvveti, kaynak akımı ve kaynak süresi artışına paralel olarak kaynak esnasında malzemelere uygulanan ısı girdisi de artmaktadır. Yüksek ısı girdisi ile kaynak bölgesinde ısı daha uzun süre kalmakta ve hızlı soğumayla birlikte sertlik artışına sebep olmaktadır. Fakat çalışmamızda kaynak akımı ve kaynak süresi parametrelerinin sertlik profiline belirgin bir etkisi görülmemiştir. Bunun sebebi olarak, AISI 316 L tarafında, östenitik paslanmaz çeliklerin ısı ile sertleştirilememesi olarak ön görülürken, IF 7114 tarafının ise kimyasal içeriğinde soğuma hızı ve sertleşebilirliğe etkisi olan C ve Mn miktarının düşük olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Ek olarak elektrod kuvveti artışı ile sertlik değerlerinde artış meydana gelmesini ise kaynak esnasında elektrodun oluşturduğu deformasyon sertleşmesiyle açıklanabilir.

Hasanbaşıoğlu AISI 304-IF 7114 ve AISI 316L-IF 7114 çelikleri nokta direnç kaynak yöntemi ile birleştirmiş ve birleştirmelerin sertlik profillerinin incelenmesi sonucunda, bütün parametre ve şartlarda, en yüksek sertlik değerinin kaynak çekirdek merkezinden elde edildiğini, birleştirmelerin ITAB kaba tane kısmında kaynak çekirdek merkezine yakın değerler elde edilirken

ITAB kısmı dönüşüme uğramış kısmında ise ana malzemeye yakın sertlik değerleri elde edildiği rapor edilmiştir. Ayrıca paslanmaz çelikler ve IF çeliği taraflarında, kaynak akımı artmasına rağmen ölçülen sertlik değerlerinin birbirine çok yakın olduğu bildirilmiştir. Ek olarak birleştirmelerin paslanmaz çelik tarafında kaynak akımı artışına bağlı olarak belirgin bir artış olmadığı rapor edilmiştir [6]. Hasanbaşıoğlu ve Kaçar IF 7114 ve AISI 316 L çelikleri nokta direnç kaynak yöntemi ile birleştirmişler ve birleştirmelerin sertlik değerleri incelendiğinde, en yüksek sertlik değerlerinin genellikle kaynak çekirdeği merkezinden ölçüldüğünü bildirmişlerdir. Ayrıca IF çeliği kimyasal bileşimi ve östenitik paslanmaz çeliklerin ise ısı ile sertleşmemesi sebebiyle, artan kaynak akımına rağmen birleştirmenin iki tarafında da birbirine yakın sertlik değerleri ölçüldüğü rapor edilmiştir [9]. Vural ve Akkuş, galvanizli arayer atomsuz çelik levhalar ile östenitik paslanmaz çelik levhaları nokta direnç kaynak yöntemi ile birleştirmişler ve sertlik testleri sonucunda, en büyük sertlik değerlerinin kaynak külçesi (çekirdeği) ortasından (350 HV) elde edildiği bildirilmiştir [10].

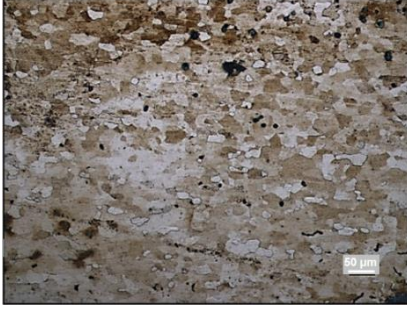
3.3 Mikroyapı çalışmaları

Nokta direnç kaynak yöntemiyle farklı kaynak parametreleri kullanılarak birleştirilen AISI 316 L-IF 7114 sac malzemelerin orijinal mikroyapı görüntüleri Şekil 15 ve Şekil 16'da verilmiştir.



Şekil 15: AISI 316 L paslanmaz çelik ana malzeme mikroyapı görüntüsü.

Şekil 15'te görüldüğü gibi AISI 316 L paslanmaz çelik malzemenin yapısı östenit tanelerinden oluşmaktadır. IF 7114 çelik malzemenin yapısı ise (Şekil 16) kimyasal bileşimindeki çok düşük karbon miktarından dolayı eş eksenli ferrit tanelerinden meydana gelmektedir.



Şekil 16: IF 7114 çeliği ana malzeme mikroyapı görüntüsü.

Şekil 17-20'de örnek olarak bazı parametrelerde nokta direnç kaynak yöntemiyle birleştirilmiş numunelerin 40-60 adet mikroyapı görüntüsü birleştirilerek elde edilmiş ve kaynak metali (kaynak çekirdeği kesiti), ITAB (iri tane, ince tane) vb. kısımların büyütülerek oluşturulmuş detay mikroyapı görüntüleri verilmiştir.

Şekil 17-20'de verilen nokta direnç kaynaklı birleştirmelerin üst bölümü AISI 316 L, alt bölümü ise IF 7114 malzemeye aittir. Kaynak çekirdeği kesiti mikroyapı görüntüleri incelendiğinde; birleştirmelerde kaynak çekirdeği kesitinin, uygulanan elektrod kuvveti etkisi, IF 7114 çeliği sertliğinin (81 ± 5 HV), AISI 316 L paslanmaz çelik sertliğinden (151 ± 5 HV) daha düşük olması ve IF çeliği tarafının paslanmaz çeliğe göre daha şekillendirilebilir olmasından dolayı IF 7114 çelik tarafına doğru çökmeye uğradığı görülmüştür. Ayrıca birleştirme arayüzeyi incelendiğinde, asimetric kaynak çekirdeği oluştuğu, kaynak çekirdeği kesitinin AISI 316 L tarafında IF 7114 tarafına oranla daha kalın olduğu görülmektedir. Bunun da paslanmaz çelik tarafının ısı iletim katsayısının daha düşük olmasından kaynaklandığı öngörülmektedir.

Numunelerin kaynak çekirdeği kesit mikroyapı görüntüleri incelendiğinde; artan elektrod kuvveti, kaynak akımı ve kaynak süresiyle kaynak çekirdeği kesitinin genişlediği görülmektedir. Artan elektrod kuvveti, kaynak akımı ve kaynak süresiyle, kaynak çekirdeği kesiti genişlemesinin sebebi, artan ısı girdisinin etkisi olarak düşünülmüştür. Ek olarak, AISI 316 L paslanmaz çelik ana malzemenin tamamen östenit tanelerinden oluştuğu, IF 7114 çelik ana malzemenin ise ferrit tanelerinden oluştuğu görülmüştür. Daha yüksek ısı iletim katsayısı sebebiyle (yaklaşık 3 katı), IF 7114 çelik

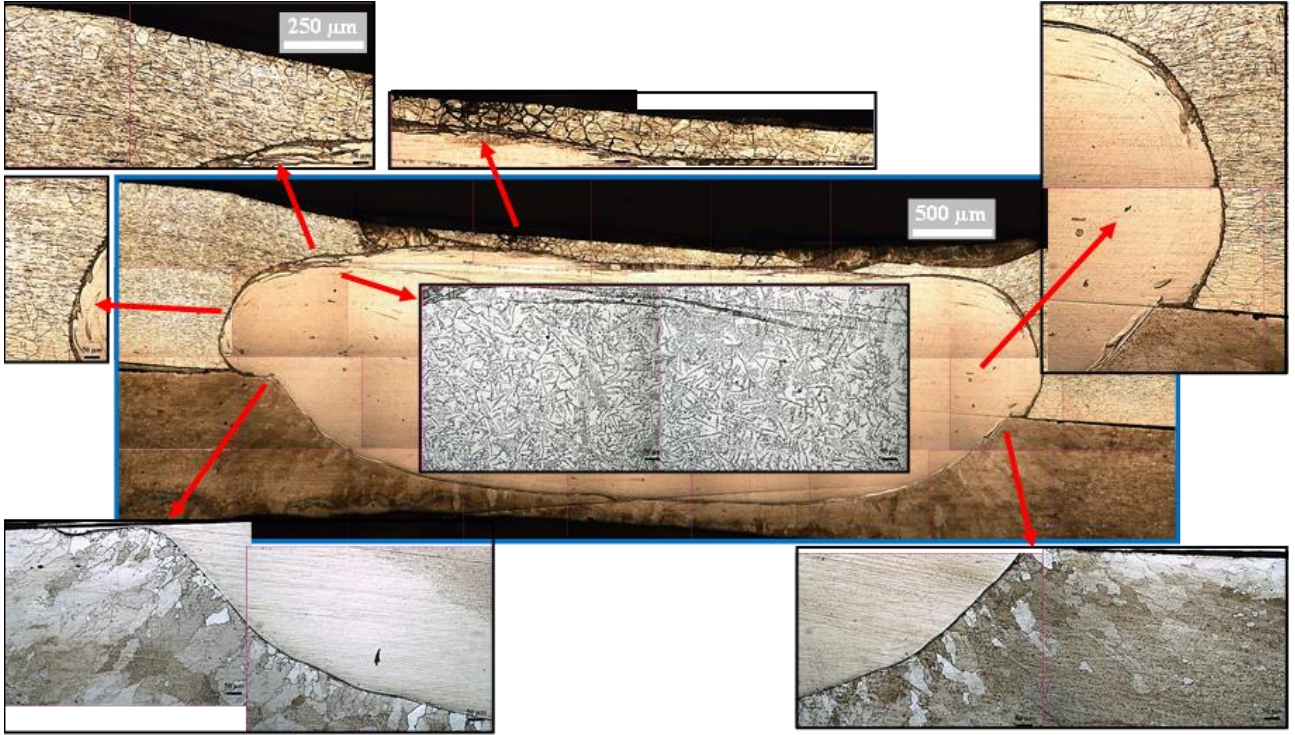
ITAB'ının AISI 316 L paslanmaz çelik ITAB'ına göre daha dar bir alanda oluştuğu tespit edilmiştir. Kaynak çekirdeği kesiti dışında görülen küçük taneler ise elektrod kuvveti ve ergime hızından dolayı oluşmaktadır. Ayrıca, artan elektrod kuvveti, kaynak akımı ve kaynak süresiyle benzer mikroyapıların oluştuğu, artan ısı girdisi nedeniyle tane boyutlarının arttığı fakat IF 7114 tarafında ise belirgin bir tane irileşmesi oluştuğu görülmektedir.

Şekil 21'de kaynak çekirdeği kesiti detay mikroyapı görüntüsü (kaynak metali ve ITAB) verilmiştir.

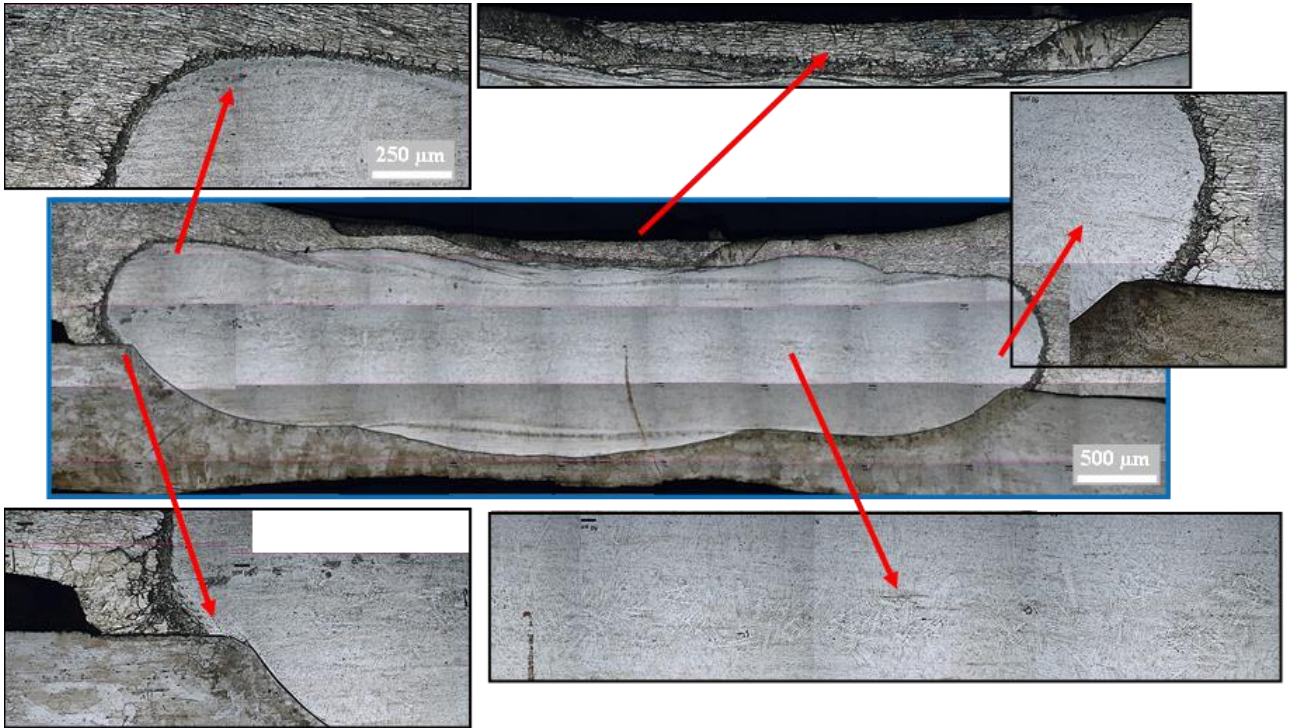
Şekil 21'deki kaynak çekirdeği kesiti detay mikroyapı görüntüleri incelendiğinde, kaynak metalinin sütunsal tanelerden oluştuğu görülmektedir. Ayrıca birleştirmelerin kaynak metalindeki tanelerin AISI 316 L ana malzemeye göre ısı iletim katsayısı daha yüksek olan IF 7114 çelik ana malzemeye doğru yönlendiği tespit edilmiştir.

Birleştirmelerin ITAB'ları incelendiğinde ise, AISI 316 L östenitik paslanmaz çelik tarafında aşırı tane irileşmesi görülmez iken, IF 7114 tarafında aşırı tane irileşmesi görülmektedir. Ayrıca ITAB iri taneli bölgede oluşan tanelerin de ana malzemeye doğru belirgin bir yönelme tespit edilmiştir. Bunun sebebi olarak ise IF çeliğinin yüksek ısı iletim katsayısından dolayı, kaynak sonrasında ısıyı çekerek soğumanın IF tarafına doğru olması ve yüksek ısıya daha uzun süre maruz kalmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

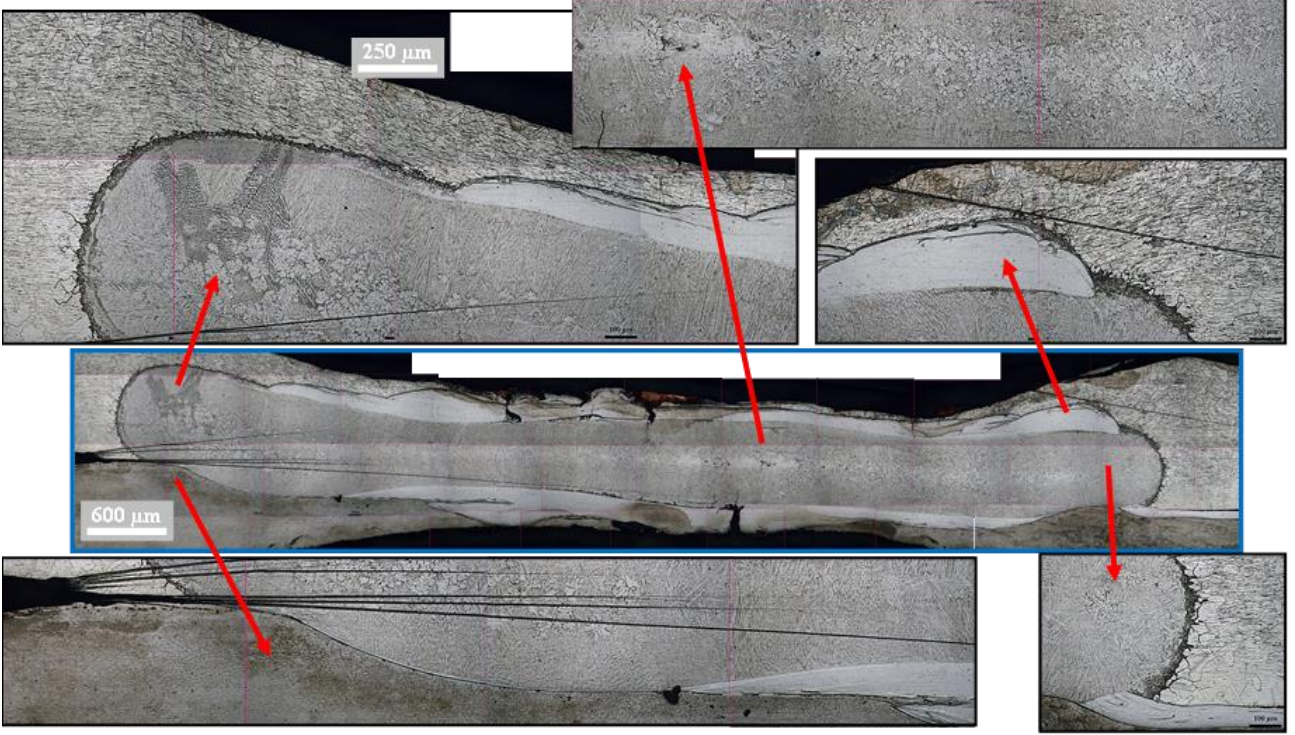
Hasanbaşoğlu IF 7114-AISI 316 L çelik sacları nokta direnç kaynak yöntemi ile birleştirmiş ve mikroyapı çalışmaları sonucunda, birleştirmelerde IF çeliği tarafına doğru çökme olduğu, paslanmaz çelik tarafının daha kalın kaynak kesitine sahip olduğu, IF çeliği ITAB'ının paslanmaz çeliğe göre daha dar bir alanda oluştuğu ve IF çeliği ITAB'ında aşırı tane irileşmesi meydana geldiği bildirilmiştir [6]. Diğer çalışmalarında, Hasanbaşoğlu ve Kaçar IF 7114-AISI 316 L [9] ve Hasanbaşoğlu vd. IF 7114 IF-AISI 304 [15] çelik sacları nokta direnç kaynak yöntemi ile birleştirmiş ve mikroyapı çalışmaları sonucunda, IF çeliği ITAB'ı üzerinde aşırı tane büyümesi oluştuğunu rapor etmişlerdir.



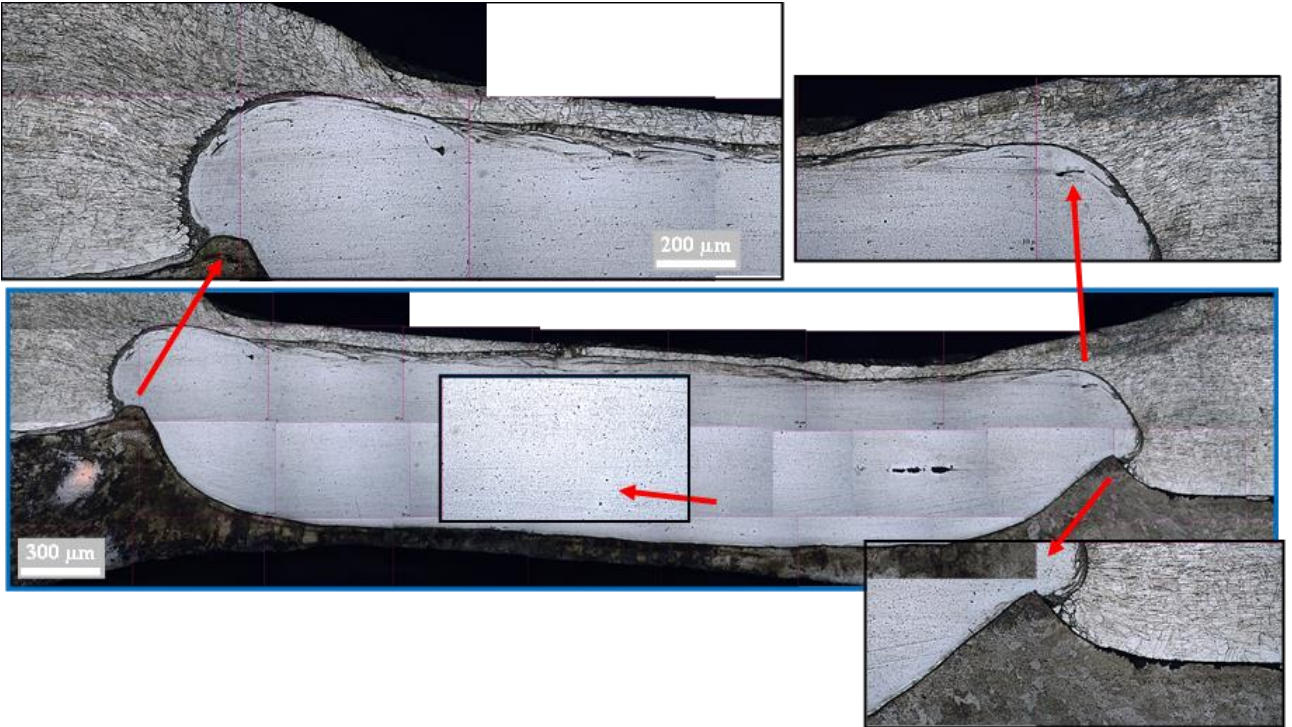
Şekil 17: 3 kN elektrod kuvveti, 3 kA kaynak akımı ve 10 çevrim kaynak süresinde birleştirilen numune detay mikroyapı görüntüsü



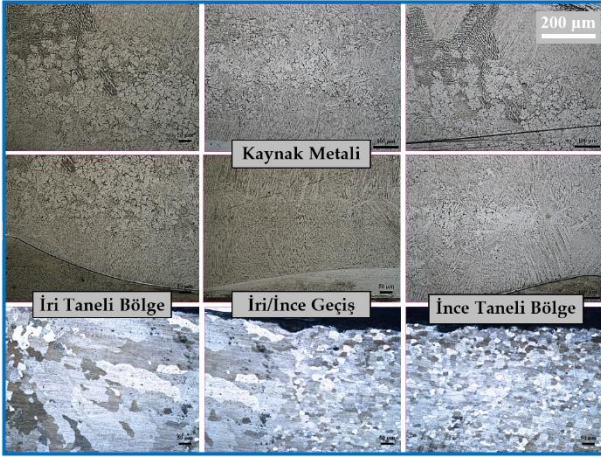
Şekil 18: 3 kN elektrod kuvveti, 3 kA kaynak akımı ve 50 çevrim kaynak süresinde birleştirilen numune detay mikroyapı görüntüsü.



Şekil 19: 3 kN elektrod kuvveti, 9 kA kaynak akımı ve 50 çevrim kaynak süresinde birleştirilen numune detay mikroyapı görüntüsü.



Şekil 20: 6 kN elektrod kuvveti, 9 kA kaynak akımı ve 50 çevrim kaynak süresinde birleştirilen numune detay mikroyapı görüntüsü.



Şekil 21: Farklı parametrelerde birleştirilmiş numunelerin kaynak çekirdeği kesiti detay mikroyapı görüntüleri.

Nokta direnç kaynak yönteminin kullanıldığı benzer çalışmalarda; Lee vd., AISI 316 östenitik paslanmaz çelik ve IF (arayer atomsuz) çeliğini birleştirmiş ve mikroyapı çalışmaları sonucunda, kaynak çekirdeğinin asimetrik olduğu, kaynak çekirdeği yapısının östenit ve martenzitten oluştuğu bildirilmiştir [18]. Vural ve Akkuş, galvanizli arayer atomsuz çelik levhalar ile östenitik paslanmaz çelik levhaları birleştirmiş ve galvanizli çelik saclarda çinko tabakanın, asimetrik kaynak çekirdeği oluşumuna neden olduğunu ve elde edilen asimetrik kaynak çekirdeğinin kaynak akımı artışından olabileceği bildirilmiştir [10].

4. SONUÇ

AISI 316 L ve IF 7114 çeliklerin farklı parametreler kullanılarak nokta direnç kaynak yöntemi ile birleştirildiği ve kaynak parametrelerinin (3 ve 6 kN elektrod kuvveti, 3, 5, 7 ve 9 kA kaynak akımı ve 10, 20, 30, 40 ve 50 çevrim kaynak zamanı) kaynaklı birleştirmelere etkisinin belirlenmesi için yapılan bu çalışma sonucunda;

- Farklı kaynak parametreleri kullanılarak nokta direnç kaynak yöntemi ile birleştirilen numunelerin tümünde birleştirme sağlanmıştır.
- Artan elektrod kuvveti, kaynak akımı ve kaynak süresiyle birlikte çekme-makaslama mukavemeti artmıştır.
- Çekme-makaslama testleri sonrasında tüm numunelerde kopma, IF 7114 çeliği ITAB'ında meydana gelmiştir.

- Sertlik testleri sonucunda, en yüksek sertlik değeri AISI 316 L-IF 7114 kaynak çekirdeğinden ölçülmüş onu sırasıyla ITAB'lar (AISI 316 L ITAB>IF 7114 ITAB) ve ana malzemeler (AISI 316 L ana malzeme>IF 7114 ana malzeme) izlemektedir.
- Kaynak çekirdeği kesit mikroyapı görüntüleri incelendiğinde; artan elektrod kuvveti, kaynak akımı ve kaynak süresiyle kaynak çekirdeği kesitinin genişlediği tespit edilmiştir.
- Birleştirme arayüzeyi incelendiğinde, asimetrik kaynak çekirdeği kesiti olduğu, kaynak çekirdeği kesitinin AISI 316 L tarafında IF 7114 tarafına oranla daha kalın olduğu belirlenmiştir.
- Mikroyapı incelemeleri sonucunda, artan elektrod kuvveti, kaynak akımı ve kaynak süresiyle kaynak çekirdeğinin genişlediği ve artan ısı girdisi sebebiyle de IF 7114 ITAB'ında belirgin bir tane irileşmesi olduğu gözlenmiştir.

5. KAYNAKLAR

- [1] A. Türkyılmazoğlu "Dubleks, martenzitik ve ferritik paslanmaz çeliklerin kaynağı", Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya, s. 16-55, 2006.
- [2] A. Yürük "Elektrik nokta direnç kaynak yöntemi ile birleştirilen farklı özellikteki paslanmaz çeliklerin kaynak bölgesinin karakterizasyonu", Yüksek Lisans Tezi, Karabük Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Karabük, s. 1-109, 2015.
- [3] E. Gözütok, N. Kahraman, A. Durgutlu ve B. Gülenç "The influence of hydrogen addition to the shielding argon gas in TIG welding of AISI 304 materials, 1th International Conference On Welding Technologies, ICWET'09, 11-13 June Ankara/Turkey, pp. 778-786, 2009.
- [4] N. Çörten, A. Şener, Y. Kaya ve N. Kahraman "AISI 304 ve AISI 316 östenitik paslanmaz çeliklerin TIG kaynağıyla birleştirilebilirliğinin incelenmesi", 4. uluslararası kaynak teknolojileri konferansı ve sergisi (ICWET'16), 11-13 Mayıs 2016, Gaziantep-Türkiye, s. 1488-1496, 2016.
- [5] A. Bak "Arayer atomu içermeyen (IF) çeliklerde ve bu çeliklerin nokta direnç kaynaklı bağlantılarında deformasyon yaşanmasının mekanik özelliklere etkisi", Yüksek Lisans Tezi,

- Karabük Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Karabük, s. 1-107, 2010.
- [6] A. Hasanbaşoğlu "Direnç kaynak yöntemiyle birleştirilen IF çelikleri ile östenitik paslanmaz çeliklerin kaynak kabiliyetlerinin belirlenmesi", Yüksek Lisans Tezi, Zonguldak Karaelmas Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Zonguldak, s. 1-36, 2005.
- [7] M. Ekici "IF çeliklerinin MIG-Brazing yöntemi ile birleştirilmesi ve mekanik özelliklerinin incelenmesi", Doktora Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya, s. 1-204, 2016.
- [8] Y. Kaya "Titanyum sacların nokta direnç kaynağı ile kaynaklanabilirliğinin araştırılması", Yüksek Lisans Tezi, Karabük Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Karabük, s. 1-112, 2010.
- [9] A. Hasanbaşoğlu and R. Kaçar "Resistance spot weldability of dissimilar materials (AISI 316 L-DIN EN 10130-99 Steels)", Mater. Des. 28 (6), pp. 1794- 1800, 2007.
- [10] Vural and A. Akkuş "On the resistance spot weldability of galvanized interstitial free steel sheets with austenitic stainless steel sheets", Journal of Mate. Proces. Tech. 153(1), pp. 1-6, 2004.
- [11] M. Baydemir "Östenitik AISI 310-ferritik AISI 430 paslanmaz çeliklerin elektrik direnç nokta kaynağı ile birleştirilmesi ve mekanik özelliklerinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, s. 1-159, 2011.
- [12] F. Hayat, B. Demir, M. Acarer and S. Aslanlar "Effect of weld time and weld current on the mechanical properties of resistance spot welded IF (DIN EN 10130-1999) steel", Kov. Mater. 47 (1), pp. 11-17, 2009.
- [13] F. Hayat, B. Demir, M. Acarer and S. Aslanlar "Adhesive weld bonding of interstitial free steel at spot welding for automotive application", Kov. Mater. 48, pp. 137-143, 2010.
- [14] K. Kaya "Östenitik paslanmaz çelik ve if çeliğinin nokta direnç kaynak yöntemi ile birleştirilebilirliğinin incelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, Karabük Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Karabük, s. 1-87, 2022.
- [15] A. Hasanbaşoğlu, R. Kaçar, S. Gündüz ve B. Gülenç "Akım şiddetinin AISI 304 - IF 7114 direnç kaynaklı birleştirmeleri özelliklerine etkisi", Kaynak Teknolojisi V. Ulusal Kongresi, Kocaeli, s. 45-52, 2005.
- [16] S. Aslanlar, A. Uğur, U. Özaraç and E. İlhan "Welding time effect on mechanical properties of automotive sheets in electrical resistance spot welding", Mater. Des. 29, pp. 1427-1431, 2008.
- [17] S. Aslanlar, A. Uğur, U. Özaraç, E. İlhan and Z. Demir "Effect of welding current on mechanical properties of galvanized chromided steel sheets in electrical resistance spot welding", Mater. Des. 28, pp. 2-7, 2007.
- [18] J. B. Lee, D. G. Nam, N. H. Kang, Y. D. Kim, W. T. Oh and Y. D. Park "Resistance Spot Welding of Dissimilar Materials of Austenitic Stainless Steels and IF (Interstitial Free) Steels", Korean J. Mater. Res. 19(7), pp. 574-580, 2009.

ARAŞTIRMA MAKALESİ

Aşırı Akım Röle Koordinasyonu için Bozkurt Algoritmasının Kapsamlı Performans Analizi

Comprehensive Performance Analysis of Greywolf Optimizer for Overcurrent Relay Coordination

Mert Bekir Atsever^{1,*} Mehmet Hakan Hocaoğlu²

¹ Elektronik Mühendisliği, Gebze Teknik Üniversitesi, Kocaeli, Türkiye

² Elektrik-Elektronik Mühendisliği, İstanbul Ticaret Üniversitesi, İstanbul, Türkiye

Geliş / Received: 25.07.2022

Kabul / Accepted: 07.09.2022

*Sorumlu Yazar (Corresponding Author) Mert Bekir Atsever , mbatsever@gtu.edu.tr

ÖZ: Güç sistemlerinde aşırı akım koruma pratiği, mesafe koruma pratiğinden daha ekonomik ve yaygındır. Ayrıca dağıtım şebekelerinin büyük bir çoğunluğunda aşırı akım koruma kullanılmaktadır. Bu durum, dağıtım şebekelerinde kullanılan aşırı akım rölelerin koordinasyonun en uygun şekilde tasarlanmasını gerekli kılmaktadır. Aksi halde sistemde gerçekleşen bir arıza sırasında röleler istenildiği gibi çalışmaz. Aşırı akım röleleri arasında koordinasyon etkili ve seçici olabilmesi için röle ayar parametrelerinin şebekeye uygun ayarlanması gerekmektedir. Dağıtım şebekelerinin genişlemesi ile birlikte röle ayarlarının hesaplanması veya güncellenmesi zorlaşmıştır. Bu nedenle aşırı akım röle koordinasyonu yüksek sayıda kısıt içeren optimizasyon problemi şeklinde kurgulanmaktadır. Optimizasyon problemini çözümü noktasında ise peç çok meta-sezgisel algoritmalar geliştirilmiştir. Bu çalışmada IEEE 8 Baralı test şebekesi için Bozkurt Optimizasyon Algoritması (BOA) başarılı bir şekilde uygulanmış ve kapsamlı performans analizi gerçekleştirilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Optimizasyon, röle koordinasyonu, bozkurt algoritması

ABSTRACT: In power systems, the practice of overcurrent protection is more economical and common than the distance protection practice. In addition, overcurrent protection is used in the majority of distribution networks. This makes it necessary to design the coordination of overcurrent relays used in distribution networks in the most appropriate way. Otherwise, the relays cannot work as desired during the fault. In order for the coordination between the overcurrent relays to be effective and selective, the relay setting parameters must be adjusted depending on the network. With the expansion of distribution networks, it has become difficult to calculate or update the relay settings. For this reason, overcurrent relay coordination is designed as an optimization problem with a high number of constraints. At the point of solving the optimization problem, many meta-heuristic algorithms have been developed. In this study, the Greywolf Optimization Algorithm (GWO) for the IEEE 8 Bus test network has been successfully applied and comprehensive performance analysis has been carried out.

Keywords: Optimization, relay coordination, greywolf optimization algorithm

1. GİRİŞ

Güç sistemlerinin işletilmesi sırasında geçici ve kalıcı olmak üzere farklı türde arızalar gerçekleşebilir [1]. Hem kalıcı arızalar hem de geçici arızalar sırasında yüksek genlikli akımlar şebeke ekipmanlarına zarar verebilir. Bu nedenle şebekenin aşırı akımlara karşı korunması ve arz

güvenliğinin sağlanması gerekmektedir. Şebekelerin etkin bir şekilde korunması ve enerji arz güvenliğinin en üst seviyede tutulması için sistem işletmecisinin bazı kriterleri sağlaması elzemdir. Bunlar; seçicilik, güvenlik, güvenilirlik ve hız şeklinde sıralanabilir [2]. Kriterlerin sağlanması aşırı akım koruma rölelerinin ayarlanması ve uygun koruma koordinasyonu ile mümkündür.

Güç sistemlerinin basit olduğu topolojilerin genelde radyal olduğu dönemlerde röle ayarlarını ve koruma koordinasyonunun ayarlamak ve güncellemek basit bir süreç olmakla birlikte şebekenin genişlemesi ve radyallığının bozulması uygun koruma koordinasyonun belirlenmesini zorlaştırmıştır [3]. Bu nedenle aşırı akım röle koordinasyonu yüksek sayıda kısıt içeren optimizasyon problemi şeklinde kurgulanması gerekliliği doğmuştur. Bununla birlikte röle koordinasyon problemi ilk olarak Urdeneta'nın 1988 yılında yaptığı çalışma ile birlikte bir optimizasyon problemi olarak ele alınmıştır [4]. Temelde röle koordinasyon optimizasyonu için iki ayar parametresinin optimize edilmesine dayanmaktadır. Birincisi zaman ayarı (İng: TDS: Time Dial Setting) ikincisi ise eşik akım ayarıdır (İng: PSM: Plug Setting Multiplier). Urdeneta ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada üç baralı iletim hattında faz arızaları için röle koordinasyon optimizasyonu gerçekleştirilmiştir [4]. Röle eşik akım değeri sabit tutularak optimizasyon problemi Lineer Programlama (LP) formatına dönüştürülmüştür. LP basit ve hesaplama süresi hızlı çözüm yöntemidir. Optimum röle koordinasyonu probleminde, kısıt fonksiyonlarının azaltılarak LP'nin daha hızlı sonuç vermesini sağlayan çalışmalarda açık literatürde bulunmaktadır [5]. Bununla birlikte belirlenen eşik akım değerinin dışındaki değerlerde daha optimum sonuçların elde edildiği bilinmektedir [6]. Akım değerlerinin tek tek artırılarak optimizasyonu Abyaneh ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada gerçekleştirilmiştir [7]. Böylece problem yine LP formatında tutulup kolay ve hızlı çözüm sağlanmıştır. Değişken eşik akımları hesaba katıldığı zaman problem Lineer Olmayan Programlama (LOP) halini almaktadır. Fakat optimizasyon probleminin çıktısı olarak verdiği eşik akım değerleri sahada kullanılan röleye uygun olmayabilir veya lokal en düşük bölgeye düşüp uygun olmayan sonuç verebilir. Bu durum röleye uygun olan set değerleri arasında seçim yapmayı zorunlu kılmıştır. Belli eşik akım değerleri için yapılan optimizasyon problemi Karışık-Tamsayı Non-Lineer Programlama (KTNLP) formatına dönüştürülmüştür [8]. Geleneksel çözüm yöntemlerinin (LP, LOP, KTNLP) yerel minimumda kalması ve tek noktada çözüm başlatması meta-sezgisel algoritmaların kullanılmasını gerekli kılmıştır. Meta-sezgisel

algoritmalar pek çok farklı noktada çözüme başlayabilir. Böylece yerel minimumda kalma sorunu ortadan kalkar [9]. Araştırmacılar tarafında pek çok meta-sezgisel algoritmalar geliştirilmiş ve farklı optimizasyon problemlerinde denenmiştir [10]. Geliştirilen algoritmalar genel olarak hayvanların davranışları, evrenin davranışları, doğa olayları vb. öğelerden yararlanılarak matematiksel forma dönüştürülmüştür. Aşırı akım röle koordinasyonu problemi ele alındığında geliştirilen meta- sezgisel algoritmalar Sürekli Genetik Algoritma (SGA) [11], Kaotik Ateşböceği Algoritması (KAA) [12], Ateşböceği Algoritması (AA) [13], Ağaç Kök Algoritması (AKO) [14], Su Döngüsü Algoritması [15], Kaşif Algoritması [16] şeklinde sıralanabilir.

Bu çalışmada BOA IEEE 8 baralı test şebekesine başarılı bir şekilde uygulanmış ve optimum röle ayarları elde edilmiştir. Optimizasyon problemi hem LP yöntemi hem de LOP yöntemi ile kurgulanmıştır. Her iki yöntemin avantaj ve dezavantajları tartışılmıştır. Makale şu şekilde kurgulanmıştır. İkinci kısımda üç faz arızası için geleneksel aşırı akım röle koordinasyon problemi kısıt denklemleri dikkate alınarak bir optimizasyon problemi şeklinde kurgulanmıştır. Üçüncü kısımda BOA'nın matematiksel denklemleri ve sözde-kodu verilmiştir. Dördüncü kısımda BOA iki farklı yöntem için (LP ve LOP) IEEE 8 baralı örnek test şebekesine yüz farklı şekilde uygulanmış ve performans analizi gerçekleştirilmiştir. Sonuçlar son kısımda tartışılmıştır.

2. AŞIRI AKIM RÖLE KOORDİNASYONU İÇİN OPTİMİZASYON PROBLEMİNİN KURGULANMASI

İletim şebekeleri ile kıyaslandığında; dağıtım şebekeleri oldukça fazla sayıda arıza ile karşı karşıya kalmaktadır. Bu nedenle, seçicilik kistası ile birlikte arızaların sistemden olabildiğince hızlı bir şekilde izole edilmesi gerekmektedir. Hızlı izolasyon ve seçici koruma, optimum aşırı akım röle koordinasyon optimizasyonu gerektirir. Bu nedenle, aşırı akım röle koordinasyonu problemine uygun amaç fonksiyonunu kurgulanmalıdır. Literatürde aşırı akım rölesi koordinasyon optimizasyonu çalışmalarında farklı amaç fonksiyonları kullanılmaktadır [17]. Bu makalede amaç fonksiyonunu üç farklı kategoriye ayırmıştır. Birinci amaç fonksiyonu (OF_1), tüm aşırı akım

rölelerinin toplam çalışma süresini minimize etmeyi amaçlar. Bu nedenle, tüm aşırı akım rölelerinin çalışma sürelerinin toplamı en aza indirilmelidir. Sistemde hem yönlü hem de yönsüz röleler varsa, arıza birincil, ikincil ve diğer röleler tarafından görülmektedir.

$$OF_1 = \min \sum_{i=1}^n W_i \cdot T_{i,k} \quad (1)$$

Burada;

n : sistemde yer alan toplam aşırı akım röle sayısını, W_i : ağırlık katsayısını temsil etmektedir. Bu değer tüm çalışmalarda 1'e set edilmektedir. Dağıtım şebekelerinde farklı fiderlerde arıza olma olasılığının eşit olması ve fider mesafelerinin genellikle birbirlerine yakın olması 1'e set edilme nedeni olarak sıralanabilir. $T_{i,k}$: k noktasında gerçekleşen arıza için i . rölenin çalışma zamanı temsil etmektedir. Bu değer Denklem (2) ile hesaplanmaktadır [18].

$$T_{i,k} = \frac{a \cdot TDS_i}{\left(\frac{I_F}{I_P}\right)^\beta - 1} + c \quad (2)$$

a , β ve c röle karakteristiğine bağlı olarak değişen sabit katsayıları temsil etmektedir. Gerek optimizasyon çalışmalarında gerekse sahada farklı röle karakteristikleri kullanılmaktadır. Standart Ters Zaman karakteristiği ($\beta = 0.14$, $a = 0.02$, $c = 0$) hem dünya genelinde hem de Türk dağıtım şebekelerinde en yaygın kullanılan faz koruma eğrisidir [19].

Denklem (2)'de;

I_F : röle üzerinden okunan arıza akımının genlik değeridir.

I_P : rölenin ayarlanan eşik akım değeridir. Genelde yük akımının nominal değerinin 1.25-1.5 katına set edilmesi pratiği yaygındır. Toprak arızalarında ise genellikle yük akımının 0.2-0.3 katına set edilir [18] Denklem (2)'de açıkça görüldüğü üzere lineer olmama durumu I_P değerinin değişken olmasından kaynaklanmaktadır. Değişken I_P değeri için problem LOP yöntemine dönüşmektedir. LP ile kıyaslandığında LOP hesaplaması ve kurgulaması daha karmaşıktır [20]. Sabit I_P değeri için toplam çalışma süresi Denklem (3) ile gösterilen ifadeye dönüşmektedir. Böylece birinci amaç fonksiyonu Denklem (4)'deki forma dönüştürülebilir.

$$T_{i,k} = r_{i,k} \cdot TDS_i \quad (3)$$

$$OF_1 = \min \sum_{i=1}^n r_{i,k} \cdot TDS_i \quad (4)$$

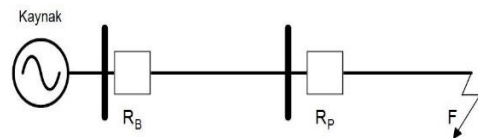
Dağıtım şebekesinde kullanılan rölelerin tümünün yönlü aşırı akım rölesi olması durumunda faz arızaları için hatalı açmanın gerçekleşmesi arızanın yönünü ve yerini tayin etmesi sayesinde engellenmektedir. Böylece ikinci amaç fonksiyonu oluşturulmuştur. Amaç fonksiyonu Denklem (5) ile gösterilmiştir.

$$OF_2 = \min \sum_{i=1}^n W_i \cdot T_{pr,i,k} \quad (5)$$

Denklem (1)'den farklı olarak Denklem (5)'de amaç sadece primer rölelerin toplam çalışma zamanını minimize etmektedir. Primer rölelerin zamanlarının azaltılması primer ve sekonder röleler arasındaki koordinasyon zaman aralığının artmasına neden olmaktadır. Bu durum ikinci amaç fonksiyonun en büyük dezavantajıdır. Bununla birlikte hem primer hem de sekonder rölelerin toplam çalışma süresinin optimize edildiği amaç fonksiyonu geliştirilmiştir. Geliştirilen amaç fonksiyonu Denklem (6) ile gösterilmiştir [21]. Primer rölelerin toplam çalışma zamanının artması OF_3 'ün en büyük dezavantajıdır [22].

$$OF_3 = \min \sum_{i=1}^n W_i \cdot (T_{pr,i,k} + T_{b,i,k}) \quad (6)$$

Arızanın şebekeden temizlenme sürecinde; seçici korumanın sağlanması için aşırı akım röleleri arasında koordinasyon kurulmalıdır. Şekil 1 ile iki adet aşırı akım rölesine sahip radyal dağıtım sistemi gösterilmiştir.



Şekil 1: Örnek radyal dağıtım şebekesi.

F noktasında gerçekleşen arıza için hem R_B hem de R_P röleleri arızayı algılamalıdır. R_P rölesi F arızası için birincil röle olduğundan dolayı R_B rölesinden daha önce açma sinyali üretmeli ve arıza

temizlenmelidir. R_P rölesinin açmaması durumunda R_B rölesi ayarlanan zaman gecikmesinden sonra açma sinyali üretmelidir. Zaman gecikmesi koordinasyon zaman aralığı (İng: Coordination Time Interval) olarak tanımlanmaktadır. Koordinasyon zaman aralığı kısıt fonksiyonu olarak optimizasyon sürecine dahil edilmektedir. Denklem (7) ile koordinasyon kısıdı ifade edilmiştir.

$$T_{(i,k)_b} - T_{(i,k)_p} \geq CTI \quad (7)$$

Koordinasyon kısıdının yanı sıra aşırı akım koordinasyon optimizasyonu rölenin fiziksel kısıtlarına, işletme kısıtlarına bağlı olarak farklı kısıt fonksiyonları da sisteme dâhil edilmektedir. TDS kısıtları, eşik akım kısıtları ve çalışma zaman aralığı kısıtları şeklinde sıralanabilir. Bu kısıtlar sırasıyla Denklem (8)-Denklem (10) ile ifade edilmektedir.

$$TDS_{(i)min} \leq TDS_{(i)} \leq TDS_{(i)max} \quad (8)$$

$$I_{P(i)min} \leq I_{P(i)} \leq I_{P(i)max} \quad (9)$$

$$T_{(i)min} \leq T_{(i)} \leq T_{(i)max} \quad (10)$$

TDS değerleri genellikle 0.025 ile 1.2 değerleri arasında değişmektedir. Minimum çalışma zamanı olarak faz aşırı akım rölelerin minimum 0.1 saniye sonra sinyal üretmesi istenmektedir. Maksimum çalışma süresinin 1.2 saniyeyi geçmemesi istenmektedir [23].

3. BOZKURT OPTİMİZASYON ALGORİTMASI

Sürü temelli geliştirilen meta-sezgisel algoritmalar birisi de Bozkurt Optimizasyon Algoritması'dır (BOA). BOA av sırasında bozkurtların sergilediği davranışlardan esinlenerek Mirjalili tarafından 2014 yılında literatüre kazandırılmıştır [24]. Elektrik Mühendisliği alanlarında motor kontrol, PI, PID ve hibrit enerji sistemleri gibi güç elektroniği alanlarında tercih edilmektedir. BOA elektrik mühendisliği dışında pek çok farklı mühendislik disiplininde de daha iyi çözüm sunduğu için tercih edilmektedir [24].

Her bir kurt sürüsünde alfa (α) beta (β) teta (δ) ve omega (ω) olmak üzere hiyerarşik form bulunmaktadır. Alfa bozkurt sürünün lideri olmakla beraber en iyi çözümü ifade etmektedir. Çözümün en iyiliği α 'dan ω 'ya doğru

sıralanmaktadır. Bozkurtların avını çevrelemesi matematiksel olarak Denklem (11)-(14) ile ifade edilebilir.

$$\vec{D} = |\vec{C} \cdot \vec{X}_p(t) - \vec{X}(t)| \quad (11)$$

$$\vec{X}(t+1) = \vec{X}_p(t) - \vec{A} \cdot \vec{D} \quad (12)$$

$$\vec{A} = 2\vec{a} \cdot \vec{r}_1 - \vec{a} \quad (13)$$

$$\vec{C} = 2\vec{r}_2 \quad (14)$$

Burada;

t ; iterasyonu,

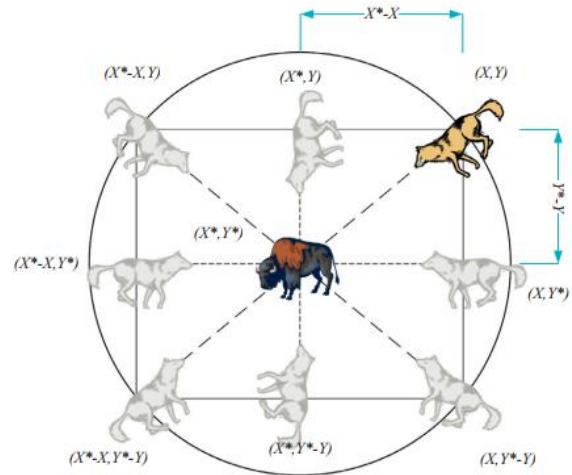
\vec{X}_p ; avın konum vektörünü,

\vec{X} ; bozkurtun konum vektörünü,

\vec{D} ; av ile bozkurt arasındaki konum vektörünü,

\vec{A} ve \vec{C} ; vektör katsayılarını temsil etmektedir.

Katsayıların hesaplaması \vec{r}_1 ve \vec{r}_2 0 ile 1 arasında değişen rastgele değer almak üzere Denklem (13) ve Denklem (14) ile hesaplanmaktadır. Alfa bozkurta ait iki boyutlu düzlemde muhtemel yeni konum vektörleri Şekil 2 ile gösterilmiştir.



Şekil 2: İki boyutlu düzlemde muhtemel yeni çözümler [24].

Bozkurtların avlanma süresince; alfa avı yöneten lider bozkurttur. Beta ve teta bozkurtlarda avı yardım etmektedir. Avlanma süreci Denklem (15)-(17) ile matematiksel olarak ifade edilebilmektedir.

$$\vec{D}_\alpha = |\vec{C}_1 \cdot \vec{X}_\alpha - \vec{X}| \quad (15)$$

$$\vec{D}_\beta = |\vec{C}_2 \cdot \vec{X}_\beta - \vec{X}|$$

$$\vec{D}_\delta = |\vec{C}_3 \cdot \vec{X}_\delta - \vec{X}|$$

$$\vec{X}_1 = \vec{X}_\alpha - \vec{A}_1 \cdot (\vec{D}_\alpha) \quad (16)$$

$$\vec{X}_2 = \vec{X}_\beta - \vec{A}_2 \cdot (\vec{D}_\beta) ;$$

$$\vec{X}_3 = \vec{X}_\delta - \vec{A}_3 \cdot (\vec{D}_\delta)$$

Bozkurt popülasyonunu başlangıçlaştır.
 X_i ($i=1, 2, 3, \dots, n$)
 a , A ve C parametrelerini başlangıçlaştır
Her bir bozkurt için uyumluluk fonksiyonunu hesapla
 X_a = En iyi çözüm
 X_b =İkinci en iyi çözüm
 X_c =Üçüncü en iyi çözüm.
While ($t <$ Maksimum iterasyon sayısı)
for her bir bozkurt için
Denklem (16)'ya uygun olarak bozkurdun pozisyonunu güncelle
end for
 a , A ve C parametrelerini güncelle
Bütün bozkurtların vektör pozisyonlarını hesapla
En iyi çözümlerin hepsini güncelle
 $k=k+1$
end while
alfa bozkurdun pozisyonuna dön.

Şekil 3: BOA'ya ait sözde-kod.

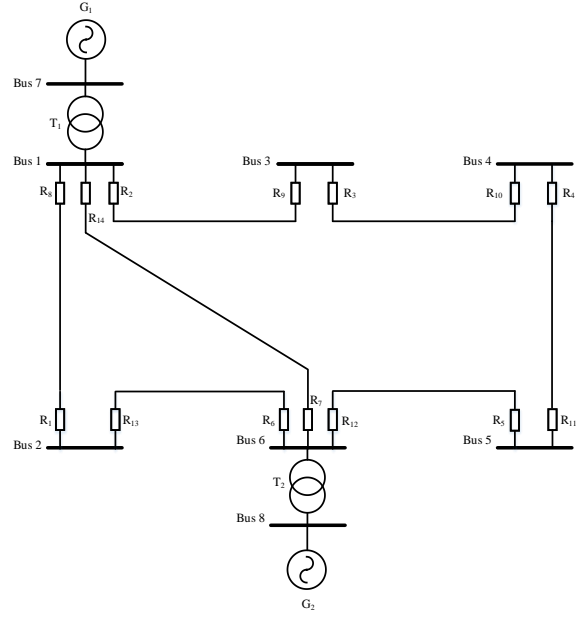
$$\vec{X}(t+1) = \frac{\vec{X}_1 + \vec{X}_2 + \vec{X}_3}{3} \quad (17)$$

BOA'nın sözde-kodu Şekil 3 ile gösterilmiştir. Şekil 3 ile gösterilen sözde kod akışına röle aşırı akım röle koordinasyonu problemi uygulanacaktır.

4. BOA'NIN AŞIRI AKIM RÖLE KOORDİNASYONU PROBLEMİNE UYGULANMASI

BOA literatürde aşırı akım röle koordinasyonu probleminin optimize edilmesinde sıkça tercih edilen bir meta-sezgisel arama algoritmasıdır. BOA kullanarak bazı test şebekelerinde literatürde kullanılan geleneksel meta-sezgisel arama algoritmalarından daha optimum sonuçlar bulunduğu bilinmektedir [25]. Bu durum BOA'nın literatürde kullanılan diğer test şebekelerine uygulaması noktasında motivasyonu arttırmıştır. BOA'nın aşırı akım röle koordinasyonu probleminde performansını incelemek için sekiz baralı IEEE test şebekesi seçilmiştir. Test şebekesi Şekil 4 ile gösterilmiştir. Sekiz baralı IEEE test şebekesi sekiz bara, iki generator, iki yükseltici transformatör, yedi hat ve on dört adet aşırı akım rölesinden oluşmaktadır. Rölelerin lokasyonları ve numaralandırılması Şekil 4'de görülmektedir. Test şebekesinde bulunana aşırı akım rölelerin hepsi

yönlü aşırı akım rölesi olduğundan dolayı ikinci amaç fonksiyonu (OF₂) kullanılmıştır



Şekil 4: IEEE 8 baralı test şebekesi.

Aşırı akım rölelerin arıza noktalarına göre üç faz kısa devre akım genlikleri ve koordinasyon ilişkileri Tablo 1 ile gösterilmiştir. Tablo 1'de verilen arıza akım genlikleri ve koordinasyon ilişkileri kullanarak amaç fonksiyonu ve kısıt fonksiyonları yazılmıştır. Sekiz baralı şebekede iki farklı optimizasyon modellemesi gerçekleştirilmiştir. Birinci optimizasyon modeli eşik akım değerlerinin sabit olduğu LP yöntemidir. Her bir röle seçilen sabit eşik akım değerleri Tablo 2 ile listelenmiştir. Tablo 2'deki eşik akım değerleri için rölelerin optimum TDS ayarları elde edilecektir.

Bu durumda BOA 14 adet tasarım değişkenine sahiptir. BOA yüz kere simule edilmiştir. Her bir benzetim çalışması sonucunda elde edilen amaç fonksiyonu Şekil 5 ile gösterilmiştir.

Şekil 5 incelendiğinde minimum çalışma süresinin 10.7597 saniye olduğu ve bu değer 57. benzetim çalışmasında elde edildiği görülmektedir. Optimum amaç fonksiyonun elde edildiği 57. Benzetim çalışmasında elde edilen röle TDS ayarları Şekil 6 ile gösterilmiştir.

Sekiz baralı test şebekesinin LP yöntemi ile çözümünde BOA'ya ait hesaplama süreleri her bir simülasyon sayısı için elde edilmiştir. Şekil 7 ile görüldüğü gibi her bir simülasyonun tamamlanma süresi farklı olmakla birlikte ortalama 2.7031

saniyedir. Optimum TDS ayarlarının elde edildiği 57. benzetim ortalama hesaplama süresinin altındadır. Böylece Optimum sonuca ortalamadan daha hızlı bir şekilde ulaşılmıştır. Bununla birlikte daha hızlı ulaşılan sonuçlar bulunmaktadır fakat bu sonuçlar optimum sonuç değildir.

Tablo 1: IEEE sekiz baralı test şebekesine ait akım ve röle koordinasyon bilgisi.

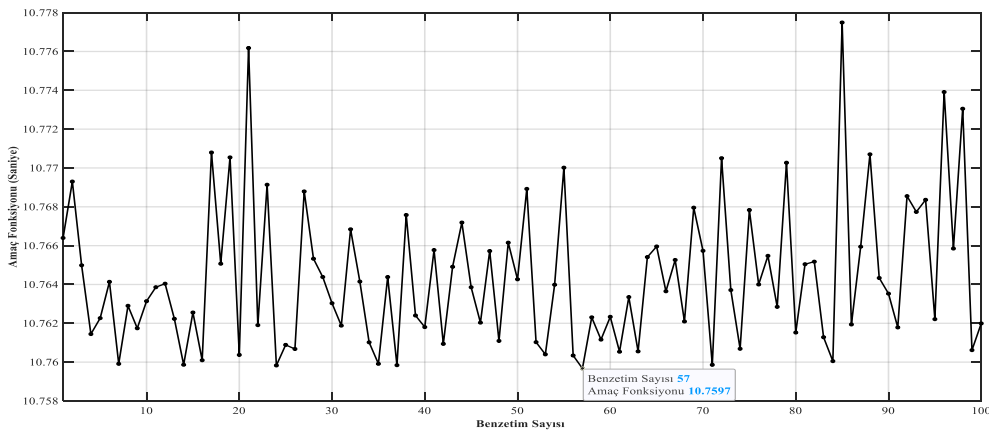
Birincil Röle	$I_{F,P}(A)$	İkincil Röle	$I_{F,B}(A)$
1	2666.3	6	2666.3
2	5374.8	1	804.7
2	5374.8	7	1531.5
3	3325.6	2	3325.6
4	2217.1	3	2217.1
5	1334.3	4	1334.3
6	4975	5	403.6
6	4975	14	1533
7	4247.6	5	403.6
7	4247.6	13	805.5
8	4973.2	7	1531.5
8	4973.2	9	403.2
9	1420.9	10	1420.9
10	2313.5	11	2313.5
11	3474.3	12	3474.3
12	5377	13	805.5
12	5377	14	1533
13	2475.7	8	2475.7
14	4246.4	1	804.7
14	4246.4	9	403.2

ve röle TDS ayarları için problem LOP yöntemi ile kurgulanmıştır. Böylece 14 adet eşik akım dizayn parametresi ve 14 adet röle TDS dizayn parametresi bulunmaktadır. Ayrıca problem 20 adet koordinasyon kısıtı, 28 adet minimum ve maksimum çalışma kısıtı içermektedir. Probleme BOA yüz kere uygulanmıştır. Her bir benzetim için elde edilen toplam çalışma süresi Şekil 8 ile gösterilmiştir. Şekil 8'de görüldüğü gibi elde edilen amaç fonksiyonları arasındaki değişim LP'den daha fazladır. Optimum çözüm 72. benzetim çalışmasında elde edilmiştir. Elde edilen amaç fonksiyonunun değeri 6.44928 saniyedir. Bir önceki senaryodan 4.31 saniye daha düşüktür. Böylece sistemde kullanılan aşırı akım röleleri daha hızlı bir şekilde arızayı algılamıştır.

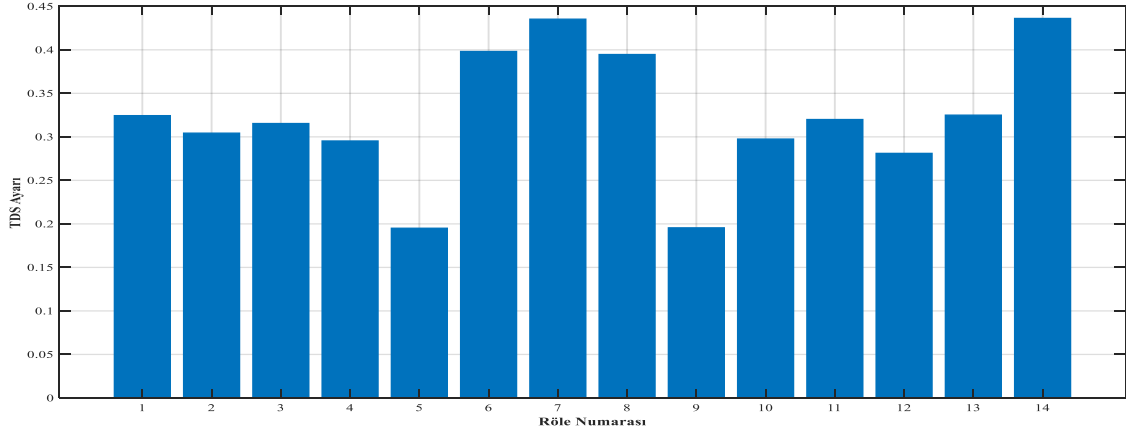
Tablo 2: IEEE sekiz baralı test şebekesine ait sabit eşik akım değerleri.

Eşik Akım Değeri (A)	Röle Numarası (R _N)
120	R ₁ , R ₄ , R ₅ , R ₇ , R ₉ , R ₁₀ , R ₁₃ , R ₁₄
180	R ₆ , R ₈
240	R ₃ , R ₁₁
500	R ₂
600	R ₁₂

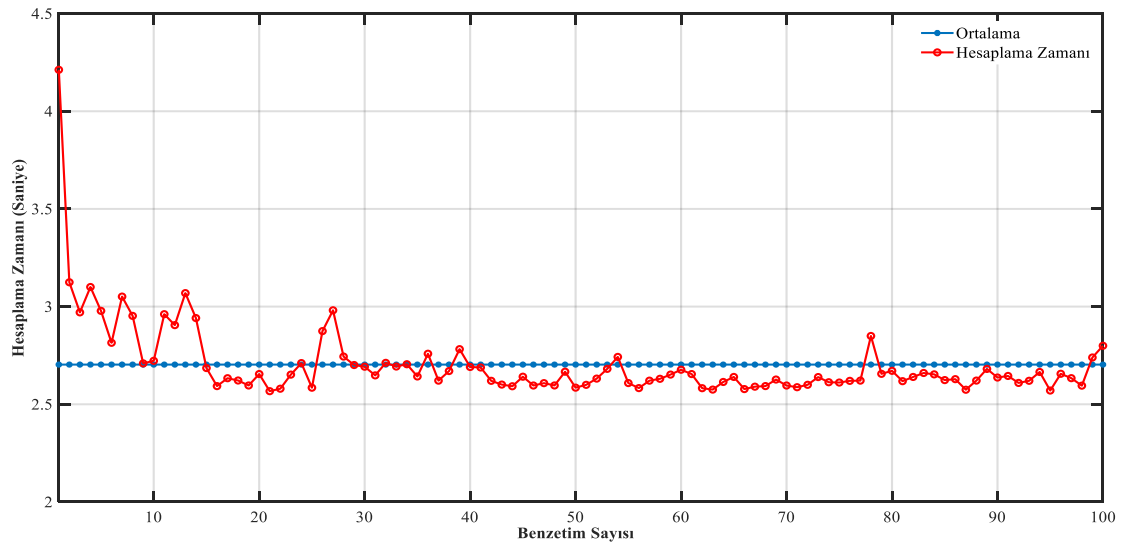
Sekiz baralı test şebekesinde röle eşik akım değerleri değişken tutulmuştur. Değişken eşik akım



Şekil 5: BOA'nın farklı simülasyon sayılarına göre amaç fonksiyonu değeri.



Şekil 6: 57.benzetime ait optimum röle TDS ayarları.



Şekil 7: BOA'nın farklı simülasyon sayılarına göre hesaplama zaman değerleri.

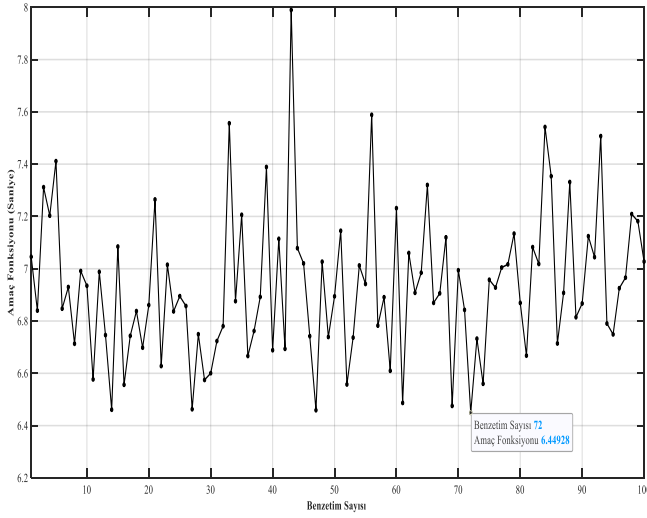
Optimum sonucun elde edildiği 72.benzetim çalışmasında elde edilen röle eşik akım ve röle TDS ayarları Şekil 9 ile gösterilmiştir.

Şekil 9 incelendiğinde en yüksek TDS ayarının 14. ve 7. Rölelere ait olduğu görülmektedir. Benzer durum Lineer Programlama yönteminde de elde edilmiştir. Fakat diğer rölelerde oldukça farklı TDS ayarları gözlemlenmiştir. Örneğin Lineer Programlama yönteminde birinci röle 0.3 değerinden yüksek bir ayar önerirken Lineer Olmayan Programlama yönteminde 0.1 değerinin altında ayar önermektedir. LOP daha optimum sonuç bulmasının yanına hesaplama süresinin uzun olması beklenmektedir.

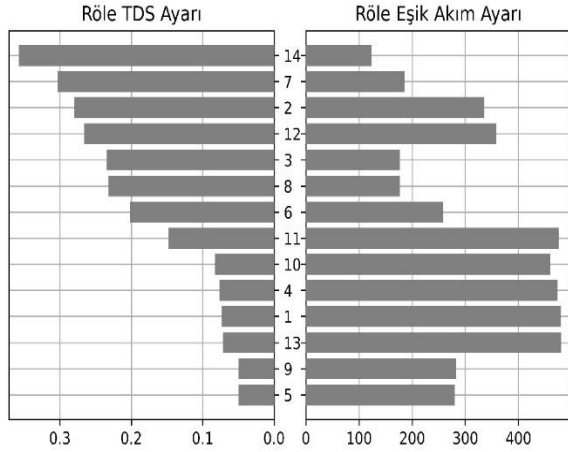
Şekil 10 ile BOA'nın farklı simülasyon sayılarına göre hesaplama süresi ve ortalama değeri

gösterilmektedir. Optimum TDS ayarlarının elde edildiği 72.benzetim ortalama hesaplama süresinin altındadır. Böylece Optimum sonuca ortalamadan daha hızlı bir şekilde ulaşılmıştır.

Tablo 3 ile her iki programlama yöntemi için BOA'nın farklı büyüklüklerdeki performansı özetlenmiştir. Beklendiği gibi LOP yöntemi LP yönteminden daha optimum amaç fonksiyonu elde edilmesini sağlamıştır. Bununla birlikte LP yöntemi LOP yönteminden daha hızlı bir şekilde sonuca ulaşılmasını sağlamıştır.



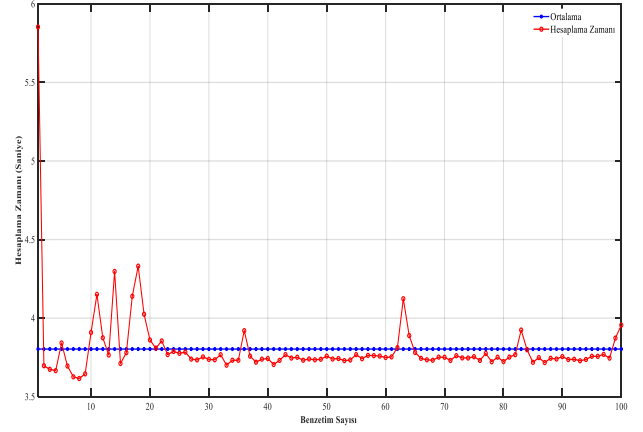
Şekil 8: BOA'nın farklı simülasyon sayılarına göre amaç fonksiyonu değeri (Lineer Olmayan Programlama).



Şekil 9: 72.benzetim çalışmasında elde edilen optimum eşik akım ve röle TDS ayarları.

Tablo 3: BOA'nın iki farklı programlama yöntemine göre performansı.

Bozkurt Optimizasyon Algoritması		
Büyükük	LP	LOP
Min. Amaç Fonks.	10.7597 s	6.4492 s
Ortalama Amaç Fonks.	10.7634 s	6.9290 s
Min. Hesaplama Süresi	2.5669 s	3.6154 s
Ort. Hesaplama Süresi	2.7031 s	3.8029 s



Şekil 10: BOA'nın farklı simülasyon sayılarına göre hesaplama zamanı değerleri (Lineer Olmayan Programlama).

BOA'nın diğer metasezgisel algoritmalar (Harmoni Arama (HA), Parçacık Sürü Optimizasyonu (PSO), Nöron Ağ Algoritması (NAA), Elektromanyetik Alan Optimizasyon (EAO) ile kıyası Tablo 4 ile özetlenmiştir. Tablo 4 ile açıkça görüldüğü üzere kıyaslaması yapılan metasezgisel algoritmalar arasında en düşük amaç fonksiyonu BOA'ya aittir.

Tablo 4: BOA'nın farklı optimizasyon algoritmaları ile kıyası.

Yöntem	Amaç Fonksiyonu(s)
HA [26]	11.76
PSO [26]	10.42
NAA [16]	7.61
EAO [26]	7.31
BOA	6.44

5. SONUÇLAR

Geleneksel optimizasyon çözüm yöntemlerinin yanı sıra meta-sezgisel algoritmaların aşırı akım röle koordinasyonu probleminde kullanımı yaygınlaşmıştır. Bu çalışma kapsamında pek çok optimizasyon probleminin çözümünde başarılı sonuçlar veren BOA aşırı akım röle koordinasyonu probleminde test edilmiştir. Bu çalışmada IEEE 8 Baralı test şebekesi için aşırı akım röle koordinasyon optimizasyonu problemi BOA kullanılarak başarılı bir şekilde çözülmüştür. BOA hem LP yöntemi hem de LOP yöntemi için optimum sonuçlar vermiştir. BOA her iki yöntem için de 100 farklı şekilde çalıştırılmıştır. Senaryolarda herhangi bir yakınsama veya yerel minimumda kalma problemi yaşanmamıştır. Böylece BOA'nın aşırı akım röle koordinasyonu

optimizasyonunda etkin ve başarılı sonuçlar veren bir meta-sezgisel algoritmadır. Bu durum BOA'nın diğer koruma problemlerinin optimize edilmesinde kullanılabilir.

6. KAYNAKLAR

- [1] T. H. Ortmeier, T. Hiyama, and H. Salehfar, "Power quality effects of distribution," *Int. J. Electr. Power Energy Syst.*, vol. 18, no. 5, pp. 323-329, 1996.
- [2] Horowitz ve A. Phadke, "Power system relaying", New York: Wiley, 2008.
- [3] J.M. Postforoosh, et al. "Computer aided coordination of line protection schemes IEEE Comitee Report", *IEEE Trans. Power Deliv.*, vol. 6, no. 2, pp. 575-583, 1991.
- [4] A.J. Urdaneta, R. Nadira, and L. G. Perez Jimenez, "Optimal Coordination of Directional Overcurrent Relays in Interconnected Power Systems," *IEEE Trans. Power Deliv.*, vol. 3, no. 3, pp. 903-911, 1988.
- [5] H. K. Karegar, H. A. Abyaneh, V. Ohis and M. Meshkin, "Pre-processing of the optimal coordination of overcurrent relays", *Electr. Pow. Syst. Res.*, vol. 75, no. 2, pp. 134-141, 2005.
- [6] H. Zeineldin, E. El-Saadany and M. A. Salama, "Optimal coordination of directional overcurrent relay coordination", *IEEE Pow. Eng. Soc. General Meeting*, 2005.
- [7] H. Abyaneh, M. Al-Dabbagh, H.K. Karegar, S.H.H. Sadeghi and R.A.J. Khan, "A new optimal approach for coordination of overcurrent relays in interconnected power systems", *IEEE Trans. Power Deliv.*, vol 18, no. 2, pp. 430-435, 2003.
- [8] H.H. Zeineldin, E.F. El-Saadany and M.M.A Salama, "Optimal coordination of overcurrent relays using a modified particle swarm optimization", *Electr. Pow. Syst. Res.*, vol 76, no. 11, pp. 988-995, 2006.
- [9] P.P. Bedekar and S.R. Bhide, "Optimum Coordination of Directional Overcurrent Relays Using the Hybrid GA-NLP Approach", *IEEE Trans. Power Deliv.*, vol 26, no. 1, pp. 109-119, 2011.
- [10] M. N. Alam and B.D.V. Pant, "A comparative study of metaheuristic optimization approaches for directional overcurrent relays coordination", *Electr. Pow. Syst. Res.*, vol 128, no. 1, pp. 39-52, 2015.
- [11] P.P. Bedekar and S.R. Bhide, "Optimum coordination of overcurrent relay timing using continuous genetic algorithm", *Exp. Syst. Appl.*, vol 38, no. 9, pp. 11286-11292, 2011.
- [12] S.S. Gokhale and V.S Kale, "An application of a tent map initiated Chaotic Firefly algorithm for optimal overcurrent relay coordination" *Int. J. Electr. Power Energy Syst.*, vol 78, no. 1, pp. 336-342, 2016.
- [13] S.S. Gokhale and V.S.Kale, «Application of the Firefly algorithm to optimal over-current relay coordination,» *2014 International Conference on Optimization of Electrical and Electronic Equipment, Bran,Romina*, 2014.
- [14] A. Wadood, et. al., "An optimized protection coordination scheme for the optimal coordination of overcurrent relays using a nature-inspired root tree algorithm," *Appl. Sci*, vol. 8, no. 9, 2018.
- [15] M.B. Atsever, Ö. Karacasu and M.H. Hocaoglu, "Optimal Overcurrent Relay Coordination in Distribution Networks", *2021 56th Int. Univ. Power Eng. Conf. (UPEC)*, Middlesbrough, UK, 2021.
- [16] M.B. Atsever, Ö. Karacasu and M.H. Hocaoglu, "Performance Analysis of Different Optimization Algorithms on Overcurrent Relay Coordination Problem in Distribution Systems", *2021 11th Smart Grid Conference (SGC)*, Tebriz, 2021.
- [17] S.D Godwal, K.D. Pandya, V.N. Rajput and S.C. Vora, "A Review on Approaches Employed for Solving Directional Overcurrent Relays' Coordination Problem", *Adv. in Electr. Power Energy Infr.*, Singapur, 2020.
- [18] N. El-Naily, S.M. Saad and F.A. Mohamed, "Novel approach for optimum coordination of overcurrent relays to enhance microgrid earth fault protection scheme", *Sustain. Cities and Soc.*, vol 54, no. 1, pp. 1-13, 2020.
- [19] V.N. Rajput and K.S. Pandya, "On 8-bus test system for solving challenges in relay coordination", *2016 IEEE 6th Int. Conf. on Power Syst. (ICPS)*, Delhi, 2016.
- [20] T. Amraee, "Coordination of Directional Overcurrent Relays Using Seeker Algorithm", *IEEE Trans. Power Deliv.*, vol 27, no. 3, pp. 1415 - 1422, 2012.
- [21] J. Shah, N. Khristi, V.N. Rajput and K. Padya, "A New Objective Function for Optimal Coordination of Directional Over-current

- Relays", *Adv. Electr. Power Energy Infr.*, Singapur, 2020.
- [22] O. Akdağ and C. Yöreoglu, "Optimal directional overcurrent relay coordination using MRFO algorithm: A case study of adaptive protection of the distribution network of the Hatay province of Turkey", *Electr. Pow. Syst. Res.*, vol 192, no. 1, pp. 1-11, 2021.
- [23] P.P. Bedekar and V. Kale, "Optimum Coordination of Overcurrent Relay Timing Using Simplex Method", *Electr. Power Comp. Syst.*, vol 38, no. 10, pp. 1175-1193, 2010.
- [24] S. Mirjalili, S. M. Mirjalili and A. Lewis, "Grey Wolf Optimizer", *Adv. Eng. Software*, vol 69, no. 1, pp. 46-61, 2014.
- [25] M.B. Atsever and M.H. Hocaoglu, "Optimal Overcurrent Relay Coordination Using Grey Wolf Optimizer", *3rd Int. Turk. World Eng. Sci. Cong.*, Ankara, 2021.
- [26] H.R.E.H. Bouchekara, M. Zellagui and M.A. Abido, "Optimal coordination of directional overcurrent relays using a modified electromagnetic field optimization algorithm", *Appl. Soft Computing*, vol 54, pp. 267-283, 2017.

RESEARCH ARTICLE

Fatty Acids Composition and Bioactive Substances of Cold Pressed Oils from Strawberry Seed

Çilek Tohumundan Soğuk Sıkımla Elde Edilen Yağların Biyoaktif Bileşenleri ve Yağ Asidi Kompozisyonu

Osman Kola^{1,*}, Erva Parıldı¹, Neslihan Keçeli¹, Murat Reis Akkaya¹

¹Department of Food Engineering, Faculty of Engineering, Adana Alparslan Türkeş Science and Technology University, Sarıçam, Turkey

Received / Geliş : 01.08.2022

Accepted / Kabul : 07.09.2022

*Sorumlu Yazar (Corresponding Author) Osman Kola, okola@ata.edu.tr

ABSTRACT: Fatty acid and sterol compositions of strawberry seed oil (SSO) were determined. The fatty acid and sterol compositions were analyzed by GC. Tocols, tocotrienols and glycerides composition were designated on a high performance HPLC equipped with a reversed-phase HPLC columns. The physicochemical characteristics of strawberry seed oil were also studied. Our results showed that the strawberry seed oil was composed mainly of unsaturated fatty acids (92.36%), such as oleic acid (15.58%), linoleic acid (42.54%) and linolenic acid (33.48%). The total sterol constituents in strawberry seed oil were determined as 932.00 mg/kg and the major sterol was β -sitosterol (81.04%). The total β -sterol composition was 83.84%. Dominant triacylglycerol (TAG) molecules in SSO were determined to be OLnL (13.99%), LLL (8.05%) and PLnL (4.41%), respectively. Furthermore, the strawberry seed oil was rich in other bioactive compounds, such as phenolic compounds, tocopherols and sterols.

Keywords: Strawberry, seed oil, fatty acid, sterol, tocopherol

ÖZ: Çilek çekirdeği yağının (SSO) yağ asidi kompozisyonunu ve sterol içeriği belirlenmiştir. Yağ asidi kompozisyonu ve sterol içeriği, gaz kromatografisi (GC) ile analiz edilmiş, tokoferol ve gliserid içeriği, bir ters faz kolonu ile donatılmış yüksek performanslı sıvı kromatografisi (HPLC) cihazı ile belirlenmiştir. Çilek çekirdeği yağının fizikokimyasal özellikleri de incelenmiştir. Sonuçlar, çilek çekirdeği yağının esas olarak oleik asit (%15.58), linoleik asit (%42.54) ve linolenik asit (%33.48) gibi doymamış yağ asitlerinden (%92.36) oluştuğunu göstermiştir. Çilek çekirdeği yağındaki toplam sterol bileşenlerinin 932.00 mg/kg olduğu ve baskın sterolün β -sitosterol (%81.04) olduğu belirlenmiştir. Toplam β -sterol içeriği %83.84 olarak tespit edilmiştir. SSO'da baskın triasilgliserol (TAG) moleküllerinin sırasıyla OLnL (%13.99), LLL (%8.05) ve PLnL (%4.41) olduğu belirlenmiştir. Ayrıca, çilek çekirdeği yağının fenolik bileşikler, tokoferoller ve steroller gibi diğer biyoaktif bileşikler açısından da zengin olduğu tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Çilek, tohum yağı, yağ asidi, sterol, tokoferol

1. INTRODUCTION

Strawberries are popular products worldwide[1]. They are widely adopted to variable agro-climates across the temperate to sub-tropical regions of the world [2]. Strawberries (*Fragaria* spp.) are members of the Roseaceae family and are generally grown and consumed fruits. They are classified in the genus *Fragaria* and strawberries have a very different taste and flavor. Fruits have an attractive aroma and

appearance and are rich sources of bioactive compounds. While producing juices and seedless fruits, seeds and peels are removed to form a waste stream [1].

Strawberry fruits are exceptionally appreciated for their taste, health benefits and cancer prevention agent mixes, predominantly phenolics. Fruit antioxidants are derived from achenium and tissue, yet achenium involvement with the total antioxidant potential of fruit and bioaccessibility

after admission is as yet obscure [3]. What is called the “seed” in many species is an achenium, a fruit that contains the seed. The seed-like configuration is due to the hardening of the fruit wall (pericarp), which encloses the single seed so closely that it appears as a seed coat.

The antioxidant properties of strawberries are related to either flesh or achenes. Given achenes that constitute a scant fraction of the total weight of the fruit, their contribution to the total antioxidant substance and capacity of the fruit is notable. While flavonoids, phenolic substances and anthocyanins are mostly in the flesh in the whole fruit, it is noticed that the antioxidant ability of strawberry is primarily attributable to achenes, indicating that the detoxification ability of strawberry reactive oxygen species accounts not only for the amount of antioxidants, but mostly for the type [3].

Strawberry (*Fragaria ananassa*) seeds are usually eaten all over the world with its fruit pulp. Despite the many studies on strawberry fruits, however, published papers on the bioactive compounds and their effects of strawberry seeds are minimal. Strawberry seed extract (SSE) has been documented in some cases to suppress oxidative stress, to remove fat accumulation, to exhibit anti-inflammatory stress [4], [5], anti hyperglycemic, hepatoprotective [6], and antidiabetic activities [7]. Such effects on health were linked to the antioxidant activity of phenolic substances, especially ellagitannins and anthocyanins [3].

Strawberry seed oil can be a good resource for essential fatty acids in nutrition and can theoretically be used in the treatment of certain obesity and cardiovascular disease related disorders [8]. A strong triglyceride-lowering activity of strawberry seed oil is particularly noticeable, and this activity is as effective as that of other drugs that reduce lipid level in the current market [8]. Strawberry seed oil is composed mainly of unsaturated fatty acids, such as oleic, linoleic and linolenic acid [9], which are classified as omega fatty acids, and also for its high content of phenolic compounds [10]. On the other hand, strawberry seeds display lower lipid concentrations [10]. Strawberry seed oil is a natural active ingredient, which is characterized by good oxidative stability and high biological activity.

The purpose of this study is to determine the fatty acid and sterol compositions of strawberry seed oil. The sterol and fatty acid compositions were analyzed by GC, tocopherols-tocotrienols and glyceride content were analyzed by HPLC on a reversed-phase HPLC columns. Also, some physical and chemical properties (yield, refractive index, antioxidant capacity, total phenolic, colour) were determined.

2. MATERIALS AND METHODOLOGY

2.1 Materials

Strawberry seeds were kindly provided by Göknur Juice Plant (Kozan-Adana, Türkiye). Strawberry seeds were removed from the seedlings that is separated in the production of strawberry juice. The surfaces of strawberry seeds were cleaned by the brushing machine and the seeds were dried at about 60 °C.

2.2 Chemicals and reagents

A 37 component FAME mix (fatty acid methyl esters) standard mixture and Betulin (purity ≥98%) used for an internal standard were supplied by Sigma-Aldrich (St. Louis, Missouri, USA).

All of chemicals and other solvents were supplied by Delta Chemicals (Adana, Turkey).

2.3 Physicochemical characteristics of oils

2.3.1 Oils extraction

The seed oils were extracted using a cold press oil machine (Karaerler-NF500, Türkiye). The strawberry seed was pressed at 45°C with 15 Hz frequency. Oil press machine used in the study was preheated to set the temperature of 100 °C.

2.3.2 Refractive Index

Refractive index of SSO was measured by refractive index on a Krüss AR2008 refractometer (Germany), and given as $n_D 20^\circ\text{C}$.

2.3.3 Antioxidant capacity

Two different methods were used to evaluate the antioxidant potential of free (extractable) and bound (hydrolyzable) phenols using DPPH and ABTS radicals.

DPPH radical-scavenging test: The antioxidant activity was assessed as described according to a method described by Farhoosh et al. [11]. Specific toluene sample solution concentrations of 1 mL each were combined with 1 mL toluenic mixture comprising DPPH radicals (0.006 per cent by weight). Solution was vigorously swung, allowed to incubate in the dark for 60 min (until consistent absorption values were achieved). The DPPH radical reductions were calculated by measurement the absorption at 517 nm [12]. The capability of DPPH radical scavenging activity calculation was done using the following equation:

$$\text{DPPH scavenging activity \%} = ((AB-AS)/AB) \times 100$$

where AS is absorbance of the solution and AB is the absorbance of blank. A calibration curve was plotted with DPPH scavenging activity against Trolox concentration

ABTS test: The free radical scavenging activity was assessed as described with respect to the method specified by Re et al. [13]. Experiments were performed on the Cary60 UV-VIS Spectrophotometer (Santa Clara, CA 95051, USA). ABTS-cation radical was produced by the reacting with 7 mM/L ABTS in water and 2.45 mM/L potassium persulfate (1:1), and incubating in the dark at room temperature for 12-16 h. ABTS+ solution was diluted with methanol to obtain an absorbance of 0.700 at 734 nm for SSO analysis. The absorbance was read at 30°C exactly 1 min after initial mixing and up to 6 min. Trolox was used as standard matter, and the results were expressed as mmol Trolox/L.

2.3.4 Total Phenol Content

Total phenolic content was defined by following a procedure explained by Singleton and Rossi [14] with the Folin-Ciocalteu reagent. The phenolic compounds from the strawberry seed oil (0.5 g) were extracted in methanol (5 mL) by inversion for 10 minutes. In short, 0.50 mL of the diluted sample was reacted for 2 min with a 2.5 mL of 0.2 mol/L Folin-Ciocalteu reagent. After that, 2 mL saturated sodium carbonate solution (about 7.5 g/100 mL) was added into the reaction mixture. After incubation at room temperature for 60 minutes the absorbance was read at 765 nm. Gallic acid was used as a reference standard, and the findings were

expressed as milligram gallic acid equivalent (mg GAE)/L dry weight of strawberry seed oil.

2.3.5 Tocopherols

All conditions were set according to the method developed by Surai et al. [15]. Using this method, alpha, beta+delta and gamma tocopherols were determined [15], [16].

2.3.6 Fatty acid composition

TSE EN ISO 12966-2 and Method 4 were used with a modification for determining fatty acid composition [17], [18].

2.3.7 Glyceridic composition

HPLC analysis of triacylglycerols: The analysis of triacylglycerols was performed by Agilent Infinity II 1260 HPLC on a reversed phase column equipped with a refractive index detectors (RID) by modifying the method defined by COI methods [19] and Essid et al. [20]. A comparison with a reference chromatogram was performed to classify the triacylglycerols [20], [21].

Theoretical Triacylglycerols Composition: The triacylglycerol (TAG) profile identification using the fatty acid composition is important to determine the position and distribution of fatty acids bound to the glycerol molecule. The theoretical number of molecules in the internal position of a fatty acid compared with 100 molecules of that acid (relative proportion) was calculated in this analysis [20], [21].

2.3.8 Sterol analysis

Determination of individual and total sterol compositions - Gas chromatographic method - Part 1: Animal and vegetable fats and oils (TS EN ISO 12228-1) was used for sterol analysis [22].

2.3.9 Colour

The color of the strawberry seed oil was measured with the help of a clour spectrophotometer (Konica Minolta-CM-5 Spectrophotometer, Tokyo, Japan). Colour values were given in the CIELAB colour space for illuminant D65 and a 10° angle of vision. lightness (L*), red-greenness (a*) and yellow-blueness (b*), chroma (C*) and hue (h), were registered.

3. RESULTS

3.1 Physicochemical properties

The physicochemical properties of the cold pressed strawberry seed oil were presented in Table 1. It was determined that the yield of strawberry seed oil obtained by cold press was 12.65% on average. In previous studies, it was determined that the amount of strawberry seed oil obtained by cold press machine was 7.6% [10], 14.61% [23] and 17.75% [9]. It was thought that these differences on the quality and yield of the seed oil obtained by cold press may vary depending on the seed variety, seed maturity, pre-treatments applied to the seed (fresh, dried, roasted, etc.) and the characteristics of the cold press.

Table 1: Some characteristics of cold pressed SSOs.

Parameters		
Refractive Index	nD20	1.5362 ± 0.0004
Antioxidant Activity		
– DPPH	mg Trolox/L	11055.17 ± 120.45
– ABTS	mmol Trolox/L	2.25 ± 0.14
Total phenol content	mg GAE/L	1010.45 ± 67.73
Tocopherol		
– α-tocopherol	µg/g	23.96 ± 8.50
– γ-tocopherol	µg/g	242.21 ± 25.59
Total sterol composition	mg/kg	932.00 ± 3.62
Colour		
– L*	D65	19.44 ± 0.01
– a*	D65	17.14 ± 0.03
– b*	D65	33.07 ± 0.07
– C*		37.24 ± 0.07
– h		62.61 ± 0.02

It has been determined that the refractive index of strawberry (*Fragaria ananassa*) seed oil was an average of 1.5362 (Table 1). In a study by Burnett et al. [24], it was reported that the refractive index of

oils obtained from strawberry (*Fragaria chiloensis*) seed varies between 1.465-1.485. The reason for this difference in refractive index was that the strawberry varieties from which the seed was obtained were different.

The total amount of phenol compound in the analyzed strawberry seed oil was 1010.45 mg GAE/L and was determined in gallic acid (Table 1). In previous studies, Pieszka et al. [25] found that the total phenolic content was (mg/kg) 18.2 caffeic acid equivalent [25], van Hoed et al. [1] were 15800 mg/kg in strawberry seed oils obtained by cold press. These changes in the total amount of phenol were caused by the different types of seeds, the calculations being made as different acids (gallic or caffeic acid, etc.) and the differences in the maturity levels of the seeds. Phenolic composition in achenes and flesh has been reported to differ, achenes having up to 10 times higher antioxidant activity and amount of phenolic compounds, particularly derivatives of ellagic acids [3], [26]–[28]. The concentration of polyphenols was found as 1429 mg/100 g in strawberry seeds, while strawberry pulp contains only 375-998 mg/kg of polyphenols [29], [30]. Among determined compounds, there are two main polyphenol groups: ellagitannins and flavanols, which mean content was 8.50 and 5.82 g/kg dry matter [29].

The α-tocopherol was determined to be 23.96 µg/g and the γ-tocopherol was determined to be 242.21 µg/g in strawberry seed oil (Table 1), but β-tocopherol and δ-tocopherol could not be detected. In the study conducted by da Silva & Jorge [10], they could not determine α-tocopherol and β-tocopherol, and it was determined that γ-tocopherol and δ-tocopherol were 71.77 mg/kg and 14.57 mg/kg, respectively [10]. Tocopherols, which are natural antioxidants in oils, are divided into two groups: methyl tocols and methyl tocotrienols. They inhibit oxidation reactions. Like other antioxidants, tocopherols prevent or delay oxidation of other substances by being oxidized themselves. α-tocopherol is the most effective tocopherol in humans and shows biological vitamin E activity [31].

The values listed in Table 1 for Hunter a* (redness), and b* (yellowness) and L* (lightness) reflect the color spectrum of the oils. As seen in Table 1, cold pressed strawberry seed oil is light colored. The a*

values of strawberry seed oils obtained by cold press are slightly green. When the b^* values are examined, it was seen that the strawberry seed oil has a yellowish colour.

3.2 Fatty acid content (FA)

The fatty acid content of strawberry seed oil is given in Table 2. As can be seen when the table is examined; The unsaturated fatty acid (UFA) content was determined to be 92.36%. When unsaturated fatty acids were evaluated, it was determined that the ratio of polyunsaturated fatty acids (PUFA) containing two or more double bonds was 76.30% and monounsaturated fatty acids (MUFA) was 16.06%. Saturated fatty acid (SFA) content was found to be 6.92%.

Table 2: FAs (%) of cold pressed SSOs.

Fatty Acids (FAs)	Fatty Acid abbreviation	FAs Concentration (%)
Lauric acid	C12:0	0.01 ± 0.00
Myristic acid	C14:0	0.05 ± 0.01
Palmitic acid	C16:0	4.32 ± 0.03
Palmitoleic acid	C16:1	0.20 ± 0.01
Heptadecanoic acid	C17:0	0.05 ± 0.01
Heptadecenoic acid	C17:1	0.07 ± 0.02
Stearic acid	C18:0	1.63 ± 0.04
Oleic acid	C18:1	15.58 ± 0.01
Linoleic acid	C18:2	42.54 ± 0.05
Linolenic acid	C18:3	33.48 ± 0.03
Arachidic acid	C20:0	0.77 ± 0.01
Eicosenoic acid	C20:1	0.22 ± 0.02
Eicosadienoic acid	C20:2	0.07 ± 0.01
Eicosatrienoic acid	C20:3	0.18 ± 0.01
Docosadienoic acid	C22:2	0.03 ± 0.01
Lignoceric acid	C24:0	0.09 ± 0.02
Σ SFA		6.92
Σ MUFA		16.06
Σ PUFA		76.30
Σ UFA		92.36

Data are expressed as means (n=3). SFA, MUFA and PUFA stand for saturated, monounsaturated and polyunsaturated fatty acids, respectively.

It was found that the main fatty acids were oleic acid (C18:1n-9) (15.58%), linoleic acid (C18:2n-6) (42.54%) and linolenic acid (C18:3n-3) (33.48%), respectively and the ratio of linoleic acid/ α -linolenic was 1.27. The main saturated fatty acid was determined as palmitic acid (C16:0) (4.32%).

Usually, all fatty acids together accounted for 60–80 percent of the total fatty acids with a ratio of 1:1 to 2:1 between the two. Such composition is suitable for dietary ingredients or food supplements to improve n-3 fatty acid intakes [32].

In previous studies, it was observed that the palmitic acid changed between 3.2-6.99% [9], [24], [32–39], oleic acid 13.29-17.8% [32–36], [38], [39], linoleic acid 39.54-54.9% [25], [32–36], [38], [39] and linolenic acid 24.0-39.50% [10], [25], [32–36], [38], [39]. When the findings obtained in our study were compared with these studies, it was determined that they were within the limits of previous studies. It was thought that the differences in the fatty acid composition were due to the origin and variety of the fruits. However, unsaturated fatty acid ratio was found to be very high in all studies.

3.3 Sterols

Sterols are important components in the unsaponifiable substances of seed oils. In our study, 17 different sterol components were defined (Cholesterol, Cholestanol, Brassicasterol, 24-methylene cholesterol, Campesterol, Campestanol, Stigmasterol, Δ 7-campesterol, β -sterol, Δ 5-23 stigmastadianol, Clerosterol, β -sitosterol, Sitostanol, Δ 5-avenasterol, Δ 5-D24 stigmastadienol, Δ 7 stigmastenol, Δ 7-avenasterol) and analyzed in strawberry seed oil. These components in strawberry seed oil were given in Table 3 and Figure 1.

As can be seen in Table 1 and 3, the total sterol composition in strawberry seed oil was determined as 932.00 mg/kg (Table 1) and the major sterol was β -sitosterol (81.04%) and total β -sterol composition was 83.84% (Table 3). Apart from β -sitosterol, the main sterols were determined to be Campesterol (6.68%), Δ 7-stigmastenol (4.36%), Stigmasterol (2.75%), Δ 7-avenasterol (2.16%) and Sitostanol (1.75), respectively (Table 3). In a study by Pieszka et al. were found the total sterol composition as

4643.1 $\mu\text{g/g}$ and the β -sitosterol composition as 2656.6 mg/kg (57.22%) in strawberry seed oil [36].

Table 3: Sterols (%) of cold pressed SSOs.

Sterols	Sterols Concentration (%)
Cholesterol	0.19 \pm 0.01
Cholestanol	0.00 \pm 0.00
Brassicasterol	0.00 \pm 0.00
24-methylene cholesterol	0.00 \pm 0.00
Campesterol	6.68 \pm 0.04
Campestanol	0.00 \pm 0.00
Stigmasterol	2.75 \pm 0.02
Δ 7-campesterol	0.00 \pm 0.00
β -sterol	
– Δ 5-23	0.00 \pm 0.00
stigmastadianol	0.00 \pm 0.00
– Clerosterol	0.00 \pm 0.00
– β -sitosterol	81.04 \pm 0.02
– Sitostanol	1.75 \pm 0.03
– Δ 5-avenasterol	0.00 \pm 0.00
– Δ 5-D24	1.05 \pm 0.01
stigmastadionol	4.36 \pm 0.02
Δ 7 stigmastenol	2.16 \pm 0.01
Δ 7-avenasterol	

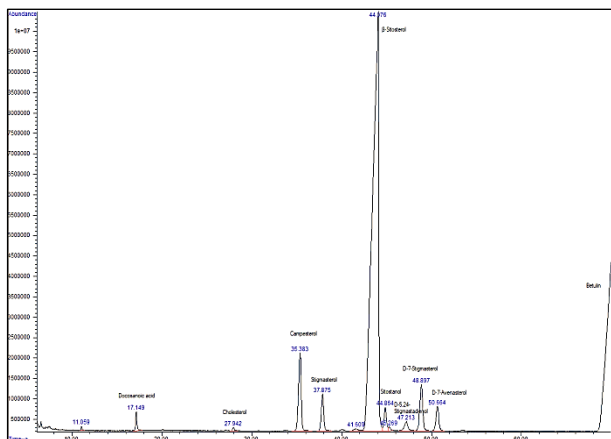


Figure 1: GC chromatogram of the sterols composition of cold pressed SSO.

In other previous studies, the total sterol composition was found to be 9 mg/kg [25], [34], [40] and β -sitosterol composition ranged between 711.0-3566.5 mg/kg [34], [40].

Both tocopherols and phenolics are antioxidants with strong protective effects on cardiovascular diseases, whereas phytoosterols, such as β -sitosterol, suppress cholesterol absorption in the intestine, thus show the cholesterolemia-lowering properties [41].

3.4 Triglycerides

Triacylglycerols (TAG) composition analysis results of cold pressed SSO obtained in our study are given in Table 4 and compared with olive oil (Figure 2).

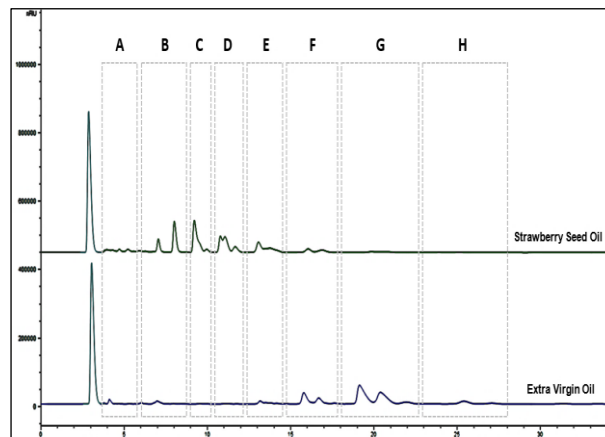


Figure 2: Triacylglycerols (TAG) chromatogram of cold pressed SSO and comparison with olive oil (A-Monoglycerides, B-Diglycerides, C-ECN40, D-ECN42, E-ECN44, F-ECN46, G-ECN48, H-ECN50).

The fatty acids are esterified in the native triacylglycerols (TAG) molecule to three stereospecific positions on the backbone of glycerol. The stereospecificity of fatty acids in TAGs are characteristic for native oils and fats [42]. Dominant TAG molecular species in olive oil were OOO (triolein), OOP (dioleopalmitin) OLO (oleolinleolein) [42]. However, as can be seen from the findings obtained in our study (Table 4), the dominant TAG molecules in cold pressed SSO were determined to be OLnL (13.99%), LLL (8.05%) and PLnL (4.41%), respectively.

The ECN42 triglyceride content is applied to detect the presence of small amounts of seed oil (rich in linoleic acid) in olive oil and olive pomace oil. As seen in our study, the ECN42 value was determined as 27.27% and it is rich in linoleic and linolenic acids. Also, as seen in Figure 2; It was determined that strawberry seed oil contains monoglycerides, diglycerides and equivalent carbon number between 40-46 TAG types (ECN40-ECN46). However, olive oil contains mostly TAG types between ECN44-ECN50.

4. CONCLUSIONS

The strawberry oil used in this study was produced from seeds of *Fragaria ananassa* grown in Turkey. The high content of linolenic acid and linoleic acid in SSOs can be used to achieve an essential fatty acids balance in the food formulation, human diet and personal care products.

The strawberry seed oil is a wealthy source of mono- and poly- unsaturated fatty acids, tocopherols and phytosterols, which could find wide application in the food (functional food ingredients, food supplements and nutraceuticals), pharmaceutical and cosmetic industries.

5. REFERENCES

- [1] V. Van Hoed, I. Barbouche, N. De Clercq, K. Dewettinck, M. Slah, E. Leber and R. Verhé, "Influence of filtering of cold pressed berry seed oils on their antioxidant profile and quality characteristics", *Food Chem.* 127, pp. 1848-1855, 2011.
- [2] R. M. Sharma and R. Yamdagni, "Strawberries: production, postharvest management and protection", CRC Press, 2019.
- [3] M. T. Ariza, P. Reboredo-Rodríguez, L. Mazzoni, T. Y. Forbes-Hernández, F. Giampieri, S. Afrin, M. Gasparri, C. Soria, E. Martínez-Ferri, M. Battino and B. Mezzetti, "Strawberry achenes are an important source of bioactive compounds for human health", *Int. J. Mol. Sci.* 17, pp. 1-14, 2016.
- [4] X. Jin, S. Song, J. Wang, Q. Zhang, F. Qiu and F. Zhao, "Tiliroside, the major component of agrimonia pilosa Ledeb ethanol extract, inhibits MAPK/JNK/p38-mediated inflammation in lipopolysaccharide-activated RAW 264.7 macrophages", *Exp. Ther. Med.* 12, pp. 499-505, 2016.
- [5] S. Takeda, H. Shimoda, T. Takarada and G. Imokawa, "Strawberry seed extract and its major component, tiliroside, promote ceramide synthesis in the stratum corneum of human epidermal equivalents", *PLoS One.* 13 pp. 1-18, 2018.
- [6] H. Matsuda, K. Ninomiya, H. Shimoda and M. Yoshikawa, "Hepatoprotective principles from the flowers of *tilia argentea* (linden): Structure requirements of tiliroside and mechanisms of action", *Bioorganic Med. Chem.* 10, pp. 707-712, 2002.
- [7] T. Goto, M. Horita, H. Nagai, A. Nagatomo, N. Nishida, Y. Matsuura and S. Nagaoka, "Tiliroside, a glycosidic flavonoid, inhibits carbohydrate digestion and glucose absorption in the gastrointestinal tract", *Mol. Nutr. Food Res.* 56, pp. 435-445, 2012.
- [8] A. Jurgoński, B. Fotschki and J. Juskiwicz, "Dietary strawberry seed oil affects metabolite formation in the distal intestine and ameliorates lipid metabolism in rats fed an obesogenic diet", *Food Nutr. Res.* 59, 2015.
- [9] R. Luo, C. Zhang and G. Chan, "Fatty acid compositions of strawberry seed oil", *China Oils Fats.* 31, pp. 68-69, 2006.
- [10] N. da Silva and A. C. Jorge, "Bioactive compounds of oils extracted from fruits seeds obtained from agroindustrial waste", *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 119, pp. 1-5, 2017.
- [11] R. Farhoosh, M. H. Tavassoli-Kafrani and A. Sharif, "Antioxidant activity of the fractions separated from the unsaponifiable matter of bene hull oil", *Food Chem.* 126, pp. 583-589, 2011.
- [12] M. F. Ramadan, L. W. Kroh and J-T. Mörsel, "Radical scavenging activity of black cumin (*Nigella sativa* L.), coriander (*Coriandrum sativum* L.), and niger (*Guizotia abyssinica* Cass.) crude seed oils and oil fractions", *J. Agric. Food Chem.* 51, pp. 6961-6969, 2003.
- [13] C. Re, R. Pellegrini, N. Proteggente, A. Pannala, A. Yang and M. Rice-Evans, "Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay", *Free Radic. Biol. Med.* 26, pp. 1231-1237, 1999.
- [14] J. A. Singleton and V. L., Rossi, "Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents", *Am. J. Enol. Vitic.* 16, pp. 144-158, 1965.
- [15] P. F. Surai, R. C. Noble and B. K. Speake, "Tissue-specific differences in antioxidant distribution and susceptibility to lipid peroxidation during development of the chick embryo", *Biochim. Biophys. Acta - Lipids Lipid Metab.* 1304, pp. 1-10, 1996.
- [16] O. Beyhan, A. Ozcan, H. Ozcan, E. Kafkas, S. Kafkas, M. Sutyemez and S. Ercisli, "Fat, fatty acids and tocopherol content of several walnut genotypes", *Not. Bot. Horti Agrobot. Cluj-Napoca.* 45, pp. 437-441, 2017.

- [17] TSE, "TS EN ISO 12966-2 Animal and vegetable fats and oils - Gas chromatography of fatty acid methyl esters - Part 2: Preparation of methyl esters of fatty acids", Ankara/Turkey, 2015.
- [18] TSE, "TS EN ISO 12966-4 Animal and vegetable fats and oils - Gas chromatography of fatty acid methyl esters - Part 4: Determination by capillary gas chromatography", Ankara/Turkey, 2015.
- [19] COI, "Method of analysis determination of the difference between actual and theoretical content of triacylglycerols with ECN 42.", International Olive Council, COI/T.20/Doc. No 20 /Rev. 4, Madrid-Spain, 2017.
- [20] W. Jahouach-Rabai, K. Essid, M. Trabelsi and M. Frika, "Effects of neutralization and bleaching process on fatty acid and triglyceride compositions of pomace-olive oil", J. harmonized res. appl. sci., 2, 4, pp. 257-270, 2014.
- [21] E. Christopoulou, M. Lazaraki, M. Komaitis and K. Kaselimis, "Effectiveness of determinations of fatty acids and triglycerides for the detection of adulteration of olive oils with vegetable oils", Food Chem. 84, pp. 463-474, 2004.
- [22] TSE, "TS EN ISO 12228-1: Determination of individual and total sterol compositions-Gas chromatographic method-Part 1: Animal and vegetable fats and oils", Ankara/Turkey, 2014.
- [23] S. Mildner-Szkudlarz, M. Róźańska, A. Siger, P. Ł. Kowalczewski and M. Rudzińska, "Changes in chemical composition and oxidative stability of cold-pressed oils obtained from by-product roasted berry seeds", Lwt. 111, pp. 541-547, 2019.
- [24] C. L. Burnett, M. M. Fiume, W. F. Bergfeld, D. V. Belsito, R. A. Hill, C. D. Klaassen, D. Liebler, J. G. Marks, R. C. Shank, T. J. Slaga, P. W. Snyder and F. Alan Andersen, "Safety assessment of plant-derived fatty acid oils", Int. J. Toxicol. 36, pp. 51S-129S, 2017.
- [25] M. Pieszka and B. Tombarkiewicz, "Effect of bioactive substances found in rapeseed, raspberry and strawberry seed oils on blood lipid profile and selected parameters of oxidative status in rats", 36, 3, pp. 1055-1062, 2013.
- [26] K. Aaby, G. Skrede and R. E. Wrolstad, "Phenolic composition and antioxidant activities in flesh and achenes of strawberries (fragaria ananassa)", J. Agric. Food Chem. 18;(53)10, pp. 4032-4040, 2005.
- [27] K. Aaby, R. E. Wrolstad, D. Ekeberg and G. Skrede, "Polyphenol composition and antioxidant activity in strawberry purees; impact of achene level and storage", J. Agric. Food Chem. 55(13), pp. 5156-5166, 2007.
- [28] M. R. Williner, M. E. Pirovani and D. R. Güemes, "Ellagic acid content in strawberries of different cultivars and ripening stages", J. Sci. Food Agric. 83(8), pp. 842-845, 2003.
- [29] K. Grzelak-Błaszczak, E. Karlińska, K. Grzęda, E. Rój and K. Kołodziejczyk, "Defatted strawberry seeds as a source of phenolics, dietary fiber and minerals", LWT-Food Sci. Technol. 84, pp. 18-22, 2017.
- [30] J. Cheel, C. Theoduloz, J. A. Rodríguez, P. D. S. Caligari and G. Schmeda-Hirschmann, "Free radical scavenging activity and phenolic content in achenes and thalamus from *Fragaria chiloensis* ssp. *chiloensis*, *F. vesca* and *F. x ananassa* cv. *Chandler*", Food Chem. 102(1), pp. 36-44, 2007.
- [31] O. Altan and A. Kola, "Oil processing technology (yağ işleme technology)", Bizim Büro Publishing Inc., Ankara/Turkey, 2009.
- [32] E. Sikora, P. Michorczyk, M. Olszańska and J. Ogonowski, "Supercritical CO₂ extract from strawberry seeds as a valuable component of mild cleansing compositions", Int. J. Cosmet. Sci. 37, pp. 574-578, 2015.
- [33] M. Bryszak, M. Szumacher-Strabel, M. El-Sherbiny, A. Stochmal, W. Oleszek, E. Roj, A. K. Patra and A. Cieslak, "Effects of berry seed residues on ruminal fermentation, methane concentration, milk production, and fatty acid proportions in the rumen and milk of dairy cows", J. Dairy Sci. 102, pp. 1257-1273, 2019.
- [34] V. Van Hoed, N. De Clercq, C. Echim, M. Andjelkovic, E. Leber, K. Dewettinck and R. VerhÉ, "Berry seeds: A source of specialty oils with high content of bioactives and nutritional value", J. Food Lipids. 16, pp. 33-49, 2009.
- [35] O. Krasodomska and C. Jungnickel, "Viability of fruit seed oil O/W emulsions in personal care products, Colloids Surfaces A", Physicochem. Eng. Asp. 481, pp. 468-475, 2015.
- [36] M. Pieszka, W. Migdał, R. Gašior, M. Rudzińska, D. Bederska-Łojewska, M. Pieszka and P. Szczurek, "Native oils from apple, blackcurrant, raspberry, and strawberry seeds

as a source of polyenoic fatty acids, tocopherols, and phytosterols: A health implication", *J. Chem.* pp. 1-8, 2015.

- [37] M. Pieszka, B. Tombarkiewicz, A. Roman, W. Migdał and J. Niedziółka, "Effect of bioactive substances found in rapeseed, raspberry and strawberry seed oils on blood lipid profile and selected parameters of oxidative status in rats", *Environ. Toxicol. Pharmacol.* 36, pp. 1055-1062, 2013.
- [38] A. Šučurović, N. Vukelić, L. Ignjatović, I. Brčeski and D. Jovanović, "Physical-chemical characteristics and oxidative stability of oil obtained from lyophilized raspberry seed", *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 111(11), pp. 1133-1141, 2009.
- [39] B. Yang, M. Ahotupa, P. Määttä and H. Kallio, "Composition and antioxidative activities of supercritical CO₂-extracted oils from seeds and soft parts of northern berries", *Food Res. Int.* 44(7), pp. 2009-2017, 2011.
- [40] S. Mildner-Szkudlarz, M. Różańska, A. Siger, P. Ł. Kowalczewski and M. Rudzińska, "Changes in chemical composition and oxidative stability of cold-pressed oils obtained from by-product roasted berry seeds", *Lwt.* 111, pp. 541-547, 2019.
- [41] A. Jurgoński, J. Koza, D.-T. Chu and P. M. Opyd, "Berry seed oils as potential cardioprotective food supplements", *Nutrire.* 43, pp. 1-6, 2018.
- [42] T. Karupaiah and K. Sundram, "Effects of stereospecific positioning of fatty acids in triacylglycerol structures in native and randomized fats: A review of their nutritional implications", *Nutr. Metab.* 4, pp. 1-17, 2007.

RESEARCH ARTICLE

Correlations between different shrinkage parameters and expansion of paste and mortar containing limestone fines

Rawan Ramadan¹, Hassan Ghanem^{1*}, Jamal Khatib^{1,2}, Adel Elkordi^{1,3}

¹ Department of Civil Engineering, Beirut Arab University, P.O. Box 11 - 50 - 20 Riad El Solh 11072809, Beirut, Lebanon

² Faculty of Science and Engineering, University of Wolverhampton, Wolverhampton WV1 1LY, United Kingdom

³ Department of Civil Engineering, Alexandria University, Egypt

Received/Geliş: 09.08.2022

Accepted/Kabul: 13.09.2022

*Corresponding Author: Hassan Ghanem, h.ghanem@bau.edu.lb

ABSTRACT: Shrinkage is definitely a crucial parameter for long-term sustainability of cement paste, mortar and concrete structures. This paper examines the correlation between different shrinkage parameters of paste and mortar with different percentage of limestone fines (LF). Furthermore, the correlation between each shrinkage parameter and compressive strength, and between expansion and compressive strength are also investigated. In the experimental program, cement was substituted with different percentages of LF (0, 5, 10, 15 and 20% by mass). For paste and mortar mixtures, the water to binder ratio (w/b) was 0.45 and the sand to binder ratio (s/b) was 2. Results indicated that there is a positive linear relationship between length change and the percentage weight change. Similarly, there was a positive correlation between expansion and compressive strength for pastes and mortars. However, there was a negative correlation occurring between both shrinkage parameters and compressive strength. As shrinkage increased, the compressive strength dropped.

Keywords: Correlation, paste, mortar, shrinkage, expansion

1. INTRODUCTION

Nowadays, the long-term serviceability of concrete buildings is threatened by the evolution of cracks. The main cause of these cracks is length changes of concrete due to shrinkage, which are inevitable and can be assigned to several reasons over the short and long-term of concrete life. The main types of shrinkage responsible for these cracks are autogenous shrinkage, drying shrinkage, and expansion. Autogenous shrinkage is an important phenomenon. It is stated as the macroscopic reduction in the external diameter of cement particles with no transfer of moisture in or out of the matrix. It depends on w/c ratio, whereas the lower w/c ratio contributes to higher autogenous shrinkage [1]. On the other hand, drying shrinkage results due to the non-uniform moisture distribution in the matrix. The reduction of water content in the matrix is mainly due to the surrounding environmental conditions. Concerning expansion, it is defined as the length extension of specimens cured in water. Based on

previous experimental studies, the inclusion of supplementary cementitious materials has a great influence on concrete shrinkage [2-10]. One of these materials is limestone. It consists of calcium carbonate and is used in many concrete applications. Limestone fines (LF) play an intrinsic role in the cement hydration process.

During the hydration reaction, the cement, LF, and water react to form hydrate products. This reaction causes an overall reduction of volume in the matrix known as chemical shrinkage. The total reduced volume is related to the hydration products having a smaller volume than the reactants and is made up of two components [11, 12]: a) internal volume change through the formation of capillary voids, b) external volume changes due to self-desiccation (Autogenous Shrinkage). Before initial setting, the chemical and autogenous shrinkage are approximately equal to one another. After initial setting the autogenous shrinkage is no longer directly related to the chemical shrinkage, and is a

result of self-desiccation. Regarding drying shrinkage, it takes place after the harden of matrix.

2. MATERIALS AND METHOD

2.1 Materials

In the framework of this study, Type I Portland cement PA-L 42.5 N was used with a specific gravity, Blaine surface area and density of 3.15, 399.8 m²/kg and 1440 kg/m³ respectively. LF was incorporated with a density, Blaine surface area and specific gravity of 2700 kg/m³, 394 m²/kg, 2.74 respectively. LF had a fine particle size less than 300 μm. The siliceous sand used in this experiment had a fineness modulus of 2.8.

2.2 Mix proportions

Ten different mixes were prepared in this program: five paste mixes and five mortar mixes where a portion of cement was substituted with LF. Cement was replaced by LF with the following percentages by weight: 0, 5, 10, 15 and 20. The water to binder ratio (w/b) and sand to binder ratio (s/b) are 0.45 and 2 respectively. The details of mixes are listed in Table 1.

Table 1: Details of paste and mortar mixes.

Paste/mortar code	Quantity (kg/m ³)			
	Cement	LF	Sand	Water
P0	1303	0	-	586
P5	1237	66	-	586
P10	1177	126	-	586
P15	1123	180	-	586
P20	1074	229	-	586
M0	657	0	1314	296
M5	625	32	1314	296
M10	595	62	1314	296
M15	569	88	1314	296
M20	544	113	1314	296

2.3 Sample preparation and testing

Prism samples measuring 25x25x300 mm³ were cast in steel molds for the two types of shrinkage (autogenous and drying) as well as for expansion. After 24 h, the samples were demolded, weighted and ready for testing. Two demec points at 200 mm on two sides of the samples were fixed for taking the readings. The measurement of shrinkage and expansion specimens was recorded by a dial gauge as shown in Figure 1. The length and weight change

of the samples were measured every 2 days up to 90 days and were calculated using Equation (1) and Equation (2) respectively:

$$LC = \frac{L_0 - L_i}{200} \times 10^6 \quad (1)$$

Where *LC* is the length change (με); *L₀* is the initial length recorded by the dial gauge (mm) and *L_i* is the length recorded by dial gauge at different days (mm).

$$WC = \frac{W_0 - W_i}{W_0} \times 100\% \quad (2)$$

Where *WC* is the percentage weight change; *W₀* is the initial weight of specimen (g) and *W_i* is the weight of specimen at different days (g).

Autogenous shrinkage and expansion tests were conducted according to ASTM C192 [13], while for drying shrinkage test, it was performed according to ASTM C157 [14]. Shrinkage and expansion specimens are shown in Figure 2. The samples related to autogenous shrinkage were sealed with plastic bags to avoid any external environmental conditions. For drying shrinkage, the samples were placed in a room with constant temperature (25°C) and relative humidity of 50±3%. For expansion specimens, they were immersed in water at a constant temperature (20°C). Besides, cubes with a dimensions of 5x5x5 mm³ were prepared to conduct the compressive strength at 1, 7, 28 and 90 days according to ASTM C109 [15].



Figure 1: Dial gauge.



Figure 2: Drying shrinkage, autogenous shrinkage and expansion samples.

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1 Drying shrinkage

The evolution of drying shrinkage of paste and mortar samples with the addition of LF for a total period of 90 days is presented in Figures 3 and 4 respectively. As revealed from these plots, drying shrinkage increases as LF % increases. As shown in Figure 3, at 90 days, when LF content is 5%, 10%, 15% and 20%, the drying shrinkage of pastes increases by 47.36%, 78.94%, 89.47% and 99.4% respectively compared to the control mix. Same trend is observed for mortar specimens. For example, at 90 days, the percentage increase is 17.64%, 35.29%, 41.17% and 88.24% for 5%, 10%, 15% and 20% LF replacement level respectively (Figure 4). There are two hypotheses, which could explain this fact: 1) the fine pore size of LF contributes in refining the empty pores resulted from the hydration process. This inclusion required extra water to improve paste or mortar workability and simultaneously increases the drying shrinkage [16]; 2) the increase of drying shrinkage magnitude of both specimens indicates the presence of extra water in their pores, which was then evaporated with time. This reduction activates the self-desiccation of internal capillaries and will cause the shrinkage of paste and mortar samples [17].

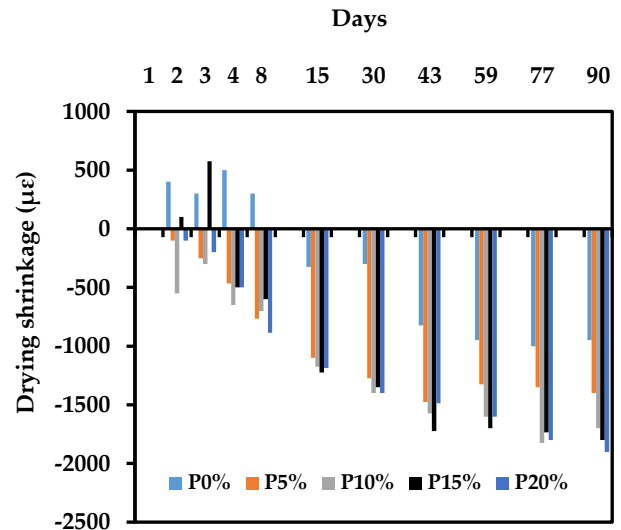


Figure 3: The evolution of drying shrinkage for paste samples during 90 days.

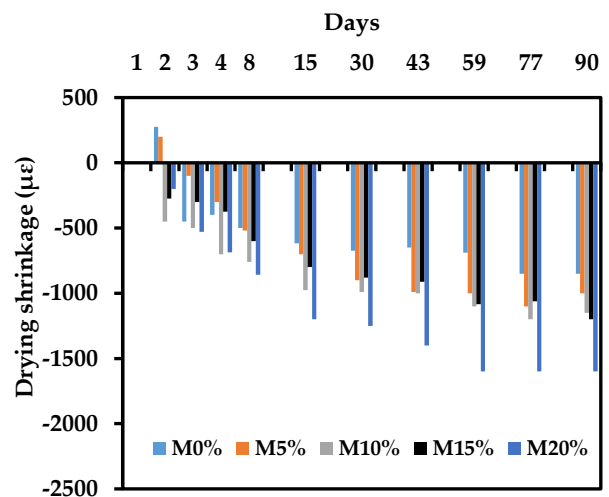


Figure 4: The evolution of drying shrinkage for mortar samples during 90 days.

3.2 Autogenous shrinkage

The results of autogenous shrinkage for pastes and mortars during 90 days with different percentages of LF are presented in Figures 5 and 6 respectively. As shown in both plots, the autogenous shrinkage is affected by the addition of LF. At 90 days, autogenous shrinkage reaches its highest value with the incorporation of 10% LF in paste and mortar samples (1650 $\mu\epsilon$ and 1500 $\mu\epsilon$), then shows a sharp drop after this addition. This fact can be elucidated as follow: 1) there should be a sufficient content of water in the larger voids particle inside the cement particles to supply water to the hydration process. As these larger voids stocked

with water are depleted, then the cement is involved to pull water from smaller internal pores and capillaries to accomplish the reaction. This could activate the self-desiccation process of the matrix and leads to an increase in the autogenous shrinkage [17]; 2) for replacement above 10% (15 and 20%), the unconfined water from both specimens resulting from the internal curing effect can fill the emptied pores. This leads to a decrease in the degree of self-desiccation as well as reduces the autogenous shrinkage [18].

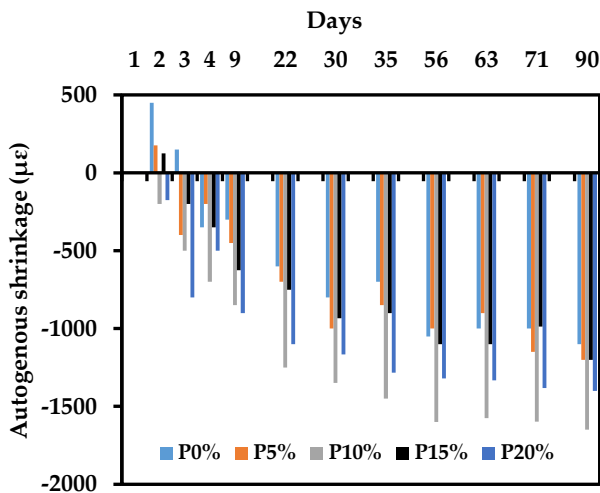


Figure 5: Autogenous shrinkage results for paste specimens during 90 days.

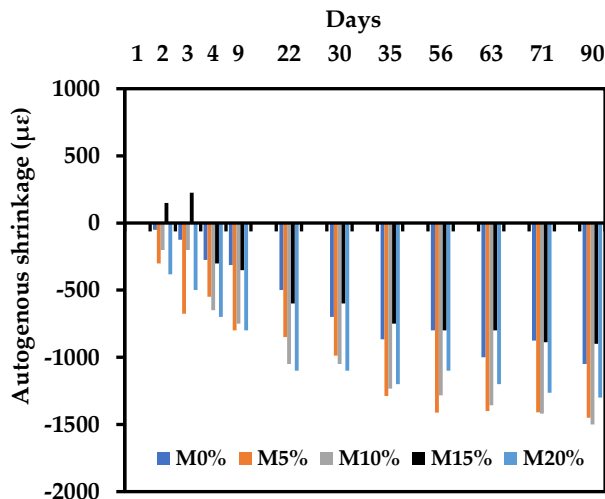


Figure 6: Autogenous shrinkage results for mortar specimens during 90 days.

3.3 Expansion

The development of expansion for paste and mortar specimens with the presence of LF is illustrated in Figures 7 and 8 respectively. The total period of curing is 90 days. Specimens reveal continuous

expansion as they are cured in water. As displayed in both plots, the existence of LF contributes to a logical variation in the results. For example, the expansion values for 0% LF in pastes and mortars are 2000 $\mu\epsilon$ and 1200 $\mu\epsilon$ at 90 days. These values decrease to a minimum value of 1700 $\mu\epsilon$ for 10% LF in paste samples and 1000 $\mu\epsilon$ for 5% LF in mortar ones. In paste, after this decline, the expansion values increase with the addition of 15 and 20% LF. This could be related to the formation of hydration products at a high LF percentage, which can absorb more water and swell compared to samples with lower LF contents [19]. However, in mortar, the highest increase is achieved for 10% LF replacement followed by a drop. Besides, this could be due to the result of changes in the cement composition phase. The occurrence of LF leads to more formation of CH content in the system. Progressively, the calcium aluminate is switched by carboaluminate which provides a further contribution to the expansion mechanism [20].

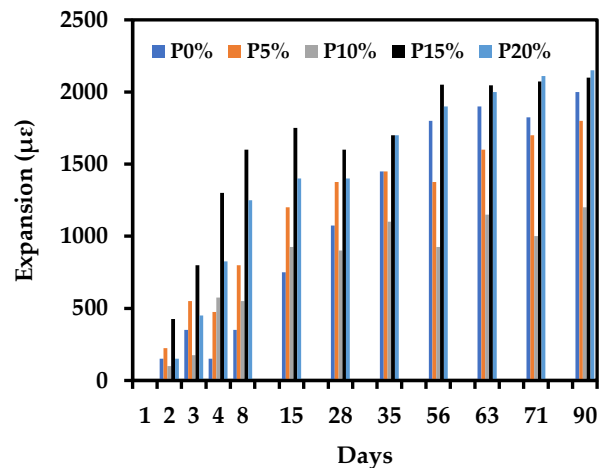


Figure 7: The development of expansion for paste samples during 90 days.

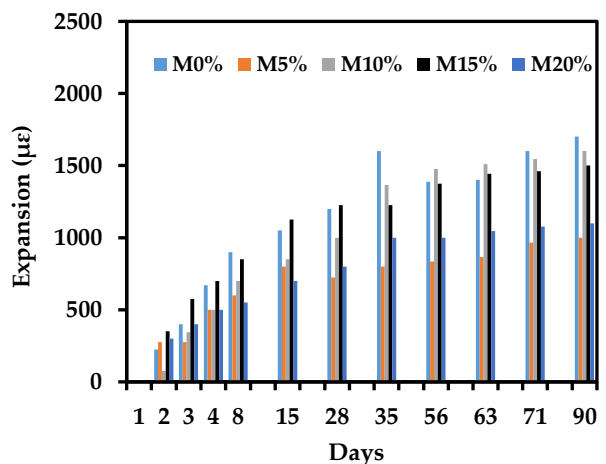


Figure 8: The development of expansion for mortar samples during 90 days.

3.4 Correlation between length change and weight change

The correlations between weight change and length change for drying shrinkage of paste and mortar specimens with different percentage of LF are presented in Figure 9 and Figure 10 respectively. It can be seen that a high correlation exists between them. This finding indicates that the relation is proportional. As length change increases, the weight change will relatively goes up. A high coefficient of determination R^2 occurs for all percentages except for 5% LF in paste samples. In paste, the coefficient of determination ranges from 0.5 to 0.79. However, in mortar samples, R^2 ranges from 0.68 and 0.84. This indicates that the correlation is more obvious and delicate in mortar mixes. This can be related to the high compaction in mortar mixes due to the presence of sand comparing with paste ones [21, 22].

3.5 Correlation between compressive strength and drying shrinkage

Figures 11 and 12 represent the correlation between compressive strength and drying shrinkage for paste and mortar specimens respectively. As observed, there is a negative relationship happening between them with high coefficient of determination R^2 in pastes and mortars ranging from 0.81 to 0.99 and from 0.88 to 0.97 respectively. This means that as drying shrinkage increases, the compressive strength will certainly drop. This fact is logical since drying shrinkage represents the loss of moisture in cement paste, mortar as well as in concrete. This loss in sample moisture produces cracks with time and weakens its power to be subjected for any load and consequently reduces its strength capacity [23, 24]. Besides, it was noted from previous studies [25-28] that drying shrinkage increased as the percentage of LF went up. At 20% LF, the drying shrinkage reached its maximum value in pastes and mortars (1900 and 1600 $\mu\epsilon$) respectively. Simultaneously, this last finding is interpreted in Table 2, whereas the compressive strength in both paste and mortar specimens achieves a lower value for the addition of 20% LF. This is also elucidating in Figure 10 (for 20% LF) and Figure 11 (For 20% LF), where these plots have the

highest slope among the others respectively (49.56 and 86.82).

3.6 Correlation between compressive strength and autogenous shrinkage

The correlation between compressive strength and autogenous shrinkage for both paste and mortar samples is reported in Figures 12 and 13 respectively. Same as drying shrinkage, there is a negative linear relationship with high coefficient of determination R^2 in pastes and mortars ($0.9 < R^2 < 0.99$). This indicates that both parameters are not proportional to each other. This revealed that as autogenous shrinkage increases, the compressive strength will certainly drop. This correlation clarifies the results obtained from previous studies. As reported by Khatib et al, [25, 26], the autogenous shrinkage continued to increase until achieving the highest value at 10% replacement level of LF then started to drop after that (at 15 and 20% LF) in pastes and mortars. In fact, according to the internal curing impact, the free water occurring in samples with 15 and 20 % LF fills the emptied pores and consequently reduces the degree of self-desiccation which is directly related to autogenous shrinkage [25, 26]. This last finding is obviously noticed in Table 2. The compressive strength increases kind of after the incorporation of 10% LF which reveals that the inclusion of 15 and 20% LF contributed in reducing the autogenous shrinkage and concurrently increasing the compressive strength.

3.7 Correlation between compressive strength and expansion

Figures 14 and 15 display the correlation between compressive strength and expansion in paste and mortar samples respectively. As shown, there is a positive correlation between them represented by a positive linear line with high coefficient of determination R^2 in pastes and mortars ($0.8 < R^2 < 0.99$). This correlation means that as expansion increases, the compressive strength will positively go up. This is mainly explained by the fact that sample in water is more prone to curing. As the sample is more cured in water, the cement hydration process continues and enhances the compressive strength. As previously informed by Khatib et al [25], the swelling in bars rises more for high LF substitutions (15 and 20% LF) with an

increase in curing time. This can be related to the fact that the hydration products (mono-carbonate and monocarboaluminate) that are formed at high LF replacements (>10%) are being able to suck more water than samples with lower LF replacements [19, 29]. This is well illustrated in Table 2, where the highest compressive strength is achieved for 15% replacement level in pastes and mortars.

Table 2: Compressive strength results for paste and mortar samples.

Paste/Mortar code	Compressive strength (MPa)			
	1 day	7 days	28 days	90 days
P0	17.7	51.6	60.72	76.4
P5	13.8	33.5	49.2	55.3
P10	13.85	39.6	50.65	56.3
P15	18	54.7	66.5	83.4
P20	16.6	38.8	47.3	50.2
M0	5.8	15	17.8	25
M5	7	15.7	23.13	26.1
M10	5.6	16.4	22.15	24.9
M15	13	17.71	28.4	30.4
M20	5.8	15	17.8	25

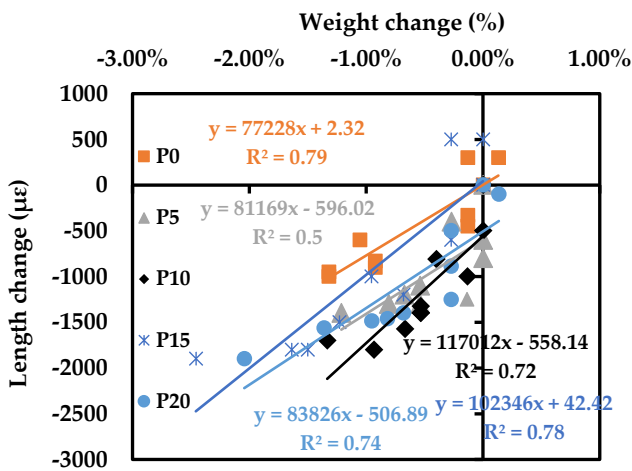


Figure 9: Weight change vs length change for pastes containing different percentages of LF.

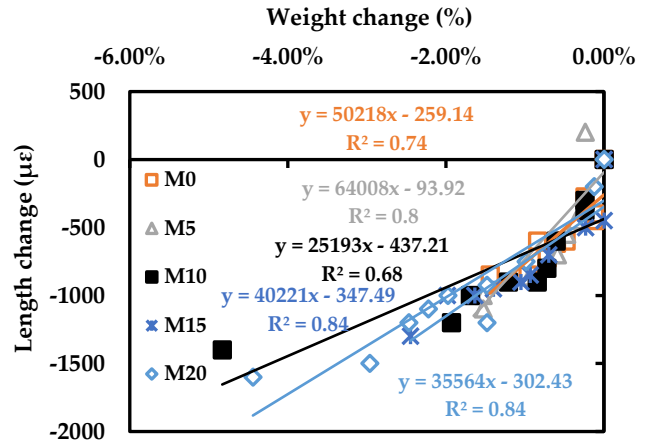


Figure 10: Weight change vs length change for mortars containing different percentages of LF.

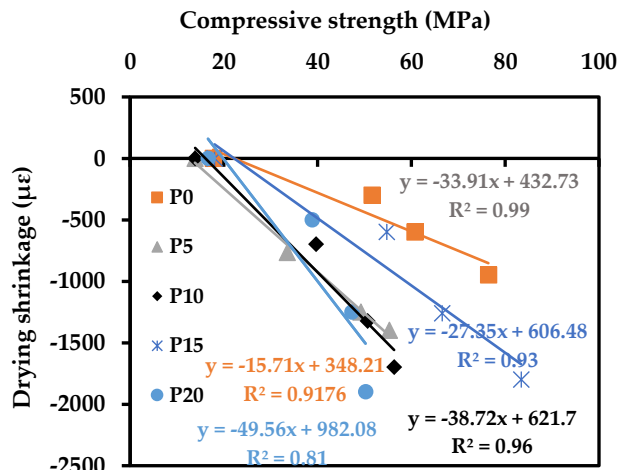


Figure 11: Correlation between compressive strength and drying shrinkage for pastes containing different percentages of LF.

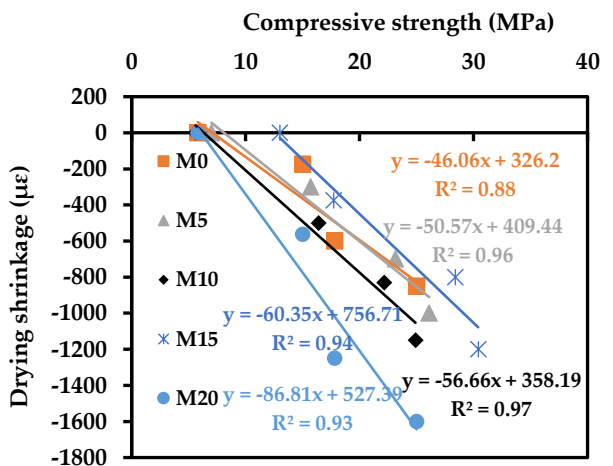


Figure 12: Correlation between compressive strength and drying shrinkage for mortars containing different percentages of LF.

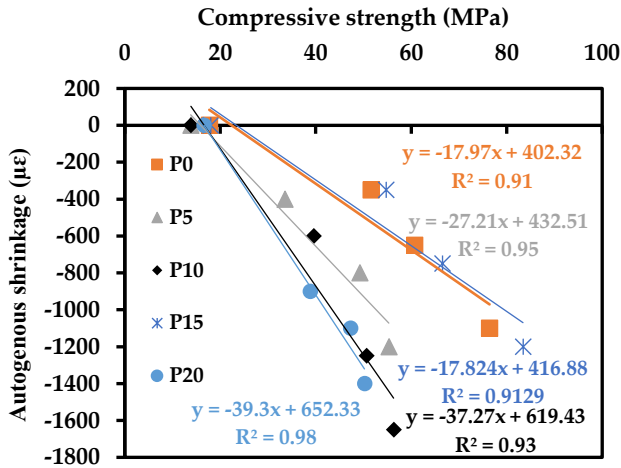


Figure 13: Correlation between compressive strength and autogenous shrinkage for pastes containing different percentages of LF.

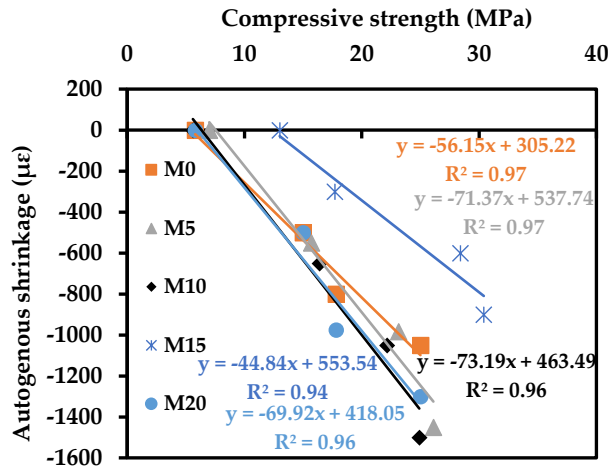


Figure 14: Correlation between compressive strength and autogenous shrinkage for mortars containing different percentages of LF.

4. CONCLUSIONS

From the results obtained from this study, some conclusions can be made:

- The presence of LF have an intrinsic effect on all shrinkage parameters. The addition of 10% LF enhances the autogenous shrinkage of paste and mortar samples. Besides, Drying shrinkage increases as LF content increases. There is a logical variation in expansion values for both specimens (paste and mortar) with the existence of LF. In paste, the addition of more than 10% LF increases the expansion. However, in mortar, the incorporation of LF between 0 and 10% improves the expansion.

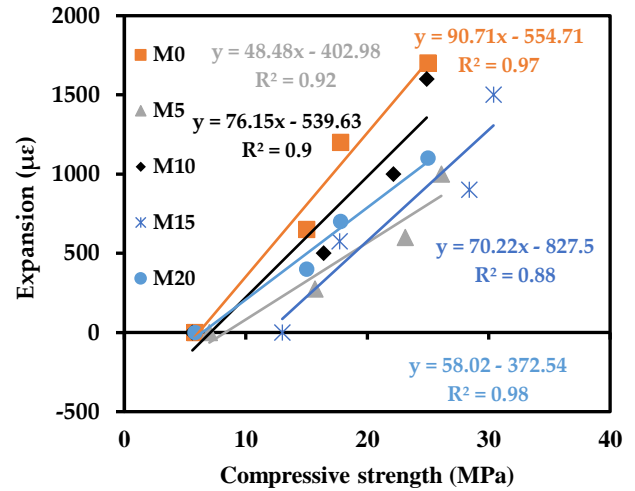


Figure 15: Correlation between compressive strength and expansion for mortars containing different percentages of LF.

- A positive correlation exists between length change and percentage weight change for drying shrinkage of pastes and mortars. This may be due to the fact that as the length change of the sample varies, the percentage weight change will absolutely vary.
- A negative correlation exists between compressive strength and shrinkage parameters (drying and autogenous). This can be attributed by the fact that shrinkage has a negative impact on the compressive strength of pastes and mortars.
- There exists a positive correlation between the compressive strength and expansion for paste and mortar specimens indicating that expansion has a positive effect on compressive strength. As curing time increases, the samples are more cured, leading to an enhancement in compressive strength.

5. REFERENCES

- [1] S. Zhutovsky, K. Kovler, "Chemical shrinkage of high-strength/ high-performance cementitious materials", International review of civil engineering, vol.1, no.1, pp: 110-118, 2010.
- [2] H. Ghanem, M. Machaka, J. Khatib, A. Elkordi, O. Baalbaki, "Effect of partial replacement of cement by MSWIBA on the properties of mortar". Academic journal of civil engineering, vol.37, no.2, pp: 82-89, 2019. <https://doi.org/10.26168/icbbm2019.11>.

- [3] Baalbaki, O., Elkordi, A., Ghanem, H., Machaka, M., & Khatib, J. M. Properties of concrete made of fine aggregates partially replaced by incinerated municipal solid waste bottom ash. *Academic Journal of Civil Engineering*, 37(2), 532-538, (2019). <https://doi.org/10.26168/icbbm2019.77>.
- [4] M. Machaka, J. Khatib, A. Elkordi, H. Ghanem, O. Baalbaki, "Selected properties of concrete containing Municipal Solid Waste Incineration Bottom Ash (MSWIBA)," Paper No. IDSCMT5099, 5th International Conference on Sustainable Construction Materials and Technologies (SCMT5), Kingston University London (in Partnership with Coventry University), UK. 1(14 – 17 July 2019), pp: 305-317, 2019, (Editors: E Ganjian, M Limbachiya, N Ghafoori, P Claisse, M Bagheri).
- [5] Zeng, H., Li, Y., Zhang, J., Chong, P., & Zhang, K. Effect of limestone powder and fly ash on the pH evolution coefficient of concrete in a sulfate-freeze-thaw environment. *Journal of Materials Research and Technology*, 16, 1889-1903, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.12.033>
- [6] S. Ahmad, O.S. Al-Amoudi, S.M. Khan, M. Maslehuddin, "Effect of Silica Fume Inclusion on the Strength, Shrinkage and Durability Characteristics of Natural Pozzolan-Based Cement Concrete". *Case Studies in Construction Materials*, e01255, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.cscm.2022.e01255>
- [7] Y. Wang, B. Lu, X. Hu, J. Liu, Z. Zhang X. Pan, Z. Xie, J. Chang, T. Zhang, M.L. Nehdi, C. Shi, "Effect of CO₂ surface treatment on penetrability and microstructure of cement-fly ash-slag ternary concrete". *Cement and Concrete Composites*, vol. 123, p: 104194, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.104194>
- [8] A. Al-Yousuf, T. Pokharel, J. Lee, E. Gad, K. Abdouka, J. Sanjayan, "Effect of fly ash and slag on properties of normal and high strength concrete including fracture energy by wedge splitting test: Experimental and numerical investigations". *Construction and Building Materials*, vol. 271, p: 121553, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121553>
- [9] S. Merabti, S. Kenai, R. Belarbi, J. Khatib, "Thermo-mechanical and physical properties of waste granular cork composite with slag cement". *Construction and Building Materials*, vol. 272, p: 121923, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121923>
- [10] Y. Ouldkaoua, B. Benabed, R. Abousnina, E.H. Kadri, J. Khatib, "Effect of using metakaolin as supplementary cementitious material and recycled CRT funnel glass as fine aggregate on the durability of green self-compacting concrete". *Construction and Building Materials*, vol. 235, p: 117802, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117802>
- [11] Japan Concrete Institute, "Technical Committee on Autogenous Shrinkage of Concrete", T. Ei-Ichi, Ed., London, E & Fn Spon, pp: 1-62, (1999).
- [12] P. Lura, O.M. Jensen, K. van Breugel, "Autogenous shrinkage in high-performance cement paste: An evaluation of basic mechanisms". *Cement and Concrete Research*, vol. 3. no. 2 , pp: 223- 232, 2003. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(02\)00890-6](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(02)00890-6)
- [13] ASTM C 192., "Standard Practice for Making and Curing Concrete Test Specimens in the Laboratory"; ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2014.
- [14] ASTM C 157., "Standard Test Method for Length Change of Hardened Hydraulic-Cement Mortar and Concrete". ASTM C157-08; ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2008.
- [15] ASTM C109., "Standard test method for compressive strength of hydraulic cement mortars (using 2-in. or [50mm] cube specimens". ASTM International, West Conshohocken, 2016.
- [16] M. Chaaoui, DL. Sanchez, "Critical Review on the Effects of Packing Density on Internal Curing and Compressive Strength of Concrete Susceptible to Autogenous Shrinkage", The Ottawa-Carleton Institute for Civil Engineering, CVG 5150: Advanced Concrete Technology, 2017.
- [17] H. Ye, A. Radlińska, "A review and comparative study of existing shrinkage prediction models for Portland and non-Portland cementitious materials". *Advances in Materials Science and Engineering*, pp:1-13, 2016. <https://doi.org/10.1155/2016/2418219>
- [18] E. Guneyisi, M. Gesoglu, K. Mermerdas, "Improving strength, drying shrinkage, and

- pore structure of concrete using metakaolin". *Material Structure*, vol. 41, pp: 937– 949, 2007. <https://doi.org/10.1617/s11527-007-9296-z>.
- [19] S. Wild, J.M. Khatib, L.J. Roose, "Chemical shrinkage and autogenous shrinkage of Portland cement—Metakaolin pastes". *Advanced Cement Research*, vol. 10, pp: 109–119, 1998. <https://doi.org/10.1680/adcr.1998.10.3.109>
- [20] D. Wang, C. Shi, N. Farzadnia, Z. Shi, H. Jia, "A review on effects of limestone powder on the properties of concrete". *Construction and building materials*, vol. 192, pp: 153-166, 2018.
- [21] M.M Salman, J.M. Taofeq, "Effect of using limestone as a partial sustainable material on drying shrinkage of concrete". *Journal of Engineering and sustainable Development*, vol. 22, pp: 30–45, 201) Available online: <https://iasj.net/iasj/download/24dcd30ee41e90> (accessed on 1 July 2021).
- [22] C. Di Bella, "Drying Shrinkage of Cementitious Materials at Early Age". Ph.D. Thesis, ETH Zurich, Zürich, Switzerland, 2016.
- [23] M. Valcuende, E. Marco, C. Parra, P. Serna, "Influence of limestone filler and viscosity-modifying admixture on the shrinkage of self-compacting concrete". *Cement and Concrete Research*, vol. 42. no. 4, pp: 583-92, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2012.01.001>
- [24] C. Jiang, C. Jing, Y. Wang, S. Yan, D. Chen, "Effect of heat curing treatment on the drying shrinkage behavior and microstructure characteristics of mortar incorporating different content ground granulated blast-furnace slag". *Construction and Building Materials*. vol. 186, pp: 379-387, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.07.079>
- [25] J. Khatib, R. Ramadan, H. Ghanem, A. Elkordi, "Volume Stability of Cement Paste Containing Limestone Fines. Buildings". vol. 11, no. 8, p: 366, 2021. <https://doi.org/10.3390/buildings11080366>
- [26] J.M. Khatib, R. Ramadan, H. Ghanem, A. Elkordi, M. Sonebi, "Effect of limestone fines as a partial replacement of cement on the chemical, autogenous, drying shrinkage and expansion of mortars". *Materials Today: Proceedings*, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.01.336>
- [27] J. Khatib, R. Ramadan, H. Ghanem, A. Elkordi, "Effect of using limestone fines on the chemical shrinkage of pastes and mortars". *Environmental Science and Pollution Research*, pp: 1-12, 2022. <https://doi.org/10.1007/s11356-022-18496-5>
- [28] J.M. Khatib, R. Ramadan, H. Ghanem, A. Elkordi, O. Baalbaki, M. Kırgız, "Chemical shrinkage of paste and mortar containing limestone fines". *Materials Today: Proceedings*. 2022. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.01.288>
- [29] D. Wang, C. Shi, N. Farzadnia, Z. Shi, H. Jia, Z. Ou, "A review on use of limestone powder in cement-based materials: Mechanism, hydration and microstructures". *Construction and Building Materials*. vol. 30, no. 181, pp: 659-72, 2018 <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.06.075>

ARAŞTIRMA MAKALESİ

Sentetik Atıksulardan Elektrokoksasyon Yöntemiyle Renk Gideriminin Araştırılmasında Başlangıç Boyar Madde Kirliliği ve Sıcaklığın Etkisi

The Effect of Initial Dyestuff Pollution and Temperature on the Investigation of Color Removal from Synthetic Wastewater by Electrooxidation Method

Baybars Ali Fil¹

¹ Balıkesir Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Çevre Mühendisliği Bölümü, Çağış, Balıkesir

Geliş / Received: 26.08.2022

Kabul / Accepted: 19.09.2022

*Sorumlu Yazar (Corresponding Author) Baybars Ali Fil, baybarsalifil2@gmail.com

ÖZ: Bu çalışmada sentetik atıksulardan elektrokoksasyon yöntemiyle renk giderimi araştırılmıştır. Denemeler kesikli modda gerçekleştirilmiştir. Sistem 5 anot ve 5 katottan oluşturulmuş ve akım doğru akım güç kaynağı ile kontrol edilmiştir. Katot malzemesi olarak paslanmaz çelik katotlar, anot malzemesi olarak karışık metal oksit kaplama (Ti/IrO₂/RuO₂) anotlar tercih edilmiştir. Metilen mavisi boyar maddesinin kullanıldığı çalışmalarda, renk giderimi üzerine başlangıç boyar madde konsantrasyonu ve atıksu sıcaklığının etkisi incelenmiştir. Sonuçlar artan boyar madde kirliliği ile giderilen boyar madde miktarının azaldığını göstermiştir. Ayrıca artan atıksu sıcaklığının giderim verimini artırmıştır. Başlangıç boyar madde konsantrasyonunun etkisinin incelendiği çalışmalarda giderim verimleri 30 dakikalık deneme süresi sonunda 25 mg/L, 50 mg/L, 100 mg/L ve 250 mg/L için sırasıyla %99,99, %99,31, %96,38 ve %77,89 olarak elde edilmiştir. Sıcaklık etkisinin incelendiği çalışmalar 10°C, 20°C, 30°C ve 40°C için incelenmiş ve elde edilen giderim verimleri sırasıyla %98,22, %99,31, %99,67 ve %99,99 olarak ölçülmüştür. Sonuçlar sentetik atıksulardan renk giderimi için elektrokoksasyon prosesinin uygulanabileceğini göstermektedir.

Anahtar Kelimeler: Elektrokoksasyon, renk giderimi, sıcaklık etkisi, başlangıç boyar madde konsantrasyonu

ABSTRACT: In this study, color removal from synthetic wastewater by electrooxidation method was investigated. The experiments were carried out in batch mode. The system is composed of 5 anodes and 5 cathodes, and the current is controlled by a direct current power supply. Stainless steel cathodes were preferred as the cathode material, and mixed metal oxide coated (Ti/IrO₂/RuO₂) anodes were preferred as the anode material. The effects of initial dyestuff concentration and wastewater temperature on color removal were investigated using Methylene Blue (MM) dyestuff. The results showed that the amount of dye removed decreased with increasing dye pollution. In addition, the increased wastewater temperature increased the removal efficiency. In studies examining the effect of initial dye concentration, removal efficiencies were 99.99%, 99.31%, 96.38%, and 96.38% for 25 mg/L, 50 mg/L, 100 mg/L, and 250 mg/L, respectively, at the end of the 30-minute trial period. It was obtained as 77.89%. Studies examining the effect of temperature were examined for 10°C, 20°C, 30°C and 40°C and the obtained removal efficiencies were measured as 98.22%, 99.31%, 99.67% and 99.99%, respectively. The results show that the electrooxidation process can be applied for color removal from synthetic wastewaters.

Keywords: Electrooxidation, color removal, temperature effect, initial dye concentration

1. GİRİŞ

Dünya genelinde hızlı nüfus artışı ve gelişen endüstrileşmenin sonucu olarak temiz su kaynaklarına aşırı talep olmaktadır. Fakat özellikle geçen yüzyılda üzerinde yaşanan dünya doğal kaynaklar hiç tükenmeyecekmiş gibi tüketilmiştir. Bunun sonucu olarak insanoglu gelecekte yoğun tatlı su kıtlığı ve çevre kirliliği ile yüz yüze kalacaktır. Bu nedenle artık geri dönülmesi zor olan çevre felaketlerinden korunmak bir nebze olsun doğal yaşamı kurtarmak önem arz etmektedir [1]. Bu nedenle kalan su kaynakların kirlenmeden ve aşırı tüketimden korunması önemlidir. Son yıllarda özellikle ülkemizde proses sularının ileri arıtmadan geçtikten sonra yeniden kullanılması konusunda teşvikler verilmesi gündemdedir. Bu anlamda ilgili ürün geliştirilmesi sırasında oldukça yüksek miktarla temiz su kaynaklarını tüketen tekstil endüstrisi atıksularının ileri derecede artırılması oldukça önem arz etmektedir [2].

Tekstil endüstrisi atıksularının artırılması konusunda pek çok çalışma mevcuttur, bu çalışmalardan başlıcaları adsorpsiyon [3], biyosorpsiyon [4], membran filtrasyon [5], ozonlama [6], biyolojik arıtım [7], elektrokoagülasyon [8], elektrofenton [9] ve elektrooksidasyon [10] olarak sayılabilir.

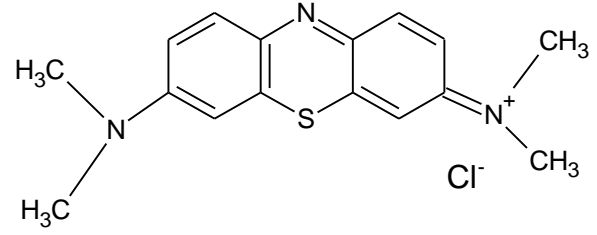
Elektrooksidasyon kısaca organik maddelerin doğrudan ve/veya dolaylı olarak son ürünlere ya da ara organiklere parçalanması olarak tanımlanabilir. Elektrooksidasyon prosesinde genellikle aktif olan elektrot anot materyalidir. Bu proste grafit, bor kaplı elmas, Ti/PbO₂, Ti/Pt, Ti/IrO₂, Ti/RuO₂ gibi metal oksitler ve metal oksitlerin farklı oranlardaki karışımları ile kaplanmış anotlar tercih edilmektedir [11]. Direk elektrooksidasyon organik maddelerin direk anot yüzeyine adsorbe olarak hidroksil radikalleri (OH•) yardımıyla parçalanmasıdır. Dolaylı elektrooksidasyon ise organik maddeler Cl₂, OCl₂, HOCl, O₃ ve H₂O₂ gibi ara ajanlar yardımıyla son ürünlere parçalanabilmektedir [12].

Bu çalışmada, sentetik atıksulardan elektrooksidasyon yöntemiyle renk giderimi araştırılmıştır. Paslanmaz çelik katotların ve Ti/IrO₂/RuO₂ anotların kullanıldığı çalışmalar kesikli modda gerçekleştirilmiştir. Arıtma verimi üzerine başlangıç boyar madde konsantrasyonu ve

sıcaklığın etkisi gibi deneysel parametreler incelenmiştir. Ayrıca bu parametreler için enerji tüketim değerleri incelenmiştir.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

Bu çalışmada metilen mavisi (MM) boyar maddesinin 1000 mg/L'lik stok çözeltisi hazırlanıp istenilen seyreltmeler yapılarak deneyler gerçekleştirilmiştir. MM boyar maddesinin moleküler şekli Şekil 1'de verilmiştir.



Şekil 1: MM'nin moleküler yapısı.

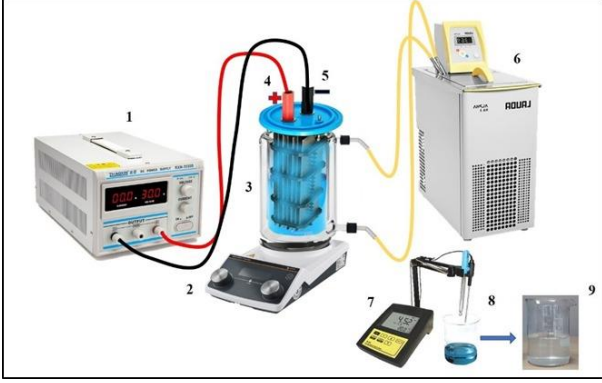
Elektrooksidasyon denemelerinde 2000 mL'lik fiberglastan yapılmış bir reaktör kullanılmıştır. Denemeler esnasında gerekli olan elektrik akımını sağlamak için bir adet Chroma marka dijital kontrollü doğru akım güç kaynağı (62024P-40-120 model 0-40V, 1-120A) kullanılmıştır. Karıştırma ünitesinin iyi bir homojenizasyon sağlaması için dijital manyetik karıştırıcı (Heidolph MR-3004), reaksiyon başlangıcında atıksuyun pH, iletkenlik ve sıcaklık değerlerini ayarlayabilmek ve reaksiyon süresince bu değerleri anlık okuyabilmek için bir adet WTW marka multimetre sisteme monte edilmiştir. Belli zaman aralıklarında alınan numunede renk analizi (Spekol-1100 UV-Vis spectrophotometer) marka spektrofotometre kullanılarak yapılmıştır. Renk analizleri 663 nm dalga boyunda yapılmıştır.

Tüm plaka boyutlarının yaklaşık ıslak yüzey alanı 2240 cm² olarak hesaplanmıştır. Plakalar arası mesafe 5 mm olarak seçilmiş ve toplam 10 plaka (5 anot ve 5 katot) ile çalışılmıştır. Doğru akım güç kaynağı kullanılarak sisteme elektrik sağlanmış ve manyetik karıştırıcı yardımıyla çözelti sürekli karıştırılmıştır. Katot materyali olarak paslanmaz çelik, anot materyali olarak Ti/IrO₂/RuO₂ anotlar kullanılmıştır. Denemelerin gerçekleştirildiği elektrokimyasal düzenek Şekil 2'de verilmiştir. Atıksuda gerekli iletkenliği sağlamak için destek elektrolit olarak NaCl kullanılmıştır. Çalışmalar

sıcaklık kontrollü su sirkülatörü kullanılarak istenilen değerde sabit sıcaklık altında yapılmıştır.

Giderim verimi, enerji tüketimi ve akım yoğunluğu denklem 1, 2 ve 3 kullanılarak hesaplanmıştır. Giderim verimi;

$$\eta(\%) = \left(\frac{C_0 - C_t}{C_0} \right) \times 100 \quad (1)$$



Şekil 2: Deneysel düzenek. (1. Doğru akım güç kaynağı, 2. Manyetik karıştırıcı, 3. Reaktör, 4. Ti/IrO₂/RuO₂ anot, 5. Paslanmaz çelik katot, 6. Su sirkülatörü, 7. Multiparametre ölçer, 8. Numune, 9. Artırılmış su).

Burada, C_0 başlangıçta atıksudaki kirlenici konsantrasyonunu (mg/L), C_t t anında atıksuda kalan kirlenici konsantrasyonunu (mg/L) göstermektedir.

Enerji tüketimi;

$$ET \left(\frac{kW - saat}{m^3} \right) = \frac{VxIx t}{v} \quad (2)$$

Burada, ET enerji tüketim değerini (kW-saat/m³), I uygulanan akım şiddetini (A), V sistemde oluşan potansiyel farkı (Volt), t zamanı (dakika) ve v reaktördeki toplam çözelti hacmini göstermektedir (m³).

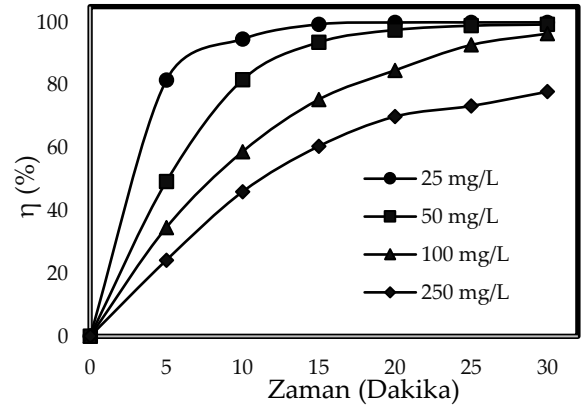
$$J = \frac{I}{A_s} \quad (3)$$

Burada, J akım yoğunluğunu (mA/cm²), I uygulanan akım şiddetini (A), A_s aktif elektrot yüzey alanını (cm²) göstermektedir.

3. ARAŞTIRMA BULGULARI

3.1 Giderim verimi üzerine başlangıç boyar madde kirliliğinin etkisi

Başlangıç boyar madde etkisinin incelendiği çalışmalar çözelti doğal pH değerinde ($\approx 7,5$), 0,45 mA/cm² akım yoğunluğunda, 1 mM NaCl varlığında, 200 rpm karıştırma hızında, 20°C sabit sıcaklıkta ve 30 dakikalık süre için 25 mg/L, 50 mg/L, 100 mg/L ve 250 mg/L konsantrasyonları için incelenmiştir. Elde edilen sonuçlar Şekil 3'te verilmiştir.

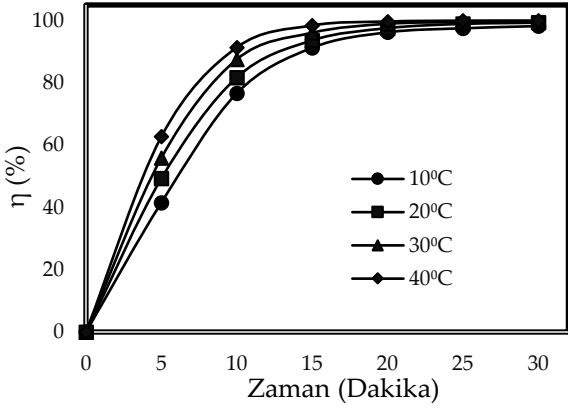


Şekil 3: Giderim verimi üzerine başlangıç boyar madde konsantrasyonunun etkisi (J:0,45 mA/cm², pH \approx 7,5, DE: 1 mM NaCl, KH: 200 rpm, T: 20°C).

Şekil 3'te görülebileceği üzere giderim verimleri 25 mg/L, 50 mg/L, 100 mg/L ve 250 mg/L için sırasıyla %99,99, %99,31, %96,38 ve %77,89 olarak elde edilmiştir. Artan boyar madde konsantrasyonu ile giderim veriminin azaldığı hesaplanmasına rağmen birim hacimde giderilen boyar madde miktarı artmıştır. Artan boyar madde miktarı ile anot yüzeyine adsorbe olan boya moleküllerinin miktarı artmıştır. Bunun sonucu olarak doğrudan elektrooksidasyon artmıştır. Ayrıca ortamda bulunan klor iyonları yardımıyla dolaylı elektrooksidasyon miktarı da artmıştır [13]. Başka bir çıkarım olarak, başlangıç boya konsantrasyonunun artmasıyla, elektrot yüzeyinde çok daha fazla boya molekülü adsorbe edilecek, bu da yüzeyde su adsorpsiyon olasılığını azaltacak ve böylece hidroksil radikalinin oluşumunu azaltacaktır. Buna ilave olarak, bu durum elektrot kirlenmesine yol açabilir ve bu nedenle elektrotların oksidasyon performansı düşebilmektedir [14, 15].

3.2 Giderim verimi üzerine sıcaklığın etkisi

Sıcaklık etkisinin incelendiği çalışmalar çözelti doğal pH değerinde ($\approx 7,5$), $0,45 \text{ mA/cm}^2$ akım yoğunluğunda, 1 mM NaCl varlığında, 200 rpm karıştırma hızında, 50 mg/L boyar madde konsantrasyonunda ve 30 dakikalık süre için 10°C , 20°C , 30°C ve 40°C sabit sıcaklık değerlerinde incelenmiştir. Elde edilen sonuçlar Şekil 4'te verilmiştir.



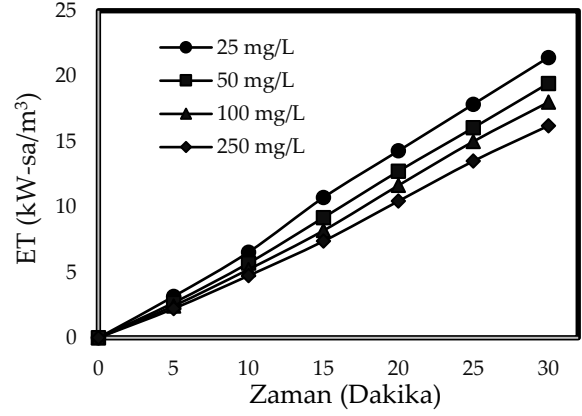
Şekil 4: Giderim verimi üzerine sıcaklığın etkisi (J: $0,45 \text{ mA/cm}^2$, $\text{pH} \approx 7,5$, DE: 1 mM NaCl , KH: 200 rpm , Co: 50 mg/L).

Şekil 4'te görülebileceği üzere giderim verimleri 10°C , 20°C , 30°C ve 40°C için sırasıyla $\%98,22$, $\%99,31$, $\%99,67$ ve $\%99,99$ olarak elde edilmiştir. Artan sıcaklıkla çözeltinin viskozitesi azalmıştır. Bunun sonucu olarak anot yüzeyine kirleticiler daha kolay adsorbe olmuş ve elektrokimyasal oksidasyonu daha kolay gerçekleşmiştir. Bununla birlikte, artan sıcaklıkların kimyasal reaksiyonların hızını artırdığı da bilinmektedir [16]. Ayrıca sıcaklık etkisi, yüksek sıcaklığın sadece boya bozunmasını değil, aynı zamanda renk giderimi ve ara ürünlerin bozunması arasında rekabetçi reaksiyonlara yol açan bazı muamele edilmesi zor ara maddelerin oluşumunu da teşvik ettiği ve dolayısıyla renk gideriminde iyileştirmeye yol açtığı açıklanabilir [17, 18].

3.3 Enerji tüketimi

Enerji tüketiminin ölçülmesi elektrokimyasal arıtım proseslerinin uygulanabilirliğinin test edilmesi açısından önemli bir parametredir. Atıksu ortamının iletkenlik değeri enerji tüketimini azaltmaktadır. Ayrıca sıcaklıkta atıksu ortamının akışkanlığını azaltacağından daha düşük enerji

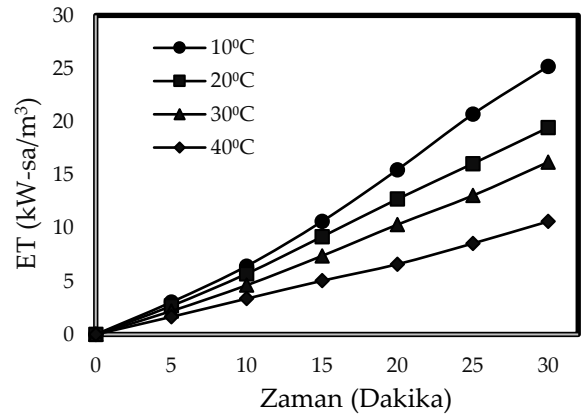
tüketimlerini sağlayacaktır. Başlangıç konsantrasyonunun etkisinin incelendiği denemelerde elde edilen enerji tüketim değerleri Şekil 5'te verilmiştir.



Şekil 5: Enerji tüketimi üzerine başlangıç boyar madde konsantrasyonunun etkisi (J: $0,45 \text{ mA/cm}^2$, $\text{pH} \approx 7,5$, DE: 1 mM NaCl , KH: 200 rpm , T: 20°C).

Şekil 5'te görülebileceği üzere başlangıç boyar madde konsantrasyonları 25 mg/L , 50 mg/L , 100 mg/L ve 250 mg/L için elde edilen enerji tüketim değerleri sırasıyla $21,42 \text{ kW-sa/m}^3$, $19,44 \text{ kW-sa/m}^3$, $18,00 \text{ kW-sa/m}^3$ ve $16,20 \text{ kW-sa/m}^3$ olarak elde edilmiştir. Atıksu ortamında artan boya miktarıyla beraber iletkenliğe katkıda bulunacak iyonlarda artmıştır. Bunun sonucu olarak iyon miktarının artması enerji tüketiminin azalmasına sebep olmuştur [19].

Enerji tüketim değerlerinin atıksu sıcaklığı için yapılan çalışmalar üzerine sıcaklığın etkisi 10°C , 20°C , 30°C ve 40°C için araştırılmış ve elde edilen sonuçlar Şekil 6'te sunulmuştur.



Şekil 6: Enerji tüketimi üzerine sıcaklığın etkisi (J: $0,45 \text{ mA/cm}^2$, $\text{pH} \approx 7,5$, DE: 1 mM NaCl , KH: 200 rpm , Co: 50 mg/L).

Şekil 6'da görülebileceği üzere enerji tüketim değerleri 10°C, 20°C, 30°C ve 40°C için sırasıyla 25,20 kW-sa/m³, 19,44 kW-sa/m³, 16,20 kW-sa/m³ ve 10,62 kW-sa/m³ olarak elde edilmiştir. Sonuçlardan da görüleceği gibi atıksu sıcaklığında meydana gelen artış enerji tüketim değerlerinde azalmaya sebep olmuştur. Bunun sebebi olarak artan sıcaklığın atıksu vizkozitesini azaltmasına bağlı olarak elektrik akımının daha kolay iletilmesi ve akıma karşı gösterilen elektriksel direncin azalması olarak düşünülebilir [20].

4. SONUÇLAR

Bu çalışmada, MM içeren sentetik atıksulardan Ti/IrO₂/RuO₂ anot kullanılarak elektrooksidasyon yöntemiyle renk giderimi çalışılmıştır. Deneysel parametreler olarak başlangıç boyar madde konsantrasyonunun etkisi ve sıcaklık değişiminin etkisi incelenmiştir. Deneysel sonuçlardan yola çıkarak aşağıdaki çıkarımlar yapılmıştır.

- Boyar madde konsantrasyonunda artış ile giderim verimleri düşmesine rağmen birim hacimde artırılan boyar madde miktarı artmıştır.
- Sıcaklık artışı giderim verimine katkıda bulunmuştur.
- Artan boyar madde konsantrasyonu iyonlaşmaya katkıda bulunduğu için enerji tüketiminin azalmasına yardımcı olmuştur.
- Sıcaklık artışı ile atıksu akışkanlığı artmış ve elektrik iletimi daha iyi gerçekleştiği için enerji tüketim değerlerinde azalmaya sebep olmuştur.

Bu sonuçlardan yola çıkarak, atıksulardan renk giderimi için elektrooksidasyonun etkisi bir proses olduğu sonucuna varılabilir. Ayrıca deneysel çalışmalar Ti/IrO₂/RuO₂ anotların elektrooksidasyonda etkisi bir şekilde rol oynadığını göstermiştir.

5. KAYNAKLAR

- [1] Y. Feng, L. Yang, J. Liu and B. E. Logan, "Electrochemical technologies for wastewater treatment and resource reclamation", *Environ. Sci. Water Res.*, vol. 2, pp. 800-831, 2016.
- [2] N. Azbar, T. Yonar and K. Kestioglu, "Comparison of various advanced oxidation processes and chemical treatment methods for COD and color removal from a polyester and

acetate fiber dyeing effluent", *Chemosphere*, vol. 55, pp. 35-43, 2004.

- [3] S. Alam, N. Rehman, N. ul Amin, L. A. Shah, I. Mian and H. Ullah, "Removal of basic green 5 by carbonaceous adsorbent: Adsorption kinetics", *Bull. Chem. Soc. Ethiop.*, vol. 31, pp. 411-422, 2017.
- [4] S. Kaur, S. Rani and R. K. Mahajan, "Adsorption kinetics for the removal of hazardous dye congo red by biowaste materials as adsorbents", *J. Chem.*, vol. 2013, pp. 628582, 2013.
- [5] C. Fersi, L. Gzara and M. Dhahbi, "Treatment of textile effluents by membrane technologies", *Desalination*, vol. 185, pp. 399-409, 2005.
- [6] D. M. Yang and J. M. Yuan, "COD and color removal from real dyeing wastewater by ozonation", *Water Environ. Res.*, vol. 88, pp. 403-407, 2016.
- [7] R. S. Dhanve, U. U. Shedbalkar and J. P. Jadhav, "Biodegradation of diazo reactive dye navy blue HE2R (Reactive blue 172) by an isolated exiguobacterium sp. RD3", *Biotechnol. Bioprocess Eng.*, vol. 13, pp. 53-60, 2008.
- [8] K. Gautam, S. Kamsonlian and S. Kumar, "Removal of reactive red 120 dye from wastewater using electrocoagulation: optimization using multivariate approach, economic analysis, and sludge characterization", *Sep. Sci. Technol.*, vol. 55, pp. 3412-3426, 2020.
- [9] M. Ebratkhahan, S. Naghash Hamed, M. Zarei, A. Jafarizad and M. Rostamizadeh, "Removal of neutral red dye via electro-fenton process: a response surface methodology modeling", *Electrocatalysis*, vol. 12, pp. 579-594, 2021.
- [10] G. R. P. Malpass, D. W. Miwa, D. A. Mortari, S. A. S. Machado and A. J. Motheo, "Decolorisation of real textile waste using electrochemical techniques: Effect of the chloride concentration", *Water Res.*, vol. 41, pp. 2969-2977, 2007.
- [11] B. Farizoğlu, B. A. Fil, S. Uzuner, S. Bıçakcı, E. Er and E. N. Kara, "Reactive black 5 removal with electro-oxidation method using Ti/IrO₂/RuO₂ anode and stainless steel cathode", *Int. J. Electrochem. Sci.*, vol. 13, pp. 3288-3296, 2018.
- [12] J. Wang, T. Zheng, H. Liu, G. Wang, Y. Zhang and C. Cai, "Direct and indirect electrochemical oxidation of ethanethiol on grey cast iron anode

- in alkaline solution", *Electrochim. Acta*, vol. 356, pp. 136706, 2020.
- [13] H. Asghar, T. Ahmad, S. Hussain and H. Sattar, "Electrochemical oxidation of methylene blue in aqueous solution", *Int. J. Chem. Eng. Appl.*, vol. 6, pp. 352-355, 2015.
- [14] N. H. Jawad and S. T. Najim, "Removal of methylene blue by direct electrochemical oxidation method using a graphite anode", in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, pp. 012023, 2018.
- [15] M. Panizza and G. Cerisola, "Removal of colour and COD from wastewater containing acid blue 22 by electrochemical oxidation", *J. Hazard. Mater.*, vol. 153, pp. 83-88, 2008.
- [16] B. K. Körbahti and K. M. Turan, "Evaluation of energy consumption in electrochemical oxidation of acid violet 7 textile dye using Pt/Ir electrodes", *J. Turk. Chem. Soc., Sect. A: Chem.*, vol. 3, pp. 75-92, 2017.
- [17] H. Xu and W. Yan, "Decolorization of azo dyes Wastewater by Electrochemical Oxidation," in *3rd International Conference on Bioinformatics and Biomedical Engineering*, pp. 1-4, 2009.
- [18] M. Zhou and J. He, "Degradation of cationic red X-GRL by electrochemical oxidation on modified PbO₂ electrode", *J. Hazard. Mater.*, vol. 153, pp. 357-363, 2008.
- [19] A. Dalvand, M. Gholami, A. Joneidi and N. M. Mahmoodi, "Dye removal, energy consumption and operating cost of electrocoagulation of textile wastewater as a clean process", *Clean (Weinh)*, vol. 39, pp. 665-672, 2011.
- [20] D. A. Carvalho, J. H. Bezerra Rocha, N. S. Fernandes, D. R. Da Silva and C. A. Martínez-Huitle, "Application of electrochemical oxidation as alternative for removing methyl green dye from aqueous solutions", *Lat. Am. Appl. Res.*, vol. 41, pp.127-133, 2011.

ARAŞTIRMA MAKALESİ

Kirchhoff Yaklaşımı İntegralinin Radon Dönüşümü Yorumu ile Zaman Uzayında Belirlenmesi Üzerine

On the Evaluation of the Kirchhoff Approximation Integral using Radon Transform Interpretation in Time Domain

Aslıhan Aktepe^{1*}, Ahmet Arif Ergin², Hüseyin Arda Ülkü¹

¹ Gebze Teknik Üniversitesi, Elektronik Mühendisliği Bölümü, Kocaeli, Türkiye

² Yeditepe Üniversitesi, Elektrik-Elektronik Mühendisliği Bölümü, İstanbul, Türkiye

Geliş / Received: 11.09.2022

Kabul / Accepted: 07.10.2022

*Corresponding Author: Aslıhan Aktepe, aaktepe@gtu.edu.tr

ÖZ: Bu çalışmada, düzlemsel dalga ile aydınlatılmış, yumuşak ve sert saçıcılardan oluşan uzak alandaki akustik saçılmanın, Kirchhoff yaklaşımı (KY) ile zaman uzayında analizinde ortaya çıkan ışınma integralinin kapalı-formda belirlenmesi gösterilmiştir. Özel olarak KY ile ortaya çıkan ışınma integralinin, elektromanyetikteki eşdeğeri olan fiziksel optik (FO) yaklaşımı kullanıldığında oluşan ışınma integrali aynı olduğu gösterilmiştir. Sonuç olarak FO yaklaşımı için Radon dönüşümü yorumu ile geliştirilen kapalı-form ifade doğrudan KY için kullanılabilir. Kapalı-form ifadelerinin doğruluğu bir nümerik örnekle gösterilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Akustik saçılma, Kirchhoff yaklaşımı, zaman uzayı analizi

ABSTRACT: In this work, closed-form evaluation of the radiation integral to determine the time domain acoustic scattered fields at the far zone for soft and hard scatterers using Kirchhoff approximation (KA) under plane-wave illumination is presented. Specifically, it is shown that the radiation integral for KA is the same as the physical optics (PO) integral, which is the equivalent of KA in electromagnetics, for perfect electrically conducting scatterers. Consequently, the closed-form expression of the PO integral developed using Radon transform interpretation can be used in KA directly. The validity of the closed-form expression is demonstrated via a numerical example.

Keywords: Acoustic scattering, Kirchhoff approximation, time domain analysis

1. GİRİŞ

Kirchhoff yaklaşımı (KY) akustik saçılmanın analizi için kullanılan yüksek frekans tekniklerinden biridir [1]. Kısaca KY'de Kirchhoff integral denklemindeki [1]-[3] bilinmeyen hız potansiyelinin saçıcı yüzeyinin aydınlık kesiminde gelen hız potansiyelinin iki katı olduğu; gölge veya karanlık bölgede ise 0 olduğu varsayılır [1]. Özel olarak saçıcı yüzeyinin aydınlık kesiminde sert saçıcılar için hız potansiyelinin gelen hız potansiyelinin 2 katı, yumuşak saçıcılar için ise hız potansiyelinin normal yöndeki değişiminin gelen hız potansiyelinin normal yönündeki değişiminin 2

katı olduğu varsayılır. Bu varsayımlar ile saçılan akustik alanları belirlemek için, varsayılan hız potansiyeli kullanılarak saçıcı yüzeyinden olan, bu çalışmada KY integrali olarak adlandırılan ışınma integrali hesaplanır [2].

Saçılan akustik alanları nümerik olarak belirlemek için ilk olarak saçıcı yüzeyi üçgen veya dörtgen gibi yüzey parçaları ile ayrıklaştırılır. Daha sonra, KY ile varsayılan hız potansiyelleri kaynak olarak kullanılarak yüzey parçaları üzerinden KY integrali hesaplanır. KY integrali, hızlı salınan çekirdeğe sahip olduğundan, saçıcı yüzeyi üzerinden bu integrali nümerik olarak belirlemek integral bölgesinde çok fazla örnek almayı

gerektirmektedir. Bu sebeple, KY integrali için kapalı-formda veya yaklaşık ifadeler bulmak KY'nin hızlı ve doğru sonuç vermesi için önemlidir [1]-[6], [10].

KY'nin elektromanyetikteki eşdeğeri fiziksel optik (FO) yaklaşımıdır [1]. Benzer olarak FO yaklaşımında da FO integralinin belirlenmesi gerekmektedir ve bu integralin analitik veya yaklaşık olarak belirlenmesi üzerine birçok çalışma yapılmıştır [4]-[15]. Genel olarak ışınma integrallerinin Radon dönüşümü olarak yorumlanması, ışınma integrallerinin zaman uzayında yüksek doğruluk ve hızlı bir şekilde belirlenmesine olanak sağlar [6]-**Hata! Başvuru kaynağı bulunamadı.** Radon dönüşümü yorumuyla; saçıcı yüzeyi üzerinden olan FO integrali, kaynağı oluşturan gelen alanın yayılma yönünün ve gözlem noktası/yönünün oluşturduğu yüzey ile integral bölgesinin kesişimi sonucu oluşan eğri üzerinden integrale indirgenebilmektedir. Oluşan eğrinin yapısına göre eğri üzerinden olan integral; analitik olarak, kapalı-formda, nümerik integrasyon ile tam olarak veya yaklaşık olarak belirlenebilir. Bu durum saçılma problemine ve saçıcıyı modelleyen yüzey parçalarına bağlıdır. Bu yaklaşımın ilk örneği olarak düzlemsel dalga ile aydınlatılan ve saçılan alanların uzak alanda gözlemlendiği durum için düzlem-lineer üçgen kesişimi sonucu FO integralinin kapalı-formda belirlenmesi gösterilebilir [6]. Bunları daha sonra FO integralinin düzlem-NURBS (Non-uniform rational B-spline) [7] ve düzlem-yüksek dereceli üçgen [9]-**Hata! Başvuru kaynağı bulunamadı.** kesişimleri kullanarak nümerik olarak belirlenmesi, zaman uzayı integral denklemlerin zamanda adımlama yöntemi çözümlerinde kullanılan lineer üçgenler üzerinde tanımlı Rao-Wilton-Glisson ve lineer tetrahedronlar üzerinde tanımlı Schaubert-Wilton-Glisson fonksiyonlarından oluşacak elektrik ve manyetik alanların kapalı-form ifadelerinin belirlenmesinde, sırasıyla, küre-lineer üçgen [16]-[18] ve küre-lineer tetrahedron [19], [20] kesişimlerinden faydalanılması izlemiştir.

Bu çalışmada, düzlemsel dalga ile aydınlatılmış ve lineer üçgenler ile ayrıştırılmış sert ve yumuşak saçıcılardan olan uzak alandaki akustik saçılmanın KY ile belirlenmesi için gerekli olan KY integralinin, mükemmel elektriksel iletken saçıcılardan oluşan elektromanyetik saçılmanın belirlenmesi için

gerekli olan FO integrali ile aynı olduğu ve [6]'da geliştirilen, lineer üçgenler üzerinden FO integralinin kapalı-form ifadelerinin kullanılabilmesi gösterilmiştir. Ek olarak [6]'da elektromanyetik saçılma için FO yaklaşımı frekans uzayında formüle edilmektedir, bu çalışmada ise doğrudan zaman uzayı ifadeleri kullanılmıştır.

Çalışmanın içeriğinde, Bölüm 2.1 ve 2.2'de, sırasıyla, sert ve yumuşak akustik saçıcılar için KY formülasyonu sunulmuş ve KY integrali belirlenmiştir. Bölüm 2.3'te ise KY integralini [6]'da verilen ifadeler ile belirlenmesi tartışılmıştır. Bölüm 3'te sunulan yöntemin geçerliliği ve doğruluğunu gösteren nümerik örnek, son olarak Bölüm 4'te çıkarımlar ve gelecekte yapılacaklar sunulmuştur.

2. KIRCHHOFF YAKLAŞIMI

Dalganın yayılma hızının c olduğu sonsuz geniş ortamda bulunan ve yüzeyi S ile gösterilen saçıcı, zaman bağımlılığı Dirac delta fonksiyonu $\delta(\cdot)$ ve ilerleme yönü $\hat{\mathbf{k}}_g$ olan düzlemsel dalga için gelen hız potansiyeli

$$\varphi_g(\mathbf{r}, t) = \delta(t - \hat{\mathbf{k}}_g \cdot \mathbf{r} / c) \quad (1)$$

ile aydınlatılsın. S_a ve S_g , aydınlatılmış saçıcı yüzeyinin, sırasıyla, aydınlık ve karanlık/gölge kısımlarını gösterebilir, $S = S_a \cup S_g$. Saçıcının aydınlık kısmı S_a , S_n n üçgeni göstermek üzere, lineer üçgenler ile ayrıştırılsın: $S_a = \bigcup_{n=1}^N S_n$. Uzak alandaki saçılan alanlar ise $\hat{\mathbf{k}}_s$ yönünde, $\mathbf{r} = r\hat{\mathbf{k}}_s$ gözlem noktasında gözlemlensin.

Bu noktada saçılan alanları saçıcının sert veya yumuşak saçıcı olması, diğer bir deyişle sınır koşulları belirleyecektir.

2.1 Yumuşak Saçıcı

Yumuşak saçıcılar için toplam hız potansiyeli $\varphi_t(\mathbf{r}, t)$ 'nin saçıcı yüzeyi S üzerinde sağladığı sınır koşulu $\varphi_t(\mathbf{r}, t) = 0$, $\mathbf{r} \in S$, olarak verilir [1]. KY ile saçıcı yüzeyi üzerindeki toplam hız potansiyelinin yüzey normali yönündeki değişiminin

$$\hat{\mathbf{n}}(\mathbf{r}) \cdot \nabla \varphi_t(\mathbf{r}, t) = \begin{cases} 2\hat{\mathbf{n}}(\mathbf{r}) \cdot \nabla \varphi_g(\mathbf{r}, t); & \mathbf{r} \in S_a \\ 0; & \mathbf{r} \in S_g \end{cases} \quad (2)$$

olduğu varsayılır. Bu ifade uzak alan yaklaşıklık altındaki Kirchhoff integral denkleminde [2] (1) ile verilen gelen alan ifadesiyle birlikte yerine

koyulursa, aydınlık yüzeyi lineer üçgenler ile ayrıklaştırılmış yumuşak saçıcı için saçılan hız potansiyel alanı

$$\varphi_{s,y}(\mathbf{r},t) = \frac{\partial_t \delta(t-r/c)}{2\pi rc} * \varphi_{s,y}^{\text{md}}(\hat{\mathbf{k}}_g, t) \quad (3)$$

ile belirlenebilir. Burada “*” zamana göre konvolüsyon ve ∂_t zamana göre türev işlemlerini belirtmektedir, $\varphi_{s,y}^{\text{md}}(\hat{\mathbf{k}}_g, t)$ yumuşak saçıcı için menzili düzeltilmiş saçılan hız potansiyeli

$$\varphi_{s,y}^{\text{md}}(\hat{\mathbf{k}}_g, t) = \sum_{n=1}^N \hat{\mathbf{n}}(\mathbf{r}') \cdot \hat{\mathbf{k}}_g h_n(t) \quad (4)$$

olarak tanımlanır. (4)'te $h_n(t)$ KY integralini belirtmektedir ve n . üçgen üzerinden, $\mathbf{k}_r = (\hat{\mathbf{k}}_g - \hat{\mathbf{k}}_s) / 2$ olmak üzere

$$h_n(t) = \int_{S_n} \delta\left(t - \frac{2}{c} \mathbf{k}_r \cdot \mathbf{r}'\right) d\mathbf{r}' \quad (5)$$

olarak tanımlanır. KY integrali hakkında detaylı bilgi ve nasıl belirleneceği Bölüm 2.3'te verilmiştir.

2.2 Sert Saçıcı

Sert saçıcılar için toplam hız potansiyeli $\varphi_t(\mathbf{r}, t)$ 'nin saçıcı yüzeyi S üzerinde sağladığı sınır koşulu $\hat{\mathbf{n}}(\mathbf{r}) \cdot \nabla \varphi_t(\mathbf{r}, t) = 0$, $\mathbf{r} \in S$, olarak verilir [1]. KY ile saçıcı yüzeyi üzerindeki toplam hız potansiyelinin

$$\varphi_t(\mathbf{r}, t) = \begin{cases} 2\varphi_g(\mathbf{r}, t); & \mathbf{r} \in S_a \\ 0; & \mathbf{r} \in S_g \end{cases} \quad (6)$$

olduğu varsayılır. Bölüm 2.1'e benzer olarak (6) uzak alan yaklaşıklığı altındaki Kirchhoff integral denkleminde yerine koyulursa, aydınlık yüzeyi lineer üçgenler ile ayrıklaştırılmış sert saçıcı için saçılan hız potansiyel alanı

$$\varphi_{s,s}(\mathbf{r}, t) = \frac{\partial_t \delta(t-r/c)}{2\pi rc} * \varphi_{s,s}^{\text{md}}(\hat{\mathbf{k}}_s, t) \quad (7)$$

ile belirlenebilir. Burada $\varphi_{s,s}^{\text{md}}(\hat{\mathbf{k}}_s, t)$ sert saçıcı için menzili düzeltilmiş saçılan hız potansiyeli

$$\varphi_{s,s}^{\text{md}}(\hat{\mathbf{k}}_s, t) = \sum_{n=1}^N \hat{\mathbf{n}}(\mathbf{r}') \cdot \hat{\mathbf{k}}_s h_n(t) \quad (8)$$

olarak tanımlanır. (8)'de KY integrali $h_n(t)$ (5) ile tanımlandığı gibidir ve hakkında detaylı bilgi Bölüm 2.3'te verilmiştir. (8) ile verilen ifadenin yumuşak saçıcı için verilen (4) denkleminde farkı $\hat{\mathbf{k}}_g$ 'nin yerini $\hat{\mathbf{k}}_s$ 'nin almasıdır.

2.3 KY İntegrali

(5) ile verilen KY integralinin [6]'da (8) ile verilen FO integrali ile aynı olduğuna dikkat edilmelidir.

Bu durumda lineer üçgenler için [6]'da (11) ve (12) ile verilen, sırasıyla, zaman ve frekans uzaylarındaki kapalı-form ifadeler doğrudan kullanılabilir. [6]'da verilen ifadeler belirlenirken, (5)'teki ifadenin düzlemsel Radon dönüşümü olduğu gerçeğinden yararlanılarak integralin, normal \mathbf{k}_r olan ve zamanla \mathbf{k}_r yönünde ilerleyen düzlem (\mathbf{k}_r -düzlemi) ile integral bölgesi S_n 'nin kesişimi olarak ifade edilebileceği ve bu ifadenin integral bölgesi lineer üçgen olduğu durumda kapalı-formda ifadesinin belirlenebileceği gösterilmiştir. Burada integral bölgesi ile düzlem kesişimi olduğu için (5)'te oluşan ifade düzlemsel Radon dönüşümü olarak adlandırılabilir. [9]'da ise bu ifadelerin Radon dönüşümü yorumu olmadan belirlenmesi gösterilmiştir. Ancak Radon dönüşümü yorumu S_n 'nin lineer üçgen olmadığı durumdaki gibi, matematiksel olarak zor veya imkansız olduğu durumlar için ışına integrallerinin kapalı-formda veya tam olarak belirlenmesine olanak sağlamıştır. Örneğin, farklı kaynaklar (düzlemsel dalga veya noktasal kaynak) ve gözlem durumları (yakın/uzak alan) için küresel, paraboloidal, elipsoidal Radon dönüşümleri ortaya çıkabilmekte, S_n 'nin yüksek dereceli üçgenler olduğu durumlarda da ışına integrallerinin tam veya yaklaşık olarak belirlenmesi mümkün olmaktadır [7]-[10].

3. NÜMERİK ÖRNEK

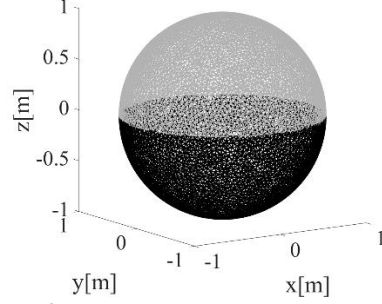
Bu bölümde Şekil 1'de gösterildiği gibi yarıçapı 1 m, merkezi orijinde olan sert ve yumuşak küreden akustik saçılma KY ile zaman uzayında incelenmiştir. Sonuçlar elde edilirken gelen düzlemsel dalganın yayılma yönü $\hat{\mathbf{k}}_g = -\hat{\mathbf{z}}$ seçilmiştir. Bu seçim sonucunda kürenin üst yarısı aydınlanmaktadır (Şekil 1'de gri yüzey). Saçılan alanın uzak alandaki gözlem yönü küresel koordinatlarda $(\theta_s, \phi_s) = (45, 30)$ açılara denk gelen $\hat{\mathbf{k}}_s = 0.6124\hat{\mathbf{x}} + 0.3536\hat{\mathbf{y}} + 0.7071\hat{\mathbf{z}}$ seçilmiştir. Örnek üretilirken sesin yayılma hızı 343 m/s alınmıştır ve zaman adımı büyüklüğü $\Delta t = 1.2499$ μs seçilmiştir. Saçıcının aydınlık yüzeyi 6934 lineer üçgen ile modellenmiştir. Bu noktada vurgulanmalıdır ki elde edilen sonuçların geçerli olacağı frekans bandının üst sınırı, ışına integrali kapalı-formda belirlendiği için, saçıcının ne kadar iyi modellendiği, diğer bir deyişle üçgenlerin

büyüklüğü, ve zaman adımı büyüklüğü ile belirlenir.

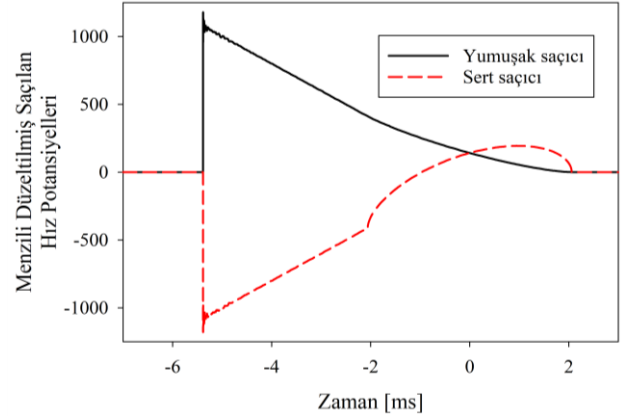
Şekil 2’de, sert ve yumuşak saçıcılar için elde edilen menzili düzeltilmiş saçılan hız potansiyelleri gösterilmiştir. Şekil 2’de görüldüğü üzere k_r -düzlemi saçıcı küre ile $t = -5.386$ ms’de kesişmeye başlamıştır ve $t = 2.062$ ms’de kesişim sona ermiştir. Özellikle kesişimin başladığı $t = -5.3$ ms civarındaki sonuçlarda olan ufak bozulma lineer üçgenlerin saçıcıyı yüksek dereceden üçgenler gibi modelleyememesinden kaynaklanmaktadır [10], ancak bu bozulmaların etkisi çok daha yüksek frekanslarda görülmektedir. Şekil 3’te ise zaman uzayında elde edilen saçılan hız potansiyellerinin Fourier dönüşümü alınarak belirlenen saçılma kesit alanı (veya sonar kesit alanı) (SKA) [1] değerleri gösterilmiş ve doğrudan frekans uzayında nümerik integrasyon ile elde edilen SKA değerleri ile 10 Hz-4 kHz bandında karşılaştırılmıştır. Frekans uzayındaki sonuçlar elde edilirken nümerik integrasyon için 7 noktalı Gauss-Legendre integrasyon kuralı (GLİK) kullanılmıştır. Şekil 3’ten görüleceği üzere hem sert hem de yumuşak saçıcı küre için elde edilen sonuçlar üst üstedir.

Şekil 4(a) ve 4(b)’de, sırasıyla, sert ve yumuşak saçıcılar için Şekil 3’te zaman uzayında elde edilen sonuçlarla hesaplanan SKA değerleri ile frekans uzayında 4, 7 ve 19 noktalı GLİK kullanılarak elde edilen SKA değerleri arasındaki rölatif hata hesaplanarak gösterilmiştir. Rölatif hatalar [10]’daki (34) kullanılarak her bir frekans örneği için elde edilmiştir. Şekil 4’te görüldüğü gibi düşük frekanslarda hata oranları benzer olmasına rağmen, yüksek frekanslarda integrasyon kuralının nokta sayısı arttıkça, rölatif hata azalmaktadır ve frekans uzayı sonuçları zaman uzayında elde edilen sonuçlara yakınsamaktadır. Yine de nokta sayısının artmasına rağmen hata seviyesinin belli bir seviyede olduğu görülmektedir. Bu seviye zaman adımı büyüklüğünden kaynaklanmaktadır. Şekil 5’te tüm frekans örnekleri kullanılarak elde edilen rölatif hatanın zaman adımı büyüklüğü ile değişimi gösterilmiştir. Şekil 5’ten görüldüğü gibi integrasyon kuralının nokta sayısı arttıkça, diğer bir deyişle doğruluğu arttıkça ve zaman adımı küçüldükçe rölatif hata azalmaktadır. Frekans uzayında GLİK kullanılarak elde edilen SKA değerleri, zaman uzayında kapalı-form ifade kullanılarak elde edilen SKA değerlerine yakınsamaktadır. Zaman uzayında elde edilen

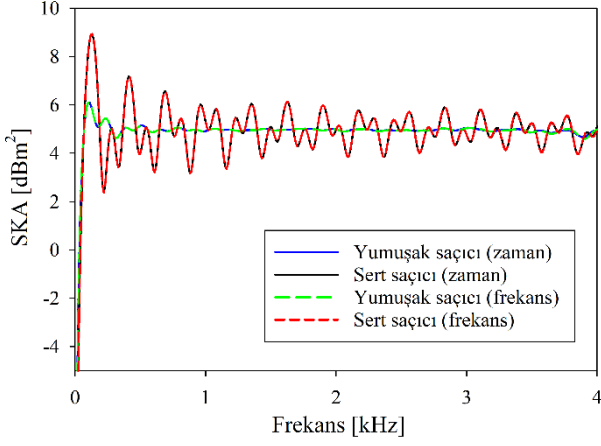
sonuçlar kullanılarak hesaplanan SKA değerlerinde, KY integrali kapalı-formda belirlendiği için, hataya sadece zaman adımı büyüklüğü etki etmektedir. Frekans uzayında KY integrali belirlenirken, nokta sayısı arttıkça sonuçtaki hata azalmaktadır.



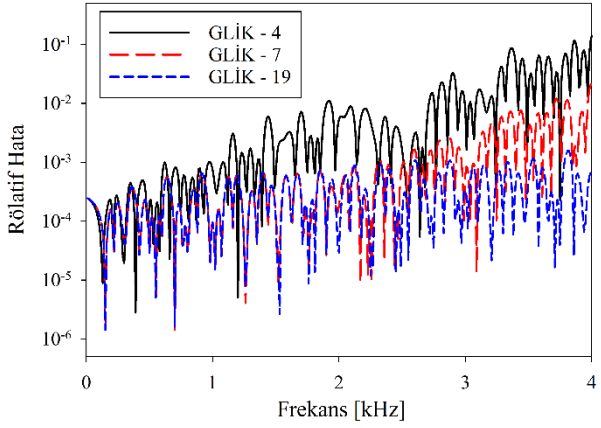
Şekil 1: $\hat{k}_g = -\hat{z}$ yönünde aydınlatılmış küre geometrisi: Gri yüzey aydınlık bölgeyi, siyah yüzey gölge bölgeyi göstermektedir.



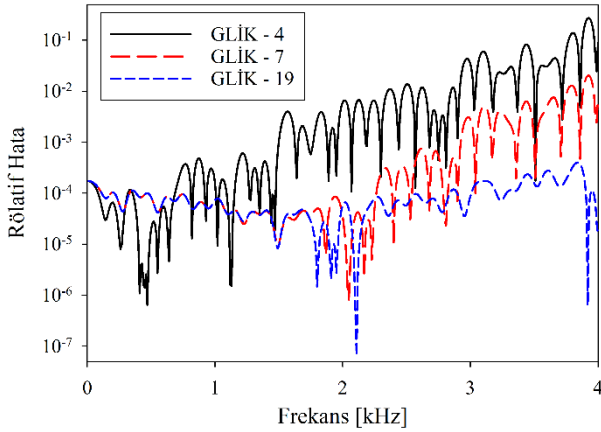
Şekil 2: Sert ve yumuşak küre için menzili düzeltilmiş saçılan hız potansiyelleri.



Şekil 3: Sert ve yumuşak küre için SKA sonuçlarının karşılaştırması.

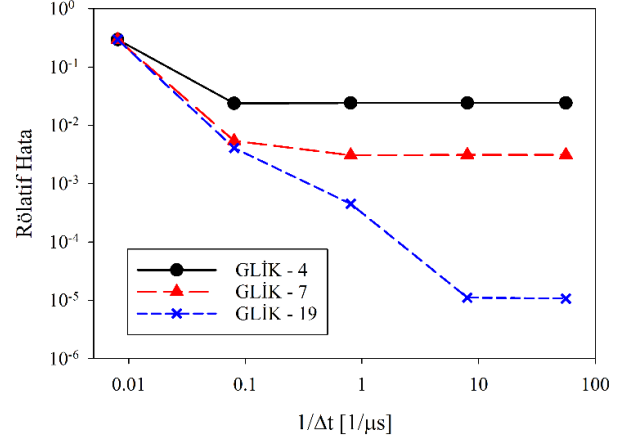


(a)

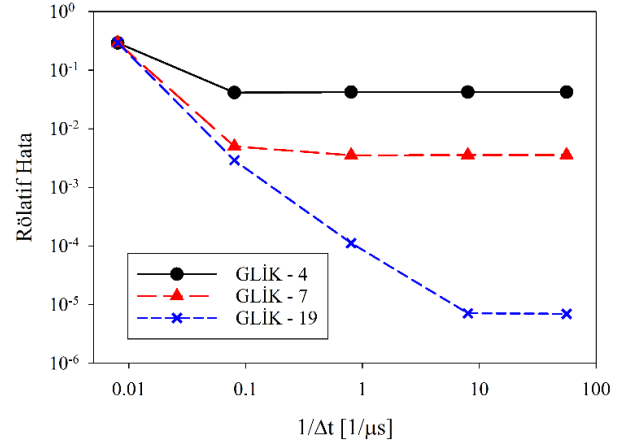


(b)

Şekil 4: Frekans uzayında GLİK kullanılarak elde edilen SKA sonuçları ile zaman uzayında kapalı-form ifadeler kullanılarak elde edilen SKA sonuçları arasındaki rölatif hata: (a) Sert ve (b) yumuşak küre.



(a)



(b)

Şekil 5: Farklı zaman adımı büyüklüklerine göre rölatif hatanın değişimi: (a) Sert ve (b) yumuşak küre.

4. SONUÇLAR

Bu çalışmada, yüksek frekans akustik saçılma problemlerinde kullanılan KY sonucu ortaya çıkan ve KY integrali olarak adlandırılan ışınma integralinin, elektromanyetikteki FO integrali ile aynı olduğu ve böylece FO integrali için geliştirilen kapalı-form ifadelerin kullanılabileceği gösterilmiştir. KY integrali belirlenirken herhangi bir yaklaşıklık veya hata yapılmadığından elde edilecek sonuçların geçerliliği zaman adımı büyüklüğü ve saçıcının ne kadar iyi modellendiği belirlemektedir. Bu çalışma temel alınarak benzer yaklaşımlar yüksek dereceden üçgenler veya NURBS yüzeyler için geliştirilebilir.

5. KAYNAKLAR

- [1] J. J. Bowman, T. B. A. Senior, and P. L. E. Uslenghi, *Electromagnetic and Acoustic Scattering by Simple Shapes*, John Wiley and Sons, 1969.
- [2] T. B. Hansen and A. D. Yaghjian, *Plane-Wave Theory of Time-Domain Fields: Near-Field Scanning Applications*, Wiley-IEEE Press, 1999.
- [3] D. S. Jones, *Acoustic and Electromagnetic Waves*, Oxford: Clarendon Press, 1986.
- [4] W. B. Gordon, "Far-field approximations to the Kirchoff-Helmholtz representations of scattered fields," *IEEE T Antenn Propag*, vol. 23, no. 4, pp. 590-592, July 1975.
- [5] W. B. Gordon, "High frequency approximations to the physical optics scattering integral," *IEEE T Antenn Propag*, vol. 42, no. 3, pp. 427-432, Mar. 1994.
- [6] D. Bölükbaş and A. A. Ergin, "A Radon transform interpretation of the physical optics integral," *Microw Opt Technol Lett*, vol. 44, no. 3, pp. 284-288, 2005.
- [7] H. A. Serim and A. A. Ergin, "Computation of the physical optics integral on NURBS surfaces using a Radon transform interpretation," *IEEE Antenn Wirel Propag Lett*, vol. 7, pp. 70-73, 2008.
- [8] S. Karaca and A. A. Ergin, "Closed-form time domain PO expressions of the electric field scattered from PEC objects illuminated by an electric dipole," *IEEE T Antenn Propag*, vol. 63, no. 10, pp. 4477-4485, Oct. 2015.
- [9] A. Aktepe and H. A. Ülkü, "On the closed-form evaluation of the PO integral using the Radon transform interpretation for linear triangles," *Turk J Electr Eng Comput Sci*, vol. 29, no. 5, Article 17, 2021.
- [10] A. Aktepe and H. A. Ülkü, "Exact evaluation of time-domain physical optics integral on quadratic triangular surfaces," *IEEE T Antenn Propag*, vol. 68, no. 11, pp. 7447-7456, Nov. 2020.
- [11] A. Aktepe and H. A. Ülkü, "Exact evaluation of time domain physical optics integral for high order triangles," *IEEE T Antenn Propag*, vol. 71 (Early Access).
- [12] F. Vico-Bondia, M. Ferrando-Bataller, and A. Valero-Nogueira, "A new fast physical optics for smooth surfaces by means of a numerical theory of diffraction," *IEEE T Antenn Propag*, 58 (3), 773-789, 2010.
- [13] Y. M. Wu, L. J. Jiang, W. E. I. Sha, and W. C. Chew, "The numerical steepest descent path method for calculating physical optics integrals on smooth conducting quadratic surfaces," *IEEE T Antenn Propag*, vol. 61, no. 8, pp. 4183-4193, Aug. 2013.
- [14] H. Kobayashi, K. Hongo, and I. Tanaka, "Expressions of physical optics integral for smooth conducting scatterers approximated by quadratic surfaces," *Electron and Commun in Japan (Part I: Commun)*, vol. 83, no. 7, pp. 61-70, 2000.
- [15] M. Domingo, F. Rivas, J. Perez, R. P. Torres, and M. F. Catedra, "Computation of the RCS of complex bodies modeled using NURBS surfaces," *IEEE Antenn Propag M*, vol. 37, no. 6, pp. 36-47, Dec. 1995.
- [16] A. C. Yucel and A. A. Ergin, "Exact evaluation of retarded-time potential integrals for the RWG bases," in *IEEE T Antenn Propag*, vol. 54, no. 5, pp. 1496-1502, May 2006.
- [17] H. A. Ülkü and A. A. Ergin, "Analytical evaluation of transient magnetic fields due to RWG current bases," *IEEE T Antenn Propag*, vol. 55, no. 12, pp. 3565-3575, Dec. 2007.
- [18] H. A. Ülkü and A. A. Ergin, "Application of analytical retarded-time potential expressions to the solution of time domain integral equations," *IEEE T Antenn Propag*, vol. 59, no. 11, pp. 4123-4131, Nov. 2011.
- [19] H. A. Ülkü, A. A. Ergin, and F. Dikmen, "On the evaluation of retarded-time potentials for SWG bases," *IEEE Antenn Wirel Propag Lett*, vol. 10, pp. 187-190, 2011.
- [20] F. Dikmen, "On analytical evaluation of retarded-time potentials for SWG bases," *IEEE T Antenn Propag*, vol. 62, no. 9, pp. 4860-4863, Sept. 2014.

RESEARCH ARTICLE

An Experimental Framework for Power Analysis for Side-channel Attacks

Yan Kanal Saldırılarında Güç Analizi için Deneysel bir Altyapı

Halil Said Cankurtaran^{1,*}, Ali Boyacı², Serhan Yarkan²

¹ Istanbul University – Cerrahpaşa, Electrical-Electronics Eng., Avcılar, İstanbul, Türkiye, 34320

² Istanbul Commerce University, Electrical-Electronics Eng., Kucukyali, İstanbul, Türkiye, 34840

Received/Geliş: 19.09.2022

Accepted/Kabul: 15.10.2022

*Corresponding Author: Halil Said Cankurtaran, h.cankurtaran@ogr.iuc.edu.tr

ABSTRACT: Side-channel attacks can be classified as cybersecurity threats that risk the confidentiality, integrity, and authenticity of the information. However, they are often overlooked by developers, manufacturers, and maintainers since adversaries need to access devices physically most of the time. Although they are usually ignored, the development of novel attack methods and countermeasures show that side-channel attacks maintain their importance in cybersecurity. Unfortunately, although advanced analysis methods are presented in detail, the discussion of measurement campaigns and the negative effects of environmental parameters are usually omitted in the articles. In order to close this gap, a measurement campaign that can be used in power analysis side-channel attacks, possible problems that researchers may encounter during measurements, and their solution methods are presented in this article. In addition, interference caused by a signal generator operating in the same environment has been experimentally demonstrated to show that dedicated jammers can significantly affect the performance of analysis methods.

Keywords: Side-channel attacks, power analysis, measurement, interference, framework

ÖZ: Yan kanal saldırıları, günümüzde bilginin gizliliğini, bütünlüğünü ve özgünlüğünü tehdit eden fakat fiziksel erişim gerekliliği yüzünden sıklıkla göz ardı edilen bir siber güvenlik tehdidi olarak sınıflandırılabilir. Her ne kadar göz ardı edilseler de yeni saldırı yöntemlerinin ve önlemlerin literatüre sunuluyor olması, yan kanal saldırılarının önemini koruduğunu göstermektedir. Ne yazık ki, ölçüm düzeneklerinin betimlemesinin ve çevresel değişkenlerin olumsuz etkilerinin açıklamasının yayınlarda genellikle ihmal edildiği gözlemlenmektedir. Bu açığı kapatabilmek amacıyla güç analizi saldırılarında kullanılabilecek bir ölçüm düzeneği, araştırmacıların ölçüm düzeneğinde karşılaşılabileceği olası sorunlar ve çözüm yöntemleri bu makalede sunulmuştur. Ek olarak, çevresel etkenlerin önemini vurgulamak ve yüksek güçlü karıştırıcıların, saldırıların performansını etkileyebileceğini göstermek amacı ile ölçüm düzeneğinin yakınlarında çalışan bir işaret üreticinin sebep olduğu girişim deneysel olarak gösterilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Yan kanal saldırıları, güç analizi, ölçüm, girişim, altyapı

1. INTRODUCTION

Security, privacy, and confidentiality are all among the essential parts of contemporary communication systems and information services. Recently, they have become integral components of digital technology design, development stages, and

manufacturing processes as well. Ranging from signal level approaches such as covert transmission methods [1] to hardware level techniques such as digital (silicon or non-silicon) fingerprinting of physical unclonable functions [2], information security concepts continuously improve. Of course, with the great advances in digital technology, adversarial techniques also evolve and threaten

these emerging methods and techniques.

Concerns regarding the confidentiality, integrity, and authenticity of the message/information have not been alleviated even the scientific and technological developments have changed the medium that information is stored or transferred, or different encryption algorithms are developed [3, 4]. For instance, Rivest–Shamir–Adleman (RSA) algorithm is developed to restrict third parties' access to sensitive and/or personal information [5]. RSA exploits the complexity of the factorization of large numbers which are generated by the multiplication of two prime numbers. Due to the nature of the factorization problem, it may take thousands of years to solve a message encrypted by the RSA depending on the size of prime numbers used. While certain people try to develop efficient methods to solve encryption algorithms, the nature of electronic devices can also be exploited to reveal disguised information [6].

Depending on the physical structure of electronic devices and computational processes, they unintentionally emit/generate different kinds of signals such as electromagnetic waves [7], heat [8], sound, power consumption [9], and timing [10]. Computations and memory read/write operations are generally determined by previously determined private keys in encryption algorithms. Hence, they are usually embedded into the devices in such a way that third parties cannot access them. However, adversaries can exploit leaked signals to reveal confidential information [9]. A block diagram of encryption process is illustrated in Fig. 1. This figure emphasizes the differences between the ideal and real-world implementation of an encryption method and shows unintentionally generated side-channel signals.

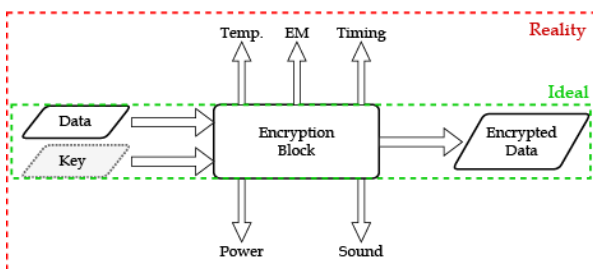


Figure 1: Diagram showing possible side-channel leakages during the encryption.

Recent studies show that encryption modules used

in common end-user products can easily be abused by conventional power-analysis techniques [11]. Moreover, it is much easier to access high performance side-channel attack (SCA) algorithms and software due to the developments in electronics, computation, and machine learning algorithms [12]. Hence, developing countermeasures by conducting recently introduced studies and understanding the vulnerabilities of devices is a crucial task for researchers. Taking accurate and precise measurements is the fundamental step in SCAs independent from the scale, device, or application [13]. Hence, measurement methods, devices, device-dependent parameters, and environmental conditions should be optimized for each type of measurement. On the other hand, most of the papers in the literature omit a detailed explanation of their measurement devices, parameters, and environmental conditions. This attitude contradicts the reproducibility principle of the scientific method and increases the steepness of the learning curve for people. As a result, the pace of development in cybersecurity is decelerated since people spend their time optimizing the measurement environment, which is done but not reported before, instead of developing better analysis methods and countermeasures. Thus, this paper aims to close the gap between an expert and a novice in the power analysis SCAs field of research. A typical measurement campaign, connections, and configurations are presented to make researchers familiar with the setup. Additionally, possible issues researchers might encounter, and their solutions are presented. Also, the effects of electronic devices operating near the measurement environment are presented. Results show that even if measurements are taken over a resistor using oscilloscope probes, other electronic devices operating in the same environment might interfere with the measurements. These results raise another question: Can measurements be jammed by using highly directional antennae intentionally? However, these problems will be explored in the upcoming studies.

Article is structured as follows: In Section 2, SCAs, countermeasures and importance of measurements are explained. In Section 3, a typical measurement campaign to conduct a power analysis SCA is presented. Section 4 lists the most common issues

encountered during the measurements and demonstrates their solution methods. Then, in Section 5, effects of an interference source in the vicinity of measurement devices are presented. Finally, conclusions and future directions are given in Section 6.

2. SIDE-CHANNEL ATTACKS

An SCA basically consists of three fundamental steps: (i) data collection, (ii) data preparation, and (iii) analysis. Data collection can also be divided into two cases as intrusive and non-intrusive methods. electromagnetic (EM) waves, sound, and changes in temperature of the device can be measured remotely/non-intrusively, where power consumption and timing measurements require physical access to pins or the power socket of the device. In order to perform an SCA, almost all methods assume that the beginning and end of the encryption process are known for each and every execution. Hence, one of the most important processes before the analysis of data is determining the region of interest (RoI) which can be defined as the region where encryption is executed [14]. Additionally, the pre-processing step might include some sort of filtering to remove noise. Finally, the attacker performs an analysis to obtain the private key from measurements. Several methods have been proposed to overcome inherent noise in the measurements such as differential power analysis (DPA), correlation power analysis (CPA), and template attack (TA) [6]. Additionally, researchers successfully applied machine learning methods to obtain private keys [15].

Several institutions published standards for securing the storage, processing and transmission of information [16–18] and researchers have been developing countermeasures to prevent SCAs [19]. For instance, routing encryption operations to lower-level metal layers inside the chip to prevent emission of electromagnetic waves [20], performing independent sub-procedures randomly or in parallel to hide structural information [21], and adding randomly and redundantly power consuming components to bury characteristic power consumption signature of mathematical operations into a noisy signal [19].

3. A TYPICAL MEASUREMENT CAMPAIGN

A basic measurement campaign for power analysis consists of three elements: (i) A control device, generally a computer, to send messages for encryption, (ii) device under attack (DUA), and (iii) a digital sampling oscilloscope (DSO) to acquire voltage fluctuation during the encryption process. However, a power supply having both floating and earth ground options might be required to prevent grounding issues. A block diagram representing a basic measurement campaign is given in Fig. 2. Each device and its operational requirements will be explained.

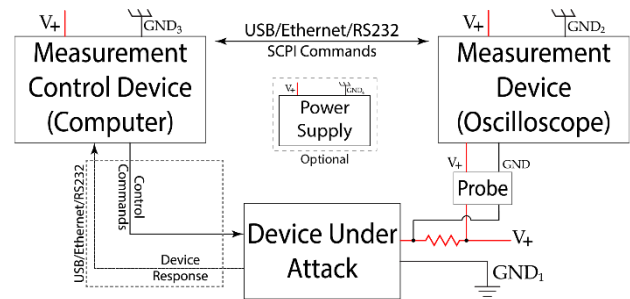


Figure 2: Block diagram of power analysis measurement campaign.

3.1 Device Under Attack (DUA)

Power analysis can be performed on smart cards, microprocessors, central processing units, graphical processing units, mobile phones, etc. All of these devices have an interface to communicate using standard ports like USB, Ethernet, or RS232, or they would have pins supporting I2C, or SPI. An attacker should know the supply voltage of the device and tap a resistor as close as possible to the processing unit of DUA in order to eliminate the noise and effect of other electronic components on the device as much as possible. For instance, in this study measurements are taken by soldering a resistor between V_{cc} pin of Atmega 328P micro-controller and DIP socket on Arduino UNO board as shown in Fig. 3. Additionally, any filter regulating power input can be removed to increase fluctuations during the processes.

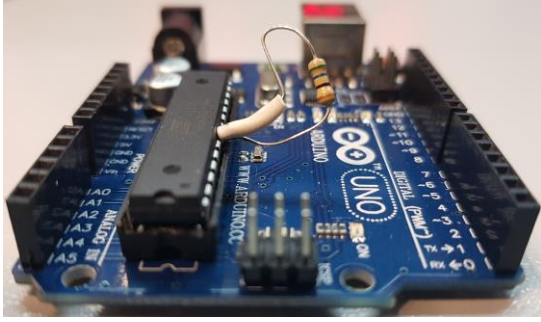


Figure 3: Resistor attached between V_{CC} pin of Atmega 328p and DIP socket on Arduino UNO.

3.2 Measurement Control Device

A measurement control device, typically a computer, is used to send encryption messages to the DUA and simultaneously control the measurement device. Almost all measurement equipment follows the Standard Commands for Programmable Instruments (SCPI) [22]. Virtual Instrument Software Architecture (VISA) library, which is available in common programming languages such as C++ and Python, can be used to send SCPI commands to control measurement devices remotely. Additionally, the measurement device might have a triggering mechanism that can be activated when encryption is started. For instance, a trigger signal can be sent to the measurement device right after the last byte of input text send to the cryptographic device. However, in most real-world scenarios, it is not possible to control when the last byte of the message is sent to or received by the DUA. Hence, dedicated control and measurement hardware is developed to provide a better triggering mechanism [23].

3.3 Measurement Device

A measurement device is used to acquire fluctuations of input voltage while DUA performing encryption. In order to record an accurate and precise measurement, the parameters of the measurement device should be set correctly. Since most of the data is acquired in the time domain, the sampling frequency of the device should be set twice the clock frequency of the DUA to prevent aliasing in the data. Also, the record length of the DSO should be higher than the duration of encryption. Additionally, if the measurement device does not have an option to directly save the data in the memory, and provides only the data displayed on the screen, then, the vertical resolution of the device should be set in

such a way that maximum peak-to-peak voltage fits onto the screen perfectly.

3.4 Measurement Probe

In SCAs, differential probes are used to capture small potential changes over the resistor. Most of the probes have adjustable attenuation options to make sure that the potential difference between the positive and negative end of the probe falls into the operational range of the analog-to-digital converter of the DSO. However, the preferred probe should not attenuate the input signal since voltage fluctuations during a power analysis SCA on a cryptographic electronic device will be in the order of millivolts.

3.5 Power supply

An adjustable power supply might be required to power up DUA. Additionally, it can be used to isolate either measurement control device or measurement device from the earth/chassis ground. Grounding problems will be analyzed in Section 4 in detail.

4. REMARKS

In addition to points emphasized in Section 3, researchers should be careful about the operation and interconnection of devices in order not to damage any equipment and collect accurate data. This section tries to cover most common mistakes.

4.1 Ground Loops

A typical measurement environment consists of four different elements (computer, DSO, probe, and device under attack) which are interconnected to each other as shown in Fig. 2. Computers and DSOs are connected to the same electrical grid in most cases, and they share common ground. If this grid is directly connected to the power line, grounds can be considered zero. However, as shown in Fig. 4, the negative end of the differential probe is connected to a point that approximately equals the supply voltage of the DUA. In case the grounds of the computer and DUA are also connected to each other, DUA will be short-circuited and a current flow through the ground path. Since the impedance of ground paths is very low, the current flowing through the ground path probably damages one of the components in the measurement campaign.

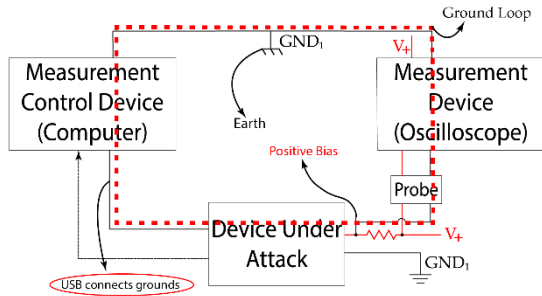


Figure 4: Ground loop schematic representation.

4.2 Common Board Loop

Even computers and DSO connected to different power sources whose grounds are isolated, connecting these two devices via USB might equalize their ground levels since USB ports are directly connected to chassis ground in most electronic devices. Hence, connection between computer and DSO should be established via local area network (LAN) cable if possible.

4.3 Interference

During the measurements, electromagnetic waves generated by other electronic devices running in the same environment might couple with the measurement equipment. For instance, power cables, resistors used to measure voltage fluctuations and DSO probes act as an antenna if they are not properly isolated. As a result, signal-to-noise ratio (SNR) decreases, and the number of measurements required to obtain information increases. Moreover, measurements might be jammed intentionally by people who want to prevent the extraction of private information. Hence, measurement environment should be controlled for interference sources before beginning the measurements.

5. CASE STUDY: EFFECTS OF INTERFERENCE

5.1 Measurement Campaign

Devices used in the measurement campaign are listed on Table 1 and shown in Fig. 5 and Fig. 6. In order to prevent ground loop mentioned in Section 4.1 computer is connected to a Uninterrupted Power Supply (UPS) socket, and DSO directly plugged into the power grid. Additionally, the computer and DSO are connected over LAN using a Cat-5 cable to prevent the issue mentioned in Section 4.2. Advanced Encryption Standard (AES)

algorithm is implemented on an Arduino UNO (Atmega 328p micro-controller), and power traces are recorded during the encryption. Arduino UNO was connected to computer via USB cable to power, and send encryption command along with 16 bytes of message. Sampling rate of DSO is set to 33 MSPS since clock of Arduino UNO operates at 16 MHz. It is observed that serial read, encryption and serial write operations on Arduino UNO approximately take 18 ms, hence, record length is set to 50 ms.



Figure 5: A picture of measurement campaign.

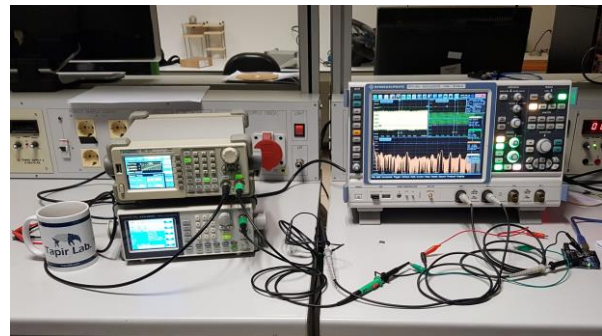


Figure 6: Signal generators and DSO used during measurements.

Measurements are taken under two different conditions. First, all the equipment in the laboratory except measurement devices are turned off. Secondly, square waves are generated to interfere with the power trace measurements. Peak-to-peak voltage, and duty cycle of square wave is set to 10 V and 50% respectively. Frequency is swept from 16 MHz to 20 MHz in one second. A differential probe is connected to output of signal generator to simulate daily operations in a research laboratory.

Table 1: List of equipment in measurement campaign.

Equipment	Brand	Model
DSO	Rohde & Schwarz	RTO 1044
Computer	ASUS	ROG G771JW
Signal Generator	AATech	AWG-1020
MCU	Arduino	Arduino UNO R3

6. RESULTS AND DISCUSSION

Time domain measurements of encryption process including serial read, 10 round AES, and serial write operations are given in Fig. 7 and Fig. 8 in logarithmic scale. In each figure, 17 bytes of serial read and write operations, and 10 rounds of AES encryption can be seen between them. AES algorithm is preferred due to the ease of implementation and easily distinguishable power consumption characteristics generated by S-boxes. Traces, which are defined as the region where calculations that we want to observe are carried on, are aligned by inspection for this study, however, trace alignment should be automated since extraction of the data buried into the noise might require hundreds of distinct measurements.

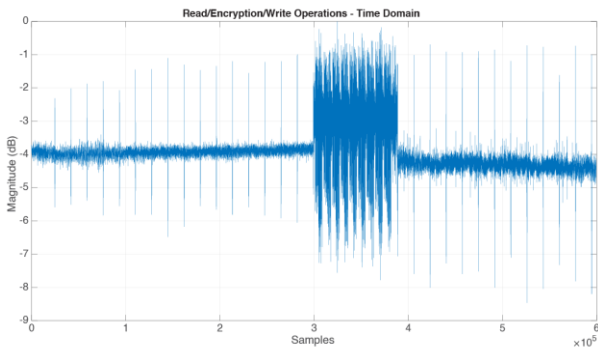


Figure 7: Trace in time domain (no interference)

Frequency domain representation of the trace when interference source is active is shown in Fig. 9. The frequency spectrum is estimated by normalizing traces in the time domain and taking 4096 points Fast Fourier Transform (FFT) in MATLAB. It can be seen that signal consists of several harmonics approximately separated by 0.5 MHz. One of the harmonics of the square wave sweeping from 16 MHz to 20 MHz in one second can be seen between 9 MHz and 10 MHz. Effect of this harmonic also can

be seen in Fig. 11. When the signal generator is inactive, the power of the trace is calculated as 0.40 V, and when the signal generator is active power equals to 0.435 V. Also, mean power of 15 traces for no interference and with interference cases calculated as 0.40 V and 0.415 V respectively. These calculations indicate an increase in the noise figure when the interference source is on. Further analysis carried out and magnitude spectrum histograms of the power traces are given in Fig 10.

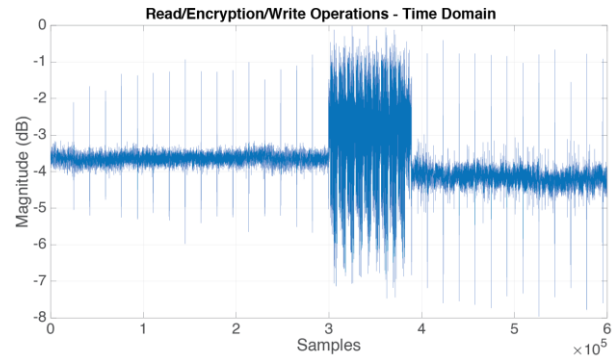


Figure 8: Trace in time domain: Interference source is active. Note the minuscule power level increase in comparison to Fig 7.

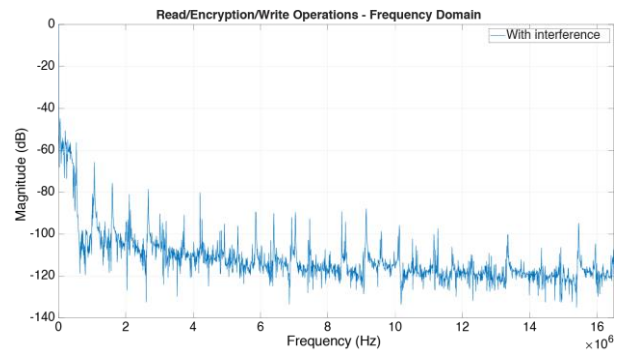


Figure 9: Magnitude spectrum of trace when interference source is on.

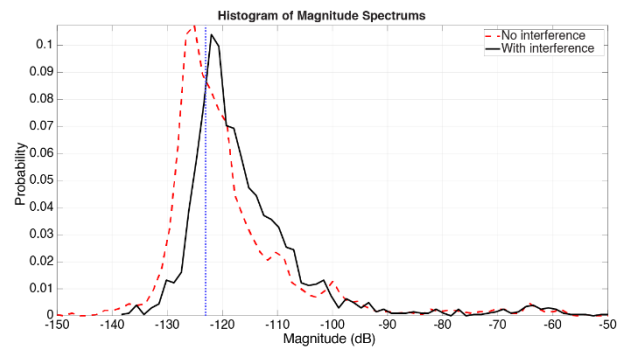


Figure 10: Histograms of magnitude spectrum of traces. Normalized to represent probability mass function

In Fig. 10, histograms of magnitude spectrum (power spectral density) of the traces are drawn together to understand how interference sources alter/perturb the measurements. These histograms are normalized so as to represent the probability mass function of power distribution on logarithmic scale. It can be seen that, when the interference source is active, the distribution of the magnitude spectrum is right-shifted. Therefore, we can deduce that the interference source pushes the noise figure to higher levels and results in degradation of SNR. This observation is also supported by the difference between the mean power of 15 clean and noisy traces. These results demonstrate the detrimental effects of interference sources in the vicinity of the measurement campaigns. Hence, in practical applications, a threshold indicated by a blue vertical dashed line as shown in Fig. 10 can be set to determine whether there exists some sort of device interfering with the measurements. If the mean of the magnitude spectrum histogram is higher than this threshold, then trace under analysis can be discarded due to the lowered SNR. To sum up, effect of the signal generator sweeping certain frequencies is presented along with a method to determine whether trace under analysis is affected by some sort of interfering device or not. Additionally, effects of the signal generator are shown on spectrograms in Fig. 11.

The spectrogram is the temporal visualization of the frequency components in a signal. It basically demonstrates the evolution in the power of harmonics as time passes by. In a spectrogram, the vertical axis represents time, the horizontal axis shows normalized frequency and color indicates the power of the harmonics at the corresponding time and frequency. In this study, spectrograms provide us to represent a better way to show the consequences of interference in the vicinity of the measurement campaign. In Fig. 11, spectrograms of two traces are presented. Window size which represents the number of samples in each FFT chunk is set to 256 for these figures. In Fig. 11 (b), one of the fundamental harmonics of the sweeping square wave can be seen between 0.5 and 0.6 on the horizontal axis which approximately corresponds to 8 MHz and 10 MHz. Additionally, when we compare the two spectrograms, it can be seen that the power especially in the lower part of the spectrum is increased.

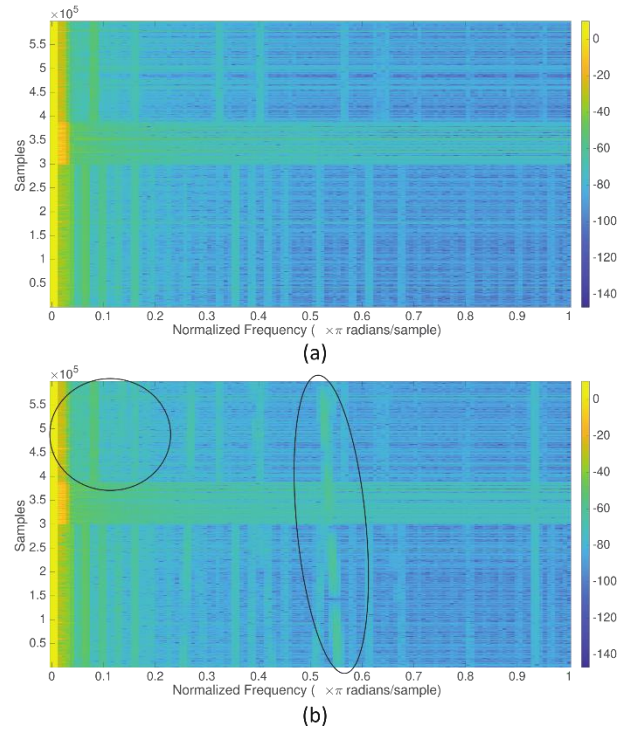


Figure 11: Trace spectrograms: (a) No interference, (b) With interference.

7. CONCLUSIONS AND FUTURE WORK

In this study, a basic measurement campaign to perform a power analysis SCA is presented. Additionally, ground loops, common board loops, and interference issues are presented along with possible solution methods. It is shown that measurement devices and DUA can be damaged if they are not grounded properly due to the current flowing through the ground path. Effects of interference are presented along with the data obtained using the proposed measurement environment. As stated in Section 2, the performance of the side-channel attacks and the number of traces required to obtain private key are inversely correlated with the SNR. Therefore, as emphasized in this study, the measurement environment should be isolated from any type of interference sources. To the best of the authors' knowledge, this study is one of the pioneers in the literature that covers measurement campaigns in such detail and shows the effect of interference sources in power analysis side-channel attacks. People neglect the effects of the interference in the power analysis side-channel attack since traces are obtained using an intrusive method. However, it is shown that measurement equipment might couple with the electromagnetic waves in the environment and introduces noise to the measurements. In the

upcoming studies, the effects of interference sources will be evaluated by conducting standard key extraction methods and measuring both the performance and number of traces required to obtain a private key. Additionally, an algorithm that can automatically align measurements will be proposed.

8. REFERENCES

- [1] B. Che, C. Gao, R. Ma, X. Zheng, and W. Yang, "Covert wireless communication in multichannel systems," *IEEE Wireless Communications Letters*, vol. 11, no. 9, pp. 1790–1794, 2022.
- [2] Z. Wang, X. Zhu, S. Jeloka, B. Cline, and W. D. Lu, "Physical unclonable function systems based on pattern transfer of fingerprint like patterns," *IEEE Electron Device Letters*, vol. 43, no. 4, pp. 655–658, 2022.
- [3] W. Duo, M. Zhou, and A. Abusorrah, "A survey of cyber attacks on cyber physical systems: Recent advances and challenges," *IEEE/CAA Journal of Automatica Sinica*, vol. 9, no. 5, pp. 784–800, 2022.
- [4] R. Yegireddi and R. K. Kumar, "A survey on conventional encryption algorithms of Cryptography," in *2016 International Conference on ICT in Business Industry & Government (ICTBIG)*. IEEE, 2016, pp. 1–4.
- [5] R. L. Rivest, A. Shamir, and L. Adleman, "A method for obtaining digital signatures and public-key cryptosystems," *Commun. ACM*, vol. 21, no. 2, p. 120–126, feb 1978. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1145/359340.359342>
- [6] M. Randolph and W. Diehl, "Power sidechannel attack analysis: A review of 20 years of study for the layman," *Cryptography*, vol. 4, pp. 1–33, 6 2020.
- [7] Y.-I. Hayashi, N. Homma, T. Mizuki, T. Aoki, H. Sone, L. Sauvage, and J.-L. Danger, "Analysis of Electromagnetic Information Leakage From Cryptographic Devices With Different Physical Structures," *IEEE Transactions on Electromagnetic Compatibility*, vol. 55, no. 3, pp. 571–580, jun 2013.
- [8] T. Kim and Y. Shin, "Thermalbleed: A practical thermal side-channel attack," *IEEE Access*, vol. 10, pp. 1–1, 2022.
- [9] P. Kocher, J. Jaffe, and B. Jun, "Differential Power Analysis," in *Advances in Cryptology – CRYPTO'99*, M. Wiener, Ed. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1999, pp. 388–397.
- [10] P. C. Kocher, "Timing Attacks on Implementations of Diffie-Hellman, RSA, DSS, and Other Systems," in *Advances in Cryptology – CRYPTO '96*, N. Koblitz, Ed. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1996, pp. 104–113.
- [11] M. Jurecek, J. Bucek, and R. Lórencz, "Sidechannel attack on the a5/1 stream cipher," in *2019 22nd Euromicro Conference on Digital System Design (DSD)*, 2019, pp. 633–638.
- [12] S. Ghandali, S. Ghandali, and S. Tehranipoor, "Deep k-tsvm: A novel profiled power sidechannel attack on aes-128," *IEEE Access*, vol. 9, pp. 136 448–136 458, 2021.
- [13] N.-T. Do, V.-P. Hoang, and C.-K. Pham, "Low Complexity Correlation Power Analysis by Combining Power Trace Biasing and Correlation Distribution Techniques," *IEEE Access*, vol. 10, pp. 17 578–17 589, 2022.
- [14] A. Jia, W. Yang, and G. Zhang, "Side channel leakage alignment based on longest common subsequence," in *2020 IEEE 14th International Conference on Big Data Science and Engineering (BigDataSE)*, 2020, pp. 130–137.
- [15] P. Kashyap, F. Aydin, S. Potluri, P. D. Franzon, and A. Aysu, "2deep: Enhancing side-channel attacks on lattice-based key-exchange via 2-d deep learning," *IEEE Transactions on Computer Aided Design of Integrated Circuits and Systems*, vol. 40, no. 6, pp. 1217–1229, 2021.
- [16] A. Calder, *NIST Cybersecurity Framework - A PocketGuide*. ITGovernancePublishing, 2018.
- [17] ISO/IEC 17825:2016, "Information technology – security techniques – testing methods for the mitigation of non-invasive attack classes against cryptographic modules," 2016.
- [18] FIPS 140-3, "Security requirements for cryptographic modules," 2019.
- [19] A. G. Bayrak, F. Regazzoni, D. Novo, P. Brisk, F.-X. Standaert, and P. lenne, "Automatic Application of Power Analysis Countermeasures," *IEEE Transactions on Computers*, vol. 64, no. 2, pp. 329–341, feb 2015.
- [20] D. Das, M. Nath, B. Chatterjee, S. Ghosh, and S. Sen, "Stellar: A generic em side-channel attack protection through ground-up root-cause analysis," in *2019 IEEE International Symposium on Hardware Oriented Security and Trust (HOST)*, 2019, pp. 11–20.
- [21] R. Bodduna, V. Ganesan, P. SLPSK, K. Veezhinathan, and C. Rebeiro, "Brutus: Refuting the security claims of the cache timing randomization countermeasure proposed in ceaser," *IEEE Computer Architecture Letters*, vol. 19, no. 1, pp. 9–12, 2020.
- [22] SCPI Consortium, "Standard commands for programmable instruments (scpi)," Available at <https://www.ivifoundation.org/docs/scpi-99.pdf> (2022/09/18).
- [23] C. O'Flynn and Z. D. Chen, "Chipwhisperer: An open-source platform for hardware embedded security research," in *Constructive Side-Channel Analysis and Secure Design*, E. Prouff, Ed. Cham: Springer International Publishing, 2014, pp. 243–260.

RESEARCH ARTICLE

IoT and Cloud Based Application for Smart Cities

Akıllı Şehirler için Nesnelerin İnterneti ve Bulut Tabanlı bir Uygulama

Ali Çoroz^{1*} Ersin Akyüz²

¹ Balıkesir Metropolitan Municipality, Construction and Infrastructure Department, Balıkesir, Turkey.

² Balıkesir University, Faculty of Engineering, Electrical and Electronics Engineering, Balıkesir Turkey.

Received / Geliş : 14.10.2022

Accepted / Kabul : 04.11.2022

*Corresponding Author Ersin Akyüz, akyuz11@gmail.com

ABSTRACT: The world population, which has increased exponentially in recent years, brings with it the increase in energy consumption and the existing causes rapid depletion of resources. As a result of increasing population numbers, the city jobs, housing, infrastructure, health, transportation, security, etc. meeting their needs difficulties are encountered. Parallel to the rapidly depleting resources, the cities offered to the population opportunities are decreasing and it is considered that it may become inadequate over time. Urbanism implemented with traditional administrations in terms of not experiencing difficulties in terms of resources and opportunities. approach has begun to leave its place to smart urban applications that can be described as smart. In this context, taking measurements from all physical sizes in our environment with the understanding of smart urbanism, resources are stored in place and interpreted both in real time and asynchronously. There are improvements in important criteria such as consumption of energy, raising the living standard of the population, and the use of efficient energy will be the subject. In this study, Industry, a concept that has entered our lives with smart urbanism and developing technology. Within the scope of 4.0, cloud computing and internet of things, which are among the Industry 4.0 application layers. An application on urbanism was carried out. Physical measurements taken from the environment, as a central microcontroller It was measured electrically via the Arduino board used and then simultaneously or via the internet o the Thinkspeak internet platform, a free platform for asynchronous use, for later interpretation was sent and stored here, and then the evaluation stages were carried out.

Keywords: Smart cities, internet of things, cloud information, environmental measurements, digitalization

ÖZ: Son yıllarda katlanarak artan Dünya nüfusu beraberinde enerji tüketiminin artırılmasını ve mevcut bulunan kaynakların hızla tüketilmeye başlanmasına neden olmaktadır. Artan nüfus sayısının bir sonucu olarak şehir kapasitelerinin çok üzerinde bir nüfusun iş, barınma, altyapı, sağlık, ulaşım, güvenlik vb. ihtiyaçlarının karşılanması konusunda zorluklar yaşanmaktadır. Hızla tükenen kaynaklara paralel olarak şehirlerin nüfusa sunmuş olduğu imkanlarda azalmakta ve bununla birlikte zaman içerisinde yetersiz duruma gelebileceği değerlendirilmektedir. Kaynaklar ve imkanlar noktasında zorluk yaşanmaması açısından geleneksel yönetimler ile uygulanan şehircilik yaklaşımı artık yerini akıllı olarak nitelendirilebilecek akıllı şehircilik uygulamalarını bırakmaya başlamıştır. Bu bağlamda akıllı şehircilik anlayışı ile çevremizde bulunan tüm fiziksel büyüklüklerden ölçümlerin alınması, depolanması ve hem gerçek zamanlı hem de eş zamansız olarak yorumlanması sonucunda kaynakların yerinde tüketimi, nüfusun hayat standardının yükseltilmesi, verimli enerjinin kullanımı gibi önemli kriterlerde iyileştirmeler söz konusu olacaktır. Bu çalışmada akıllı şehircilik ve gelişen teknoloji ile hayatımıza girmiş olan bir kavram olan Endüstri 4.0 kapsamında, Endüstri 4.0 uygulama katmanlarından olan bulut bilişim ve nesnelerin interneti tabanlı olarak akıllı şehircilik üzerine bir uygulama gerçekleştirilmiştir. Çevreden alınan fiziksel ölçümler, merkezi mikrokontrolör olarak kullanılan Arduino kart aracılığı ile elektriksel olarak ölçümlenmiş ve ardından internet aracılığı ile eş zamanlı ya da daha sonra yorumlanmak üzere eşzamanlı kullanım için ücretsiz bir platform olan Thinkspeak internet platformuna gönderilerek burada depolanmış ve daha sonrasında değerlendirme aşamaları gerçekleştirilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Akıllı şehirler, nesnelerin interneti, bulut bilişim, çevresel ölçümler, dijitalizasyon

1. INTRODUCTION

In the last thirty years, population growth and migration from rural areas to urban areas have increased significantly. According to the data of Turkey Statistical Institute (TSI), while 76% of the population lived in rural areas and 24% in 2010, 92.5% of our population reached 81 million people in 2017 and only 7.5% of them live in villages and towns. At this point, our country is rapidly urbanizing well above the world rates [1].

This rapid population growth in the cities, making housing, transportation, education, health, infrastructure, green areas and etc. more difficult for local government services to reach people in a more comfortable, faster and cheaper way [2].

Nowadays, the way of providing these services to people quickly and inexpensively has brought about the concept of 'Smart City' with the use of information and communication technologies. "According to the European Commission, smart city is defined and shaped by factors of sustainability, economic development and quality of life. It is emphasized that smart city targets can be achieved through physical infrastructure, human and social capital, information and communication technologies infrastructures." Smart cities are created as safe, environmentally sensitive, effective and efficient living centers created with superior technologies such as sensor systems, electronic devices and communication infrastructure [3].

At this point, the 'Smart Cities' approach has come to the forefront in the policies of countries and international organizations as it has the potential to produce rational solutions to urban problems. This approach, which is based on the logic that urban infrastructures and networks, especially transport and energy, can manage itself without human intervention, aims to improve the living standards of people living in cities. Smart cities have many stakeholders from different sectors. Citizens, municipal administrations and communication companies are the primary stakeholders in anthropocentric smart cities. Human beings stand out as the mass and user in the target of the smart city, and municipalities are

in an important place to provide public resources to citizens as a service.

On the other hand, communication firms have the function of gathering all the stakeholders in smart cities on a single roof and creating the bridge between them in terms of infrastructure [4].

1.1 *The Examples of Smart Cities from our Country and the World*

With the emergence of the concept of smart city, many countries in the world began to form the technological infrastructure in this direction.

It is predicted that cities which determines the needs and characteristics of cities in the direction of smart urbanisation and creating the ecosystem accordingly, will be one step ahead in the smart urbanisation. Amsterdam is a pioneer in the smart city approach, and its success is based on an approach that complies with the principles of strategic urban planning. Amsterdam's smart city strategy is called the "Amsterdam Smart City Program". The idea for this initiative was introduced in 2007. The smart city initiative was realized in cooperation with Amsterdam Innovation Motor, Liander energy network operator and Amsterdam Municipality. Through this portal, it is aimed to ensure the development and strengthening of Amsterdam's information society [5].

Barcelona, another example of a smart city, was implemented in 2012 under the name of 'Smart City Barcelona Program, along with 200 projects in 22 different sectors with a smart city road map by providing a holistic approach. Between 2011 and 2014, it has been identified that these smart project implementations of Barcelona contributed 85.000.000 euros to the economy, 12 supported projects created 1870 jobs, 53 million euros in investment and 0.53 euros in investment for each euro spent from the municipal budget. When the economic benefit analysis of these applications is made; There are 9700 tons of CO2 emissions thanks to smart traffic applications, 600.000 tons of water saving from park irrigation systems, and an economic benefit expectation of 832 million euros by 2025 [6], [7].

Copenhagen, which was chosen as the green capital in 2014, aims to increase the quality of life, economic growth and create a sustainable city by following the concept of smart city and enabling the participation of its citizens. When the economic impact of smart applications in Copenhagen is examined, 1% increase in the number of tourists visiting, new business opportunities of 104 million euros have been created, a saving of 5.5 million m³ in water consumption, a saving of 1.7 million liters of fuel at the end of 30 million km journey, and in addition, thanks to the intelligent traffic systems implemented, the traffic flow was improved by 11% and 32% [4].

Songdo, another smart city among the examples, is 65 km from Seoul, the capital of South Korea. The city of Songdo was established as a smart city by domestic and foreign large-scale companies, and the infrastructure of GIS systems was established in Songdo and smart home systems were delivered to all citizens through digital communication. For example, citizens can have meetings with their children's teachers through remote video communication, remote health care, public transactions, tax payments and information can be done. Garbage thrown from smart houses to garbage cans on the street is separated by underground separation units and conveyed to final waste collection sites [8].

In Turkey, the transition to smart cities and smart applications implementation, which started in the 2000s in development programs and plans, has been involved in policy and strategy documents. Policies, Vision 2023, Information Society Strategy and Action Plan [6].

Smart city elements are determined by sub-areas such as transportation, technology, energy, building, health services, infrastructure and management. Research firm Frost-Sullivan's report predicts that in 2025, there will be more than 26 smart cities in our country. Cities that make investments in some but not all of the areas identified as smart cities are called sustainable cities. In our country; In 2000, the process started with the establishment of an ecological and technological settlement named as the Informatics Valley Project in the province of Yalova, and the information-centered smart city projects continued

later in Bursa, Ankara, Kocaeli, Eskişehir. Istanbul Fatih, Kadikoy, Beyoglu, smart city projects are carried out. Examples include smart meters, smart buildings, Fatih Sports Complex, ISKI (Istanbul Water and Sewage Administration), drinking water distribution management, IMM, Ispark traffic control center, smart parking pricing and automatic parks, Istanbulcart, Isbak, smart container, mobese and digital library. Istanbul Fatih Municipality has started to use augmented reality technology for the first time among local governments in its mobile application called FatihAR. According to this application, when the image of any building in Fatih Municipality is photographed and sent to the relevant service center with 3G-4G communication technology, the existing information about the building can be transferred to the user instantly. In Ankara, ASKI carries out applications such as administrative control and data acquisition system, EGO Cepte, smart stop, in-vehicle passenger information and camera systems, smart structures, industrial park, automatic fire brigade command center [9], [10].



Figure 1: Smart city policies.

"Turkey's First Smart City" program, in Karaman, offers to the public many smart applications such as traffic, education, transportation and environmental cleaning. Finally, smart bicycles, smart bus tracking systems, in-bus information

systems, smart city planning elements starting in Konya, smart stop, smart parking, smart junction, priority crossing, traffic control system, smart lighting, smart irrigation, remote meter reading, smart waste collection, disability navigation, smart measurement, patient monitoring, panic buttons, smart security, love chain, wireless internet, interactive kiosks, such as applications, the city provides central and local administrations [11].

In cooperation with Antalya Metropolitan Municipality and TURKSAT, the Smart City Application was passed with the protocol it signed in May 2015. Since 2015, free internet access is available in public areas such as municipal beaches, parks and Wi-Fi services. Blood pressure and blood measurement system, smart phone device and medical coaching services are provided to patients with chronic patient follow-up service, GSM panic button distribution is provided to a group of older citizens with panic button service, kiosk devices are installed in five places with city information screens. Following the implementation of the first protocol signed in 2015, in the second stage, projects such as supervision and smart junction systems, manageable wifi and internet service, smart irrigation, smart lighting, kiosks, city information screens and city management platform were included [12].

In Balıkesir, a total of 250 km of fiber optic lines were installed in Altıeylül, Karesi and Bandırma, the districts with the highest population, in cooperation with Turkcell Superonline. The smart junction system in the city receives its internet from this infrastructure. 17 intersections in the city were equipped with smart systems and improvements in traffic flow reaching 40%. With this intelligent junction system, data related to the transportation network can be obtained and recorded and reported, the signalized intersections can be managed from the control center, the duration of the adaptive managed signalized intersections can be automatically updated in line with the traffic data, and the images can be monitored live via traffic cameras. The sub-components of the traffic management system in Balıkesir have been established as signaling management system, data management system, video monitoring system, traffic control center and mobile application platform. Balıkesir Intelligent

Public Transportation System (BALTUS) provides great convenience to citizens in public transportation. With the BALTUS software, citizens can learn bus schedules, bus arrivals and departures, stops, instant bus locations, filling points, balances on cards and fare schedules [13].

Since the electronic transformation processes started e-transformation in the management mentality, it has been observed that this transformation has been implemented both in the internal structure of the management system and in the public and local public services extending to the cities and offered to the public. KBS and GIS systems that we see in almost all cities today, traffic order, occupancy-space information used in parking lots, visualization of public spaces (parks, etc.) and applications etc. are the applications that facilitate the life of the city. The transition to smart administrations has become more than the return of the era and the preference of the governor, and has become the preference of the people living in the city [14].

In this study, IoT based atmel AVR microcontroller card has been used within the scope of smart life and smart management which is one of the basic elements of smart urbanism applications and the environmental measurement parameters such as light level, air quality, temperature and humidity have been monitored by using an environmental sensors of an monitoring was performed with cloud-based, IoT support. It was measured by sensors and transferred to the cloud and then to the internet environment. These findings were evaluated and evaluated to provide the most suitable working environment in terms of energy efficiency.

2. METHOD

Within the scope of smart management and life application, Arduino UNO, Arduino Ethernet shield and public office building's office environment, temperature, humidity, light level, CO2 gas levels were measured and monitored throughout the day. Following and evaluating these data over the internet, they were transferred to the cloud platform, which is a cloud computing server, and then evaluated.

2.1 Hardware Components

Arduino Uno includes a microcontroller with all of the components, 14 digital input-output pins are available and 6 of them can be used as PWM outputs. In addition, 6 analog inputs, 1 16 MHz crystal oscillator, USB output can be used.

Arduino Ethernet Shield is an electronic board with Wiznet W5100 ethernet chip. By installing this card on top of an arduino and connecting to an internet network with RJ45, the Arduino card can be opened to the internet. Arduino ethernet shield is compatible with TCP and UDP [15].

Air Quality Measurement Sensor (MQ-135) A gas sensor that calculates the ambient air quality by measuring the amount of NH₃, NO_x, alcohol vapor, benzene, smoke and CO₂ gases [16].

It accurately measures the concentration of sulfur, benzene, water vapor, smoke and other harmful gases (NH₃, NO_x, Alcohol, CO₂, etc.). Temperature and Humidity Measurement Sensor The DHT-11 is a digital temperature and humidity sensor. It uses the capacitive humidity sensor and thermistor inside. It transmits the data of the sensors to the digital output pin. The sensor outputs every 2 seconds. The maximum operating current is 2.5 mA. It works with 5% sensitivity for 20-80% humidity. It can measure 0-50 °C [17].

LDR photo-resistance decreases non-linearly as the amount of light falling on it increases. Therefore, the increase in light intensity causes the resistance value to decrease, and the decrease in light intensity causes the resistance value to increase. LDR (Light Dependent Resistor), in Turkish, means light-dependent resistance. Another name is photo resistance. Although LDR was a type of resistance, it was also a passive sensor [18].

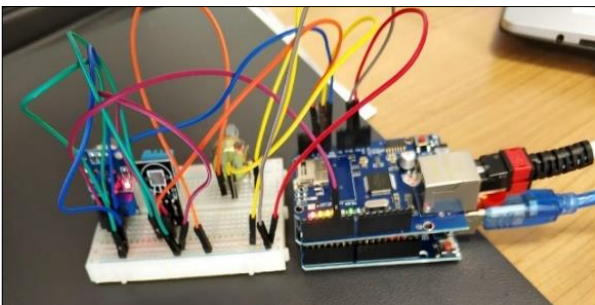


Figure 2: Electronic circuit.

2.2 Cloud Software

ThingSpeak is an IoT analytical platform service that enables the collection, visualization, and analysis of live data streams in the cloud. ThingSpeak provides instant visualization of data sent by devices to ThingSpeak. With the ability to run MATLAB code, it is often used for online analysis and data processing at the time the content is entered, and for prototyping IoT systems that require analytics. An IoT system includes all these elements. ThingSpeak is located in the cloud part of the diagram and provides a platform for collecting and analyzing data from sensors connected to the Internet [19].

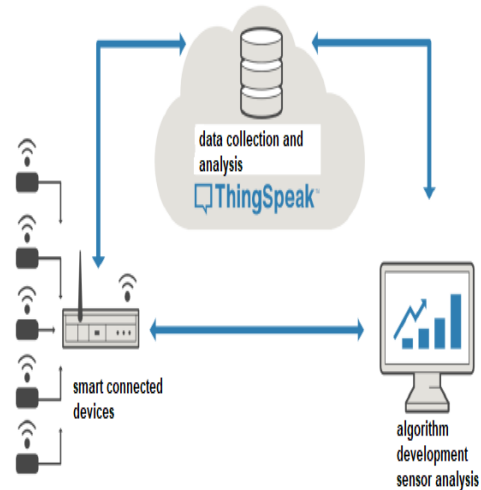


Figure 3: The general architecture of the system.

3. FINDINGS AND DISCUSSIONS

Illuminance level is a very important factor for fast, safe and accurate vision of employees. It has been proved by scientific researches that it has an impact on employee performance, health and behavior. Flares due to insufficient or excessive lighting are examples of poor lighting. Poor lighting can jeopardize safety in the working environment, as well as blurred vision, pain and fatigue in the eyes, dry eye and headache. In a nutshell, economy is provided with a proper lighting system, work efficiency is increased, accidents that may be experienced are prevented, working environment comfort is provided and most importantly, human health is protected.

In the system, the data obtained from the illuminance level measurement sensor is converted

into a 'luxury' unit in the code block created by the Arduino IDE.

The level of illumination required in the general office areas is determined as 500 lux and the values of the data monitored during the day are determined over the internet, at what times of day and for how long.

In the light of the data obtained, it was determined in which periods the quality and clean air requirement in the office was needed during working hours. Carbon dioxide (CO₂) is very important for determining indoor air quality. There is 0.03 vol% CO₂ in the atmosphere. In outdoor environments, 330-500 ppm CO₂ can be found according to environmental effects. Under normal conditions, CO₂ is present indoors and although it is not a toxic gas, it can create oxygen deficiency and increase the risk of suffocation. When the CO₂ concentration exceeds 35,000 ppm, breathing nerve receptors are triggered, leading to respiratory failure. Various disturbances may occur depending on the indoor air quality. These are defined as 'closed building syndrome, sick building syndrome and building related diseases.

The data obtained from the findings, depending on the temperature and humidity changes in the office, the heating and cooling systems during the day were examined to learn about when the circuit will be need to activated or deactivated.

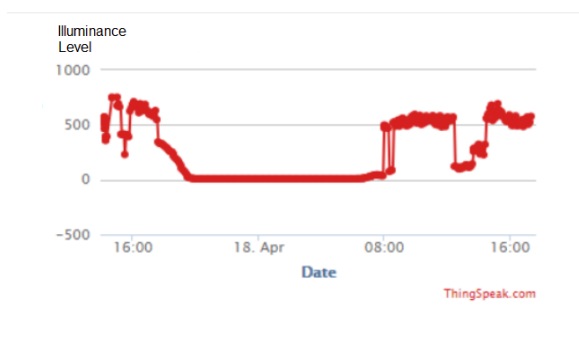


Figure 4: Illuminance level measurement data.

There is a central heating and cooling system in most of the management and living areas. However, it is known that in central systems, temperature differences occur between two neighboring offices. Even if they have the same internal temperature, the heat perception of the users may be different from each other. For

example, one can say that an office with a temperature of 22 degrees is hot and the other can say that it is cold. As it can be understood from this situation, despite the thermostat, users' comfort understanding of temperature is different. As a result, it is seen that dry thermometers only adjust the temperature according to certain temperature values without considering comfort status. In room thermostats, the lack of temperature adjustment according to certain standards creates a disadvantage in terms of energy efficiency. The users are cooled by giving heat to the environment by sweating according to the activity they perform.

This affects the amount of humidity in the environment and creates differences in the sensed temperatures according to the relative humidity in the environment. In the findings found in the examination made in Figure 3; in the working environment, during the working hours, the level of illumination is mostly above 500 lux.

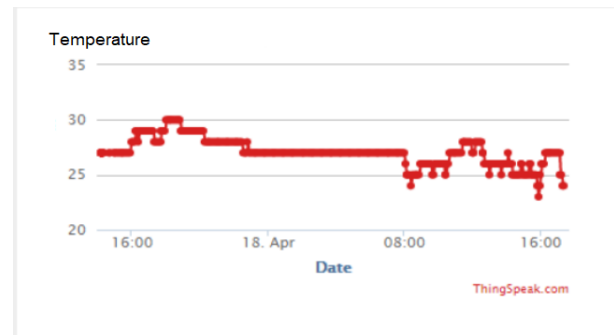


Figure 5: Temperature measurement data.

It is understood that it falls below this value during working hours and lunch time. As a result of the examination made in Figure 4; In the measured office environment, the temperature values are above 25 degrees Celsius over a large period of time. However, the fact that the office environment in which the data is received is sun-facing side has an effect. However, it was observed that the heating system was activated in the whole building with the effect of seasonal conditions.

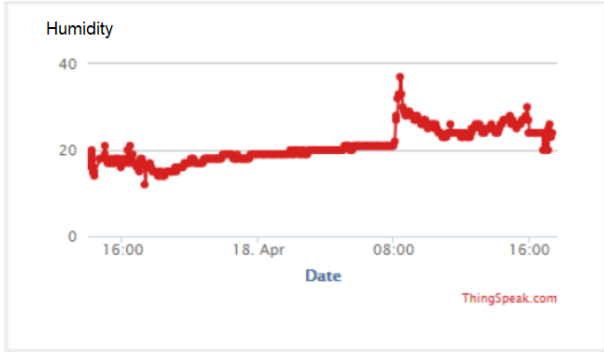


Figure 6: Humidity measurement data.

Figure 5 showed that the moisture content of the sample was observed in the 25-30% band. Figure 6 shows the data sent from the air quality measurement sensor to the cloud system. In the analysis made on the image, it is seen that the amount of harmful gas in the air is slightly below 200 ppm during the day.

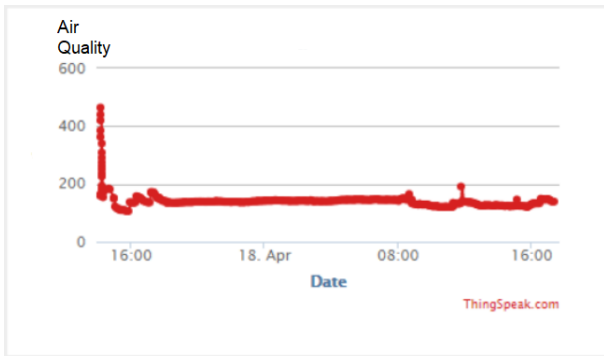


Figure 7: Air quality measurement data.

4. RESULTS AND RECOMMENDATIONS

In this study, “smart city” is defined. The necessity of smart urbanism services has been mentioned and the social and economic benefits of smart city have been revealed. The systems and services created by cities such as Amsterdam, Copenhagen and Barcelona, which are examples of smart cities in the world, are mentioned. The steps towards the smart cities in Turkey were researched. In the study carried out within the scope of smart living and smart management, which is one of the basic elements of smart urbanism applications, light level, air quality, temperature and humidity measurements were made by following an existing public administration building by using IoT-based Arduino and its components. These findings, which are measured by sensors and transferred to the cloud and then to the internet environment, are

evaluated and discussed which steps can be taken in order to provide energy efficiency, optimal working and living environment.

As a result of the data obtained from the LDR of the light level measurement sensor in the created system, it was observed that a luminous level exceeds this value for a large part of the day in a living and management building with a light level requirement of 500 lux. The environment that is followed is a section where the illumination is high during the day. It is understood that a lighting control system can be established to open, close or reduce the lighting elements according to the changes in luminance levels and thus to achieve a large degree of energy efficiency.

In another analysis system, data from temperature and humidity sensors were examined. Humidity and temperature changes observed in the system established in the administration building were observed. Temperatures are above 25 degrees for most of the day. However, the fact that the environment in which the data is received is sun-facing side has an effect. However, it was observed that the heating system was activated in the whole building with the effect of seasonal conditions. The moisture content is 30% moist. It is ideal for the ambient humidity to be in the range of 50-55% to ensure optimum temperature sensation. In addition, it is observed that the consumption is unnecessarily increased due to the fact that the heating systems are activated especially during the mid seasons.

It is understood that if an intelligent management system is adapted to the changes in temperature and humidity during the day by means of remote monitoring and control systems, an effective way can be established in energy efficiency.

In the method made with the air quality measurement sensor, the air quality in the office environment was also monitored during the day and the periods during which the air had to be cleaned were examined. When the results were analyzed, it was observed that the ambient air values were 200 ppm. 400 ppm value was determined as critical value for ambient air and it was found that these values were not reached in the light of data. With the increase in this rate,

syndromes such as sleepiness, fatigue and boredom may begin to be seen in the people in the environment.

As ventilation devices cause high levels of energy consumption, it is concluded that energy efficient smart building solutions can be created by determining the times when ventilation systems will be commissioned and deactivated in the light of these data.

5. REFERENCES

- [1] Türkiye İstatistik Kurumu (TÜİK). (October 2022), Available: <https://www.tuik.gov.tr/>
- [2] WordPress.com, (October 2022), Available: https://recturkey.files.wordpress.com/2017/08/%20surdurulebilirakillisehirlercalistayi_kitapcik_vf.pdf
- [3] Akıllı Enerji – AKILLI ŞEHİRLER. (October 2022) Available: <https://www.akillisehirler.gov.tr/akilli-enerji/>
- [4] “Deloitte Vodafone Akıllı Şehir Yol Haritası, (October 2022), Available: <https://www.scribd.com/document/538323692/Deloitte-Vodafone-Akilli-Sehir-Yol-Haritasi>
- [5] A. Uçar, S. Şemşit, N. Negiz, “Avrupa Birliği Akıllı Kent Uygulamaları ve Türkiye’deki Yansımaları,” Süleyman Demirel Üniversitesi İktisadi ve İdari Bilimler Fakültesi Dergisi, vol. 22, special issue, pp. 1785–1798, December 2017.
- [6] Smart Cities Need Local Democracy - Centre for International Governance Innovation. (October 2022), Available: https://www.cigionline.org/articles/smart-cities-need-local-democracy/?utm_source=google_ads&utm_medium=grant&gclid=CjwKCAjwqJSaBhBUEiwAg5W9p0bt96XyndntvOgQEGAGHigzAst6AjRIZiGU0CNe2_5PvFrEpFcE4hoC9HoQAvD_BwE
- [7] A. Coroz, “Akıllı şehircilik kapsamında bir kamu binasında çevresel ortam parametrelerinin izlenmesi,” Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Haziran 2019.
- [8] Akıllı Şehirler, (October 2022), İTÜ Vakfı Dergisi”, Available: <https://www.envirotec.com.sa>
- [9] Fatih Projesi, (October 2022), Available: <http://fatihprojesi.meb.gov.tr/>
- [10] Ankara İli İçme suyu, Atıksu ve Yağmursuyu Yönetimi Master Planı Hizmet Alımı İşi, (April 2022), Available: <https://webdosya.csb.gov.tr/db/scd/icerikler/as-ki-icmesuyu-atiksu-ve-yagmursuyu-yonet-m--master-planı-kapsam-bel-rleme-20220420150525.pdf>
- [11] Ö. Yalçın Ercoşkun, “Ultimate ICT Network in Turkey For Smart Cities,” Planlama, vol. 26, no. 2, pp. 130–146, Planning, 2016.
- [12] MAtchUP Antalya, (October 2022), Available: <http://matchupantalya.org/en>
- [13] Balıkesir Toplu Taşıma, (October 2022), Available: <https://www.balikesirulasim.com.tr/>
- [14] S. N. Çabuk, “CBS’nin Yerel Yönetimlerde Kullanımı ve Kent Bilgi Sistemleri,” Harita Teknolojileri Elektronik Dergisi, vol. 7, no. 3, pp 69-87, 2015.
- [15] Sensörler. (October 2022), Available: <http://www.robotiksystem.com/sensorler.html>
- [16] Hava Kalite Sensörü, (October 2022) Available: <https://www.robotistan.com/hava-kalite-sensoru-mq-135>
- [17] DHT11 Temperature and Humidity Modul, (October 2022), Available: <https://www.robotistan.com/dht11-temperature-and-humidity-modul>
- [18] Foto Direnç (LDR) ve Çalışma Prensibi, (October 2022) Available: <https://teknokoliker.com/2011/12/fotodirenc.html>
- [19] Learn More - ThingSpeak IoT, (October 2022), Available: https://thingspeak.com/pages/learn_more

DERLEME MAKALE

LiFePO₄ Bataryalarda Güncel Çalışmalar

Current Studies on LiFePO₄ Batteries

Ezgi Gültek^{1,*}, Serdar Altın^{1,2}

¹Inonu University, Energy Science and Technology Department, 44280, Malatya

²Inonu University, Physics Department, 44280, Malatya

Geliş / Received : 14.08.2022

Kabul / Accepted : 07.09.2022

*Corresponding Author: Ezgi Gültek, gultekezgi@gmail.com

ÖZ: Enerjinin depolanabilmesi; enerji üretimi, iletimi ve dağıtımı kadar önemlidir. Özellikle son yıllarda yapılan çalışmalar enerjinin depolanıp daha uzun süre kullanılabilmesi, her alanda temiz ve güvenilir enerji elde edilebilmesi adına yapılmaktadır. Bu sebeple enerji depolama sistemlerinin, büyük bir alanını kaplayan bataryalar ile ilgili yapılan araştırmalar da, büyük önem taşımaktadır. Son yıllarda batarya sistemlerinde lityum iyon bataryalar ön plana çıkmakta ve neredeyse her alanda kullanılmaktadır. Demir katkılı Lityum piller ise en çok araştırılan ve farklı tekniklerle üretilen batarya çeşitlerindedir. Kaynak ulaşımının kolay, daha az maliyetli olabileceği, yüksek sıcaklıklarda çalışabilme esnekliği ve uzun süreli kullanımı ile dikkat çeken LiFePO₄ bataryalar ile ilgili her geçen gün yeni çalışmalar yapılmaktadır. Bu çalışmada, LiFePO₄ katot malzemelerine odaklanıldı ve gelecekteki araştırmalar için yeni anlayışlar keşfetmek için son çalışmaların incelenmesi yapılmıştır.

Anahtar Kelimeler: LiFePO₄, enerji, lityum, batarya, Li-ion.

ABSTRACT: Energy storage devices have important for energy generation, transmission and distribution studies. In the last years, studies about energy storage devices and their use for a long period have been focused on clean, trustful, and cheap ways. For this reason, batteries as energy storage systems have great importance. In the last decades, most battery systems consist of Li-ion cells for better performance. Lithium batteries containing iron are one of the most studied and used cathode materials which produced different techniques. New studies on LiFePO₄ batteries have been carried out attention with their easy access to resources, less costly, flexibility which working at high temperatures, and long-term use. In this study, we focus on the LiFePO₄ cathode materials and reviewed the recent studies the explore new insights for future research.

Keywords: LiFePO₄, energy, lithium, batteries, Li-ion.

1. GİRİŞ

Lityum iyon bataryalar, deneysel olarak yarım hücre piller ve büyük ölçekli uygulamalar için geliştirilmekte ve tam hücre olarak da üretilip, ticari olarak da kullanılmaktadır. Diğer bataryalara göre daha yüksek verimliliğe sahip olmasından dolayı lityum pillerin mevcut kullanımı ve gelecekteki kullanımı giderek artacaktır. Öte yandan lityum iyon pillerin önemli ölçüde iyi bir elektrik potansiyeli sağlayabildiği, küçük boyutlarına rağmen büyük kapasitelere çıkabildiği

bilinmektedir. Lityum iyon bataryalar (LIB); sağladıkları yüksek enerji yoğunluğu, uzun çevirim ömrü ve hafiflik gibi avantajlarından dolayı; cep telefonu, tablet, bilgisayar gibi neredeyse tüm küçük elektronik cihazlarda yaygın olarak kullanılmaktadır. LIB' ler, farklı kompozitler ile üretilmek üzere birçok çalışmaya konu olmuştur. Bunlar; lityum kobalt oksit (LCO), lityum nikel manganez kobalt oksit (NMC), lityum sülfür, lityum demir fosfat (LFP) gibi farklı kompozitler ile ilgili gelişmelerdir [1]. LFP, özellikle hibrit elektrikli araçlar gibi geniş formattaki modüller için dikkat çeken, en popüler katot malzemesi olarak

görülmektedir. Bu nedenle de LFP üzerine yapılan farklı üretim, sentezleme gibi gelişmeler de önem arz etmektedir.

LFP bataryaların üretim aşamasında; kinetik ve termal faktörler, kullanılan elektrolitin türü veya miktarı, kullanılan separatörler, katkılama maddeleri ve oranları, sentezleme şekli (katı hal, sprej piroliz, dehidrasyon, sulu yıkama vb.), kalsinasyon aşamaları gibi; kısacası uygulanan prosedürler sürekli değişmektedir. Ve bu prosedürler, güncellenerek yeni batarya dünyası aydınlatılmaktadır. Bu çalışmada da özellikle LFP bataryalar ile ilgili dünyada yapılan güncel çalışmalar, rezerv durumundaki değişiklikler, maliyet hesaplamalarındaki değişimler, ticari olarak bulunduğu konum ve geri dönüşümü ile ilgili gelişmeler ele alınmaktadır.

2. LFP BATARYALARIN ÜRETİMİ, YAŞAM DÖNGÜSÜ, KULLANIM ALANLARI

LFP piller, LiFePO_4 tabanlı katot ve grafit tabanlı anottan oluşan en güvenli lityum iyon pil türlerindedir. Güvenlik sistemleri, uzay ve uçak araçları, hibrit ve elektrikli araçlar için oldukça önemli batarya sistemlerindedir. Paul Baboo ve arkadaşlarının [2] yaptığı çalışmada, CR2032 madeni LFP hücresi yarım ve tam hücre olarak üretilmiştir. Ağırlıkça %80' LFP, %15'i süper karbon, %5'i de bağlayıcıdan oluşan 60mm kalınlıktaki malzemede akım toplayıcı olarak alüminyum folyo kullanılmıştır. Anot ise; bakır folyo üzerine %90 grafit, %5 asetilen karbon siyahı ve %5 bağlayıcı kullanılarak oluşturulmuştur. Ayırıcı olarak Celgard 3501 ve elektrolit olarak EC:DMC (50:50) kullanılmıştır. Bu çalışmada ilk olarak LFP bataryalarda bağlayıcının önemini ve özelliğini belirlemek için farklı bağlayıcılar aynı oranda kullanılmış ve sonuçlar değerlendirilmiştir. Elde edilen verilere göre bağlayıcı olarak en iyi yapışma mukavemeti ve dayanıklılık KynarFlex (PVDF) 2801-00 bağlayıcıda, en kötü sonucun ise Kynar PowerFlex LBG bağlayıcısının olduğu ve kütlelerinin %95 \pm 2' sini geriye kaldığı gözlemlenmiştir.

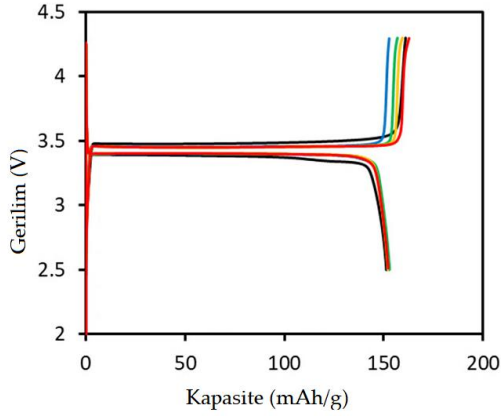
Yarım ve tam hücrelerin elektrokimyasal testleri, mikroyapısal görüntüleri, yüzey kompozisyon haritaları ve üretim aşamasındaki katot kaplamalar için genel verileri barındıran aynı zamanda 25 döngü ile analizlerinin yapıp difüzyonunun

belirlenmesini kapsayan bu çalışma, LFP pillere ilişkin geniş bir bilgi kaynağı olmuştur. Yapılan EIS ve CV testlerinde, KynarFlex® PVDF 2801-00 bağlayıcı katodun; yapışkan, yalıtkan kopolimere atfedilen en yüksek dirence ve en düşük Li^+ iyon difüzyon katsayısına sahip olduğunu ortaya çıkarmıştır [2]. Grafit-Li yarı hücreleri, literatürdeki birçok çalışmada da gözlemlenen ve analiz edilen lityum interkalasyonuna ve SEI oluşumuna karşılık gelen çok aşamalı geçişler sergilemiştir ve tam grafit-LFP hücresi, yarı hücre kapasitesinden daha düşük bir kapasite göstermiştir [3], [4].

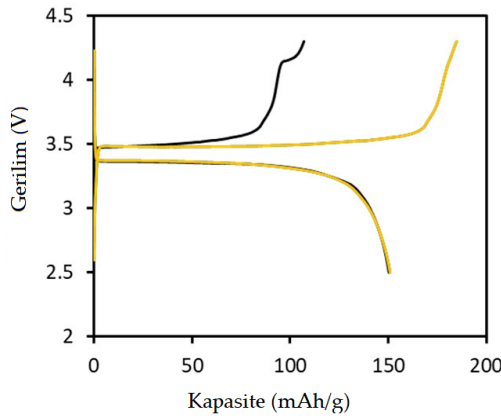
Şekil 1' de gösterildiği gibi bu çalışma sonucunda tüm hücreler 152 ± 1 mAh/g LFP deşarj kapasitesi sergilemiştir. PVDF bağlayıcı LFP katodu, hem şarj hem de deşarjda en düz plato sergilemiş ve bu da Li^+ iyon difüzyonunda en düşük direnci göstermiştir. Diğer iki bağlayıcı ile LFP kaplamalarındaki daha yüksek iyon direncinin yanı sıra, bunlar ayrıca şarj ve deşarj arasında PVDF bağlayıcı LFP kaplamaya göre daha düşük kulombik verim göstermektedir.

Elektrokimyasal çift katman (EDL) kapasitesindeki (en düşük frekansta $1/Z_{im}$) farklılıklar da farklı LFP kaplamaları arasında gözlenmektedir ve PVDF bağlayıcı LFP kaplaması en düşük EDL kapasitesini sergilemektedir.

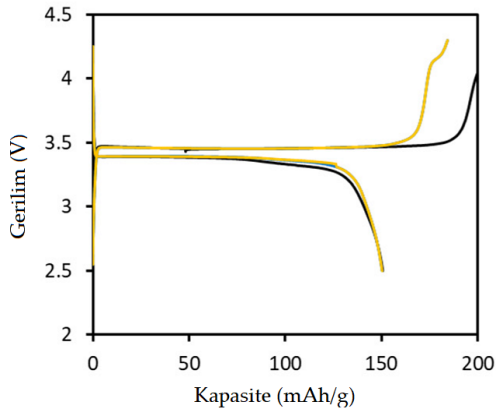
Şekil 2.' de de gösterildiği gibi, elde edilen CV analizlerine bakılacak olursa c şıkında verilen Li-LFP (LBG) yarım hücresi için hesaplanan difüzyon katsayısı değerleri, Li-LFP (PVDF)'ten daha yüksek olmuştur. Li-LFP (2801-00) bağlayıcı yarım hücre batarya için elde edilen cv grafiğinden hesaplanan değerlerde ise, anodik adımda bu katot bağlayıcıyla daha yüksek dirence dair ek kanıtlarla birlikte, difüzyon yoluyla yüksek düzeyde kontrollü bir döngüye işaret eden geniş tepe noktaları görülmüştür.



(a)



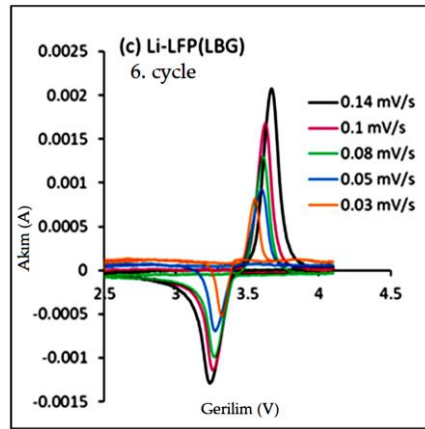
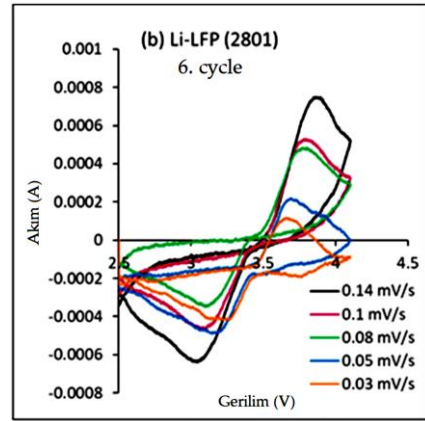
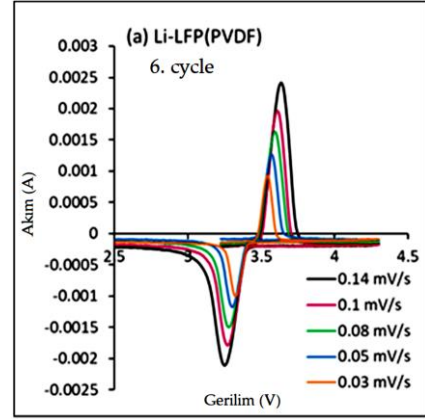
(b)



(c)

- 1.şarj-deşarj
- 2.şarj-deşarj
- 3.şarj-deşarj
- 4.şarj-deşarj
- 5.şarj-deşarj

Şekil 1: Li-LFP pil hücreleri için 0,05 C'de kapasite test grafikleri. (a) PVDF bağlayıcı [2]; (b) KynarFlex ® PVDF 2801-00 bağlayıcı [2]; (c) Kynar PowerFlex ® LBG bağlayıcı ile hazırlanan katotlar [2].



Şekil 2: Li-LFP pil hücrelerinin CV grafikleri ve katotta Li⁺ iyon difüzyon katsayısını belirlemek için Rendles-Shevchik denkleminin doğrusal uyumunu gösteren grafikler. Katotlar: (a) PVDF bağlayıcı; (b) KynarFlex PVDF 2801-00 bağlayıcı; (c) Kynar PowerFlex LBG bağlayıcı [5], [6].

Katotların ömrünü tamamlamasının ardından yapılan karakterizasyonu, daha önceki çalışmalarda da karşılaşılan pil yaşlanması ile ilişkili beklenen sonuçları ortaya çıkarmıştır. [5,6]. Pil ömrünün azalması ile SEI oluşumuna bağlı porların tıkanması (üç bağlayıcıdan herhangi biri

ile tüm katotlarda) ve elektrolitin eser miktarda nem veya oksijen ile yan reaksiyonlar oluşturması, elektrolit tuzunun indirgenmesi nedeniyle LiPF_6 , RCO_2OLi ve Li_2CO_3 'ten (epoksit grupları) karbonat çözücülerin ayrışması, yüzey çatlaması ve parçalanması gözlemlenmiştir. Grafit-Li yarı hücreleri, lityum interkalasyonuna ve SEI oluşumuna karşılık gelen çok aşamalı geçişler sergilemiştir.

Batarya sistemlerinde katot malzemesinin önemi yadsınamaz. Ancak bu çalışma, batarya üretiminde bağlayıcının önemine dikkat çekmektedir. Deneysel çalışmalarda bazen elektrolitin bir damla eksik ya da fazla eklenmesi, ayırıcı hücrenin ufak bir toz tutması veya kalınlığı, kapatılma esnasındaki fazla pres ya da milimetrik bir gevşekliğin bile pil performansına büyük etki ettiği gözlemlenmektedir. Bu nedenle çalışmalarda batarya malzemelerini tümünden ele almak oldukça önemlidir. Bu malzemelerin türü, teknik özellikleri ne kadar önemli ise malzemelerin ve tabii ki katotların sentezlenme şekli ve aşamaları da çok önemlidir. Suttison, Pengpat ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada da bu sebeple; LFP tabanlı katot malzemeleri üretilmiştir. Bu üretim için 3 sentez koşulu sağlanmış; LFP katkılı NiO, NMC ve $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, nitrojen gaz akışı yöntemi ile sentezlenmiştir. LFP katkılı NiO, 600°C ve 700°C ' de beş saat fırınlanmıştır. Beş saat boyunca 550°C ' de tüp fırında ısıtılan LFP ile katkılı NMC ve NMC katkılı LFP ve $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$; 550°C ve 600°C ' de beş saat fırınlanmıştır.

Yapılan DTA, SEM, XRD analizlerine bakılarak cam-kristallenme için uygun kalsinasyon sıcaklığının 550°C - 600°C olduğu gözlemlenmiştir [1]. LFP tozlarının üretiminin başarıyla gerçekleştiği bildirilmiş, elektrokimyasal performans incelemelerinin devam ettiği belirtilmiştir. Bu bağlamda yapılan bir çok araştırmada kalsinasyon sıcaklığının 550 - 600°C aralığını tercih edilmesi, bu savın verimli olabildiğini desteklemektedir.

Haziran 2022' de Farisi vd. tarafından yapılan bir çalışma ile yayımlanan araştırmada, VRLA piller ile LFP pillerin kıyaslaması yapılmıştır. Hali hazırda kullanılan bir sistem için üretimden farklı boyutta yapılmış bir çalışma oldukça dikkat çekici bir araştırmadır. Elektrikli araçlar ve özellikle e-bisikletler birçok avantajı sebebiyle dünyada özellikle de Avrupa'da oldukça popüler bir

konuma sahiptir. Valf ayarlı kurşun asit batarya (VRLA) elektrikli araçlar için en yaygın enerji kaynağıdır. Ancak zayıf enerji yoğunluğu nedeni ile kullanıcılar için ağır ve güvensiz olarak görülmüş, LFP bataryaların bu sistemler için bir çözüm olabileceği düşünülmüştür. Bu çalışma için kullanılan materyaller; Selis e-bisiklet tipi Mandalika, 36V, 12 Ah, 12 valf ayarlı kurşun asit akü (VRLA) ve LFP 18650 12 serisi, 10 adet paralel 36V 12Ah ile düzenleme, batarya yönetim sistemi ve test uygulamaları olmuştur.

VRLA bataryalar yerine paralel bağlanan LFP bataryalar için maksimum voltaj, maksimum akım, dahili direnç, mesafe kat etme, enerji yoğunluğu ve kapasite testleri yapılmıştır. Batarya voltaj kararlılığı, Arduino-ide ve BMS sistem testleri de yapılmıştır. Farklı akımlar için, C hızında yapılan taramalar ve diğer testler sonucunda elde edilen veriler Tablo 1' de gösterilmiştir [7].

Tablo 1: Kurşun asit ve LFP pil arasındaki test sonuçları karşılaştırması [7].

Parametreler	LFP Pil 36V, 18Ah	VRLA Pil 36V, 12Ah
Max. Gerilim (V)	41	39
Max. Akım (A)	45	24
Dahili Direnç ($\text{m}\Omega$)	29	7
Mesafe (km)	50.16	37.83
Enerji Yoğunluğu (Wh/g)	0.117	0.0387
Hücre Tasarımı	12S10P	18S
Kapasite (mAh)	18000	12000
Watt uzaklık (Wh/km)	12.92	11.42

Tablo 1 için mesafe testi Selis e-bisiklet üzerinde yapılmıştır. Bir çevrim ölçer ile bisiklet; takip uygulaması kullanılıp GPS ile donatılmıştır. LFP pil toplam 50,16 km mesafe katedebilirken, VRLA pilli bisiklet 37,83 km mesafe almıştır. VRLA pillerinin LFP pillere göre daha düşük enerji yoğunluğu gösterdiği ölçümlere bakarak yorum yapan Farisi ve arkadaşları; LFP pillerin enerji yoğunluğu 117 Wh/kg iken, VRLA sadece 38,7 Wh/kg olmuştur bu sonuçlar da LFP pillerin özgül enerjisinin 110-175 Wh/kg, VRLA için ise 30-4- Wh/kg olduğunu göstermektedir.

Çalışma sonucunda; doğaya en az zarar vermesi, temiz atık üretmesi, küçük boyutlarda oluşu, kütleli olarak daha hafif olması, Tablo 1'de de görüldüğü gibi daha yüksek kapasite sağlanması, daha fazla mesafe katedebilmesi, yüksek enerji yoğunluğu sağlanması gibi birçok avantajının

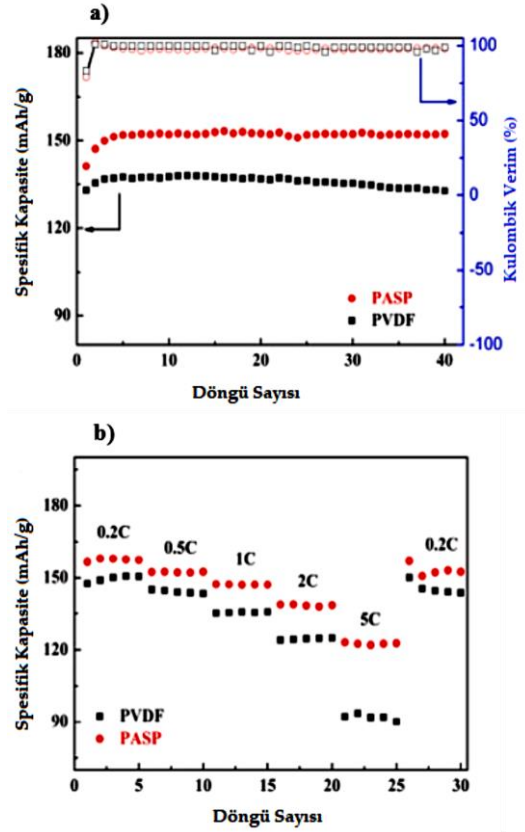
görülmesi dolayısıyla LFP bataryaların elektrikli araçlar için çok iyi bir seçenek olduğu belirtilmiştir.

Daha önce bağlayıcı ile ilgili yorumlanan çalışmaya benzer bir başka yapılan çalışma ise Weng ve Peng bilimcilere aittir. LFP piller için, elektrolit ve bağlayıcı materyallerinin pil performansındaki etkisi araştırılarak deneysel bir aşama kaydedilmiştir. Çevre dostu, düşük maliyetli oluşu ve güvenliği sebebi ile ticari olarak da çok tercih edilen lityum iyon pillerden LiFePO_4 katotlu piller için, yaygın olarak polivinilden florür PVDF ve PTFE bağlayıcılar kullanılmaktadır. Ancak hücre üretim süreçlerinde PVDF bağlayıcısını çözmek üzere çözücü olarak, N-metil-2-pirolidon (NMP) çözücüsü kullanılmaktadır. Flor, pildeki kararlı LiF üreten bozunma ürünlerinden biridir. Yüksek sıcaklıkta PVDF; LiF ve HF oluşturmak için anot lityum metal ve elektrolit ile kolayca reaksiyona girmektedir ve bu da iç yapının tahrip olmasına yol açmaktadır. Bu nedenle flor içermeyen bağlayıcıların daha verimli ve faydalı olduğu düşünüldükten bu çalışma yapılmıştır.

Tipik bir anyonik protein olarak PASP, flor içermeyen bir bağlayıcıdır. Bu çalışmada LFP katotlarında su bazlı bir bağlayıcı olan PASP kullanılarak analizler yapılmıştır.

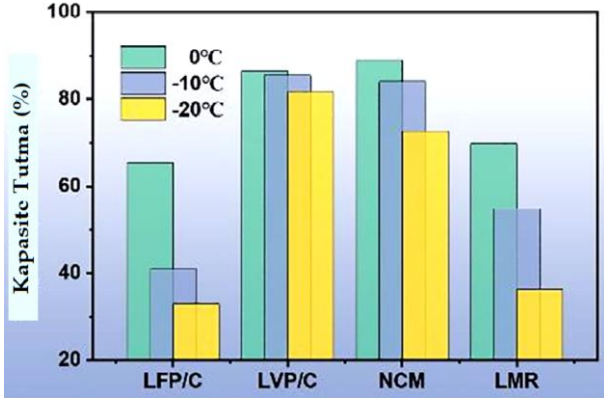
CR2025 madeni para hücrelerine, çalışmada ayrıntıları ile verilen prosedür dahilinde PASP bağlayıcı ile üretilen, FTIR ve SEM analizleri yapılmış olan LFP katotları ve diğer materyaller yerleştirilerek üretim aşaması tamamlanmış olan pillerin elektrokimyasal analizleri de yapılmıştır. Bu çalışmalar neticesinde, PASP ile LFP üretiminin başarıyla gerçekleştirildiği; 1C akım yoğunluğunda ve C hızında 40 döngüden sonra bile spesifik kapasite kaybının olmadığı, kapasite tutulumunun %93,2 olduğu ve 152 mAh/g kapasite sağladığı belirtilmiştir [8].

Şekil 3'te gösterildiği gibi PVDF ile üretilmiş olan LFP piller ile tüm analiz testleri aşamasında kıyaslamalar yapılmış, PASP bağlayıcının pil performansına üstün bir etkisinin olduğu gösterilmiştir [8].



Şekil 3: PVDF veya PASP ile üretilmiş LFP katotlarının elektrokimyasal performansları: (a) 1 C'de şarj-deşarj eğrileri, (b) 0,2 C ila 5 C arasındaki kapasite grafikleri [8].

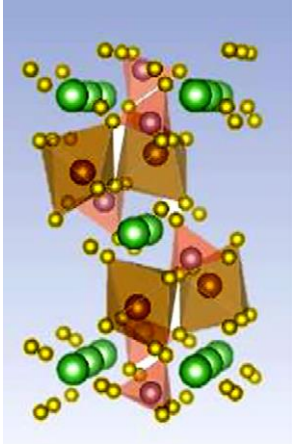
Lityum bataryaların tercih edilmesindeki en önemli özelliklerden birinin yüksek sıcaklıklarda iyi performans verebilmesi olduğunu pek çok yerde dile getirmiştik. Düşük sıcaklıklarda da pil performansı oldukça önemlidir. Bu nedenle Meng ve arkadaşları, 0 altında lityum iyon bataryaların elektrokimyasal reaksiyonlarını inceleyen bir çalışmaya imza attılar. Kapsamlı bir malzeme araştırması içeren bu çalışmada LFP katotuna ait çözümlenmeler ele alınacak olursa; düşük sıcaklık aralığı 0 ile -20°C olarak seçilmiştir. LFP bataryalar ile birlikte anot, elektrolit ve katot olarak LVP, NCM, LMR kullanılarak temel kinetik konular incelenmiştir. Yapılan düşük sıcaklık performans analizlerinde LFP'lerin sıfırın altındaki sıcaklıklarda ticari uygulamaların geliştirilmesinde büyük sorun teşkil ettiği tespit edilmiştir. İlkdeşarj esnasında kapasitesinin hızla düştüğü kapasite tutma oranının da hem tek başına hem de kıyaslanan diğer katotlar arasında yeterli olmadığı ön görülmüştür [17].



Şekil 4: LFP ve diğer katotların 0 ile -20 °C sıcaklıkları arasındaki ölçümlerde kapasite tutma oranları [17].

Şekil 4'te de görüldüğü gibi kapasite tutma oranı yani bir nevi kapasite kaybı en çok LFP katot malzemesinde gözlemlenmiştir [17]. Kapasite tutma var olan kapasiteden kullanıma başlandığı andan itibaren kalan kapasiteyi gösterirken aynı zamanda ne kadar kapasite kaybettiğini de gösterir. Batarya sistemleri için ise kapasite kaybı ya da tutma oldukça önemlidir. Bu, hem pil ömrünü uzatır veya kısaltır, hem de çalışma performansını hızla düşürür veya devamlılık sağlar.

Şekil 5'te görüldüğü gibi LiFePO_4 ortogonal olivin yapıya sahiptir [18].



Şekil 5: LiFePO_4 olivin yapısı [18].

Bu yapı 1997 Goodenough tarafından keşfedilmiştir. Li^+ iyonlarının LiFePO_4 için ilk eklenmesi ise 2000 yılında gerçekleşmiştir. Bu eklenme açıkça, LiFePO_4 ile FePO_4 'ün iki fazlı tepkimesi anlamına gelmektedir [19]. Yıllarca yapılan birçok araştırmada güvenliğinin iyi olması sebebi ile LFP oldukça tercih edilmiştir ancak, son yıllarda yapılan çalışmalar ile LFP/Grafen

kompozitinin 2C'de 700 döngüden sonra %11.2 kapasite kaybı ile harika bir döngüsel özellik sergilediği gözlemlenmiştir.

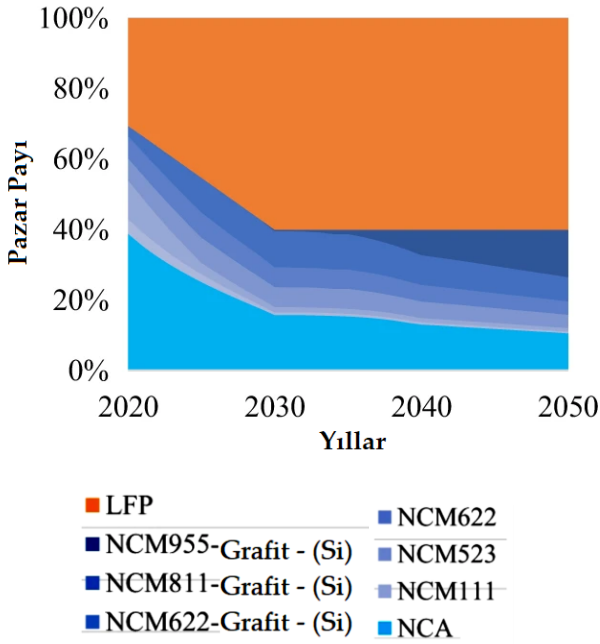
Yapılan sıcaklık analizlerine bakılarak LFP için soğuk ortam performansını iyileştirmek üzere bazı teoriler üretilmiştir. LFP katotlarında ağır elektrokimyasal reaksiyon kinetiğini iyileştirebilmek için, elektronik ve iyonik iletkenliklerin doğrudan değişebildiğinden, karbon ve diğer bileşenler ile yapısal tasarım öncelik olmalıdır. Bunun yanısıra, toplu yükleme ile, eksiye düşen sıcaklıklarda Li^+ iyonlarının difüzyon hızını artırmak üzere, LFP katodunun kristal hacmini büyütmenin de etkili bir yöntem olacağı düşünülmüştür [17].

3. LFP BATARYALARDA REZERV ve MALİYET ARAŞTIRMALARI

Dünya üzerinde değişen siyasi, ekonomik ve askeri politikalar; yer altı ve yer üstü kaynakların bulunduğu jeopolitik konumlar, bu kaynakların çıkarılması-işlenmesi-ulaştırılması konusundaki hususlar, giderek enerji talebinin artması ve bu sebeple kaynak arayışında hatta gizlenmesinde yaşanan problemler her geçen gün farklılık göstermektedir. Xu ve arkadaşları, bu konuda yakın zamanda yaptıkları çalışmada özellikle otomotiv sektörüne yön veren lityum iyon esaslı piller için malzeme talebine ilişkin endişeleri konu edinmişlerdir.

Bu çalışmada yürütülen senaryolar Uluslararası Enerji Ajansı'nın 2030' a kadar yürütmüş oldukları filo araştırmalarına dayandırılarak kurulmuştur. Kaynak elde edilmesi aynı zamanda; mevcut hükümet politikalarını içeren Stated Policies (STEP) senaryo (Belirtilen politikalar senaryosu) ve Paris'in iklim hedefleriyle uyumlu Sürdürülebilir Kalkınma Senaryosu (SD) doğrultusunda elektrikli araçlar için belirlenmektedir. Piller elektrikli araçlar (BEV), plug-in hibrit elektrikli araçlar (PHEV) ve elektrikli araçlar (EV) için NCM, NCA ve LFP bataryalar mevzu bahis sistemi sağlayabilmektedir. Bu araştırmaya göre otomotiv sektöründe LiFePO_4 bataryaların kullanımının diğer bataryalara göre daha artacağını öngörmektedir. Öncül malzemelerin çok olması nedeni ile daha düşük üretim maliyetleri, daha iyi termal kararlılık dolayısıyla yüksek güvenilirlik ve daha uzun

çevirim ömrü sağlaması en büyük tercih nedeni olacaktır. LFP'lerin hafif hizmet tipi EV'lerde daha yaygın bir şekilde kullanılmasına yönelik beklenti tahminleri bulunmaktadır. Örneğin Tesla, kısa süre önce Model 3'ün Çin versiyonunu LFP pillerle donatacağını duyurmuştur [9]. Şekil 6'da gösterilen bu senaryoda, LFP pillerin, tipik orta boy BEV'ler için paket düzeyinde 129 Wh/kg özgül enerjiye ve ortalama 20 yıllık ömre sahip olacağı, 2030-2050 yılları arasında %60 pazar payına sahip olacağı ön görülmektedir [10].



Şekil 6: 2020-2050 arasında bazı pillerin ve LFP pilin pazar payı ve gelecek öngörüsü [10].

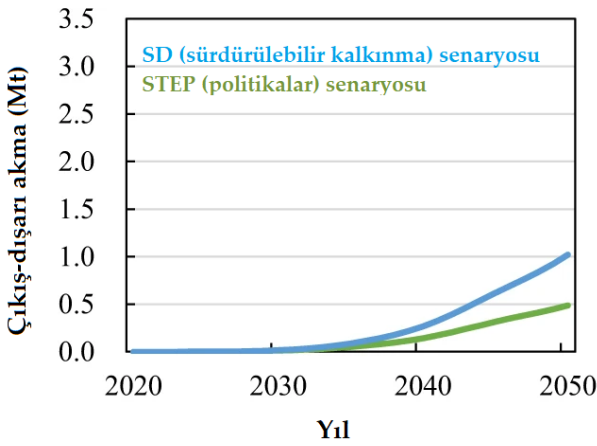
Sonuç olarak Xu ve arkadaşlarının yapmış olduğu bu çalışmada, LFP bataryaların ve kullanılan malzemelerinin 2020-2022 arasında dünyadaki talep ve kaynak eldesinin %70'in üstünde olduğu belirtilmektedir. Gelecek tahmini için yatırım araştırmaları ve Tesla, BatPac gibi kriterlere göre değerlendirilmiş ve piyasa talebinin ve rezervinin LFP batarya yönünde büyük oranda olacağı belirtilmiştir. Ancak bu çalışma üzerine "Avrupa Komisyonu" tarafından yüksek tedarik riski, "kritik hammadde" olarak adlandırılan fosforun LFP piller için rezervinin kısıtlanması gerektiği konusunda ikilem yaşandığını duyurmuştur [10]. Bu çalışmaya binaen, fosforun neden kritik hammadde olarak adlandırıldığının da ayrı bir araştırma konusu olacağı düşünülmektedir.

Başka bir çalışmada ise Spears ve ark., birçok ülkenin gıda sektörü için de önemli yeri olan fosfor bakımından ithalat bağımlılığına dikkat çekmiştir. Fosfor talebinin şuanda sadece birkaç ülke tarafından karşılandığını, bunlardan beşinin dünyadaki fosfat kaya rezervlerinin %85'ini kontrol ettiğini; %70'inin ise sadece FAS'a ait olduğunu belirtmiştir. Çin fosfor üreten bir ülke olarak ihracatını kısıtlamış ve yerel arzlarını korumayı uygun bulmuştur. Şubat 2022 itibarıyla Rusya-Ukrayna ihtilafı piyasadaki fosfor rezervi ve ithalatını endişeye sokmuş ve kaynak ulaşımını azaltmıştır. Çünkü, bu bölgelerin fosfor için, gıda ve gübre ihracatı oldukça yaygın olmuştur. Yine tüm dünyayı etkisi altına alan COVID-19 salgını sebebi ile bu süreçte, enerji fiyatlarındaki artışlar, arz kontrolü ve ticaret politikalarının da bir sonucu olarak küresel fosfor fiyatlarının, 2 katından fazla arttığı belirlenmiştir. Tabii ki bu fiyat artışı LFP batarya üretim fiyatlarını da temin edilmesinin maliyetini de artırmıştır. Bu artışların sonucunda LEV (düşük emisyonlu araçlar) piyasasında LFP bataryaların kullanılmasından ötürü araç fiyatlarında da büyük artış gözlemlenmiştir. Fosfat kayası için emtia fiyatlarına ilişkin arşivler Dünya Bankası'ndan temin edilebilmektedir. Bu kaynak ulaşımı sorunlarına karşın yaptıkları araştırmada; LFP bataryaların geri dönüşümünde fosforun tekrar kazanımının kaynak artışı açısından önemli olacağı, örneğin kanalizasyon bağlantılarının 2050 yılına kadar küresel olarak 4 milyar artacağı ve idrar saptırma ile bağlantıların 2 katına çıkarak tarıma geri dönüştürülen fosforun yılda 1,3 Mt'a ulaşmasına yol açılabileceği tahmin edilmektedir. Geleneksel kanalizasyon bağlantılarından yılda kalan 3 Mt (örneğin, içeriğinde yüksek demir bulundurması nedeni ile tarımda yeniden kullanım için daha az uygun olan vivianit formunda), ekonomik fizibilite olmasına rağmen LFP pillerde tekrardan kullanım için umut vaat ettiği belirtilmiştir [11]. Bu çalışma aynı zamanda, 4. başlıkta bahsedilen tekrar kullanım-geri dönüşüm konusunda da ışık tutan bir gelişme olarak görülmektedir.

Xu ve arkadaşları, Spears ve arkadaşlarının yaptığı bu çalışmaya yanıt olarak, hafif elektrikli araçlardaki fosfor talebi endişesini ele almışlardır.

Spears ve arkadaşlarının hesaplamalarının doğru olduğunu belirten bu çalışma daha çok fosfor üzerine yoğunlaşmadaki boşluğu ele alarak, fosfor

talebinde belirsizliklerin olduğunu belirttiler. Bu belirsizliklerin en büyük sebebinin fosfor içeren bu pillerin geri dönüşümündeki gelişmelerin yetersiz olmasıdır. 2050 yılına kadar, yaklaşık 1Mt fosfor içerikli olan elektrikli araçların, pil kullanım ömrünün sona yaklaşabileceği ön görülmektedir. Pil geri dönüşümünün önümüzdeki 10 yıl içerisinde %90 oranında varlık göstereceği varsayılır ise, 2050' ye kadar kümülatif fosfor talebinin, yaklaşık %20'sinin kapalı döngü geri dönüşümü ile karşılanabileceği düşünülmektedir. Bu durumda, talebin tahminen üçte biri olan yaklaşık 0,9 Mt fosfor, 2050'de kapalı döngü geri dönüşümü ile sağlanabilecektir [20].

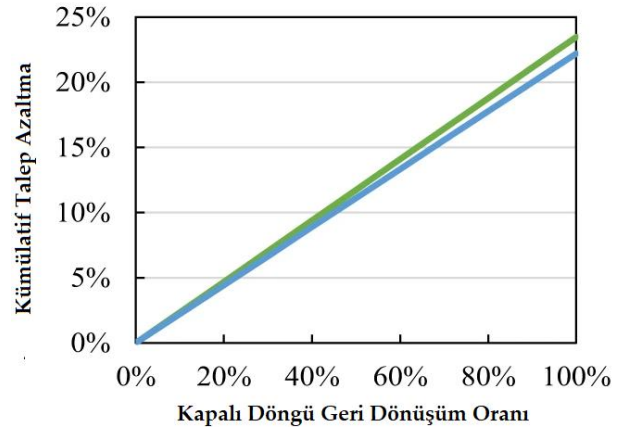


Şekil 7: Ömrünü tamamlamış pillerde fosfor için çıkış [20].

Şekil 7' de gösterildiği gibi fosfor kapalı geri dönüşümü sorunu çözülemediği takdirde 2050 yıllarında, EV'lerde pil kullanım ömrünün sona yaklaşması muhtemel olacaktır. SD ve STEP senaryoları Spears ve ark. Tarafından [11] ayrıntılı olarak anlatılmıştır.

Şekil 8' de ise 2020–2050'de kapalı döngü geri dönüşüm oranının kümülatif talep azalması üzerindeki etkisi gösterilmiştir [20].

Xu ve arkadaşları bu bağlamda, fosforun kapalı geri dönüşümünün önemini vurgulayarak diğer çalışmaya katıldıklarını ancak fosforun diğer bilinen malzemelere (lityum, kobalt, nikel, grafit gibi) kıyasla rezerv açısından büyük bir sorun teşkil etmediğini savunmuşlardır [20]. Ancak fosfor geri dönüşümü sorununun çözülmediği takdirde, fosfor rezervinin ne oranda kriz çıkaracağına dair bir bilgiye de yer vermemişlerdir.

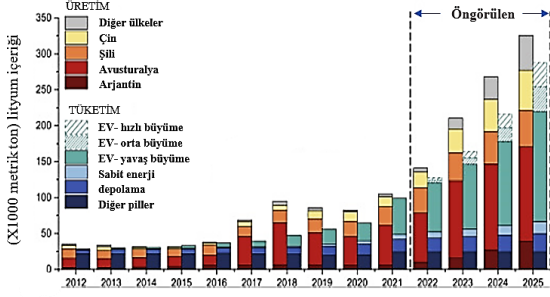


Şekil 8: 2020–2050'de fosfor için kapalı döngü geri dönüşüm oranının kümülatif talep azalması üzerindeki etkisi [20].

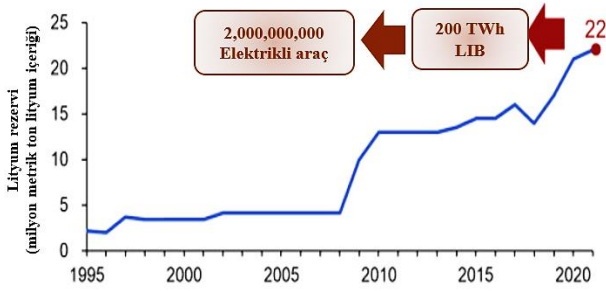
Sun, Ouyang ve Hao ekibinin yaptığı çalışma lityum demir fosfat bataryalarda lityum rezervi ve fiyat artışları ile ilgili en güncel araştırma olmuştur. Tahmin edileceği gibi tüm fiyat artışları gibi Aralık 2020 ile Nisan 2022 arasında; lityum karbonat, kobalt sülfat, nikel sülfat ve NCM-811 ve LFP katotlarının ve elektrolitlerinin fiyatları %100' den fazla artmıştır. Ton başına yapılan artışlardaki dalgalanmalar karşısında hammadde tedarikçileri güçsüz kalmış, maliyetler de hızla artmıştır. Ancak bu artışlar elektrikli araçların talebinde bir düşüşe sebep olmamıştır. Şekil 9'da lityum rezervine bağlı olarak batarya sistemlerindeki talepler gösterilmiştir [12].

LiFePO₄ katotun fiyatı bu süreçte %330 artışla 25.000 \$/ton' a, elektrolitin ise %160 artışla 17.000 \$/ton' yükselmiştir. Bu fiyat artışlarına bağlı olarak da EV fiyat artışı da %50 oranında olmuştur. Şekil 6 ile son 2 yıla kadarki lityum rezervi ve elektrikli araçlara kullanımını gösteren grafik verilmiştir [13].

2005 -2021 yılları arasında lityum maden üretimi 5 kat artarken, mevcut rezerv de 5 kat genişleyerek 22 milyon tona ulaşmıştır. Bu fiyat artışlarının 2025 ve sonrasında düşüşe geçeceği düşünülmektedir [12]. Rezerv verileri USGS'den alınmıştır [13].



Şekil 9: Lityum madenciliği üretimi (rezerv) ve nihai üretim [12].



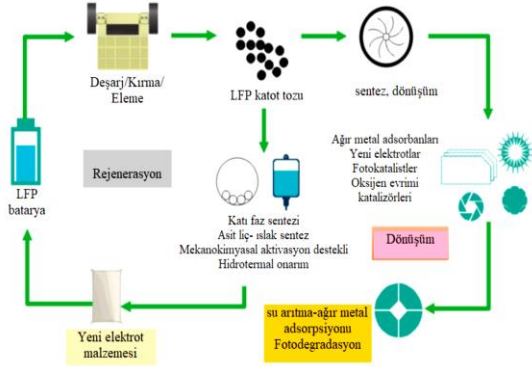
Şekil 10: Lityum bazlı pillerin lityum rezervi [13].

4. LFP BATARYALARDA GERİ DÖNÜŞÜM ve 2. EL KULLANIMI

Batarya sistemlerinde kullanılan her malzemenin imha edilmesi veya geri dönüştürülerek fayda sağlanabilmesi oldukça uzun aşamalardan geçerek, zor ve ayrıntılı kimyasal işlemlere dayanmaktadır. Bu işlemlerin çevreye en az zarar vererek yapılması enerjide temiz ve güvenilir olmak adına önem arz etmektedir. Çünkü kullanılan materyaller, pil ömrü bittiğinden itibaren kimyasal reaksiyonlar sonucunda masum kalmamaktadır.

Bu alanda yaptığı çalışmada Wang, Lu ve ark. LFP pillerin geri kazanılması sürecinde, katot malzemelerinin Al folyodan ayrılmasında başlıca; fiziksel ayırma, yüksek sıcaklık ayırma, çözelti ayırma ve çözücü ayırma yollarının kullanılabilmesinden bahsetmektedir. Birçok kimyasal ayırma sürecine maruz bırakılan ömrü bitmiş LFP pillerde, LiFePO_4 'ün kristal yapısı ve bütünlüğü korunabilmekte ve böylece katot malzemeleri ile Al folyo tam ve etkili olarak ayrılabilir. Kullanımı sona eren LFP pillerinin doğrudan geri dönüştürülmesi için kar marjı küçüktür ve flor oranı nispeten düşük olmasına rağmen, kontrol edilmesi ve ortadan kaldırılması zorlu bir risk taşımaktadır. LFP' nin

geri dönüşümü şematik diyagramı Şekil 11' de gösterilmiştir [14].

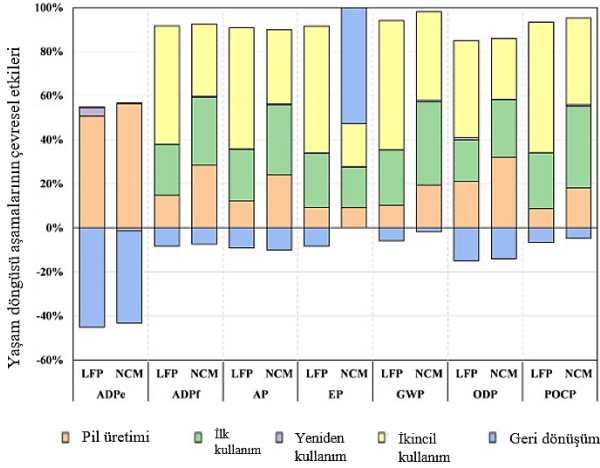


Şekil 11: LFP pillerin işlevsel malzemelerinin yenilenmesi ve dönüştürülmesinin şematik diyagramı [14].

Hali hazırda, kullanımdan kaldırılmış LFP pilleri üzerindeki kaynak kullanımı araştırması, esas olarak lityumun seçici olarak çıkarılmasına odaklanmaktadır. Bununla birlikte, pilin demontajı, asit liçi, kimyasal çökeltme ve rejenerasyon kaçınılmaz olarak enerji ve kimyasalları tüketmektedir ve enerji LIB' lerinin tanıtımının asıl amacını olumsuz yönde etkileyebilecek sera gazı emisyonları ve ikincil atıkların oluşmasına neden olmaktadır. Bu nedenle, enerji/kimyasal tüketimi ve atık üretiminde önemli bir azalma ile lityum için düşük karbonlu ve yeşil bir ekstraksiyon teknolojisi geliştirmenin acil olduğu sonucuna varılmaktadır [14]. Bu emisyon ve atıkların çevreye olduğu gibi işlemleri gerçekleştirerek doğrudan temasta olan çalışanların da sağlığının tehdit altında olacağı aşikardır. Bu çalışmaya ek olarak; geri dönüşüm aşamasında insan sağlığının etkilenme oranı, varsa can kaybı veya kalıcı hasarlar gibi tespitlerin yapılması yeni teknoloji geliştirmenin aciliyetini de destekleyecek ve hızlandıracaktır.

Wheeler ve arkadaşları, LFP bataryaların 2. yaşam döngüsü için yaptıkları çalışmada elektrikli araçlarda kullanılıp ömrü biten LFP piller kullanılmıştır. 18650 hücre ve prizmatik hücrelerin kullanıldığı analizlerde C/3 ve 2C oranlarında şarj ve ayrılma şarjı, deşarj tipi gibi parametreler belirlenmiştir. Geri dönüşümde izlenen prosedür; pil hücresinin sökölüp elektrot karakterizasyonunun yapılması, açık devre potansiyelinin hesaplanması, negatif elektrot faz geçiş tespitinin yapılması şeklinde olmuştur. Tüm

araştırmaların sonucunda 1000 ile 3500 cycle arasındaki bir döngü evresinden sonra pillerin kullanılmaz hale geldiği, pillerin kullanımı sırasında negatif elektrotun yaşlanması hızlandığı gözlemlenmiştir [15]. Pil geri dönüşümü kıyaslanarak çevreye etkisi de araştırılmış ve Şekil 12' deki grafikte belirtilmiştir [16].



Şekil 12: Yaşam döngüsü aşamalarının çevresel etkilere katkısı [16].

Bu sonuçlandırmada yedi çevresel etki göstergesi alınmıştır: Abiyotik Tüketim (ADP elementleri), Abiyotik Tüketim (ADP fosili), Küresel Isınma Potansiyeli (GWP), Asitleşme Potansiyeli (AP), Ötrofikasyon Potansiyeli (EP), Ozon Tabakası Tüketim Potansiyeli (ODP) ve Fotokimya Ozon Oluşturma Potansiyeli (POCP). Tüm veriler göz önünde bulundurulduğunda Wheeler ve arkadaşları, LFP bataryalarda geri dönüşümün çevresel faydalarının yani tekrar kazanımının önemli olduğunu belirtirken; LFP piller için hidrometalurjik geri dönüşüm sürecinin bahsedilen tüm çevresel yüklerin azaltılmasına yardımcı olduğunu vurgulamışlardır [15], [16].

Elde edilen sonuçlandırmadan da anlaşılacağı üzere, pil geri dönüşümü fiziksel, kimyasal, mühendislik bilgileri olduğu gibi, biyolojik bilgileri de içermekte hatta GWP sonuçlarına bakılarak ekonomik ve siyasal sonuçları da içinde barındırmaktadır. Dünya olarak iklimsel kriz ve meteorolojik dengesizlikler göz önünde bulundurulacak olursa; hızla ve en çok tüketimi olan LFP bataryaların yarattığı bu atık ve etkiler birikerek ve büyüyerek, kocaman bir mesele haline

gelebilir. Bu sebeple elde edilen veriler oldukça çarpıcıdır.

5. SONUÇ

Bu çalışmada LiFePO₄ bataryalar ile ilgili güncel çalışmalar özellikle 2022 yılına ait yeni yayınlanan ve dikkat çeken araştırmalar ele alınarak yapılmıştır. Bu çalışmada LFP pillerin; tüm enerji sektörü ve akademik araştırmalar için önemli bir yere sahip olduğunu, yapılan araştırmalar ile öneminin giderek arttığını; üretim tekniklerinin geliştirildiğini ve farklı yöntemler ve katkı oranlarıyla yapıldığını ve üzerinde çalışıldığını, batarya sisteminde katot malzemenin üretimi kadar bağlayıcı, anot, elektrolit gibi materyallerin de pil performansında önemli etkileri olduğunu göstermiştir. Ticari piyasada LFP bataryalara yönelimin giderek arttığı, hatta tüm küresel sorunlara ve fiyat artışlarına rağmen arz-talebin katlanarak arttığı gözlemlenmiştir. Yine bu aşamada yapılan analizlere bakılarak tahmin analizlerinde 2025 yılı itibari ile mali yükselişlerin azalacağı, rezerv sahibi ülkelerin yerel kullanıma önem vereceği ancak özellikle otomotiv sektöründe daha çevreci, güvenilir, uzun ömürlü, yüksek enerji yoğunluğu ve uzun menzil vaat etmesi ile ön plana çıkan batarya sistemlerinden biri olacağı görülmektedir. 2020-2022 yılları arasında LFP batarya üzerine birçok deneysel çalışmanın yapıldığı, maliyet analizlerinin önemsendiği, dünya markalarının LFP'ye yöneliminin duyurulduğu ve geri dönüşümünün zor ancak bir o kadar önemli olduğu tespit edilmiştir. Enerji depolama sistemlerinde geri dönüşüm aşamasının, insan doğasındaki doğum-yaşam-ölüm çemberine benzer şekilde sonlanması hatta kritik çevresel sorunlardaki güvenlik düzeyinin üst seviyelere çıkarılarak ömür sonlanmasının yapılmasının gerekliliğine dikkat çekilmiştir.

Bu çalışma ile LFP bataryaların üretimden, ticari kullanıma, maliyet performansına ve geri dönüşümüne kadar birçok aşamada fizik, kimya, mühendislik ve malzeme bilimleri gibi alanlarda kapsamlı çalışmaların yapılmasının gerekliliği, üretiminde pil kapasitesinin elde edilen 150-180 mAh/g bandından yukarı çıkarılabilmesinin farklı oranlar kullanılarak yapılabileceği, geri dönüşüm için daha fazla çalışmaya ve güvenlik önlemine ihtiyaç duyulduğu saptanmıştır.

6. TEŞEKKÜR

Bu çalışma İnönü Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından FYL-2021-2638 nolu proje kapsamında gerçekleştirilmiştir

7. KAYNAKLAR

- [1] S. Sutison, K. Pengpat, U. Intatha, J. Fanı, W. Zhang, S. Eitssayeam, "Preparation of LFP-based cathode materials for lithium-ion battery applications," *Mater. Today: Proc.*, vol. 65, no. 4, pp. 2347-2350, June 2022. doi.org/10.1016/j.matpr.2022.05.302.
- [2] J. P. Baboo, et. al. (2022). "Exploring Different Binders for a LiFePO₄ Battery, Battery Testing, Modeling and Simulations," *Energies*, vol. 15, no. 7, pp. 2332, March 2022.
- [3] M. P. Mercer, et al., "Transitions of lithium occupation in graphite: A physically informed model in the dilute lithium occupation limit supported by electrochemical and thermodynamic measurements," *Electrochim. Acta*, vol. 324, November 2019.
- [4] E. M. Gavilán-Arriazu, et. al., "Effect of temperature on the kinetics of electrochemical insertion of Li-ions into a graphite electrode studied by kinetic Monte Carlo," *J. Electrochem. Soc.*, vol 167, no. 1, December 2019.
- [5] J. M. Reniers, G. Mulder, D. A. Howey, "Review and performance comparison of mechanical-chemical degradation models for lithium-ion batteries," *J. Electrochem. Soc.*, vol. 166, no. 14, September 2019.
- [6] B. Özdoğru, H. Dykes, S. Padwal, S. Harimkar and Ö. Ö. Çapraz, "Electrochemical strain evolution in iron phosphate composite cathodes during lithium and sodium ion intercalation," *Electrochim. Acta*, 353, September 2020.
- [7] W. G. Suci, "Increasing Electric Bicycle Performance using Lithium Ferro Phosphate Batteries with a Battery Management System," *Esta Journal*, vol. 2, no. 1, 2022.
- [8] J. Weng, L. Peng, L., *Materials Chemistry and Physics*, "Improving the electrochemical performance of LiFePO₄ cathode with novel water-soluble binders," *Mater. Chem. Phys.*, vol. 290, October 2022.
- [9] Reuters Staff, (January 2020). Tesla wins China approval to build Model 3 vehicles with LFP batteries: Reuters. [Online] Available: <https://www.reuters.com/article/us-tesla-china-electric-batteries/tesla-wins-china-approval-to-build-model-3-vehicles-with-lfp-batteries-ministry-idUSKBN23I0VT>.
- [10] C. Xu, et. al., "Future material demand for automotive lithium-based batteries," *Commun. Mater.*, vol. 1, no. 99, December 2020.
- [11] B. M. Spears, W. J. Brownlie, D. Cordell, L. Hermann, J. M. Mogollon, "Concerns about global phosphorus demand for lithium-iron-phosphate batteries in the light electric vehicle sector," *Commun. Mater.*, vol. 3, no. 14, April 2022.
- [12] X. Sun, M. Ouyang, H. Hao, "Surging lithium price will not impede the electric vehicle boom," *Joule*, vol. 6, no. 8, pp. 1738 – 1742, August 2022.
- [13] Mineral Commodity Summaries 2022, United States Geological Survey, USGS.
- [14] M. Wang, et. al., "Recycling of lithium iron phosphate batteries: Status, technologies, challenges, and prospects," *J. Renew. Sustain. Energ.*, volume 163, July 2022.
- [15] W. Wheeler, A. Sari, P. Venet, Y. Bultel, E. Riviere, "LFP battery aging behavior: diagnosis of cell materials for second life applications" *Hal Open Science*. 21st Int. Meet. Lithium Batteries (IMLB2022), Sydney, Australia, June 2022.
- [16] J. Quan, et. al., "Comparative life cycle assessment of LFP and NCM batteries including the secondary use and different recycling technologies," *Sci. Total Environ*, vol. 819, May 2022.
- [17] F. Meng, X. Xiong, L. Tan, B. Yuan, R. Hu, "Strategies for improving electrochemical reaction kinetics of cathode materials for subzero-temperature Li-ion batteries: A review," *Energy Stor. Mater.*, vol. 44, pp. 390-407, January 2022.
- [18] F. Wu, J. Maier, Y. Yu, "Guidelines and trends for next-generation rechargeable lithium and lithium-ion batteries," *Chem. Soc. Rev.* vol. 49, no. 5, pp. 1569-1614, February 2020.
- [19] S. W. Oh, et. al., "Double Carbon Coating of LiFePO₄ as High Rate Electrode for Rechargeable Lithium Batteries," *Adv. Mater.*, vol. 22, no. 43, pp. 4842-4845, November 2010.

- [20] C. Xu, et. al., "Reply to: Concerns about global phosphorus demand for lithium-iron-phosphate batteries in the light electric vehicle sector," Commun. Mater., vol. 3, no. 1, December 2022.

REVIEW ARTICLE

Investigation of the Effects of Different Welding Methods Applied on Aluminum 7075 Material on the Mechanical and Microstructure Structure Properties of the Joint Zone

Alüminyum 7075 Malzemesine Uygulanan Farklı Kaynak Metotlarının Birleşme Bölgesinin Mekanik ve İy Yapı Özelliklerine Etkisinin İncelenmesi

H.Sercan Çubuk¹, Gökhan Kurt¹, Uğur Çavdar^{2*}

¹İzmir Demokrasi University, Graduate School of Natural and Applied Sciences, Mechanical Engineering Program, 35580 İzmir, Turkey

²İzmir Demokrasi University, Faculty of Engineering, Mechanical Engineering Department, 35580 İzmir, Turkey

Received / Geliş : 14.09.2022

Accepted / Kabul : 21.10.2022

*Sorumlu Yazar (Corresponding Author): Uğur Çavdar, ugur.cavdar@idu.edu.tr

ABSTRACT: The use of aluminum, one of the three most commonly used metals in the world, is increasing. This requires a closer investigation at aluminum and research for the production of new techniques. These studies are particularly important in 7xxx series aluminum. Due to the properties of 7075 Al such as strength/weight, corrosion resistance, alloy metallicity and etc 7075 Al is used vary of welding techniques. This study examines the structure and mechanical properties of the 7075 aluminum metals through different types of welding, but also compares the important mechanical and strength outcomes, such as rigidity, tensile stress and yield stress.

Keywords: Aluminum 7075, microstructure, welding, haz, aging

ÖZ: Dünya üzerinde önemi giderek artan ve çok kullanılan 3 metalden biri olan alüminyumun kullanımı artmaktadır. Bu durum alüminyum daha yakından incelemeye ve yeni üretim teknikleriyle imal edilmesi için araştırılmaya gerekli kılmaktadır. Özellikle 7xxx serisi alüminyumlarda bu araştırmalar önemli bir yer tutar. Sahip olduğu özellikler ile 7075 alüminyum, mukavemet/ağırlık, korozyon direnci, alaşım metalliğine uyumluluğu vb. sebeplerle çeşitli kaynak metotlarında kullanımını arttırmaktadır. Bu çalışmada, 7075 alüminyum metallerine farklı tipte kaynaklama işlemi yapılmasıyla elde edilen içyapı ve mekanik özellikleri incelenmekte, bununla beraber sertlik, akma gerilmesi ve çekme gerilmesi gibi önemli mekanik ve mukavemet sonuçları kendi aralarında kıyaslanmaktadır.

Anahtar Kelimeler: Alüminyum 7075, içyapı, kaynak, ıeb, yaşlandırma

1. INTRODUCTION

Aluminum is one of the metals with the highest amount of reserves in the world. The melting temperature of aluminum (Al) is 660°C. Since it can bond with various elements, it can be used in different industrial products. It is often used in materials. In addition, it can be produced by mixing with titanium and composite materials. Aluminum alloys, which have a wide range of uses from

automotive to industry, are preferred because of their specific strength and low weight [1-3]. However, Aluminum is a metal which difficult to machine in production methods such as welding and machining [3-7].

Aluminum series from 2xxx to 8xxx are frequently used in the aerospace and transportation vehicle manufacturing industries. This makes it necessary to combine the material with welding methods [8-10]. In aluminum welding ; Thermal and electrical

conductivity, refractory aluminum oxide (Al₂O₃) formation tendency, high thermal expansion coefficient make this welding more difficult than steel welding [11-17]. This is because to its precipitation hardening. Low specific density, strong strength [18-21], good mechanical and natural aging properties [19] of 7075 Al (Al-Zn-Mg-Cu) metal increases its use in the mentioned sectors [22-25].

Aluminum alloys are prone to structural deformation. Welding deformations, which is called hot cracking or hot tearing, are observed in various heat-treated aluminum [20]. In the heat treated 7xxx series aluminum; Alloys 7075, 7079 and 7078 can be welded. However, the heat affected zone: HAZ (Isıdan Etkilenmiş Bölge: IEB) of the material are more brittle than the other regions [23, 26-33]. Especially 7XXX series Aluminum is extremely sensitive to weld cracking due to the high amount of copper it contains [24]. Since the solidification temperature is low in this alloy and the melting range is wide [24,25], the difference in solidification rate at the material interface can cause cracks due to shrinkage stress. The way to prevent solidification cracking is to improve the grain structure of the fusion region.

7075 aluminum alloy is strengthened by precipitation hardening. The aim here is to increase its strength. The strength of this material is obtained by aging heat treatments such as T6. The material, which is taken into solution by heat treatments such as T6, is stress relieving with controlled amount of stretching and artificially or naturally aged and used [24,25]. Precipitation hardening causes the temperature of the alloy to be raised to the single-phase region where all the precipitates are dissolved [26-29]. To form a saturated solution in the alloy, a process called quenching is applied. Natural aging and artificial aging are observed at the temperature of the sediments. This may occur

slowly or rapidly. For example, the T6 temper condition is achieved by aging for 24 hours at 120 °C or 10 hours at 140 °C. [30-37]. A major challenge with this type of material is the availability of fusion welding, as the weld is susceptible to solidification cracking, porosity. Therefore, improved welding methods are desired at IEB [38 -40].

Laser beam welding is preferred because of its high thermal and electrical conductivity [41]. It is a IEB joining method for high speed and quality production in aluminum alloys. Some aluminum series have problems such as porosity due to solidification cracking [41,42].

TIG welding is one of the processes frequently used in industry to fuse the materials with high quality [43]. It allows to combine the metals with arc welding application. The material is welded by applying the heat of an electric arc between the tungsten sieve and metals [44,45].

FSW (Friction Stir Welding) friction heating interface deformation results in a junction formed by heat and solid-state diffusion [46,47].

The purpose of this review is to examine the applicability, limitations, advantages and disadvantages of laser beam. TIG welding applied to 7075 aluminum alloys, which are used in advanced technology systems where high strength aluminum is needed and draws conclusions about hardness, yield and tensile stresses.

2. MATERIALS AND METHODS

In this review, 8 different experiments were examined, the properties found in laser beam, TIG and FSW welding applied to 7075 Aluminum material are given in Table 1.

Table 1: Different types of welding methods applied to 7075 Al material.

No	Welding Method	Base Material	Results	Ref.
1	Laser Beam Base	*Aluminum 7075 *D6AC Structural Steel	The max tensile strength of the sample was measured as 94 MPa and the aluminum fusion line in the Steel/Aluminum joint was broken.	[2]
2	Laser Beam Base	*Al 7075-T6	A hardness of 125 HV was observed in the IEB.	[19]
3	Laser Beam and TIG Welding	*Al 7075-T6	The tensile strength of the welded joint was 365 MPa. Softening was observed according to the base material.	[52]
4	TIG Welding	*Al 7075	The highest tensile strength after the first welding cycle was measured as 176 MPa.	[49]
5	TIG Welding	*Aluminum 7075-T6	The yield strength of the welded part was measured as 200 MPa.	[53]
6	FSW	*Al 2024	The yield stress after welding was measured as 325MPa.	[48]
7	FSW	*Al 7075 *Al 7075-T651	Originating from each other AS 7075–RS 5083 tensile strength was measured as 367 MPa.	[50]
8	FSW	*Al 5083-H111 *Al AA7075-T651	The lowest hardness value in the microstructure was seen at 100 mm/min welding speed. Was seen on IEB at 106 HV.	[51]

Bao et al. [2], 7075 aluminum and D6AC alloy steel are used. Required laser power is 1.20 kW for welding. In steel/aluminum joints, the contact surfaces were milled. 396 W laser beam power and 650 mm/min welding speed parameters were taken for welding. Hayat [19] used 2 mm thick aluminum sheets in his study. It was carried out under a vacuum of 70 bar. The welding current was set to 20–25mA. 7075 weld specimen etched with Keller fluid. Hardness measurements was made in two sequential repetitions. First SEM, then EDS was used. The microstructure of stress was investigated. Song et al. [52] used 7075-T6 aluminum. Sample plates for welding have dimensions of 200 mm x 100 mm x 1 mm. 1.2 mm diameter welding wires were used as filler metal. 7075-T6 Al sheet was forehead welded on one side with one pass using the laser-TIG hybrid welding method. The micro hardness distribution was examined using a with a load of 300 g. Prathan et al. [49] used AA 7075 aluminum material in their studies. The size of the 6 mm thick sheet metal was 300 mm x 200 mm. TIG welding was performed after the sheet material was cut. They used nine base parameters in their experiments.

The diameter of the filler rod to be used during welding was measured as 2 mm. A total of 9 welds with double V forehead joints were prepared using TIG welding parameters. Welded at a current of 130 Amps at 15 L/min. After the Rockwell hardness test, tensile tests were performed on all welds. Temmar et al. [53] used 7075-T6 aluminum alloy in their studies. Welding was carried out at 100–140 Amps, 12.5 Volts and 12.7 mm/sec. They used argon gas as shielding gas. Aging process was carried out after welding. Hardness was measured with a Vickers micro hardness device under 500 g load. Investigations for surfaces such as IEB were made. Cavailere et al. [48] used the FSW welding method in their work. The boards were 2.5 mm thick. The welding tool was fixed clockwise to the rotating axle. Weld cross section was measured with an instrument with a load of 200 gf for 15 seconds. Tensile tests were performed to evaluate the static properties of welded joints. The mechanical results during fatigue fracture were analyzed with a microscopic view of the welded joints. In their study, according to Kalemba Rec et al. [50] performed friction stir welding of Al 7075-T651 and Al 5083-H111 alloys.

The test pieces were 200 x 75 x 6 mm and combined with two different forehead welds. Xu et al. In their work [51], 6 mm thick AA7075-T651 aluminum alloy rolled sheets were used for experiments. FSW was performed from 100 mm/min to 400 mm/min. It was carried out along the rolling direction with welding speeds. Sections of samples taken perpendicular to the base direction were used in microstructure studies. SEM was used for microstructural characterization analysis. Vickers micro hardness was measured at 1, 3 and 5 mm from the bottom surface of the samples using a computerized hardness tester with a load of 200 g and a loading time of 20 s.

3. FINDINGS AND DISCUSSION

3.1 Hardness Findings

The hardness results of the welding joint of the Al 7075 base material was given in Table 2. When the hardness results were examined, in study number 2 [19], it was found that the hardest region in the welded 7075 alloy joint was the phase region. For TIG welding, the hardness was measured as 175 HV. In study number 3 [52], the micro hardness gmicroradually increases with respect to the base material as one moves from the fusion zone towards the edge. HV hardness results were obtained from a

maximum distance of 2 mm from the center of the fusion zone. The hardness rised up to 150 HV. The hardness increased according to distance from the welding point and eventually reached the base material value (approximately 185 HV). In study 5 [53], the stiffness of the fusion zone was found to be a minimum of 84 HV near the weld centerline. It was observed that there was 95 HV near the border of the fusion zone, giving variable result. In study number 6 [48] the first observation was made at a 4 mm aperture from the IEB point. In this region, mostly parent material grains were observed. This region, in addition to corresponding to the heat affected region, infers that the hardness is lower than the base metal. The highest hardness was measured as 170 HV. In the study number 7 [50], 145 HV hardness was found for Al 7075 – 5083 weld. They measured 85 HV for AS 5083–RS 7075 welding. In addition, the highest hardness value was observed on the Al 7075 side (approximately 150 HV). It was observed that the hardness decreased in IEB for both welding tests. It is understood that when there is a 4 mm wide structure in the IEB region on the 7075 side of the weld and the hardness is reduced by approximately 25%. In study number 8 [51], welded at 100 mm/min. The hardness was found to be 106 HV. The hardness in IEB was lower than the different type of material applied to 7075 Aluminum material.

Table 2: Hardness results of different types of welding methods applied to 7075 aluminum material.

No	Welding Method	Base Material	Results	Ref.
2	Laser Beam Base	*Al 7075-T6	A hardness of 175 HV was observed in the IEB.	[19]
3	Laser Beam and TIG Hybrid Welding	*Al 7075-T6	It was observed that the micro hardness increased to 150 HV at a distance of IEB.	[52]
5	TIG Welding	*Al 7075-T6	It has been observed that there is 95 HV near the border of the fusion zone, giving variable results.	[53]
6	FSW	*Al 2024 *Al 7075	The highest hardness is 170 HV.	[48]
7	FSW	*Al 7075-T651 *Al 5083-H111	The highest hardness is 180 HV on the Aluminum 7075 side.	[50]
8	FSW	*Al AA7075- T651	The lowest hardness value in the microstructure was seen at 106 HV in the IEB.	[51]

3.2 Yield Stress Findings

The yield stress results of the weld joint made with Al 7075 were given in Table 3. When the yield stress was examined, in study number 2 [19], the yield strength at the weld at 20 mA was measured as 208 MPa. Material elongation varies between 6.7% and

11%. In study 5 [53], the yield strength of the non-welded part was measured to be 404 MPa, while the yield strength of the material after TIG welding was found to be 200 MPa. The yield of post-weld aged joints was measured as 216 MPa. Precipitate

formation was observed in the sample. It was examined that there was a 9% increase in strength in the connection. In study number 6 [48], the base strengths of 2024 and 7075 metals were measured as 380 MPa and 503 MPa, respectively, and the yield stress after welding was 325 MPa. Good ductility was observed at the joints of the piece. When the yield stress evaluated, it is said that the results were

at a good level. In study number 7 [50], the yield strength of the weld for AS 7075–RS 5083 was found to be 302 MPa with a standard deviation of 1.2%. For the AS 5083–RS 7075 sample, it was observed as 305 MPa. Fracture was observed in all samples where 5083 material was located.

Table 3: Yield stress results of different types of welding methods applied to 7075 aluminum material.

No	Welding Method	Base Material	Results	Ref.
2	Laser Beam Base	*Aluminum 7075-T6	Yield strength of 208 MPa at 20 mA was measured as 205 MPa at 25 mA.	[19]
5	TIG Welding	*Aluminum 7075-T6	The yield strength of the welded part was measured as 200 MPa.	[53]
6	FSW	*Aluminum 2024 *Aluminum 7075	The yield stress in the finished material after welding was measured as 325 MPa.	[48]
7	FSW	*Aluminum 7075-T651 *Al 5083-H111	In the AS 5083–RS 7075 specimen, the yield stress was observed as 305 MPa. The results for both samples are similar.	[50]

3.3 Tensile Stress Findings

The tensile stress results of the weld joint of Al 7075 base material was given in Table 4. When the tensile stress results are examined, it is observed that the tensile strength at 20 mA is 297 MPa in study number 2 [19]. In study number 3 [49], tensile strength was found to be 176 MPa. It understood that the maximum tensile strength increase was 183 MPa. In the study, in which 140 A and 17 L/min gas flow rate were included in the parameters, it was understood that it would give better tensile strength by narrowing the gap. In the experiment on 6 mm AA 7075 sheet material, it was observed that the gas flow rate and current made significant changes on the final tensile strength of the welds in TIG welding. In study number 4 [50], the tensile strength of the AS 7075–RS 5083 sample was found to be 367 MPa. The tensile strength of the other sample was 365 MPa with a standard deviation of 0.8%. It is concluded that the weld samples have an effect on the material composition but not the tensile properties. In study number 6 [52], the tensile strength of the piece after welding was measured as 365 MPa. It was published that the fusion region was the weakest region. It was observed that all welded regions were broken in this region. As a result of the study, it was examined that

the whole rolled joint has a relatively good deformability. In study number 5 [51], plastic deformation occurred in the IEB. In the study, the maximum tensile stress for aluminum 7075 material was measured as 585 MPa. The final tensile strength of the parts produced at each welding speed was observed as 515 MPa. In the study number 7 [2], in the welding process, the heat conduction and tensile deformation of the material was affected, leaving a large residual stress on the end joints. The maximum tensile strength of the attachment point was measured as 94 MPa. In the study number 8 [53], it was observed that after aging process welding was applied to the material due to increase the tensile strength in the weld composition region. It also showed that the fusion zone of the weld of the 7075 aluminum alloy has a significant effect on reducing the impact energy. On welded 7075 aluminum sample, micro cracks are visible. It is published that this condition causes low tensile strength. The tensile strength of the welded part is 508 MPa. The tensile strength in the IEB region after welding found as 248 MPa with 9% elongation.

Table 4: Tensile stress results in different types of welding methods applied to 7075 aluminum material.

No	Welding Method	Base Material	Results	Ref.
1	Laser Beam Base	*Aluminum 7075 *D6AC Structural Steel	Max tensile strength was preferred as 94 MPa.	[2]
2	Laser Beam Base	*Aluminum 7075-T6	The tensile strength of welding at 20 mA was found to be 297 MPa, and at 25 mA it was found to be 256 MPa.	[19]
3	Laser Beam and TIG Hybrid Welding	*Aluminum 7075-T6	The strength of the sample after processing is 365 MPa. Softening was observed according to the base material.	[52]
4	TIG Welding	*Aluminum 7075	The highest tensile strength after the first welding cycle was measured as 176 MPa.	[49]
5	TIG Welding	*Aluminum 7075-T6	After welding, the tensile strength of the finished piece was found 248 MPa with an elongation of 9%	[53]
7	FSW	*Aluminum 7075-T651 *RS 5083-H111	Originating from each other AS 7075-RS 5083 tensile strength was measured as 367 MPa.	[50]
8	FSW	*Aluminum AA7075- T651	The tensile strength is 515 MPa.	[51]

3.4 Other Findings and Discussion

When the other findings of the welding joint made to the Al 7075 base material were examined, it is published. In study number 1 [2], max tensile strength was preferred as 94 MPa. In the heat affected area while the aluminum side is in dendrite structure with dense distribution, on the steel side, a structure consisting of coarse austenite grains is among the findings. In study number 2 [19], deposited phase formations were observed in the base area. When SEM images examined, the fusion region consists of thinner grains than the IES region. Average grain size varies between 5-48 microns. In addition, precipitation in the material can cause cracks in the fusion zone. In study 3 [52], it is observed that after rolling, the density increases in the IEB and phase region, respectively, in the laser-TIG hybrid welded joint. Four regions with distinctive microstructural features were seen after laser-TIG hybrid welding. Due to rapid heating and cooling production techniques, unstable crystalline microstructures are seen in the sample. This crystal structure was observed throughout the heat dissipation region. No significant structural changes were seen in the IES and fusion site. The coarse sedimented phases in this region were dispersed within the surface. In the study number 4 [49] that the presence of the FSW welding line reduces the fatigue behavior of the material. In study 5 [53], it was found that the reinforcement behavior of TIG welding in the IEB was related to the balance of the dissolution, reversal and precipitation processes throughout the IEB. However, it was understood that this situation will

only occur when it is compared with the main material study number 7 [50], it was seen that the yield of the tensile strength of the weld is above 100% even in soft alloys (5083). In study number 8 [51], 15.9% elongation at break was observed for the base material. The long holding time and high temperature reached during FSW resulted in larger grains and intermetallic particles.

4. CONCLUSION

In this study, the mechanical and microstructure properties of the materials containing 7075 Aluminum metal when combined with laser, TIG and FSW welding methods were investigated. Obtained results were given below:

- The highest tensile strength is seen in study 5 using FSW welding. It is understood that the ultimate tensile strength is 515 MPa.
- It is seen that the aging treatments is applied to aluminum 7075 after FSW welding increase the hardness in the weld zone.
- In the examined welding methods, it is seen that the area under the influence of heat (IEB) is between 1.5 mm and 4 mm. It is examined for laser welding between 1.5 mm and 3 mm, for TIG welding between 2 mm and 4 mm, and for FSW welding between 2.5 mm and 4 mm.
- It is seen that the phase densities increase due to sudden temperature changes at the IEB.

- In TIG welding, when the gas flow rate and current increases, the final tensile strength of the weld increases.

5. REFERENCES

- [1] D. Bakavos, P.B. Prangnell, Mechanisms of joint and microstructure formation in high power ultrasonic spot welding 6111 aluminium automotive sheet, *Mater. Sci. Eng. A* 527 (23) (2012) 6320–6334, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.06.038>.
- [2] Bao, Y., Zhou, J., Zhang, Y., Xu, Y., & Liu, H. (2021). Microstructural and mechanical characteristics of direct laser welding 7075 super hard aluminum alloy/D6AC ultra-high strength alloy structural steel. *Materials Letters*, 287, 129312.
- [3] Georgantzia, E., Gkantou, M., & Kamaris, G. S. (2021). Aluminium alloys as structural material: A review of research. *Engineering Structures*, 227, 111372.
- [4] Yildiz, D. E., Kocyigit, A., Erdal, M. O., & Yildirim, M. (2021). Dielectric characterization of Al/PCBM: ZnO/p-Si structures for wide-range frequency. *Bulletin of Materials Science*, 44(1), 1-7.
- [5] Salur, E., Acarer, M. & Nazik, C. (2021). Mekanik Alaşım Suresinin Toz Metalurjisi ile Üretilen AA7075 Matrisli Nanokompozit Malzemelerinin Sertliklerine Etkisi . *Journal of the Institute of Science and Technology* , 11 (3) , 2218-2231 . DOI: 10.21597/jist.829529
- [6] Seymen, Y. (2009). Alüminyum (Al7075) Elmas Benzeri Karbon (Dlc) kaplanmış Parmak Freze ile işlenmesinin Deneysel İncelenmesi (Doctoral dissertation, Marmara Üniversitesi (Turkey)).
- [7] Tokatlı, M., Saydam, F. , Hal, M., Koşatepe, A. , Çolak, M. & Yüksel, Ç. (2022). Alüminyum Alaşımlarının Dökümünde Yaygınca Kullanılan Sıvı Metal Temizleme Yöntemlerinin İncelenmesi . *Journal of the Institute of Science and Technology* , 12 (1) , 423-434 . DOI: 10.21597/jist.940414
- [8] Çevik, B., Özçatalbaş, Y., & Uygur, İ. (2012). 7075 Alüminyum Alaşımının Sürtünme Karıştırma Kaynağı ile Birleştirilmesi. In *International Conference on Welding Technologies* (pp. 369-376).
- [9] Niu, P. L., Li, W. Y., Li, N., Xu, Y. X., & Chen, D. L. (2019). Exfoliation corrosion of friction stir welded dissimilar 2024-to-7075 aluminum alloys. *Materials Characterization*, 147, 93-100.
- [10] Anton Savio Lewise, K., Raja Dhas, J. E., & Pandiyarajan, R. (2022). Optimising aluminium 2024/7075 friction stir welded joints. *Advances in Materials and Processing Technologies*, 1-19.
- [11] Langebeck, A., Bohlen, A., Freisse, H., & Vollertsen, F. (2020). Additive manufacturing with the lightweight material aluminium alloy EN AW-7075. *Welding in the World*, 64(3), 429-436.
- [12] Imran, M., & Khan, A. A. (2019). Characterization of Al-7075 metal matrix composites: a review. *Journal of Materials Research and Technology*, 8(3), 3347-3356.
- [13] Sajadifar, S. V., Moeini, G., Scharifi, E., Lauhoff, C., Böhm, S., & Niendorf, T. (2019). On the effect of quenching on postweld heat treatment of friction-stir-welded aluminum 7075 alloy. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 28(8), 5255-5265.
- [14] Niu, P., Li, W., Yang, C., Chen, Y., & Chen, D. (2022). Low cycle fatigue properties of friction stir welded dissimilar 2024-to-7075 aluminum alloy joints. *Materials Science and Engineering: A*, 832, 142423.
- [15] Singh, K., Singh, H., Vardhan, S., & Mohan, S. (2021). Mechanical study of Al 7050 and Al 7075 based metal matrix composites: a review. *Materials Today: Proceedings*, 43, 673-677.
- [16] Arcieri, E. V., Baragetti, S., & Borzini, E. (2018). Bending fatigue behavior of 7075-aluminum alloy. In *Key Engineering Materials* (Vol. 774, pp. 1-6). Trans Tech Publications Ltd.
- [17] Akkurt, O., Altıntaş, A., Çavdar, P., & Çavdar, U. Effect on the Mechanical Properties of Sintering Process of Aluminium Alloys. *International Scientific and Vocational Studies Journal*, 3(2), 85-91.
- [18] Gökozan, H., Çavdar, P. S., Soy, G., & Çavdar, U. (2019). Analysis of artificial aging with induction and energy costs of 6082 Al and 7075 Al materials. *Rev. Metal*, 55(1), e137.
- [19] Hayat, F. (2022). Electron beam welding of 7075 aluminum alloy: Microstructure and fracture properties. *Engineering Science and Technology, an International Journal*, 34, 101093.
- [20] Hatamleh, O., Singh, P.M., Garmestani, H., "Corrosion susceptibility of peened friction stir

- welded 7075 aluminum alloy joints”, Corrosion Science, (51), 135-143, (2009).
- [21] Sardar, S., Karmakar, S. K., & Das, D. (2018). High stress abrasive wear characteristics of Al 7075 alloy and 7075/Al₂O₃ composite. *Measurement*, 127, 42-62.
- [22] Czerwinski, F. (2020). Thermal stability of aluminum alloys. *Materials*, 13(15), 3441.
- [23] Akça, H. (2006). TIG yöntemiyle kaynak edilen alüminyum ve alaşımlarının mikroyapı ve mekanik özelliklerinin incelenmesi (Doctoral dissertation, Marmara Üniversitesi (Turkey)).
- [24] Weman, K. (2011). *Welding processes handbook*. Elsevier.
- [25] Kara, R. , Yıldırım, G. , Çolak, F. & Tınas, M. (2017). TIG ve Elektrik Ark Kaynağı ile Birleştirilen Alüminyum Plakaların Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi . *El-Cezeri* , 4 (2) , 274-281 . DOI: 10.31202/ecjse.318221.
- [26] Manladan, S. M., Yusof, F., Ramesh, S., Fadzil, M., Luo, Z., & Ao, S. (2017). A review on resistance spot welding of aluminum alloys. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 90(1), 605-634.
- [27] Mishra, A. (2020). Machine learning approach for defects identification in dissimilar friction stir welded aluminium alloys AA 7075-AA 1100 joints. *Journal of Aircraft and Spacecraft Technology*, 4(1), 88-95.
- [28] Kumar, K. S., Karthikeyan, S., & Rahesh, R. G. (2020). Experimental investigation of wear characteristics of aluminium metal matrix composites. *Materials Today: Proceedings*, 33, 3139-3142.
- [29] Mehdi, H., & Mishra, R. S. (2019). Study of the influence of friction stir processing on tungsten inert gas welding of different aluminum alloy. *SN Applied Sciences*, 1(7), 1-11.
- [30] Mehdi, H., & Mishra, R. S. (2021). Effect of friction stir processing on mechanical properties and heat transfer of TIG welded joint of AA6061 and AA7075. *Defence Technology*, 17(3), 715-727.
- [31] Kubit, A., Wydrzynski, D., & Trzepiecinski, T. (2018). Refill friction stir spot welding of 7075-T6 aluminium alloy single-lap joints with polymer sealant interlayer. *Composite Structures*, 201, 389-397.
- [32] Mohammed, S. M. A. K., Jaya, Y. D., Albedah, A., Jiang, X. Q., Li, D. Y., & Chen, D. L. (2020). Ultrasonic spot welding of a clad 7075 aluminum alloy: Strength and fatigue life. *International Journal of Fatigue*, 141, 105869.
- [33] Naafila, A., Purnowidodo, A., & Setyarini, P. H. (2019). Pengaruh waktu solution treatment terhadap kekuatan tarik aluminium paduan AA 7075-T6. *Prosiding Seniati*, 215-220.
- [34] Evdokimov, A., Springer, K., Doynov, N., Ossenbrink, R., & Michailov, V. (2017). Heat source model for laser beam welding of steel-aluminum lap joints. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 93(1), 709-716.
- [35] Sato, Y. S., Kokawa, H., Enomoto, M., & Jogan, S. (1999). Microstructural evolution of 6063 aluminum during friction-stir welding. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 30(9), 2429-2437.
- [36] İpekoğlu, G. (2011). Kaynak sonrası ısıl işlemin sürtünme karıştırma kaynaklı AA6061 ve AA7075 alüminyum alaşımı levhalarda içyapı ve mekanik özelliklere etkisinin incelenmesi.
- [37] Temmar, M., Hadji, M., & Sahraoui, T. (2011). Effect of post-weld aging treatment on mechanical properties of Tungsten Inert Gas welded low thickness 7075 aluminium alloy joints. *Materials & Design*, 32(6), 3532-3536.
- [38] Sreenivasan, K. S., Kumar, S. S., & Katiravan, J. (2019). Genetic algorithm based optimization of friction welding process parameters on AA7075-SiC composite. *Engineering Science and Technology, an International Journal*, 22(4), 1136-1148.
- [39] Abolusoro, O. P., & Akinlabi, E. T. (2020). Effects of processing parameters on mechanical, material flow and wear behaviour of friction stir welded 6101-T6 and 7075-T651 aluminium alloys. *Manufacturing Review*, 7, 1.
- [40] Haghshenas, M., & Gerlich, A. P. (2018). Joining of automotive sheet materials by friction-based welding methods: A review. *Engineering science and technology, an international journal*, 21(1), 130-148.
- [41] Pakdil, M., Çam, G., Koçak, M., & Erim, S. (2011). Microstructural and mechanical characterization of laser beam welded AA6056 Al-alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 528(24), 7350-7356.
- [42] Li, S., Xu, W., Xiao, G., & Chen, B. (2018). Weld formation in laser hot-wire welding of 7075 aluminum alloy. *Metals*, 8(11), 909.

- [43] Kumar, K., Kumar, C. S., Masanta, M., & Pradhan, S. (2022). A review on TIG welding technology variants and its effect on weld geometry. *Materials Today: Proceedings*, 50, 999-1004.
- [44] Bhatt, H. (2018). Study of Effect of Process Parameters of Welding during TIG welding of AA 7075 and its optimization. *Int. J. Appl. Eng. Res*, 13(12), 10658-10663.
- [45] Bindu, A. H., Chaitanya, B. S. K., Ajay, K., & Sudhakar, I. (2020). Investigation on feasibility of dissimilar welding of AA2124 and AA7075 aluminium alloy using tungsten inert gas welding. *Materials Today: Proceedings*, 26, 2283-2288.
- [46] Rhodes, C. G., Mahoney, M. W., Bingel, W. H., Spurling, R. A., & Bampton, C. C. (1997). Effects of friction stir welding on microstructure of 7075 aluminum. *Scripta materialia*, 36(1), 69-75.
- [47] Kawashima, T., Sano, T., Hirose, A., Tsutsumi, S., Masaki, K., Arakawa, K., & Hori, H. (2018). Femtosecond laser peening of friction stir welded 7075-T73 aluminum alloys. *Journal of Materials Processing Technology*, 262, 111-122.
- [48] Cavaliere, P., Nobile, R., Panella, F. W., & Squillace, A. (2006). Mechanical and microstructural behaviour of 2024–7075 aluminium alloy sheets joined by friction stir welding. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 46(6), 588-594.
- [49] Pradhan, P. K., & Punyakanti, S. (2019). Study the effect of welding parameters during tig welding of aluminum plate and its optimization. *International Journal of Engineering and Management Research*, 9.
- [50] Kalembe-Rec, I., Hamilton, C., Kopyściański, M., Miara, D., & Krasnowski, K. (2017). Microstructure and mechanical properties of friction stir welded 5083 and 7075 aluminum alloys. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 26(3), 1032-1043.
- [51] Xu, W., Li, Z., & Sun, X. (2017). Effect of welding speed on mechanical properties and the strain-hardening behavior of friction stir welded 7075 aluminum alloy joints. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 26(4), 1938-1946.
- [52] Song, G., Wang, Z., Liu, Z., & Liu, L. (2022). Effect of partial rolling on the microstructure and mechanical properties of laser-TIG hybrid welded joints of 7075-T6 aluminum alloy. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 1-11.

