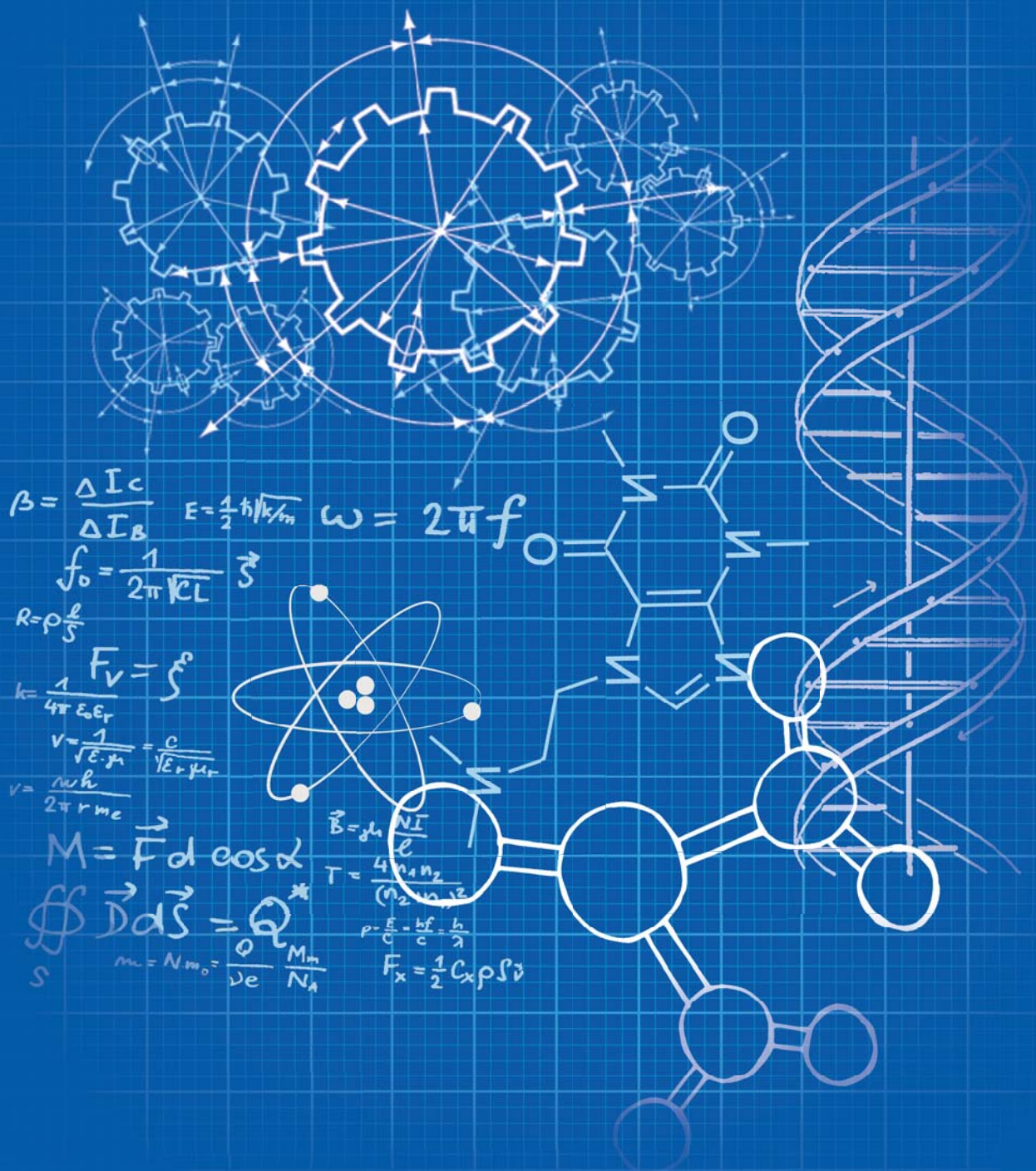




JIENS

Journal of Innovative Engineering and Natural Science

Yenilikçi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Dergisi



$$\beta = \frac{\Delta I_C}{\Delta I_B} \quad E = \frac{1}{2} h \nu / k/m \quad \omega = 2\pi f$$

$$f_0 = \frac{1}{2\pi \sqrt{LC}} \quad \vec{S}$$

$$R = \rho \frac{l}{S}$$

$$k = \frac{1}{4\pi \epsilon_0 \epsilon_r} F_V = \int$$

$$v = \frac{1}{\sqrt{\epsilon_r \mu_r}} = \frac{c}{\sqrt{\epsilon_r \mu_r}}$$

$$v = \frac{nh}{2\pi r m_e}$$

$$M = F d \cos \alpha$$

$$\oint_S \vec{D} \cdot d\vec{S} = Q$$

$$m = N m_0 = \frac{Q}{ve} \frac{M_m}{N_A}$$

$$\vec{B} = \mu_0 \frac{NI}{l}$$

$$T = \frac{4\pi n_1 n_2}{(n_2 - n_1)^2}$$

$$p = \frac{E}{c} = \frac{hf}{c} = \frac{h}{\lambda}$$

$$F_x = \frac{1}{2} C_x \rho S \dot{v}$$

**JOURNAL OF INNOVATIVE ENGINEERING
AND NATURAL SCIENCE**

**YENİLİKÇİ MÜHENDİSLİK VE DOĞA BİLİMLERİ
DERGİSİ**

e-ISSN: 2791-7630

Yalova – Turkey

<i>Year / Yıl</i>	<i>Volume / Cilt</i>	<i>Issue / Sayı</i>
2024	4	1



JIENS

Journal of Innovative Engineering and Natural Science
Yenilikçi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Dergisi

Journal Cover Design / Dergi Kapak Tasarımı: İdris Karagöz

Journal Cover Artwork / Dergi Kapak Resmi: Fatma Aleyna Ceylan



Journal of Innovative Engineering and Natural Science

(Yenilikçi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Dergisi)

journal homepage: <https://jiens.org>



Product Information / Ürün Bilgisi

Publisher
Yayıncı

İdris Karagöz

Owner
Sahibi

İdris Karagöz

Editor-in-Chief
Baş Editör

İdris Karagöz

Publishing Manager
Sorumlu Yazı İşleri Müdürü

İdris Karagöz

e-ISSN Number
e-ISSN Numarası

2791-7630

Web Page
Web Sayfası

<https://jiens.org>

Date of Online Publication
Online Basım Tarihi

31.01.2024

Language
Dili

English / Turkish
İngilizce / Türkçe

Frequency
Yayın Aralığı

Published two times in a year
Yılda iki kere yayınlanır

Type of Publication
Yayın Türü

Periodical
Sürelî yayın

Abstracted and indexed in
Tarandığı ve Özetlendiği Dizinler

Telephone
Telefon

+90 (226) 815 61 81

Fax
Faks

+90 (226) 815 54 00

E-mail
E-posta

jiens@jiens.org

Correspondence Address
Yazışma Adresi

Yalova University Faculty of Engineering, Yalova University
Central Campus, On the Çınarcık Road 77200 Yalova, Turkey

Yalova Üniversitesi Mühendislik Fakültesi, Yalova Üniversitesi
Merkez Yerleşkesi, Çınarcık Yolu Üzeri 77200 Yalova, Türkiye



Journal of Innovative Engineering and Natural Science

(Yenilikçi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Dergisi)

journal homepage: <https://jiens.org>



Editor-in-Chief / Baş Editör

Assoc. Prof. Dr. İdris Karagöz (Yalova University, Turkey)

Associate Editors / Yardımcı Editörler

Prof. Dr. Mohammad Jawaid (Universiti Putra Malaysia, Malaysia)

Prof. Dr. Zakaria Boumerzoug (University of Biskra, Algeria)

Prof. Dr. Gürel Çam (İskenderun Technical University, Turkey)

Prof. Dr. Emel Taban (Kocaeli University, Turkey)

Prof. Dr. Mehmet Özgür Seydibeyoğlu (İzmir Katip Çelebi University, Turkey)

Prof. Dr. Yahya Bozkurt (Marmara University, Turkey)

Prof. Dr. Ayşe Bedeloğlu (Bursa Technical University, Turkey)

Assoc. Prof. Dr. Ilda Kazani (Polytechnic University of Tirana, Albania)

Assoc. Prof. Dr. Yasemin Balçık Tamer (Yalova University, Turkey)

Language Editors / Dil Editörleri

Prof. Dr. Hamit Özkan Gülsoy (Marmara University, Turkey)

Prof. Dr. Sinan Şen (Yalova University, Turkey)

Prof. Dr. Gökhan Temel (Yalova University, Turkey)

Assoc. Prof. Dr. Gökhan Açık (Trakya University, Turkey)

Asst. Prof. Dr. Seda Bekin Açar (Yalova University, Turkey)

Editorial Board / Alan Editörleri ve Yayın Kurulu

Prof. Dr. Ramzi Khiari (Université Grenoble Alpes, France)

Prof. Dr. Islam Shyha (Edinburgh Napier University, United Kingdom)

Prof. Dr. Mohamed Mahmoud Nasef (University of Technology Malaysia, Malaysia)

Prof. Dr. Kulathuier Seshan (University of Twente, Netherlands)

Prof. Dr. Edin Dolićanin (State University of Novi Pazar, Serbia)



Journal of Innovative Engineering and Natural Science

(Yenilikçi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Dergisi)

journal homepage: <https://jiens.org>



- Prof. Dr. Sinan Şen (Yalova University, Turkey)
- Prof. Dr. Uğur Özserağ (Sakarya University of Applied Sciences, Turkey)
- Prof. Dr. Mehmet Özgür Seydibeyoğlu (İzmir Katip Çelebi University, Turkey)
- Prof. Dr. İsmail Gökhan Temel (Yalova University, Turkey)
- Prof. Dr. Salih Yazıcıoğlu (Gazi University, Turkey)
- Prof. Dr. Melda Altıkatoğlu Yapaöz (Yıldız Technical University, Turkey)
- Prof. Dr. Figen Beyhan (Gazi University, Turkey)
- Prof. Dr. Naci Genç (Hoca Ahmet Yesevi International Turkish-Kazakh University, Kazakhstan)
- Prof. Dr. Eyüp Debik (Yıldız Technical University, Turkey)
- Prof. Dr. Barbaros Nalbantoğlu (Yıldız Technical University, Turkey)
- Prof. Dr. Mustafa Yavuz (Süleyman Demirel University, Turkey)
- Prof. Dr. Oğuzhan Gündüz (Marmara University, Turkey)
- Prof. Dr. Tefvik Küçükömeroğlu (Karadeniz Technical University, Turkey)
- Assoc. Prof. Dr. Ilda Kazani (Polytechnic University of Tirana, Albania)
- Assoc. Prof. Dr. Stanislav Roshchupkin (Sevastopol State University, Sevastopol)
- Assoc. Prof. Dr. Mustafa Çakır (Marmara University, Turkey)
- Assoc. Prof. Dr. Halil İbrahim Kurt (Samsun University, Turkey)
- Assoc. Prof. Dr. İsrail Küçük (Gebze Technical University, Turkey)
- Assoc. Prof. Dr. Mehmet Büyükyıldız (Bursa Technical University, Turkey)
- Assoc. Prof. Dr. Yeşim Müge Şahin (Arel University, Turkey)
- Assoc. Prof. Dr. İlyas Kartal (Marmara University, Turkey)
- Assoc. Prof. Dr. Mahmut Yıldız (Gebze Teknik University, Turkey)
- Assoc. Prof. Dr. Turgut Ak (National Defence University, Turkey)
- Assoc. Prof. Dr. Mustafa Gürbüz (Ağrı İbrahim Çeçen University, Turkey)
- Assoc. Prof. Dr. Gökhan Açıık (Trakya University, Turkey)
- Assoc. Prof. Dr. Mehmet Arif Kaya (Yalova University, Turkey)



Journal of Innovative Engineering and Natural Science

(Yenilikçi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Dergisi)

journal homepage: <https://jiens.org>



Assoc. Prof. Dr. Mithat Çelebi (Yalova University, Turkey)

Assoc. Prof. Dr. Fuat Kosanoğlu (İstanbul Technical University, Turkey)

Asst. Prof. Dr. Hayri Sezer (Georgia Southern University, USA)

Asst. Prof. Dr. Mehmet Berat Taşkın (University of Würzburg, Germany)

Asst. Prof. Dr. Mehmet Ertem (American University of Sharjah, United Arab Emirates)

Assist. Engineer Dr. Tai-Cheng Chen (Institute of Nuclear Energy Research, Taiwan)

Asst. Prof. Dr. Ömer Yunus Gümüş (Bursa Technical University, Turkey)

Asst. Prof. Dr. Uğur Gürol (Istanbul Gedik University, Turkey)

Lecturer Dr. Raheem Al-Sabur (University of Basrah, Iraq)

Advisory Board / Danışma Kurulu

Prof. Dr. Seeram Ramakrishna (National University of Singapore, Singapore)

Prof. Dr. Serdar Salman (National Defence University, Turkey)

Prof. Dr. Fehim Fındık (Sakarya University of Applied Sciences, Turkey)

Prof. Dr. Nizamettin Kahraman (Karabük University, Turkey)

Secretary / Sekreter

Aysu Çavuşoğlu (Institute of Graduate Studies, Yalova University, Türkiye)



Journal of Innovative Engineering and Natural Science

(Yenilikçi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Dergisi)

journal homepage: <https://jiens.org>



From the Editors

Dear Readers,

We are delighted to announce an exciting development in this new issue of our journal. JIENS has been accepted by the prestigious Index Copernicus index, holding a significant position among international indices outside SCI and SCI-Expanded, in October 2023. This acceptance will facilitate the exposure of valuable articles in the journal to a broader global readership, resulting in increased citations. The Index Copernicus Value (ICV) for JIENS was calculated at 69.43 in 2022, further strengthening our journal's standing in the academic world.

Furthermore, our journal's infrastructure has undergone a significant transformation as we transitioned to the DergiPark system. This new system will enable us to manage article submission and peer-review processes more efficiently and transparently. DergiPark, an innovative and user-friendly platform, will provide a more accessible experience for our esteemed authors and reviewers.

We extend our sincere thanks to the entire editorial team, authors, and reviewers who contributed to achieving these successes. With your contributions, our journal will continue to hold a prominent position in the scientific world.

As we pursue our mission to enhance the quality and publication standards of our journal, we aim to bring you even more valuable scientific content in the upcoming issues. We appreciate your participation, interest, and support.

Best regards,

İdris Karagöz



Journal of Innovative Engineering and Natural Science

(Yenilikçi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Dergisi)

journal homepage: <https://jiens.org>



Editörden

Değerli Okuyucularımız,

Dergimizin bu yeni sayısında sizlere heyecan verici bir gelişmeyi duyurmaktan mutluluk duyuyoruz. JIENS, 2023 yılı Ekim ayında yurtdışında, SCI ve SCI-Expanded dışındaki uluslararası indeksler arasında önemli bir konuma sahip olan prestijli Index Copernicus dizini tarafından kabul edildi. Bu kabul, dergide yer alan değerli makalelerin global düzeyde daha geniş bir okuyucu kitlesiyle buluşmasını ve daha fazla atıf almasını sağlayacak. JIENS'in Index Copernicus Value (ICV) değeri 2022 yılında 69.43 olarak hesaplandı. Bu, dergimizin akademik dünyadaki konumunu daha da güçlendirdiğimizin bir göstergesidir.

Ayrıca, dergimizin alt yapısı önemli bir değişim geçirerek DergiPark sistemine taşınmıştır. Bu yeni sistem sayesinde makale kabulü ve hakemlik süreçlerimizi daha etkin ve şeffaf bir şekilde yönetebileceğiz. Yenilikçi ve kullanıcı dostu bir platform olan DergiPark, siz değerli yazarlarımız ve hakemlerimiz için daha kolay ve erişilebilir bir deneyim sunacaktır.

Bu başarıların elde edilmesinde emeği geçen tüm dergi ekibimize, yazarlarımıza ve hakemlerimize içten teşekkürlerimizi sunuyoruz. Sizlerin katkılarıyla dergimiz, bilimsel dünyadaki etkisini artırarak önemli bir konumda yer almaya devam edecektir.

Dergimizin kalitesini ve yayın standartlarını daha da yükseltme misyonumuzu sürdürerek, gelecek sayılarda da sizlerle birlikte daha değerli bilimsel içeriklere ulaşmayı hedefliyoruz. Katılımınız, ilginiz ve destekleriniz için teşekkür ederiz.

Saygılarımızla,

İdris Karagöz

CONTENTS / İÇİNDEKİLER

Original Paper Araştırma Makalesi	Halil İbrahim Turgut Begüm Selçuk Elgün Özlem Yazar	1-17	Wash fastness properties of pre-mordanting cotton fabrics dyed with natural dyes
Original Paper Araştırma Makalesi	Leyla Arslan Harun Özbay	18-37	Design of a high-efficiency battery charging system based on MPPT for electric vehicles <i>Elektrikli araçlar için MPPT tabanlı yüksek verimli batarya şarj sistemi tasarımı</i>
Original Paper Araştırma Makalesi	Aslı Balçak Girgin Yusuf Ulcay	38-58	The current status of the Turkish textile and apparel sector's innovation system <i>Türk tekstil ve hazır giyim sektörü inovasyon sisteminin güncel durumu</i>
Original Paper Araştırma Makalesi	Mehmet Selçuk Mert Hande Hatice Mert Sude Yıldız Fikret Yüksel	59-72	Preparation of oleic acid/starch/graphite based composite phase change materials and investigation of their thermal properties <i>Oleik asit/nişasta/grafit temelli kompozit faz değiştiren malzemelerin hazırlanması ve ısıl özelliklerinin incelenmesi</i>
Original Paper Araştırma Makalesi	Onur Öztürk Adnan Öner	73-83	Investigation of the use of sulfur polymer concrete in paving stone production <i>Parke taşı üretiminde kükürt polimer beton kullanımının araştırılması</i>
Original Paper Araştırma Makalesi	Dilek Gündüz Ezgi Bayrakdar Ateş	84-97	Catching the biogas opportunity: Determining the animal waste-based biogas potential and environmental effects for Sırnak

CONTENTS / İÇİNDEKİLER

Original Paper Araştırma Makalesi	Rabia Caran Ayten Yüksel Necati Ercan Doruk Erdem Yunus Ayşe Çelik Bedeloğlu	98-112	The flexural and compressive properties of sandwich composites with different 3D-printed core structures
Original Paper Araştırma Makalesi	Mehmet Ertem İlker Özçelik	113-125	Risk analysis of cyber networks: a quantitative approach based on attack-defense trees <i>Siber ağların risk analizi: Saldırı-savunma ağaçlarıyla temellendirilmiş niceliksel bir yaklaşım</i>
Original Paper Araştırma Makalesi	Onur Divan Ferhat Yıldırım Volkan EskiZeybek	126-137	Carbon nanotube reinforced LDPE/SAN thermoplastic nanocomposites: thermo-mechanical and electromagnetic interference shielding properties
Original Paper Araştırma Makalesi	Adem Tuncer	138-146	Path planning of autonomous mobile robots based on Voronoi diagram and ant colony optimization
Original Paper Araştırma Makalesi	Bekir Çevik	147-161	Effect of post-welding cooling regime on mechanical and microstructure properties of 30MnB5 boron steel used in agricultural mechanisation <i>Tarımsal mekanizasyonda kullanılan 30MnB5 bor çeliğinin kaynak sonrası soğutma rejiminin mekanik ve mikroyapı özelliklerine etkisi</i>
Original Paper Araştırma Makalesi	Ömer Faruk Ünsal Ayşe Çelik Bedeloğlu	162-174	Strategic Solvent System Tuning for the Development of PVDF and TPU Nanofibers

CONTENTS / İÇİNDEKİLER

Original Paper Araştırma Makalesi	Kürşat Uygur Altun Ercan Çağlar Yusuf Ayan Nizamettin Kahraman	175-187	Investigation of the mechanical properties of cylindrical part produced by wire arc additive manufacturing method using SG2 low alloy filler metal <i>SG2 düşük alaşımlı ilave metal kullanılarak tel ark eklemeli imalat yöntemi ile üretilen silindirik parçanın mekanik özelliklerinin araştırılması</i>
Original Paper Araştırma Makalesi	İsmail Borozan	188-197	Piezoelectric performance of co-axial electrospun PVDF/TPU nanofiber mats
Original Paper Araştırma Makalesi	Mirali Nuraliyev Mehmet Akif Dünder	198-219	Determination of optimal cross-section dimensions of rectangular hollow sections under oblique bending: analytical and numerical study
Original Paper Araştırma Makalesi	Ali Toptaş Ali Kılıç Ali Demir	220-231	Enhancing filtration performance with layered and bimodal nanofiber structures
Original Paper Araştırma Makalesi	Alperen Doğru Özlem Doğru Mehmet Özgür Seydibeyoğlu	232-244	Examination and improvement of direction-dependent surface properties in composite structures produced by the fused deposition modelling method
Original Paper Araştırma Makalesi	Mehmet Ertem Civki M. Bier	245-262	Optimal defense strategies against intelligent cyber attacks



Original Paper

**Journal of Innovative Engineering
and Natural Science**

(Yenilikçi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Dergisi)

journal homepage: <https://jiens.org>

Wash fastness properties of pre-mordanting cotton fabrics dyed with natural dyes

H.Ibrahim Turgut^{a,*}, Begum Selcuk Elgun^a and Ozlem Yazar^a^aHarpur Tekstil San. ve Tic. A.Ş.-R&D Center, Bursa and 16140, Türkiye.

ARTICLE INFO

Article history:

Received 12 May 2023

Received in revised form 22 June 2023

Accepted 8 August 2023

Available online

Keywords:

Cotton fabric

Natural dyes

Sustainability

Mordant

Dyeing

ABSTRACT

With the awareness of the negative effects of synthetic products on the environment and human health, there is a global search for environmentally, friendly and sustainable consumer products with natural dyes. The concept of naturalness gains importance for textile products that are in direct contact with human body. Therefore, dyeing process of cellulosic based fabrics in different colours with natural dyes has been developed. In this study, cotton fabrics were dyed in different colours at 1% and 3% concentrations by pre-mordanting with a cationic mordanting agent, and the washing fastness of the fabrics was tested. Before dyeing the fabrics were pre-treated and made sustainable for dyeing. Tube dyeing was performed with five different commercial natural dyes at different concentrations using the HT dyeing technique. Cotton fabrics structures in different colours were obtained by using a thickening agent in dyeing and a colour chart that could be presented to the market was created. In the studies carried out, it was observed that the fastness results were quite good in the acceptable value range (3-5), although there were dyeing defect, especially in dark dyed fabrics. It was determined that the prepared dyes should be filtered in order to minimize the dyeing defect.

I. INTRODUCTION

With the industrialization in the world, textile and ready-made clothing sectors have started to develop. In the 22nd century, it has come to the fore to take measures that affect the ecological balance and prevent its deterioration in all kinds of industrial applications. The issue of environmentally friendly textile production plays a major role in guiding the future of the textile industry. It is necessary to pay attention to the damage caused to the environment as a result of the raw materials used the recycling of the product and the production of the product [1].

The rapid population growth has led to a decrease in natural resources and the concept of sustainability has begun to be talked about as a result of the fact that human needs have become unmet. On the one hand, the increase in people's demand for water, energy, food and space, on the other hand, global population growth, climate change, the spread of urbanization and excessive industrialization as a result of water, energy, etc. resulted in resource scarcity and increased concerns about the sustainability of natural resources [2]. Accordingly, as in many sectors, the search for increasing sustainability in the textile field has emerged and increased.

Textile wet processes generally include pre-treatment (cleaning, bleaching), dyeing, printing and finishing. Many chemicals are used in these process steps and a large amount of wastewater is discharged. Therefore, some

*Corresponding author. Tel.: +90-551-245-0061; e-mail: halil.turgut@harpurholding.com

environmentally friendly methods (foam and supercritical carbon dioxide dyeing, natural dyeing, etc.) have been developed to improve dyeing processes and reduce the damage to the environment [3].

With the discovery of synthetic dyes by WH Perkin in 1856, various advantages such as brightness, durability and cost-effectiveness of colours came to the fore and attracted attention [4-6]. However, scientists have reported that the production and synthesis of synthetic dyes cause serious human health and environmental problems [7-9]. Therefore, in recent years, the re-introduction of environmentally friendly and more reliable colourants from natural sources has become an increasingly green trend around the world. [10-12]. In addition, some natural dyes have been found to have effective UV protection, fluorescence, antibacterial, antioxidant and antifungal properties in the development of functional textiles [5, 13-15, 16-17]. Renewable resources such as natural dyes are predicted to reduce the environmental impact in textile dyeing applications [3]. Today, many natural dye studies have been started to support the use of natural dyes and their numbers continue to increase day by day. [18, 19]. In addition, there is increasing research on the extraction of natural dyes from waste materials to reduce waste and reduce natural dye production costs [10].

Apart from the textile sector, natural dyes, which can be used in many sectors, may have various advantages and disadvantages. Disadvantages include the difficulties in obtaining large quantities of natural dyes on a continuous basis, the limited colour palette that can be obtained, the difficulties of standardizing the colour palette and dye properties, and the acquisition and dyeing costs, which can be high depending on the dye source. In spite of these disadvantages, the use of such paints that provide benefits to the user as well as important features such as being obtained from renewable resources to meet increasing sustainability expectations, causing less damage to nature that will not cause pollution and waste water problems, being able to degrade more easily at the end of use, and not being toxic and carcinogenic [20-23].

Considering the way they are applied, natural dyes can be divided into two classes as fixed dyes and dyes that require the use of fixatives. Fixed dyes are dyes that do not require any tool and can be applied directly to the fabric and offer good fastness. Dyes that require the use of fixatives, on the other hand, need an intermediary called mordant to establish a bond between the fibre and the dye [24]. Mordants are substances that provide the fixation of the dyes to the material, improve the fastness properties and create differences in colours. The mordants used have the effect of deepening or changing the original colour of natural dyes. For example, the dye obtained from the leaves of *Anogeissus leiocarpus* changes from dull yellow to bright yellow with mordant, while the pale yellowish green dye obtained from the leaves of *Mangifera indica* changes from purple to ochre. [25].

Many of the traditional mordant materials are heavy metal salts such as aluminium, iron, copper, tin, chromium [23]. Mordant type and mordanting method significantly affect colour yield and coordinates. Different colours and fastness properties can be obtained as a result of the formation of different dyes complexes [21, 23, 25]. In natural dyeing, mordant and dye type, mordant and dye concentrations are important in terms of fastness and colour darkness. Therefore, it is ecologically and economically important to use the lowest amounts that give the darkest colour, as there is no change after increasing the darkness up to a certain concentration level [26].

Most natural dyes cannot be permanently attached to the fibre and mordants (fixers) must be used for this [27]. There are basically three different mordanting methods. These; pre-mordanting, co-mordanting and post-

mordanting. Dyeing can be performed in a single step as the mordants are added to the dyebath in co-mordanting, which requires an additional step in a separate bath for pre-mordanting and final mordanting [28].

With the effects of synthetic products on both the environment and human health, natural origin products are now given importance. With the increase of conscious consumers in recent years, natural dyeing is seen as an alternative. In this study, it was aimed to develop sustainable natural dyeing processes with commercial natural dyes on cotton fabric qualities with pre-mordanting technique and to create a market share. Meanwhile, cotton fabric was dyed with natural dyes using the pre-mordanting method. In these dyeing, different parameters (temperature, dyeing time, thickening agent, dye concentration, etc.) were applied and optimization studies were carried out. Dyeing was done with 5 different natural dyes at 1% and 3% concentrations and colour charts containing different colours were created with thickening agents. Wet and dry rubbing fastness, washing fastness, acid sweat fastness, alkali sweat fastness and water fastness tests were used to evaluate the fastness properties of dyed cotton fabrics.

II. EXPERIMENTAL METHOD

2.1 Materials and Methods

2.1.1. Materials

100% Cotton fabrics were used and the fabrics properties are given Table 1. Natural dyes and commercial auxiliary chemicals used in the study were supplied from the market.

Table 1. 100% Cotton fabric properties

		%100 Cotton	
Grammage		115 g/m ²	
Weft	Ne 30/1 Cotton	22 (weft/cm)	
Warp	Ne 30/1 Cotton	32 (warp/cm)	
Weave		Plain	

In dyeing process, 5 different commercial natural dyes obtained from *Quercus infectoria*, *Acacia catechu*, *Terminalia chebula*, *Kerria lacca* and *Morus alba* and coded as DB1, DB2, DB3, DB4 and DB5 respectively were used. Through chemicals, VP1 was used as a pre-mordant material, which increases the affinity of the dye to the fabric. At the same time, VD1 was used as the dispersing agent. Soda was used to provide an alkaline environment, VD and VDB were used as thickeners. VS were used as a washing agent and VUP was used as a light fastness enhancer. Colour measurements were made on a Minolta CM-3006d spectrophotometer device. The chemicals used during the studies are used as commercial products. The full names of the chemicals cannot be given in order to avoid a legal sanction by the supplier company.

2.2 Methods

2.2.1 Preliminary trials in glass beaker

First, 5g cotton fabric was put into the VP1 solution prepared in a glass beaker and pre-mordanting was done by mixing it with the help of a glass baguette.

Cotton fabric samples, which were pre-mordanted in glass beakers, were dyed with commercial dye obtained from *Quercus infectoria* at different concentrations of 1%, 3% and 5%, and the dyeing stages and results were evaluated. The dyeing process was carried out in a 1/10 liquor at 25 °C room temperature, in a glass beaker, by mixing with the help of a glass baguette in 10 minutes. Rinsing was done after each dyeing step. The applications were continued by dosing VD1 and soda separately in the same beaker with an interval of 10 minutes. Process steps and chemicals used are shown in Table 2.

In the next step, washing with VS chemical and light fastness increasing treatment with VUP chemical were applied to the fabrics, respectively, and then rinsing was performed. The drying process was carried out in a laboratory scale Ataç brand stenter machine for 3 minutes.

Table 2. DB1 dyeing process steps and applied recipes

Process Steps	1% DB1 Dyeing	3% DB1 Dyeing	5% DB1 Dyeing
Pre-Mordanting	2% VP1	5% VP1	8% VP1
Rinsing	Rinsing	Rinsing	Rinsing
Dyeing	1% DB1 1 % VD1 1% Soda	3% DB1 3% VD1 1% Soda	5% DB1 5% VD1 1% Soda
Rinsing	Rinsing	Rinsing	Rinsing
Washing	1% VS	2% VS	3% VS
Rinsing	Rinsing	Rinsing	Rinsing
Light Fastness	2% VUP	2% VUP	2% VUP
Rinsing	Rinsing	Rinsing	Rinsing

2.2.2 Optimization studies on the HT dyeing machine

In HT tube dyeing process steps, 1/10 liquor was applied to all tubes each step. 5g cotton fabric samples were cut as standard and placed in tubes and the studies were carried out by adding solutions.

2.2.2.1 Pre-Mordanting

5% VP1 solution was prepared to pre-mordanting 6 cotton fabric samples. The application was made with the mordant chemical VP1 for 10 minutes in an HT tube dyeing machine at a room temperature of 25 °C. Then, the fabric samples were rinsed with distilled water for 10 minutes.

2.2.2.2 Dyeing

The sample fabrics that were rinsed after pre-mordant were dyed with DB1 natural dyes. The dyeing process step was carried out in 3 stages. For the first step, 3% DB1 dye solution was prepared and mixed in a magnetic stirrer at 80 °C for 30 minutes, filtered to prevent dyeing defect and made ready for dyeing. For the second and third stages, 40% VD1 and 35% soda solutions were prepared. First, the prepared dye solution and 5g cotton fabric were added to the tubes and the tubes were rotated in the HT dyeing machine for 10 and 20 minutes. Then the machine was stopped and the soda solution was dosed into the tubes and the tubes rotated again for 10 minutes and 20 minutes. After dyeing, the fabrics were rinsed for 10 minutes until the rinsing water remained clear. Prescription applications of the dyeing process are given Table 3.

Table 3. Prescription applications of the dyeing process

Sample	Chemicals	Temperature (°C)	Time (min.)
Sample 1		25	30
Sample 2	3% DB1	25	60
Sample 3	3% VD1	60	30
Sample 4	3% VD1	60	60
Sample 5	1% Soda	25	30
Sample 6		25	60

2.2.2.3 Color darkening

After the dyeing process step, 1% VD + VDB solution was prepared for the colour darkening process. In order to see the effect of the thickening agent in the HT tube dyeing machine at 25 °C room temperature, the application was made for 30 minutes and 60 minutes. Then, the fabric samples were rinsed with distilled water for 10 minutes. Prescription applications of the thickening process are given in Table 4.

Table 4. Prescription applications of the thickening process

Sample	Chemicals	Temperature (°C)	Time (min.)
Sample 5	1% VD + VDB	25	30
Sample 6		25	60

2.2.2.4 Washing

After the colour darkening process step, 2% VS solution was prepared for the washing process. The soaping agent VS was applied to 6 samples of fabric in an HT tube dyeing machine at 25 °C room temperature for 10 minutes. Then, the fabric samples were rinsed with distilled water for 10 minutes.

2.2.2.5 Increasing light fastness

After the washing process step, 2% VUP solution was prepared to increase the light fastness. The light fastness increasing agent VUP was applied to 6 sample fabrics in an HT tube dyeing machine at 25 °C room temperature

for 10 minutes. Afterwards, the cotton fabric samples were rinsed with distilled water for 10 minutes and the lab temperature was at 120 °C. The drying process was carried out in a scale stenter machine increasing light fastness.

A dyeing diagram was created based on the optimum values obtained after the optimization studies. The process steps and applied recipes of HT tube dyeing are given in Table 5. And the diagram is given in Figure 1. Based on this diagram, dyeing was done at 1% and 3% concentration using 5 different natural dyes, DB1, DB2, DB3, DB4 and DB5. In the HT tube dyeing machine where dyeing was performed, the process application temperature (T2) was achieved with an increase of 2 °C per minute, based on the initial temperature (T1) for each step, and the application continued.

Table 5. Process steps and applied prescription of HT tube dyeing for 1% dyeing

Process Steps	1% Dyeing	1% Dyeing + Thickening
Pre-Mordant	2% VP1	2% VP1
Rinsing	Rinsing	Rinsing
Dyeing	1% Dye 1% VD1 1% Soda	1% Dye 1% VD1 1% Soda
Rinsing	Rinsing	Rinsing
Thickening	-	1% VD + VDB
Rinsing	Rinsing	Rinsing
Washing	1% VS	1% VS
Rinsing	Rinsing	Rinsing
Light Fasting	2% VUP	2% VUP
Rinsing	Rinsing	Rinsing

Table 6. Process steps and applied prescription of HT tube dyeing for 3% dyeing

Process Steps	3% Dyeing	3% Dyeing + Thickening
Pre-Mordanting	5% VP1	5% VP1
Rinsing	Rinsing	Rinsing
Dyeing	3% Dye 3% VD1 1% Soda	3% Dye 3% VD1 1% Soda
Rinsing	Rinsing	Rinsing
Thickening	-	1% VD + VDB
Rinsing	Rinsing	Rinsing
Washing	2% VS	2% VS
Rinsing	Rinsing	Rinsing
Light Fasting	2% VUP	2% VUP
Rinsing	Rinsing	Rinsing

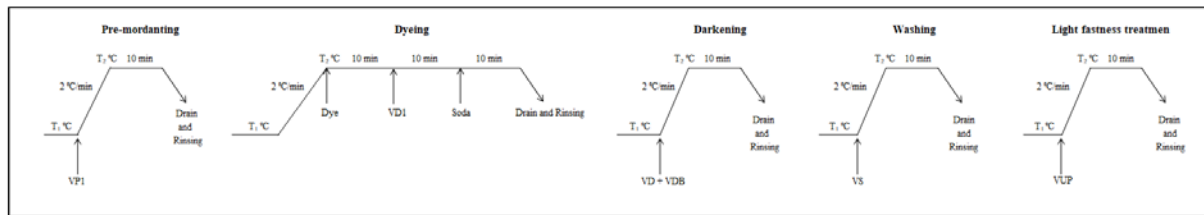


Figure 1. Diagram of HT tube dyeing process steps

III. RESULTS AND DISCUSSIONS

3.1 Pre-Trial Results in Glass Beaker

In the image given in Figure 2, it was seen that the dyes mixture prepared was not completely dissolved. It was aimed to dissolve and homogeneously disperse the prepared DB1 dyes by mixing the for 30 minutes in a magnetic stirrer at 25 °C and 80 °C, but it was determined that the dyes were not completely homogeneously dispersed in the water dye residues at the bottom of the beakers. Therefore, the prepared dye mixture was filtered, and the residues were removed.



Figure 2. Residues of dye mix

The natural dye used is not water-soluble. Depending on the production method, it can be said that there are impurities and precipitations in it, since it is both a natural dye and not a fabricated production. By increasing the temperature from 25 °C to 80 °C, the dyestuff can be dissolved at high temperature. Besides dissolving at high temperature, it was also freed from impurities by filtration of the solution.

The prepared dye solution and pre-mordanting cotton fabric samples were treated in a glass beaker with the help of a glass baguette for 10 minutes. Then, soda was added to the dye solution and mixed for 10 minutes. It was observed that the colour of the dye solution darkened after the addition of soda. The colour change of the dye solution after the addition of soda is given Figure 3.

It provides different additives such as soda used as alkali, colour brightener, pH adjustment of baths. The acidity or alkalinity of the water causes the colour to change. The soda used also makes the baths more alkaline and provides a colour change feature. Soda, which is used as alkali, increases the effectiveness of the mordant material used as a fixator and can cause the colours to change significantly [30-32]. Opoku-Asare et al. they stated that there were serious differences in the colors obtained in dyeing with soda ash [26].

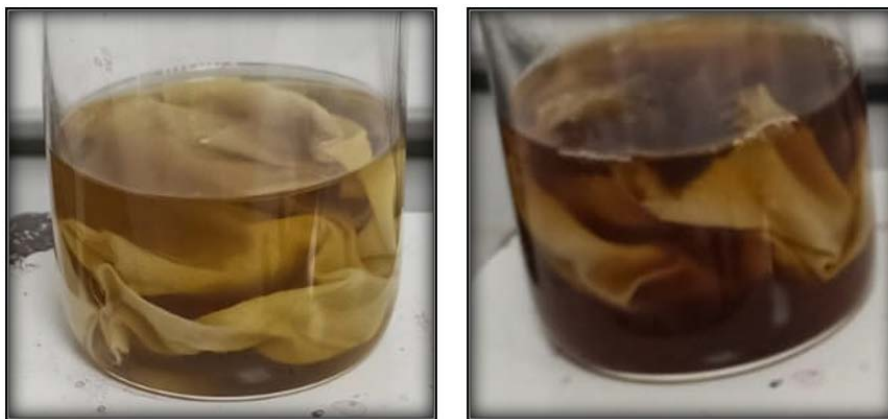


Figure 3. Colour change of dye solution after soda addition

In order to see the effect of soda on colour change, a dark colour green dyeing study was carried out. The visuals of the work done are given in Figure 4. In this study, rinsing and dyeing processes were carried out after the mordanting process. Sample 1 was dyed using only green dyes.

Sample 2 was dyed with a solution containing green dyes and dispersant. Sample 3 was dyed with a solution containing dyes, dispersant and soda.



Figure 4. Colour comparison of fabric samples

Colour comparison measurements of fabric samples were performed in spectrophotometer. As a standard, fabric no. 1 containing only dye was taken as a reference. When examined under daylight, the effect of soda and dispersant chemicals on the colour change can be clearly seen. The total standard deviation values between fabric samples are given in Table 7.

Table 7. Colour comparison measurements

Standard Fabric Sample (Fabric Sample 1)	Fabric Sample 2	Fabric Sample 3
Total Chromatic Aberration $\Delta E^* \leq 1$ D65 – 10° Source of light	2,22	1,14

It was determined that cotton fabrics dyed with DB1 natural dyes at different concentrations were dyed homogeneously and the colour tones were different as expected. Images of cotton fabrics dyed with DB1 natural dyes are given Figure 5. In the DB1 dyeing studies, it was observed that the solution of the dyes deteriorated in a short time. The visual at the dye solution kept for 3 days is shown in Figure 6.



Figure 5. Cotton fabrics dyed with DB1 natural dyes

In the studies, it was observed that the prepared dye solution could not last for a long time under ambient conditions and deteriorated. It is foreseen that the dye solution will be prepared and used on the same day when dyeing will be done under operating conditions. It occurred after the dissolution of the mold/fungus dyes in the dye solution in Figure 6.



Figure 6. Dye solution left for 3 days

Since the commercial natural dyes used are 90% biodegradable, they may have decomposed and formed a food source, but in the last drying step of the dyeing processes, in the fabrics that were dried at 120 °C for 3 minutes, the natural dyes would not decompose and form a food source, so there was no mold/formation on the dyed fabric. There is no fungal growth. After the prepared paint solution was filtered, it was left to dry on the edge, and after a long time, when the environment where the paint was observed, no mold/fungus was formed. This observation showed that there was no situation that would cause any disadvantage in the fabric after drying.

The advantages such as being obtained from edible sources, being compatible with nature and easily degradable, protection from UV rays, antibacterial properties make natural dyes attractive [23]. In the literature, the easy degradability and antibacterial properties of natural dyes were mentioned, and the natural dyes used in the study created a food source based on their degradability in aqueous environments, but no mold/fungus growth was predicted because there was no aqueous phase left on the fabric at high temperatures after the application. Optimization studies were carried out on the HT sample dyeing machine, taking into account the results obtained after the dyeing studies in the glass beaker.

3.2 Results of optimization study on HT dyeing machine

In HT tube dyeing process steps, 1/10 liquor was applied to all tubes each step. 5g cotton fabric samples were cut as standard and placed in tubes and the studies were carried out by adding solutions.

3.2.1 Dyeing

With the process steps given in Table 3, sample 1 at 25 °C for 30 minutes, sample 2 at 25 °C for 60 minutes, sample 3 at 60 °C for 30 minutes and sample 4 at 60 °C dyed for 60 minutes.

In the dyeing study, it was observed that the fabrics dyes at 60 °C for 60 minutes had a slightly darker colour. However, it was decided that the dyeing process step at 60 °C for 30 minutes was more appropriate in terms of energy and time savings. In addition, it has been determined that the VD1 and soda chemicals added in repeated dyeing should be dosed slowly based on the dyeing defect that occur. The effect of time and temperature on fabrics with 3% DB1 dyeing is given in Figure 7.



Figure 7. The effect of time and temperature on 3% DB1 dyed fabrics

3.2.2. Colour darkening

After the 3% DB1 dyeing process, the 5th sample and 6th sample fabrics were thickened. Homogeneous dyeing was achieved in the studies, but it was determined that in the studies where VD and VDB were used, barre

caused by chemicals were formed, so VD and VDB additions should be given slowly and in dosage. It was observed that the fabrics applied with a thickening agent for 60 minutes had a slightly darker colour. However, it was deemed appropriate to carry out the thickening process step for 30 minutes in terms of energy and time saving. The effect of the thickening process on fabrics with 3% DB1 dyeing is given in Figure 8.



Figure 8. The effect of the thickening process on 3% DB1 dyed fabrics

The results obtained from the pre-testing and optimization studies are given below;

- In the studies, it was determined that the dye solutions to be prepared should be mixed for 30 minutes in a magnetic stirrer at 80 °C and filtered just in case, to be ready for use.
- It has been determined that especially chemical additions should be done by gradually dosing in order to prevent dyeing defect in the dyeing process step.
- It was observed that the solution of the prepared DB1 natural dyes deteriorated in a short time. Therefore, it has been seen that it would be healthy to prepare and use the natural dyes solutions on the same day.
- It was decided that performing the dyeing process step 60 °C for 30 minutes would be more appropriate in terms of energy and time saving.
- It has been decided that the thickening process step for 30 minutes is more appropriate in terms of energy and time saving.
- It has been determined that continuing the process until the water becomes clear, especially in the dyeing process step and then in the rinsing process, prevents dyeing defects and has a positive effect on fastness results.
- The main task of the VUP chemical is UV absorbency and it is a substance that increased the light fastness of the fabric. However, partial changes in colour were observed after the application with VUP, which has a blue colour.

The images of the HT tube dyeing step are given in Figure 9. The images of the final rinse after the dyeing and thickening step are given in Figure 10.

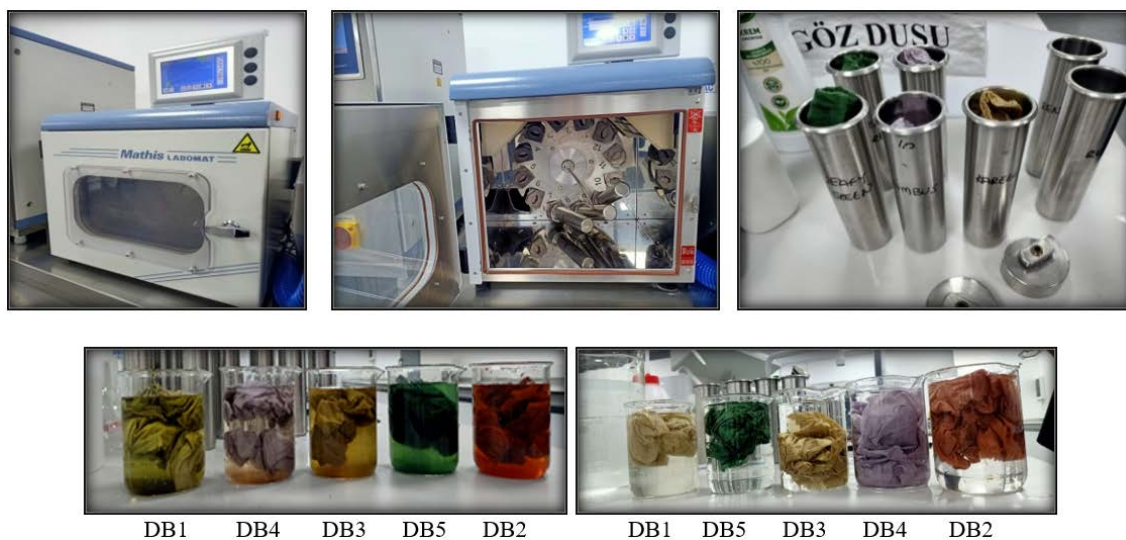


Figure 9. HT tube dyeing machine and first and last rinses after dyeing step

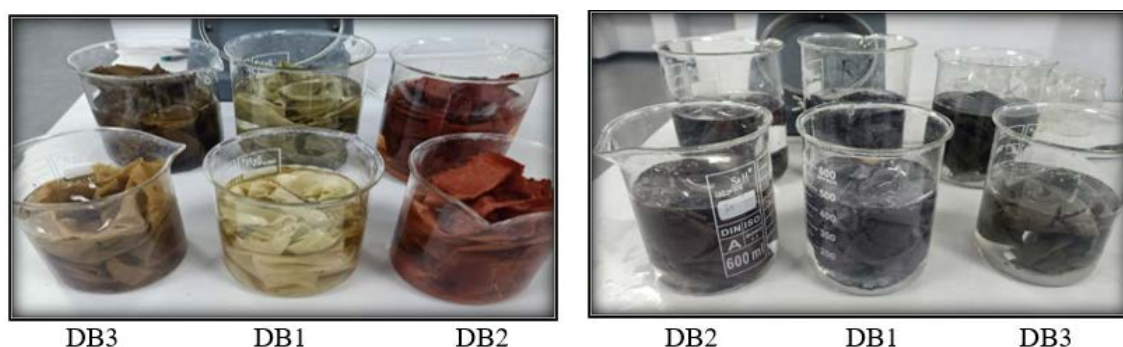


Figure 10. Final rinse after dyeing and thickening step

The colours obtained after HT tube dyeing with optimum parameters and the colour chart of cotton fabrics are given in Table 8. After dyeing, colours in light, medium and dark tones were obtained.

Washing fastness, water fastness, acid sweat fastness, alkali sweat fastness and rubbing fastness tests were performed on cotton fabric samples dyed with natural dyes and applied thickening process, and their fastness properties were evaluated.

The wet and dry rubbing fastness test results on cotton fabrics dyed with natural dyes are given in Table 9. According to the washing and rubbing fastness test results on cotton fabric samples, it was determined that the wet rubbing values of the fabrics dyed with DB5 dyes were at medium levels (3) and lower than the other dyeing. When the dyeing was evaluated in terms of age and rubbing fastness, it was determined that they were generally at good levels in the 4-5 range. It has been determined that dry rubbing fastness are better than wet rubbing fastness.

Table 8. Colours chart after HT tube dyeing

	DB1	DB2	DB3	DB4	DB5
1% Dyeing					
1% Dyeing + Thickening					
3% Dyeing					
3% Dyeing + Thickening					

Table 9. Wet and dry to rubbing fastness test results

	Wet Fastness to Rubbing	Dry Fastness to Rubbing
1% DB1	4-5	4-5
1% DB1 + Thickening	4-5	4-5
3% DB1	4-5	4-5
3% DB1 + Thickening	4	4-5
1% DB2	4-5	4-5
1% DB2 + Thickening	4-5	4-5
3% DB2	3-4	4-5
3% DB2 + Thickening	3-4	4-5
1% DB3	4	4-5
1% DB3 + Thickening	4	4-5
3% DB3	3-4	4-5
3% DB3 + Thickening	4	4-5
1% DB4	4-5	4-5
3% DB4	4	4-5
1% DB5	3	3-4
3% DB5	3	4

Textiles are subjected to multiple washing processes due to their wide usage areas and frequent use. Therefore, it is important to preserve textile fastness properties. When the dyeing made with natural dyes are evaluated in terms of washing fastness, water fastness, acid and alkali sweat fastness, it has been determined that they are generally at good levels in the 4-5 range. Washing fastness test results are given in Table 10. Water fastness test results are given in Table 11. Acid sweat fastness test results are given in Table 12. Alkali sweat fastness test results are given in Table 13. When the tables given below are examined, it is seen that the thickening process partially reduces the fastness properties in general.

Table 10. Fastness to washing test results

	Fastness to Washing					
	Wool	Acrylic	Polyester	Polyamide	Cotton	Acetate
1% DB1	4-5	5	5	5	5	5
1% DB1 + Thickening	4-5	5	4-5	4-5	4-5	5
3% DB1	4-5	5	5	5	5	5
3% DB1 + Thickening	5	5	4-5	4-5	4-5	5
1% DB2	4-5	5	5	5	5	5
1% DB2 + Thickening	5	5	4-5	4-5	4-5	5
3% DB2	5	5	5	5	5	5
3% DB2 + Thickening	5	5	4-5	4-5	4-5	5
1% DB3	4-5	5	5	5	5	5
1% DB3 + Thickening	4-5	5	4-5	4-5	4-5	5
3% DB3	5	5	5	5	5	5
3% DB3 + Thickening	5	5	4-5	4-5	4-5	5
1% DB4	5	5	5	5	5	5
3% DB4	5	5	5	5	5	5
1% DB5	5	5	5	4-5	4-5	5
3% DB5	4-5	5	5	4-5	4	5

Table 11. Fastness to water test results

	Fastness to Water					
	Wool	Acrylic	Polyester	Polyamide	Cotton	Acetate
1% DB1	5	5	5	5	5	5
1% DB1 + Thickening	4-5	5	5	4-5	4-5	5
3% DB1	5	5	5	5	4-5	5
3% DB1 + Thickening	5	5	5	4-5	4-5	5
1% DB2	4-5	5	5	5	4-5	5
1% DB2 + Thickening	4-5	5	4-5	4-5	4-5	5
3% DB2	4-5	5	4-5	5	4	5
3% DB2 + Thickening	4-5	5	5	4-5	4-5	5
1% DB3	5	5	5	5	4-5	5
1% DB3 + Thickening	4-5	5	4-5	4-5	4-5	5
3% DB3	4-5	5	5	5	4-5	5
3% DB3 + Thickening	5	5	4-5	4-5	4-5	5
1% DB4	4-5	5	4-5	5	4-5	5
3% DB4	4-5	4-5	5	5	4-5	5
1% DB5	4-5	5	5	5	5	5
3% DB5	4-5	5	5	5	5	5

Table 12. Fastness to acid sweat test results

	Fastness to Acid Sweat					
	Wool	Acrylic	Polyester	polyamide	Cotton	Acetate
1% DB1	5	5	5	5	5	5
1% DB1 + Thickening	4-5	5	5	4-5	4-5	5
3% DB1	5	5	5	5	4-5	5
3% DB1 + Thickening	5	5	5	4-5	4-5	5
1% DB2	4-5	5	5	5	4-5	5
1% DB2 + Thickening	4-5	5	4-5	4-5	4-5	5
3% DB2	4-5	5	4-5	5	4	5
3% DB2 + Thickening	4-5	5	5	4-5	4-5	5
1% DB3	5	5	5	5	4-5	5
1% DB3 + Thickening	4-5	5	4-5	4-5	4-5	5
3% DB3	4-5	5	5	5	4-5	5
3% DB3 + Thickening	5	5	4-5	4-5	4-5	5
1% DB4	4-5	5	4-5	5	4-5	5
3% DB4	4-5	4-5	5	5	4-5	5
1% DB5	4-5	5	5	5	5	5
3% DB5	4-5	5	5	5	5	5

Table 13. Fastness to alkaline sweat test results

	Fastness to Alkaline Sweat					
	Wool	Acrylic	Polyester	polyamide	Cotton	Acetate
1% DB1	5	5	5	5	5	5
1% DB1 + Thickening	4-5	5	5	4-5	4-5	5
3% DB1	5	5	5	5	4-5	5
3% DB1 + Thickening	5	5	5	4-5	4-5	5
1% DB2	4-5	5	5	5	4-5	5
1% DB2 + Thickening	4-5	5	5	4-5	4-5	5
3% DB2	4-5	5	4-5	5	4	5
3% DB2 + Thickening	4-5	5	5	4-5	4-5	5
1% DB3	5	5	5	5	4-5	5
1% DB3 + Thickening	4-5	5	4-5	4-5	4-5	5
3% DB3	4-5	5	5	5	4-5	5
3% DB3 + Thickening	5	5	4-5	4-5	4-5	5
1% DB4	4-5	5	4-5	5	4-5	5
3% DB4	4-5	4-5	5	5	4-5	5
1% DB5	4-5	5	5	5	5	5
3% DB5	4-5	5	5	5	5	5

IV. CONCLUSIONS

When the natural dyes obtained from natural sources are compared with the synthetic dyes, it is seen that their production and use are at very low levels due to the fact that the natural dye sources and dyes contents are very low and the dyeing are mostly in light colour tones [29]. Although natural dyes are much more costly than synthetic dyes and despite these disadvantages, marketing of textiles dye with value-added natural dyes in targeted markets can provide sustainability in both environmental and economic terms. As in many sectors the development of sustainable processes in the textile sector is aimed at both economical and environmentally friendly productions. It has been determined that different colours and tonnages can be obtained from the same natural dye with the natural dyeing studies and the fastness results are at acceptable values. The results obtained showed that the fastness of natural dyes were in accordance with the acceptance criteria. These;

- The prepared aqueous solution of natural dyes should be mixed at high temperatures and dispersed homogeneously by filtering.
- Since the prepared aqueous solution of natural dyes can deteriorate in a short time, it should be prepared and used within the same day.
- In order to prevent dyeing defects, chemicals such as soda, which affect the colour tone, should be dosed slowly.
- Since chemicals such as VUP, which is added as an auxiliary chemical and has a blue colour, may affect the colour tone, its use should be considered.
- It was determined that the dye solution foamed during the preparation of some natural dyes. The possibility that this foaming may cause dyeing failure should be considered.

In this study, dyeing was done at 1% and 3% concentrations. In future studies, it is aimed to prevent dyeing defect, especially in dark colours, by dyeing experiments at lower concentrations, and to reduce costs by reducing the amount of dye used. In this way, the amount of waste dyes will be reduced and the market will be addressed by obtaining softer colours preferred by customers as a result of market researches.

ACKNOWLEDGMENT

This work was supported by the Harput Tekstil R&D Center with the equity project numbered HRPT-YÜ-K56.

REFERENCES

- [1] Özdemir S, Tekoğlu O (2011) Ekolojik tekstil ürünlerinde kullanılan hammaddeler. Akdeniz Sanat, Cilt 4. Sayı 8. ss. 27-30
- [2] Abbas S, Hsieh LHC, Techato K, Taweekun J (2020) Sustainable production using a resource energy water nexus for the Pakistani textile industry. *Journal of Cleaner Production* 271:122-633.
- [3] Haji A, Naebe M (2020) Cleaner dyeing of textiles using plasma treatment and natural dyes: A review. *Journal of Cleaner Production* 265:121-866.

- [4] Khan MI, Ahmad A, Khan SA, Yusuf M, Shahid M, Manzoor N, Mohammad F (2011) Assessment of antimicrobial activity of catechu and its dyed substrate. *Journal of Cleaner Production* 19:1385-1394.
- [5] Shahid M, Ahmad A, Yusuf M, Khan MI, Khan SA, Manzoor N, Mohammad F (2012) Dyeing, fastness and antimicrobial properties of woolen yarns dyed with gallnut (*Quercus infectoria* Oliv.) extract. *Dyes and Pigments* 95:53-61.
- [6] Shahid M, Mohammad F (2013) Recent advancements in natural dye applications: a review. *Journal of Cleaner Production* 53:310-331.
- [7] Ahlström LH, Eskilsson CS, Björklund E (2005) Determination of banned azo dyes in consumer goods. *Trends in Analytical Chemistry* 24(1):49-56.
- [8] Javadian H, Angaji MT, Naushad M (2014) Synthesis and characterization of polyaniline/ γ -alumina nanocomposite: a comparative study for the adsorption of three different anionic dyes. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 20(5):3890-3900
- [9] Rather LJ, Akhter S, Hassan QP, Mohammad F (2017) Chemistry of plant dyes: Applications and environmental implications of dyeing processes. *Current Environmental Engineering* 4(2):103-120.
- [10] Shahid M, Mohammad F (2013) Perspectives for natural product based agents derived from industrial plants in textile applications—a review. *Journal of Cleaner Production* 57:2-18.
- [11] Vankar PS (2000) Chemistry of natural dyes. *Resonance* 5(10):73-80.
- [12] Vankar PS, Shanker R, Verma A (2007) Enzymatic natural dyeing of cotton and silk fabrics without metal mordants. *Journal of Cleaner Production* 15(15):1441-1450.
- [13] Rather LJ, Akhter S, Padder RA, Hassan QP, Hussain M, Khan MA, Mohammad F (2017) Colorful and semi durable antioxidant finish of woolen yarn with tannin rich extract of *Acacia nilotica* natural dye. *Dyes and Pigments* 139:812-819.
- [14] Rather LJ, Azam M, Shabbir M, Bukhari MN, Shahid M, Khan MA, Mohammad F (2016) Antimicrobial and fluorescence finishing of woolen yarn with *Terminalia arjuna* natural dye as an ecofriendly substitute to synthetic antibacterial agents. *Rsc Advances* 6(45):39080-39094.
- [15] Mohammad F (2015) Natural colorants in the presence of anchors so-called mordants as promising coloring and antimicrobial agents for textile materials. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering* 3(10):2361-2375.
- [16] Ezgi A, Bulut M (2013) Bazı tekstil boya bitkilerinin antibakteriyal özellikleri ve aktivitesi için kullanılan test yöntemleri. *Teknik Bilimler Dergisi* 3(2):1-6.
- [17] Kasiri MB, Safapour S (2013) Natural dyes and antimicrobials for textiles. *Green Materials for Energy, Products and Depollution* 229-286.
- [18] Karadağ R (2001) Doğal boyamacılıkta kullanılan boyarmadde kaynakları ve mordan maddelerinin boyamaya etkisi. *Öneri Dergisi* 4(16):145-150.
- [19] Karadağ R (2007) Doğal boyamacılık. *Geleneksel El Sanatları ve Mağazalar İşletme Müdürlüğü*, Ankara, pp 9-110
- [20] Samanta AK, Konar A (2011) Dyeing of textiles with natural dyes. *Natural Dyes* 3:30-56.
- [21] Rungruangkitkrai N, Mongkholrattanasit R (2012) Eco-friendly of textiles dyeing and printing with natural dyes. In *RMUTP international conference: Textiles & Fashion* 3:1-17
- [22] Viana TC, Pagnan CS, Ayres E (2015) Natural dyes in the design of textile: How to make them more competitive face to synthetic dyes. *JAIC-Journal of the International Colour Association* 14.
- [23] İşmal ÖE (2019) Doğal boya uygulamalarının değişen yüzü ve yenilikçi yaklaşımlar. *Yedi* 22:41-58.
- [24] Jordeva S, Kertakova M, Zhezhova S, Golomeova-Longurova S, Mojsov K (2020) Dyeing of textiles with natural dyes. *Tekstilna Industrija* 68:12-21.
- [25] İşmal ÖE, Yıldırım L (2019) Metal mordants and biomordants. In the impact and prospects of green chemistry for textile technology. *Woodhead Publishing* 57-82.
- [26] Opoku-Asare NA, Korankye O, Baah KA (2013) Assessing the efficacy of dyes extracted from some local plants for colouring cotton fabrics. *Journal of Science and Technology* 33:51-59.
- [27] Ali S, Nisar N, Hussain T (2007) Dyeing properties of natural dyes extracted from eucalyptus. *Journal of the Textile Institute* 98:559-562.
- [28] Mussak RA, Bechtold T (2009) Natural colorants in textile dyeing. *Handbook of Natural Colorants* 315-335.
- [29] Tutak M, Kuşçuluo NG (2009) % 100 yünlü dokuma kumaşın bazı doğal boyarmaddeler ile boyanması. *Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fen Bilimleri Dergisi* 25: 449-455.
- [30] <https://www.theyarntree.com/>. Accessed 26 May 2023
- [31] <https://blog.fabrics-store.com/2020/08/06/natural-dyeing-modifying-colour-expanding-your-palette/>. Accessed 26 May 2023
- [32] <https://naturaldyes.ca/instructions>. Accessed 26 May 2023



Elektrikli araçlar için MPPT tabanlı yüksek verimli batarya şarj sistemi tasarımı

Leyla Arslan^{a,*}, Harun Özbay^b

^aElektrik-Elektronik Mühendisliği Bölümü, Fen Bilimleri Enstitüsü, Bandırma Onyedi Eylül Üniversitesi, Bandırma, 10200, Türkiye.

^bElektrik Mühendisliği Bölümü, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Bandırma Onyedi Eylül Üniversitesi, Bandırma, 10200, Türkiye.

MAKELE BİLGİSİ

Makale Geçmişi:

Geliş 14 Temmuz 2023

Düzeltilme 8 Ağustos 2023

Kabul 19 Ağustos 2023

Çevrimiçi mevcut

Anahtar Kelimeler:

Fotovoltaik sistem

Batarya şarj cihazı

MPPT algoritması

ZVS SEPIC dönüştürücü

ÖZET

Günümüzde dünya nüfusunun hızla artması ve teknolojinin gelişmesiyle enerji ihtiyacı her geçen gün artmaktadır. Gereken enerjinin büyük bir kısmının fosil yakıtlardan üretildiği, fosil yakıtların ise sınırlı olması ve zararlı çevresel etkileri göz önüne alındığında yenilenebilir enerji kaynaklarına geçişin önemi ortaya çıkmaktadır. Dolayısıyla güneş, rüzgâr ve jeotermal gibi yenilenebilir enerji kaynakları rağbet görmeye başlamıştır. Yenilenebilir enerji kaynaklarının kullanımının yaygınlaşması ile elektrikli araçlara yönelimin önü açılmıştır. Batarya teknolojisi ve batarya şarj sistemlerinde gerçekleşen gelişmelerle elektrikli araçlar için verimi yüksek batarya şarj sistemleri geliştirilmeye başlanmıştır. Bu çalışmada, elektrikli araçlar için önem arz eden batarya şarj sisteminin güneş enerjisi tabanlı tasarımı gerçekleştirilmiştir. Güneş enerjisinden maksimum gücün elde edilebilmesi için farklı Maksimum Güç Noktası Takibi (MPPT) algoritmaları kullanılarak sonuçlar kıyaslanmıştır. Enerjinin maksimum verimle yüke aktarılabilmesi için ise Sıfır Gerilimde Anahtarlama (ZVS) tekniği uygulanan SEPIC DC-DC dönüştürücü kullanılmıştır. Sıfır gerilimde anahtarlama tekniği kullanılarak yumuşak anahtarlama ile anahtar üzerindeki kayıplar azaltılmıştır. Sistemde güç değişimine göre görev döngüsü ve frekans değişimi gerçekleştirilmiştir. Sistemin benzetimi PSIM ile yapılmıştır. 400-600-1000-500 W/m² ışınım değerlerinde Değişir & Gözle (D&G) ve Artan İletkenlik (AI) algoritmaları için güç takibi ve sistem verimi açısından karşılaştırma yapılmıştır. Her iki algoritmanın da panel gücünü başarılı şekilde takip ettiği ve verimlerinin %99'un üzerinde olduğu gözlemlenmiştir. Maksimum gücün aktarılmasında en yüksek verim %99,86 değeri ile Artan İletkenlik algoritmasında sağlanmıştır.

Design of a high-efficiency battery charging system based on MPPT for electric vehicles

ARTICLE INFO

Article history:

Received 14 July 2023

Received in revised form 8 August 2023

Accepted 19 August 2023

Available online

Keywords:

Photovoltaic system

Battery charger

MPPT algorithm

ZVS SEPIC converter

ABSTRACT

In today's world, with the rapid increase in the global population and technological advancements, the demand for energy is increasing day by day. Considering that a significant portion of the required energy is produced from fossil fuels, the limited availability of fossil fuels, and their harmful environmental effects, the importance of using renewable energy sources has become clear. Therefore, renewable energy sources such as solar, wind, and geothermal have gained popularity. The widespread use of renewable energy sources has also opened the way for the adoption of electric vehicles. High-efficiency battery charging systems for electric vehicles have been developed with advancements in battery technology and charging systems. In this study, a solar energy-based design of a battery charging system, which is crucial for electric vehicles, has been realized. Different Maximum Power Point Tracking (MPPT) algorithms have been compared to obtain the maximum power from solar energy. To achieve maximum efficiency in energy transfer to the load, a Zero Voltage Switching (ZVS) technique has been applied to the SEPIC DC-DC converter. Switching losses on the switch have been minimized by using the ZVS technique. The duty cycle and frequency have been adjusted according to the power variation in the system. The simulation of the system has been performed using PSIM. A comparison has been made in terms of power tracking and system efficiency for the Perturb & Observe (P&O) and Incremental Conductance (IC) algorithms at solar irradiance levels of 400-600-1000-500 W/m². Both algorithms have successfully tracked the panel power and achieved efficiencies above 99%. The highest efficiency in transferring maximum power, 99.86%, has been achieved with the Incremental Conductance algorithm.

I. GİRİŞ

Fosil yakıt kaynaklarının azalması sonucu yenilenebilir enerji kaynaklarına yönelim artmıştır [1]. Temiz, sınırsız ve çevreci bir kaynak olması sayesinde güneş enerjisi, yenilenebilir enerji kaynakları arasında önemli bir yere sahiptir [2]. Fotovoltaik sistemler (PV) sayesinde güneş ışığı direkt elektrik enerjisine dönüştürülebilmektedir. Dönüştürülen bu enerji sıcaklık, gölgelenme ve güneş ışınım seviyesi gibi çevresel faktörlerin değişmesi nedeniyle sürekli olarak aynı seviyede olmamaktadır. Bu nedenle fotovoltaik sistemlerden maksimum verimin alınabilmesi için maksimum güç noktasını takip eden (MPPT) algoritmalar kullanılmaktadır [3]. Fotovoltaik sistemlerden elde edilen maksimum gücün yüke aktarılabilmesi için fotovoltaik panel ile yük arasına genellikle Doğru Akım (DC-DC) güç dönüştürücüleri eklenir. Güç dönüştürücüleri yüksek frekans değerlerinde anahtarlendiğinde yüksek güç yoğunluğu ve hızlı dinamik cevap özelliğine sahip olurlar. Fakat bu durum güç dönüştürücüde anahtarlama kayıpları ve elektromanyetik girişime (EMI) neden olmaktadır [4]. Bu durumu önlemek amacıyla yumuşak anahtarlama güç dönüştürücüleri kullanılmaktadır [5].

Literatürde, farklı maksimum güç noktası takibi algoritmalarının DC-DC dönüştürücülere uygulanarak farklı parametreler açısından karşılaştırmalı olarak sunulduğu çalışmalar mevcuttur. Örneğin yükselten dönüştürücü kullanılarak maksimum güç noktası takibi algoritmalarından Değiştir & Gözle, Artan İletkenlik ve Empedans Uyumluluğu algoritmaları verim, salınım miktarı ve yakınsama süresi bakımından kıyaslanmıştır [3]. 6V/10 Ah batarya için azaltan dönüştürücü kullanılarak Değiştir & Gözle, Artan İletkenlik ve Birinci Derece Diferansiyel algoritmaları farklı ışınım ve sıcaklık değerleri için karşılaştırılmıştır [6].

Azaltan/yükselten DC-DC dönüştürücüler yaygın olarak kullanılan maksimum güç noktası takibi algoritmalarından Artan İletkenlik, Değiştir & Gözle ve Bulanık Mantık algoritmaları ışınım, sıcaklık ve bağlı yükün değişiminin etkileri açısından karşılaştırılmıştır [7]. Geleneksel SEPIC dönüştürücü ile Sabit Gerilim Kontrolörü ve Değiştir & Gözle algoritmaları için verim, görev döngüsü, devre elemanları üzerindeki stres, kazanç marjı ve faz marjı açısından kıyaslama yapılmıştır [8]. Birinci Derece Diferansiyel, Değiştir & Gözle ve Newton Raphson algoritmalarının Zeta dönüştürücü kullanılarak maksimum güç noktasını izleme ve fotovoltaik panel gücü ile çıkış gücü farkından elde edilen hata değerleri açısından karşılaştırılması yapılmıştır [9].

Yapılan çalışmaya kıyasla literatürde PI denetleyicisi kullanılan çalışmalar da mevcuttur. Örneğin, yükselten dönüştürücü kullanılarak gerçek çevre ve iklim koşulları altında tipik bir fotovoltaik sistem için Değiştir & Gözle algoritması ile PI denetleyicisinin olduğu ve olmadığı durumlar için kıyaslama yapılmıştır [10].

Yine bu çalışmaya kıyasla literatürde geleneksel SEPIC dönüştürücü ve ZVS SEPIC dönüştürücü kullanılan çalışmalar mevcuttur. Değiştir & Gözle algoritması ile Artan İletkenlik algoritmaları PI denetleyicisi kullanılmadan geleneksel SEPIC dönüştürücüye uygulanmıştır [11]. Aynı şekilde Değiştir & Gözle algoritması ve Artan İletkenlik algoritmaları geleneksel ve ZVS Zeta ve SEPIC dönüştürücüler için sabit ışınım, sıcaklık ve frekans değerleri kullanılarak PI denetleyicisi olmadan uygulanmış ve karşılaştırılmıştır [12].

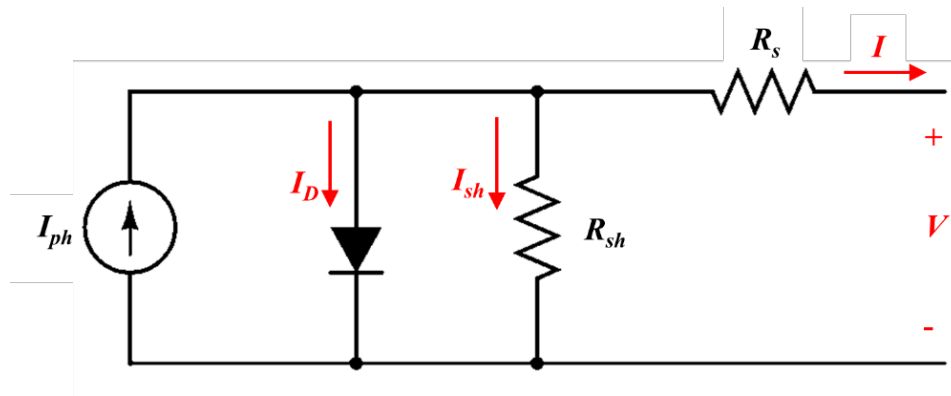
Bu çalışmada literatüre ek olarak, elektrikli araçlarda yüksek verimli batarya şarjı yapılabilmesi için sıfır gerilimde anahtarlama (ZVS) tekniği uygulanan SEPIC dönüştürücü tasarımı ve benzetimi yapılmış ve iki farklı maksimum güç noktası takibi algoritmasının tasarlanan dönüştürücü üzerindeki performanslarının karşılaştırılması amaçlanmıştır. Tasarlanan sistemin benzetimi PSIM ile yapılmış olup benzetim sonuçları gösterilmiştir. Fotovoltaik sistemden elde edilen enerjinin bataryaya en verimli şekilde aktarılabilmesi için SEPIC dönüştürücüye

yumuşak anahtarlama tekniklerinden sıfır gerilimde anahtarlama tekniği uygulanmış ve anahtar üzerindeki kayıplar azaltılmıştır. Fotovoltaik sistemin maksimum güç noktasını en iyi şekilde takip edebilmesi için ise maksimum güç noktası takibi algoritmaları PI denetleyicisi ile birleştirilerek sabit görev döngüsü adımı yerine farklı ışınım değerlerine uygun olarak değişen görev döngüsü değeri belirlenmiştir. Ayrıca sistemde görev döngüsü değişimine bağlı olarak frekans değişimi sağlanmıştır. Böylelikle PI kontrollü maksimum güç noktası takibi algoritması ile elde edilen maksimum güç en verimli şekilde elektrikli araç bataryasına aktarılmıştır.

II. EŞDEĞER DEVRE VE MPPT ALGORİTMALARI

2.1. Güneş Pili Eşdeğer Devre Modeli

Bir fotovoltaik sistem, güneş pillerinin, bağlantı elemanlarının ve sistemi destekleyen diğer cihazların bir bütünüdür. Sisteme ait matematik modelleme yapılırken hücre, modül ya da diziden yararlanır. Güneş pili karanlık ortamda aktif değildir, dolayısıyla akım ve gerilim üretmez. Ancak harici bir kaynağa bağlanırsa diyot akımı (I_D) adı verilen akımı üretir. Bir güneş piline ait elektriksel eşdeğer devre tek bir diyot modeliyle Şekil 1’de gösterildiği gibi temsil edilebilir [13].



Şekil 1. Tek diyotlu eşdeğer devre modeli

Eşdeğer devrede, I_{ph} akım kaynağını, I_{sh} paralel direnç akımını, R_s her hücre içerisinde ve hücreler arasındaki bağlantı direncini temsil eden seri direnci ve R_{sh} paralel direnci, V , güneş pilinin çıkış gerilimini göstermektedir. Toplam devre akımı (I) Eş. 1’de verildiği gibi hesaplanabilir [14].

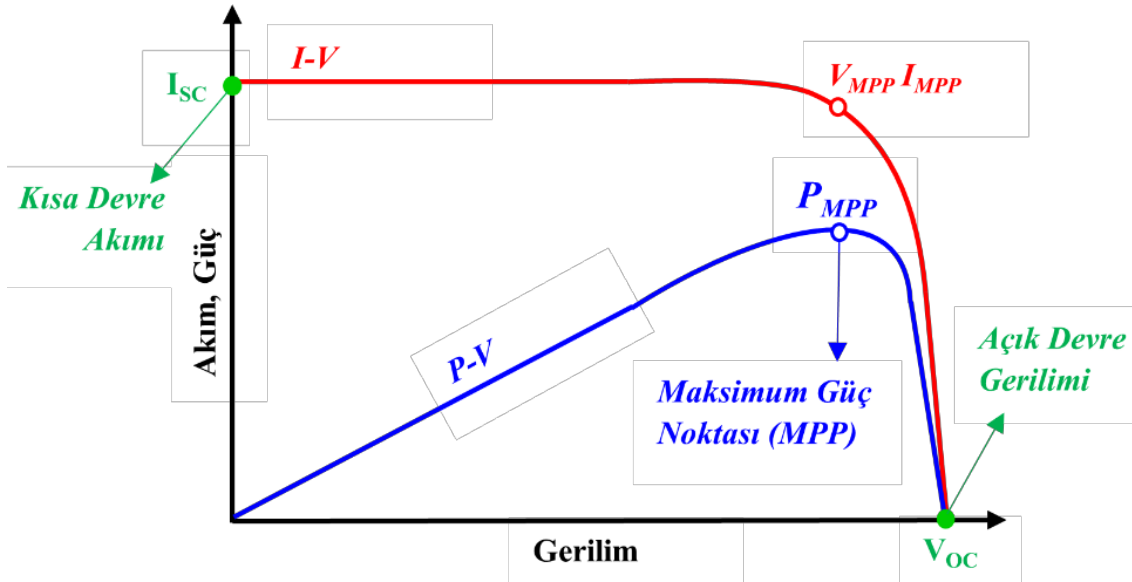
$$I = I_{ph} - I_D - I_{sh} = I_{ph} - I_o \left(e^{\frac{q(V+IR_s)}{m k T}} - 1 \right) - \frac{(V-IR_s)}{R_{sh}} \quad (1)$$

Burada, I_o , diyot doyum akımı, q , elektron yükü, m , idealite faktörü, k , Boltzmann sabiti ve T , mutlak sıcaklıktır.

Güneş pilinin özellikleri Şekil 2’de gösterildiği gibi akım-gerilim (I-V) ve güç-gerilim (P-V) karakteristik eğrileri çizilerek gözlemlenebilir. Bu eğriler güneş pili çıktılarının doğrusal olmadığını göstermektedir. Güneş pili ışınım

ve sıcaklık başta olmak üzere değişen çevre koşullarından etkilenen bir cihazdır. Ayrıca, doğrusal olmayan bir davranış sergilemesine rağmen genel olarak I-V ve P-V eğrileri üzerinde Maksimum Güç Noktası (MPP) adı verilen bir maksimum nokta bulunmaktadır. Bu nedenle güneş pilinden maksimum enerjiyi elde etmek ve yüke aktarmak önemli hale gelmektedir [15].

Güneş pillerinden oluşan fotovoltaik sistemden maksimum gücün alınabilmesi için maksimum güç noktasını takip eden algoritmalar geliştirilmiştir. Elde edilen maksimum gücün yüke en verimli şekilde aktarılabilmesi için fotovoltaik panel ile yük arasında genellikle DC-DC güç dönüştürücü bağlanır. Maksimum güç noktası takibi algoritmaları DC-DC güç dönüştürücünün anahtarlama elemanının iletimde olduğu sürenin anahtarlama periyoduna oranı olan görev döngüsü (duty cycle) değerini kontrol ederek dönüştürücünün maksimum güç noktasında veya maksimum güç noktası yakınlarında çalışmasını sağlar. Yaygın olarak kullanılan maksimum güç noktası takibi algoritmaları; Değişir & Gözle, Artan İletkenlik, Birinci Derece Diferansiyel, Yapay Sinir Ağları ve Bulanık Mantıktır [6].

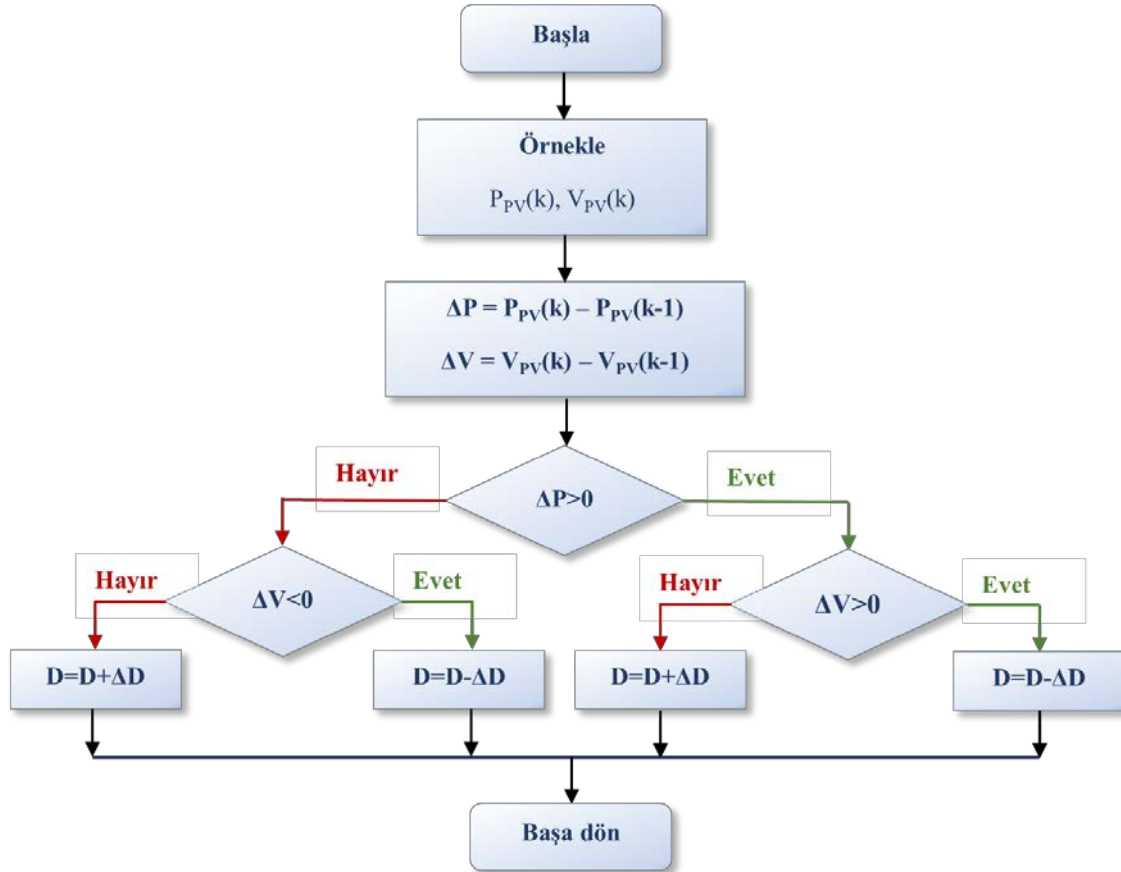


Şekil 2. Güneş pili akım-gerilim (I-V) ve güç-gerilim (P-V) karakteristiği

2.2. Değişir & Gözle (Perturb & Observe (P&O)) Algoritması

Değişir & Gözle algoritmasına ait akış diyagramı Şekil 3'te gösterilmiştir. Bu algoritmada, fotovoltaik panelin çıkış gerilimi ve çıkış akımı yani DC-DC dönüştürücünün giriş gerilimi ve giriş akımı izlenmektedir. Görev döngüsü değeri (D) sabit adım değeri kadar (ΔD) artırılarak veya azaltılarak çalışma noktası değiştirilmektedir. Fotovoltaik panelin gerilim ve güç değişimi aynı işarete sahipse çalışma noktası maksimum güç noktasının solunda, farklı işarete sahipse maksimum güç noktasının sağında olacaktır. Çalışma noktasının maksimum güç noktasının solunda olması durumunda görev döngüsü değeri sabit adım değeri kadar azaltılmalı, sağında olması durumunda ise görev döngüsü değeri sabit adım değeri kadar artırılmalıdır. Değişir & Gözle algoritmasının verimli bir şekilde çalışabilmesi için görev döngüsü değiştirme adımının dikkatli seçilmesi gerekir. Seçilen adım değeri küçükse sistem atmosfer koşullarına tepki vermekte yavaş fakat kesin olacaktır ve koşullar sabit olduğunda

maksimum güç noktasında daha düşük salınım gerçekleşecektir. Adım büyük seçildiğinde sistem atmosfer koşullarına hızlı tepki verecek fakat hassasiyeti azalacaktır ve sabit koşullar altında maksimum güç noktası civarında sistem gücü daha fazla salınacaktır [11].



Şekil 3. Değiştir & Gözle algoritması akış diyagramı

2.3. Artan İletkenlik (Incremental Conductance (IC)) Algoritması

Artan iletkenlik algoritması kontrolü daha zor olmakla birlikte Değiştir & Gözle algoritmasına göre daha gelişmiştir [16]. Artan iletkenlik algoritmasına ait akış diyagramı Şekil 4'te gösterilmiştir. Bu algoritmada, akımdaki değişimin gerilimdeki değişime oranı temel alınmaktadır [17]. Akımdaki değişimin gerilim değişimine oranı yani fotovoltaik panelin iletkenliğinin gözlemlenmesine dayanmaktadır [16].

Bir fotovoltaik sistem için çıkış gücünün çıkış gerilimine göre türevi Eş. 2 ile verilebilir [18]. Bu eşitlik çözümlendiğinde çalışma noktasının belirlenmesi Eş. 3, Eş. 4 ve Eş. 5'te verildiği gibi olacaktır.

$$\frac{dP}{dV} = \frac{d(IV)}{dV} = I + V \frac{dI}{dV} = I + V \frac{\Delta I}{\Delta V} \quad (2)$$

Çalışma noktası maksimum güç noktasında olacaktır.

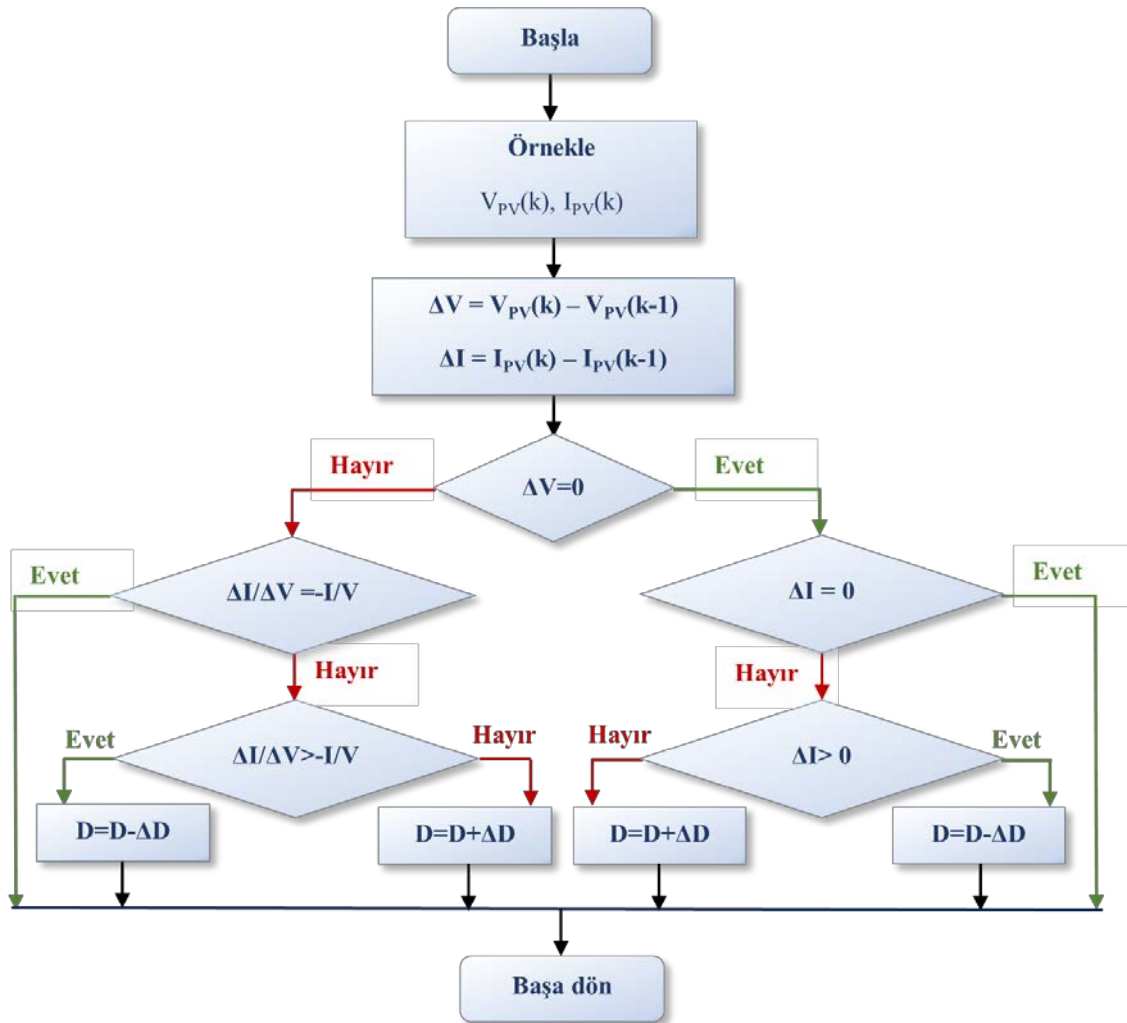
$$\frac{\Delta I}{\Delta V} = \frac{-I}{V} \quad (3)$$

Çalışma noktası maksimum güç noktasının solunda olacaktır ve bu durumda görev döngüsü değeri sabit adım değeri kadar azaltılmalıdır.

$$\frac{\Delta I}{\Delta V} > \frac{-I}{V} \quad (4)$$

Çalışma noktası maksimum güç noktasının sağında olacaktır ve bu durumda görev döngüsü değeri sabit adım değeri kadar artırılmalıdır.

$$\frac{\Delta I}{\Delta V} < \frac{-I}{V} \quad (5)$$



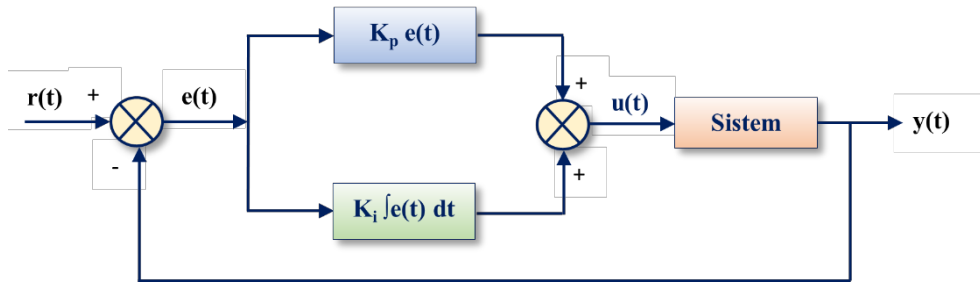
Şekil 4. Artan İletkenlik algoritması akış diyagramı

III. PI DENETLEYİCİSİ VE SEPIC DÖNÜŞTÜRÜCÜ

3.1. PI Denetleyicisi

PI denetleyicisi, sistemden alınan geri besleme değeri ile referans değerini ($r(t)$) karşılaştırarak bir hata değeri oluşturup ($e(t)$) bu hata değerini oransal (P) ve integral (I) etki ile işleyerek sistemin istenilen referans değerine yerleşmesini sağlayan bir denetleyici yöntemidir [19]. PI denetleyicisinde Eş. 6'da verildiği üzere oransal kazanç (K_p) değeri hata miktarı değeri ile çarpılır ve sistemin hata miktarına doğrusal tepki vermesi sağlanır. İntegral kazanç (K_i) değeri ile hata miktarı değeri çarpılarak önceden integrali alınmış hata değerine eklenir ve böylelikle sistemdeki birikmiş hata giderilir. PI denetleyiciye ait blok diyagram Şekil 5'te verilmiştir. Burada $u(t)$ sistemin giriş değerini, $y(t)$ sistemin çıkış değerini göstermektedir [20].

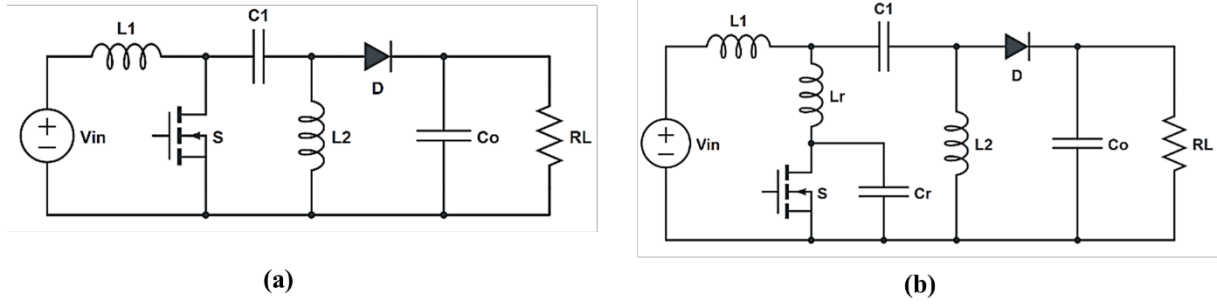
$$y(t) = K_p e(t) + K_i \int e(t) dt \quad (6)$$



Şekil 5. PI denetleyicisinin blok diyagramı

3.2. SEPIC Dönüştürücü

Şekil 6 (a)'da gösterilen geleneksel SEPIC DC-DC dönüştürücü, bir anahtar (S), bir diyot (D), iki bobin (L_1, L_2) ve iki kondansatörden (C_1, C_2) oluşmaktadır [21]. Giriş gerilimi değeri, görev döngüsü kontrolü ile çıkışta istenilen gerilim seviyesinde ayarlanabilir. Böylelikle çıkış geriliminin giriş geriliminden düşük olması istenilen durumlarda azaltan (buck), çıkış geriliminin yüksek olması istenilen durumlarda ise yükselten (boost) dönüştürücü modunda çalışması sağlanabilir. Bu nedenle SEPIC DC-DC dönüştürücüler batarya şarj sistemlerinde avantaj sağlarlar. Diğer DC-DC dönüştürüclere göre önemli avantajları ise sürekli giriş akımı, giriş akım dalgalanmasının filtreye ihtiyaç duyulmadan düşürülmesi, aşırı akım sınırlama yeteneği ve yarı iletken anahtar sürme kolaylığıdır [22]. SEPIC DC-DC dönüştürücüler, fotovoltaik enerji sistemlerinde maksimum güç noktası takibinde, batarya şarj sistemlerinde, güç faktörü düzeltme uygulamalarında ve güç LED sürücülerinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Azaltan-yükselten (buck-boost) ve Cük dönüştürücülerden farklı olarak çıkış gerilimi değerinin giriş gerilimi değeri ile aynı polaritede olmasını sağlamaktadır [23].



Şekil 6. (a) Geleneksel SEPIC dönüştürücü, (b) ZVS SEPIC dönüştürücü

3.3. ZVS SEPIC Dönüştürücü

SEPIC DC-DC dönüştürücü ve diğer güç dönüştürücülerde anahtar sürülürken kullanılan sert anahtarlama tekniği, anahtar boyunca anahtarlama kayıpları, anahtar üzerinde elektromanyetik girişim ve akım-gerilim stresi gibi etkilere neden olur. Bu etkileri azaltmak için devreye rezonans bobini (L_r) ve kondansatörü (C_r) eklenerek yumuşak anahtarlama yapılabilir. Sıfır gerilimde anahtarlama (ZVS) ve sıfır akımda anahtarlama (ZCS) yumuşak anahtarlama tekniklerindedir. Sıfır gerilimde anahtarlama tekniğinde anahtarın drain-source gerilim değeri sıfır olduğunda anahtar iletim ve kesime geçmektedir. Sert anahtarlama uygulanan dönüştürücülerin verimliliği %85-%90 arasında değişirken yumuşak anahtarlama uygulanan dönüştürücülerin verimliliği %90-%95 arasındadır [12]. Şekil 6 (b)'de gösterilen ZVS SEPIC dönüştürücünün matematiksel modeli için dönüştürücü devre elemanlarının ideal olduğu kabul edilerek rezonans frekansı (ω_0) ve karakteristik empedans (Z_0) Eş. 7 ve Eş. 8 ile hesaplanır [24].

$$\omega_0 = \frac{1}{\sqrt{L_r C_r}} \quad (7)$$

$$Z_0 = \sqrt{\frac{L_r}{C_r}} = \omega_0 L_r = \frac{1}{\omega_0 C_r} \quad (8)$$

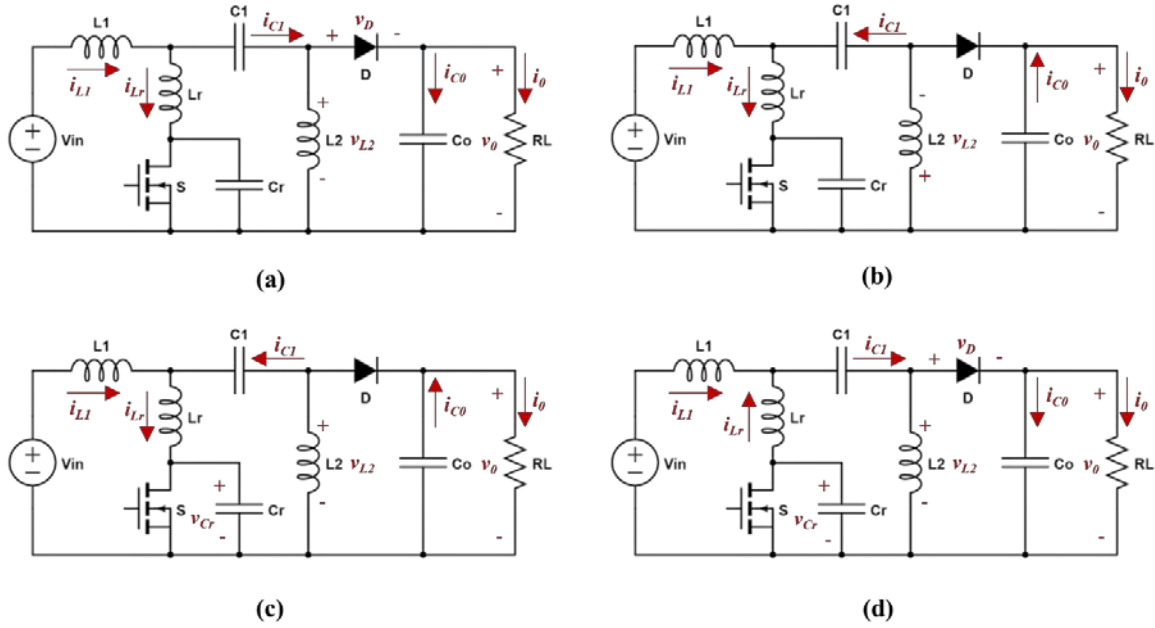
Burada L_r , rezonans bobini, C_r , rezonans kondansatörüdür. Kalite faktörü (Q) Eş. 9 ile hesaplanabilir.

$$Q = \frac{R_L}{Z_0} = \frac{FR_L}{\omega_s L_r} = \frac{\omega_s C_r R_L}{F_n} \quad (9)$$

Burada, $F_n = f_s/f_0$ normalize edilmiş anahtarlama frekansı, $\omega_s = 2\pi f_s$ anahtarlama frekansının açısal hızı, R_L yük direnci değeridir. Rezonans bobini başlangıç akımı $i_{L_r}(0)$ ve anahtar kapalıyken anahtar başlangıç akımı $i_s(0)$ Eş. 10 ile ifade edilir.

$$\lambda = \frac{i_{L_r}(0)}{i_{in} + i_{out}} = \frac{i_s(0)}{i_{in} + i_{out}} \quad (10)$$

Burada, I_{in} giriş akımı ve I_{out} çıkış akımıdır. ZVS SEPIC dönüştürücüye ait çalışma modları Şekil 7’de gösterilmiştir.



Şekil 7. ZVS SEPIC çalışma modları (a) Mod 1, (b) Mod 2, (c) Mod 3, (d) Mod 4

3.3.1. Mod 1 ($0 < t < t_1$)

ZVS SEPIC dönüştürücüye ait dalga formları Şekil 8’de gösterilmiştir. Mod 1’de yarı iletken anahtar ve diyot iletimdedir. $V_m = V_{out}/V_{in}$ gerilim kazancı olduğunda bu modda anahtardan geçen akım (i_s) Eş. 11 ile ifade edilir.

$$i_s = \frac{(I_{in} + I_{out})Q\omega_s t}{F_n V_m} + i_s(0) \quad (11)$$

Benzer şekilde diyot akımı (i_d) Eş. 12 ile ifade edilir.

$$i_d = I_{in} + I_{out} - \frac{(I_{in} + I_{out})Q\omega_s t}{F_n V_m} - i_s(0) \quad (12)$$

Bu mod " t_1 " anında yani diyot akımı (i_d) sıfır değerine ulaştığında sonlanır.

3.3.2. Mod 2 ($t_1 < t < t_2$)

Bu modda, yarı iletken anahtar iletimde, diyot kesimdedir. Anahtardan akan akım (i_s) Eş. 13 ile verilir.

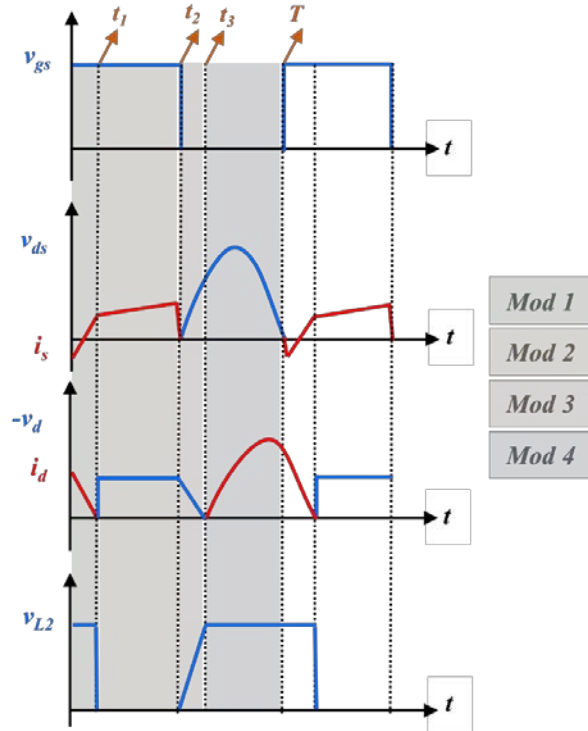
$$i_s = I_{in} + I_{out} \quad (13)$$

Benzer şekilde diyot gerilimi (v_d) Eş. 14 ve Eş. 15 ile verilir.

$$v_d = -V_{in} - V_{out} \quad (14)$$

$$-v_d = V_{in} + V_{out} \quad (15)$$

Burada, V_{in} giriş gerilimi, V_{out} çıkış gerilimidir. Bu mod, " t_2 " anında yani anahtar kesime gittiğinde sona erer.



Şekil 8. ZVS SEPIC dönüştürücü dalga formları

3.3.3. Mod 3 ($t_2 < t < t_3$)

Bu modda, yarı iletken anahtar ve diyot kesimdedir. Bu mod sırasında anahtar gerilimi (v_s) Eş. 16 ile verilir.

$$v_s = \frac{V_m(V_{in}+V_{out})}{F_n Q} (\omega_s t - 2\pi D) \quad (16)$$

Burada, D görev döngüsü değeridir. Benzer şekilde diyot gerilimi (v_d) Eş. 17 ile verilir.

$$v_d = (V_{in} + V_{out}) \left(\frac{V_m}{F_n Q} (\omega_s t - 2\pi D) - 1 \right) \quad (17)$$

Bu mod, " t_3 " anında yani diyot gerilimi (v_d) değeri sıfıra ulaştığında sona erer.

3.3.4. Mod 4 ($t_3 < t < T$)

Bu modda, yarı iletken anahtar kesimde, diyot ise iletimdedir. Bu modda anahtar gerilimi (v_s) Eş. 18 ile ifade edilir.

$$v_s = (V_{in} + V_{out}) \left(1 + \frac{V_m}{Q} \sin \left(\frac{\omega_s t - \omega_s t_3}{F_n} \right) \right) \quad (18)$$

Diyot akımı (i_d) ise Eş. 19 ile ifade edilir.

$$i_d = (I_{in} + I_{out}) \left(1 - \cos \left(\frac{\omega_s t - \omega_s t_3}{F_n} \right) \right) \quad (19)$$

Rezonans bobininden akan akım (i_{Lr}) Eş. 20 ile hesaplanır.

$$i_{Lr} = (I_{in} + I_{out}) \cos \left(\frac{\omega_s t - \omega_s t_3}{F_n} \right) \quad (20)$$

Bu mod, "T" anında yani anahtar kesime gittiğinde sona erer. Dönüştürücüde sıfır gerilimde anahtarlama işleminin gerçekleşmesi için Eş. 21 ve Eş. 22'nin sağlanması gerekir.

$$v_s(T) = v_s(0) = 0 \quad (21)$$

$$i_{Lr}(T) = i_{Lr}(0) = \lambda(I_{in} + I_{out}) = 0 \quad (22)$$

Eş. 20 şu şekilde yazılabilir,

$$\frac{Q}{V_m} = -\sin \left(\frac{2\pi(1-D)}{F_n} - \frac{Q}{V_m} \right) \quad (23)$$

Anahtar başlangıç akımı Eş. 9, Eş. 10 ve Eş. 20 kullanılarak belirlenir.

$$\lambda = \cos \left(\frac{2\pi(1-D)}{F_n} - \frac{Q}{V_m} \right) \quad (24)$$

Görev döngüsü değeri (D) Eş. 25 kullanılarak elde edilir.

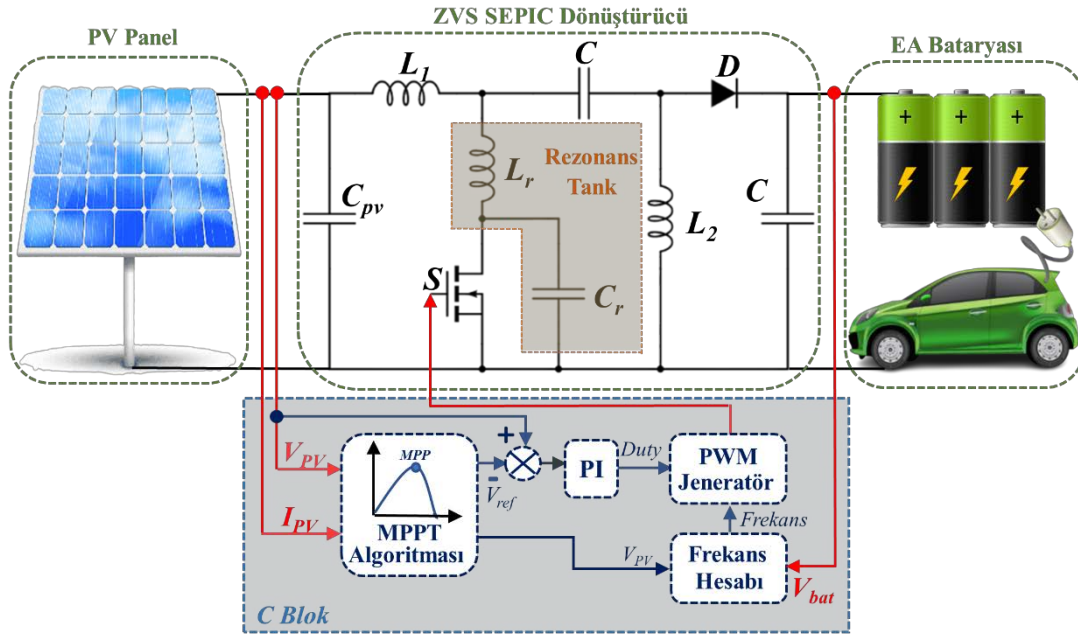
$$D = 1 - \frac{1}{2\pi} F_n \left(-\cos^{-1} \left(\sqrt{1 - \left(\frac{Q}{V_m} \right)^2} \right) + \frac{Q}{V_m} + 2\pi n \right) \quad (25)$$

Burada, n düzeltme faktörüdür. Anahtarlama periyodunun sabit iletim ve değişken kesim sürelerine sahip olduğu görülmektedir. Sıfır gerilimde anahtarlama işlemi için Eş. 26'da sağlanmalıdır.

$$-1 \leq \lambda \leq 1 \text{ ya da } 0 \leq Q = \frac{R_L}{Z_0} \leq V_m \quad (26)$$

IV. BATARYA ŞARJ SİSTEMİ MODELİ

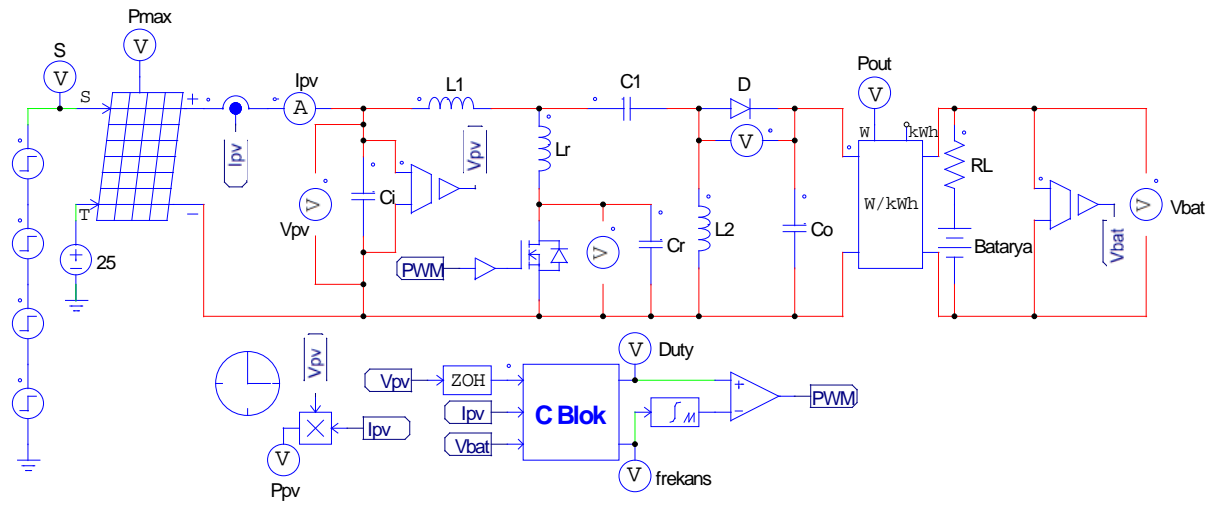
Elektrikli araç (EA) batarya şarj sistemi için önerilen sistem modeli Şekil 9'da gösterilmiştir. Sistemde, maksimum güç noktası takibi algoritmaları fotovoltaik panelin akım (I_{pv}) ve gerilim (V_{pv}) değerlerini girdi olarak alır ve bir referans gerilimi (V_{ref}) oluşturur. Referans gerilimi ile panel gerilimi değeri karşılaştırılarak bir hata sinyali üretilir. Hata sinyali PI denetleyicisinden geçirilerek görev döngüsü değeri oluşturulur. Oluşturulan değer Eş. 25 kullanılarak hesaplanan frekans değeriyle modüle edilerek ZVS SEPIC dönüştürücüyü kontrol eden PWM sinyali üretilmiş olur.



Şekil 9. Batarya şarj sistemi modeli

Tasarlanan batarya şarj sisteminin PSIM ile benzetimi Şekil 10'da gösterilmiştir. Fotovoltaik panele sabit sıcaklık ($25\text{ }^{\circ}\text{C}$) altında $400 - 600 - 1000 - 500\text{ W/m}^2$ olmak üzere dört farklı ışınım değeri uygulanmıştır.

Fotovoltaik panel özellikleri Tablo 1’de gösterilmiştir. Fotovoltaik panelden alınan veriler C Blok girişine uygulanarak her iki algoritma için görev döngüsü değeri belirlenmiştir. PI denetleyicisi kullanılarak görev döngüsünün sabit adım değeri ile artırılıp azaltılması yerine her ışınım değerine uygun görev döngüsü değeri oluşturulmuştur. Görev döngüsü değerinin değişimine bağlı olarak frekans değeri de güncellenmiştir. ZVS SEPIC dönüştürücü ile anahtar kayıpları azaltılmış ve maksimum güç 48 V bataryaya aktarılmıştır. Tasarlanan sistemde PI denetleyicisi ve ZVS SEPIC dönüştürücüye ait parametreler Tablo 2’de gösterilmiştir. PI denetleyicisine ait oransal kazanç ve integral kazanç değerleri uzman deneyimine göre belirlenmiştir ve benzetim sonuçlarına göre deneme yanılma yapılarak en iyi değerler tespit edilmeye çalışılmıştır.



Şekil 10. Batarya şarj sistemi PSIM modeli

Tablo 1. Fotovoltaik panel özellikleri

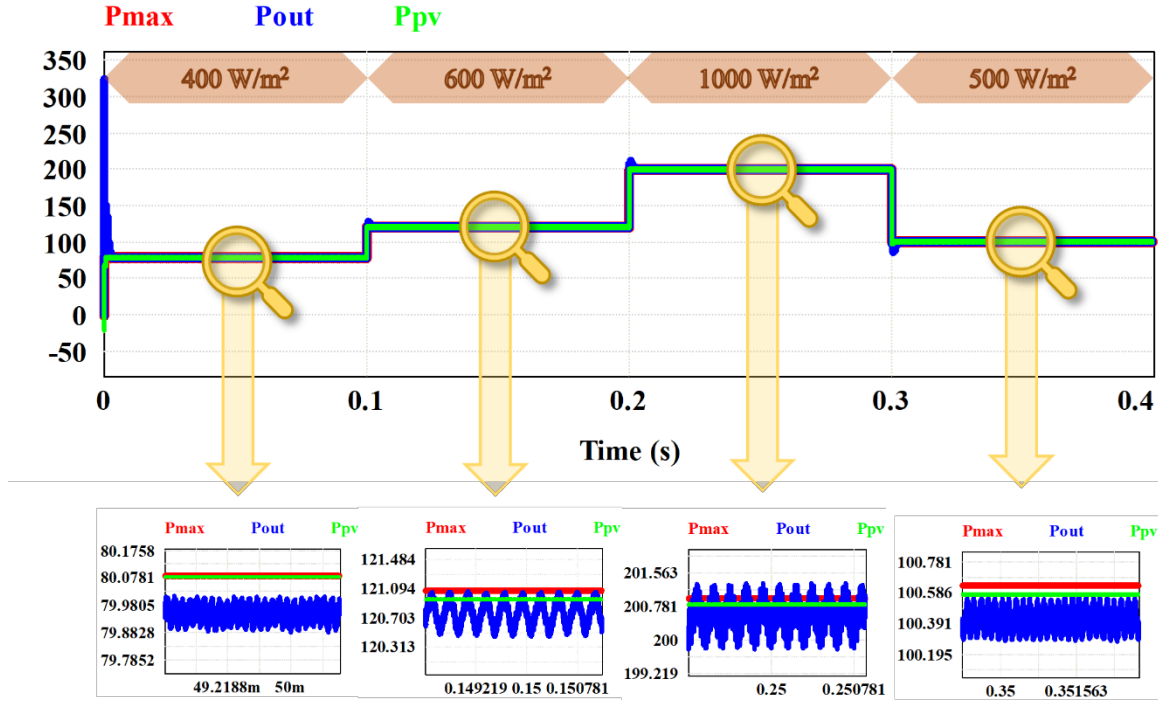
Fotovoltaik Panel	
Parametre	Değer (1000 W/m ² için)
Maksimum güç (P_{max}) (W)	200
Maksimum güç noktası gerilimi (V_{MPP}) (V)	35,4
Maksimum güç noktası akımı (I_{MPP}) (A)	5,65
Açık devre gerilimi (V_{oc}) (V)	44
Kısa devre akımı (I_{sc}) (A)	6,31

Tablo 2. PI denetleyicisi ve ZVS SEPIC dönüştürücü parametreleri

PI Denetleyici		ZVS SEPIC Dönüştürücü			
Parametre	Değer	Eleman	Değer	Eleman	Değer
K_p	3000	C_i (μF)	470	C_r (nF)	50
K_i	95	C_o (μF)	470	C_1 (μF)	2
dt	0,00002	L_1, L_2 (μH)	80	R_L (Ω)	0,3
V_{ref} (V)	33,8	L_r (μH)	20	Batarya (V)	48

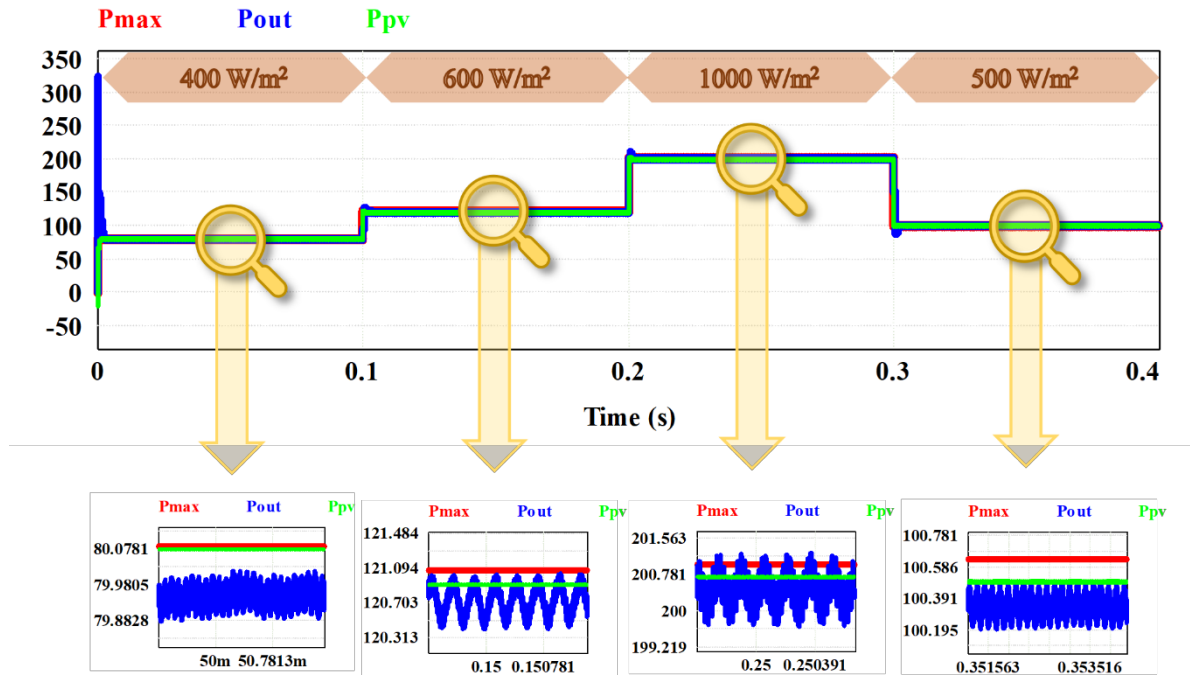
PSIM ortamında yapılan benzetime ait sonuçlar kullanılan iki algoritma için güç takibi ve verim açısından karşılaştırılmıştır. Ayrıca her iki algoritma için sıfır gerilimde anahtarlama ve sıfır akımda anahtarlama tekniğinin doğruluğu test edilmiştir.

Şekil 11, Değiştir & Gözle algoritması için güç takibini göstermektedir. Bu algoritma ile tüm ışınım değerlerinde çıkış gücünün (P_{out}) panel gücünü (P_{pv}) başarılı şekilde takip ettiği gözlemlenmiştir.



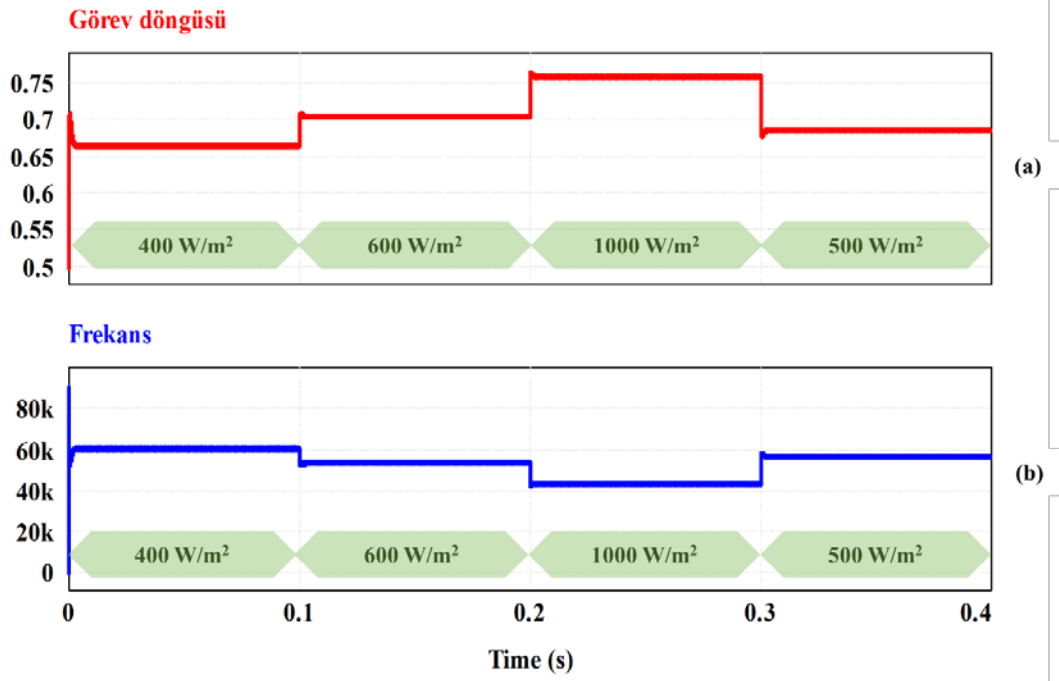
Şekil 11. Değiştir & Gözle algoritması için farklı ışınım değerleri altında güç takibi

Şekil 12'de Artan İletkenlik algoritması için güç takibi gösterilmiştir. Bu algoritma ile tüm ışınım değerlerinde çıkış gücünün (P_{out}) panel gücünü (P_{pv}) başarılı şekilde takip ettiği gözlemlenmiştir.

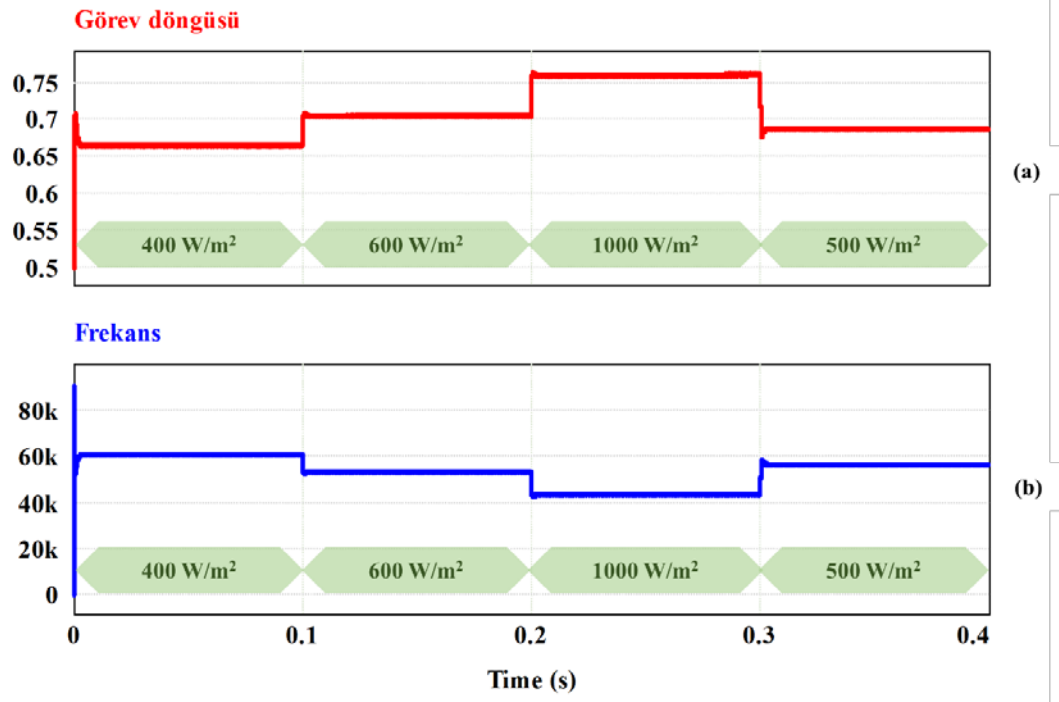


Şekil 12. Artan İletkenlik algoritması için farklı ışınım değerleri altında güç takibi

Şekil 13 ve 14'te her iki algoritmaya ait farklı ışınm değerleri için görev döngüsü ve frekans değişimi gösterilmiştir. Her iki algoritmada da görev döngüsü değişimine bağlı olarak frekans değişiminin başarılı şekilde gerçekleştiği gözlemlenmiştir.

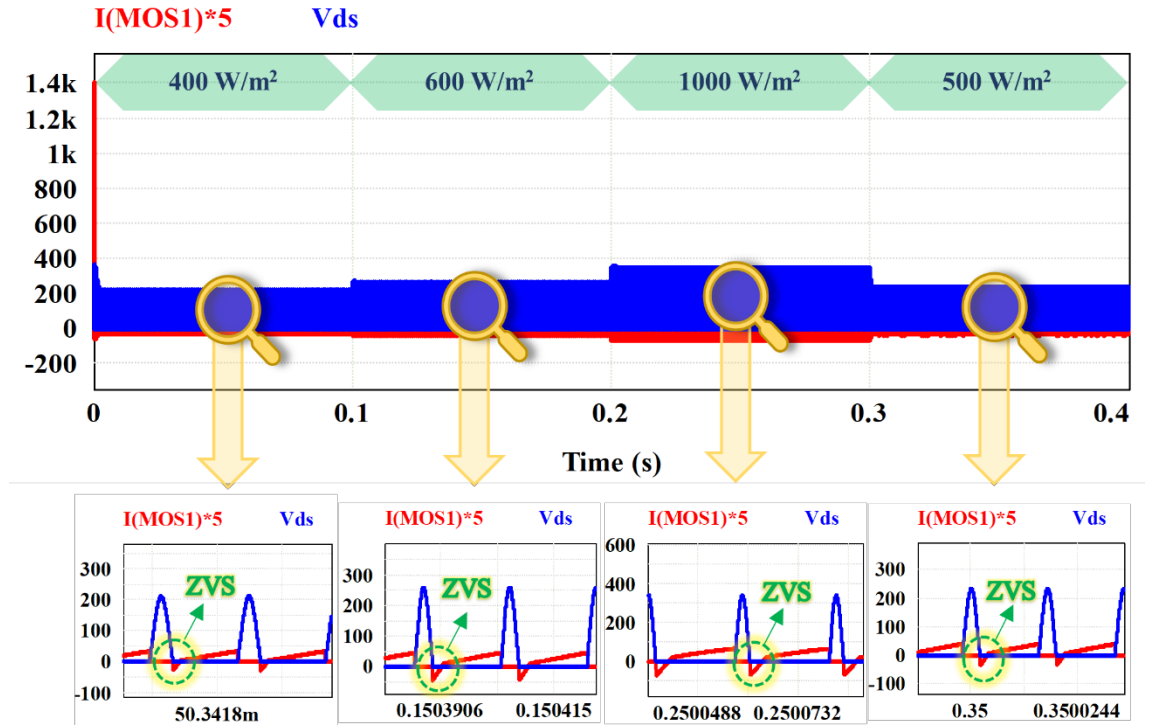


Şekil 13. Değiştir & Gözle algoritması farklı ışınm değerleri altında (a) görev döngüsü, (b) frekans değişimi

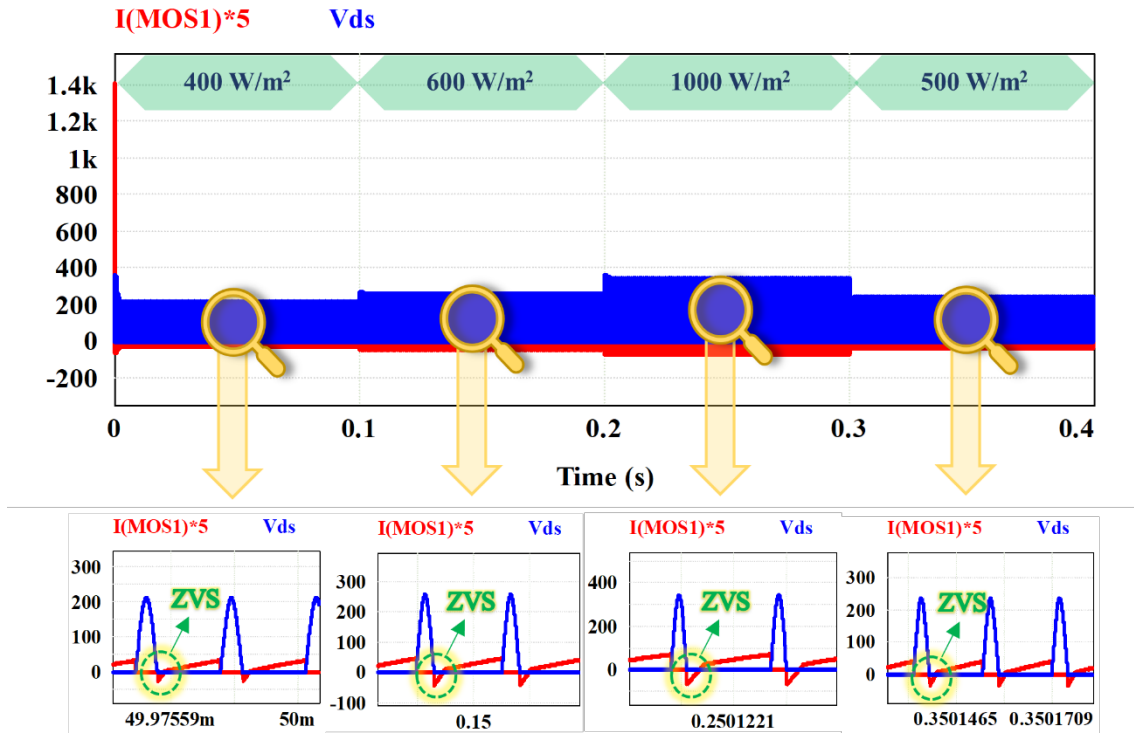


Şekil 14. Artan İletkenlik algoritması farklı ışınm değerleri altında (a) görev döngüsü, (b) frekans değişimi

Şekil 15 ve 16'da her iki algoritmada da sıfır gerilimde anahtarlama tekniğinin sağlandığı gözlemlenmiştir.

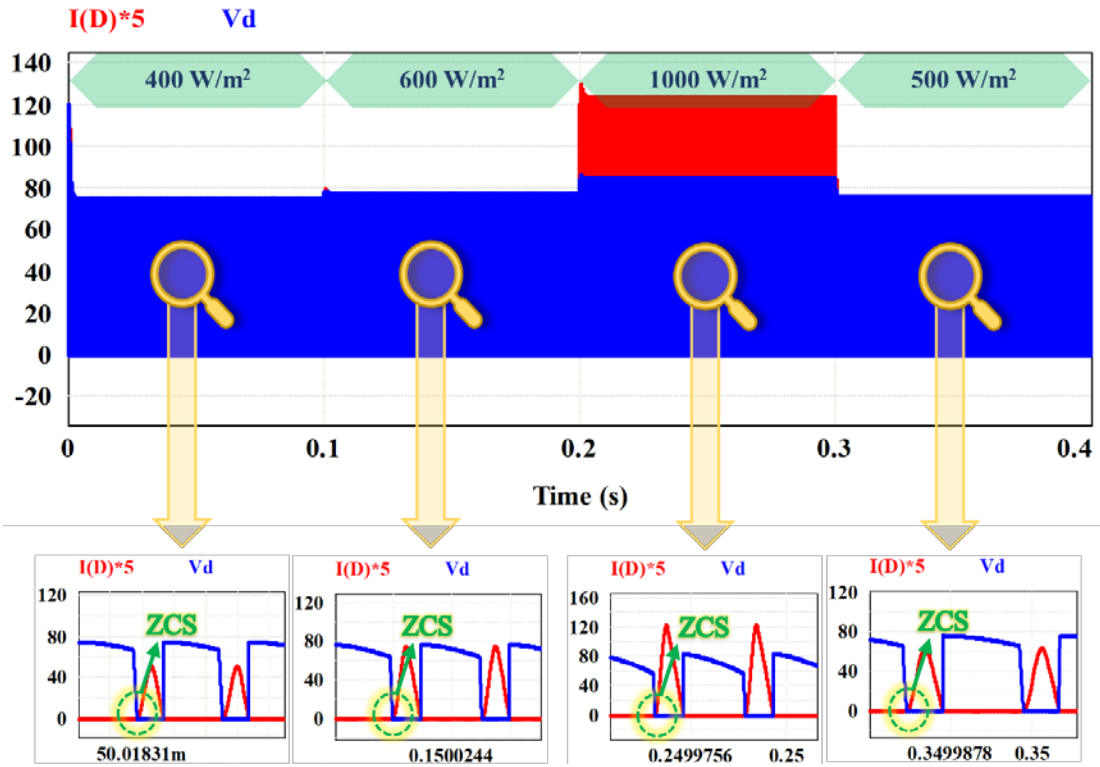


Şekil 15. Değiştir & Gözle algoritması için ZVS SEPIC dönüştürücü anahtar akımı ve gerilimi

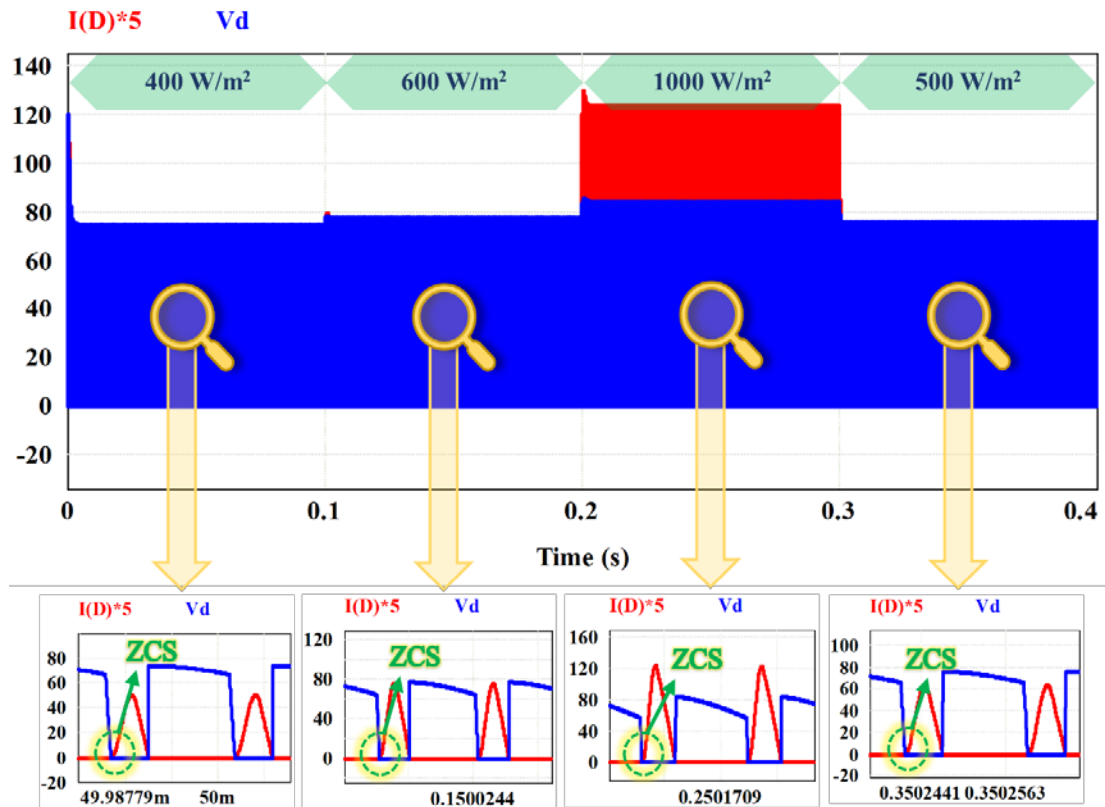


Şekil 16. Artan İletkenlik algoritması için ZVS SEPIC dönüştürücü anahtar akımı ve gerilimi

Şekil 17 ve 18’de her iki algoritmada da sıfır akımda anahtarlama tekniğinin sağlandığı gözlemlenmiştir.

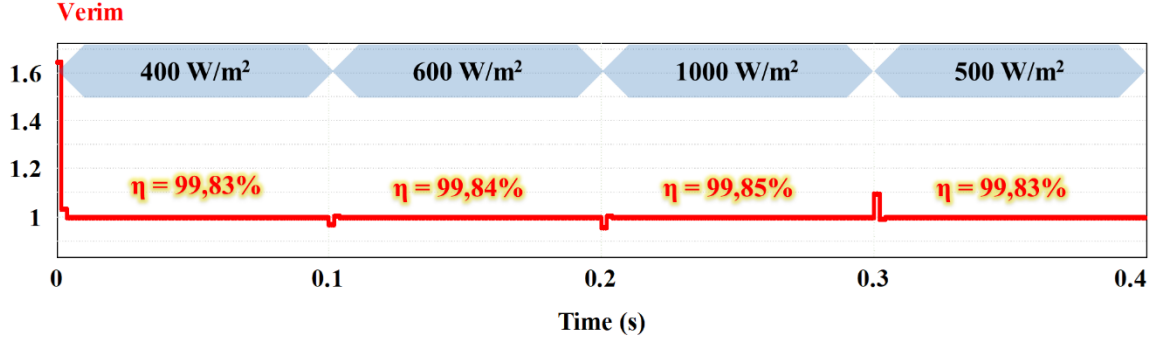


Şekil 17. Değişir & Gözle algoritması için ZVS SEPIC dönüştürücü diyot akımı ve gerilimi



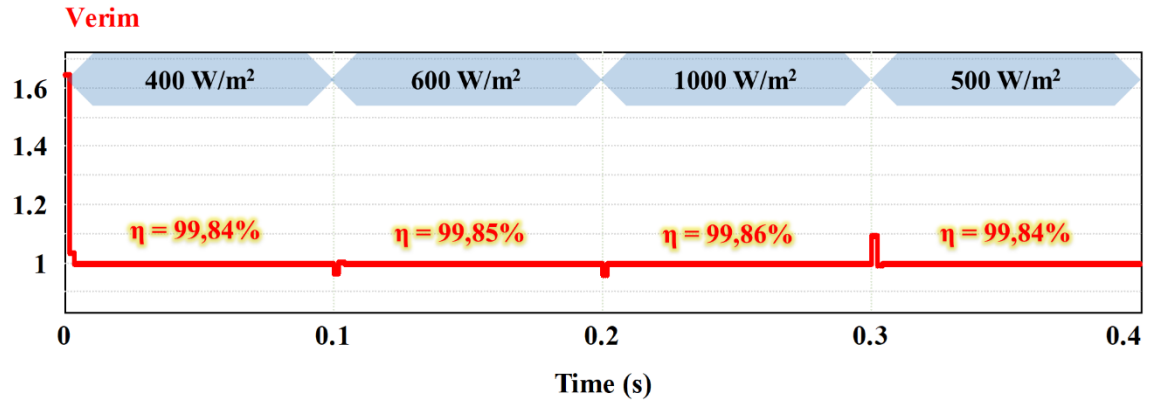
Şekil 18. Artan İletkenlik algoritması için ZVS SEPIC dönüştürücü diyot akımı ve gerilimi

Şekil 19 ve 20'de her iki algoritma dönüştürücü verimi açısından kıyaslanmıştır. Artan İletkenlik algoritmasında 1000 W/m^2 ışıma değeri için %99,86 değeri ile maksimum gücün en yüksek verimle aktarıldığı gözlemlenmiştir. ZVS SEPIC dönüştürücü için benzetim sonuçları Tablo 3'te gösterilmiştir.



Şekil

19. Değiştir & Gözle algoritması için farklı ışıma değerleri altında dönüştürücü verimi



Şekil

20. Artan İletkenlik algoritması için farklı ışıma değerleri altında dönüştürücü verimi

Tablo 3. Farklı ışıma değerleri için benzetim sonuçlarının karşılaştırılması

Değiştir & Gözle (D&G) Algoritması				
Parametre	400 (W/m ²)	600 (W/m ²)	1000 (W/m ²)	500 (W/m ²)
f_s (kHz)	60,7	53,5	43,5	56,9
D (%)	66,5	70,4	75,9	68,6
P_{out} (W)	80,8	120,6	200,2	100,5
η (%)	99,83	99,84	99,85	99,83
ZVS	✓	✓	✓	✓
ZCS	✓	✓	✓	✓
Artan İletkenlik (Aİ) Algoritması				
Parametre	400 (W/m ²)	600 (W/m ²)	1000 (W/m ²)	500 (W/m ²)
f_s (kHz)	60,7	53,5	43,4	56,7
D (%)	66,5	70,5	76	68,7
P_{out} (W)	80,8	120,6	200,3	100,7
η (%)	99,84	99,85	99,86	99,84
ZVS	✓	✓	✓	✓
ZCS	✓	✓	✓	✓

V. SONUÇLAR

Bu çalışmada, elektrikli araç batarya şarj sistemi için sıfır gerilimde anahtarlama tekniği uygulanan SEPIC dönüştürücü tasarımı gerçekleştirilmiştir. Değişir & Gözle ve Artan İletkenlik maksimum güç noktası takibi algoritmaları dönüştürücüye uygulanarak algoritmalar güç takibi ve verim açısından karşılaştırılmıştır. Maksimum güç noktası takibi algoritmaları PI denetleyicisi ile birleştirilerek görev döngüsü değerini sabit adım değeri ile artırıp azaltmak yerine farklı ışıyım değerlerine göre değişen görev döngüsü değeri belirlenerek sistemin kararlılığı, güç takibi etkinliği ve verimi artırılmıştır. Tasarlanan sistemde geleneksel SEPIC dönüştürücü yerine ZVS SEPIC dönüştürücü kullanılarak anahtarlama kayıpları azaltılmış ve güneş panelinden elde edilen maksimum güç değeri 48 V bataryaya aktarılmıştır. Benzetim sonuçlarına göre, ZVS SEPIC dönüştürücü ile tasarlanan batarya şarj sisteminde kullanılan her iki algoritma da güç takibini başarılı şekilde gerçekleştirmiş ve %99'un üzerinde verim elde edilmiştir. Değişir & Gözle algoritmasına kıyasla Artan İletkenlik algoritması ile 25 °C sıcaklık altında ve 1000 W/m² ışıyım değerinde en yüksek verimin %99,86 değeri ile bu algoritmada elde edildiği gözlemlenmiştir.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma Bandırma Onyedü Eylül Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından desteklenmiştir. Proje Numarası: BAP-22-1004-008.

KAYNAKLAR

- [1] Arslan F, Türkdoğan S (2022) Kamu binalarında çatı üzeri fotovoltaik panel kurulum potansiyelinin belirlenmesi ve enerji üretim artışı için mimari tasarımın ele alınması: Yalova ili örneği. *Journal of Innovative Engineering and Natural Science*, 2(2): 76–94. <https://doi.org/10.29228/jiens.63060>
- [2] Özbay H (2020) Rezonans Dönüştürücü Fotovoltaik Batarya Şarj Sistemi Photovoltaic Battery Charger System With Resonant Converter. *Bandırma Üniversitesi Mühendislik Bilimleri ve Araştırmaları Dergisi*. 2(1):11–20.
- [3] Badak U, Yıldız AB (2021) Maksimum Güç Noktası İzleyici Algoritmalarının Verim, Salınım Miktarı ve Yakınsama Süresi Açısından Karşılaştırılması. *European Journal of Science and Technology*, 21:463-472. <https://doi.org/10.31590/ejosat.822975>
- [4] Şahin Y, Aksoy İ, Tinç NS (2014) DC-DC Dönüştürücülerde Kullanılan Yumuşak Anahtarlama Yöntemlerinin Karşılaştırılması. in *Eleco 2014 Elektrik-Elektronik-Bilgisayar ve Biyomedikal Mühendisliği Sempozyumu*, Bursa, Türkiye 27-29 Kasım.
- [5] Kenar M (2019) Güneş enerjisi üretim sistemleri için DC/DC ve DC/AC güç dönüştürücülerinin tasarımı ve Fuzzy-PI ile kontrolü. *Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Afyon, Türkiye*.
- [6] N. Jeddı N, El Amraoui Ouni L (2014) Comparative study of MPPT techniques for PV control systems. *International Conference on Electrical Sciences and Technologies in Maghreb, CISTEM*, <https://doi.org/10.1109/CISTEM.2014.7077034>
- [7] Seguel JL, Seleme SI, Morais LMF (2022) Comparative study of buck-boost, SEPIC, Cuk and Zeta DC-DC converters using different MPPT methods for photovoltaic applications. *Energies (Basel)*, 15(21), 7936. <https://doi.org/10.3390/en15217936>
- [8] Gupta A, Chauhan Y, Pachauri R, Sharma D, Chaudhary R, Gupta P (2021) Analysis of DC-DC Sepic converter with different MPPT technique. In *Proceedings of the 3rd International Conference on Advanced Computing and Software Engineering*, 1: 45-53.
- [9] Dwi Murdianto F, Nansur AR, Heriani Y (2018) Comparison of first order differential algorithm, perturb and observe (PO) and Newton Raphson Methods for PV application in DC microgrid isolated system. *Proceedings-2018 International Seminar on Application for Technology of Information and Communication: Creative Technology for Human Life, iSemantic*, 145–150. <https://doi.org/10.1109/ISEMANTIC.2018.8549815>
- [10] Harrison A, De Dieu J, Ndongmo N, Nfah EM, Ekute OB (2022) Improved Perturb & Observe MPPT method using PI controller for PV system based on real environmental and climatic conditions. in *Novateur Publications International Journal Of Innovations In Engineering Research And Technology*, 2022:2394–3696.

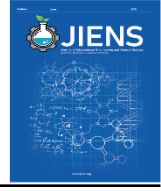
- [11] Majstorovic M, Mrsevic D, Duric B, Milesevic M, Stevic Z, Despotovic ZV (2020) Implementation of MPPT Methods with SEPIC Converter. in 19th International Symposium INFOTEH-JAHORINA, IEEE.
- [12] Raj A, Arya SR, Gupta J (2020) Solar PV array-based DC–DC converter with MPPT for low power applications. *Renewable Energy Focus*, 34:109–119. <https://doi.org/10.1016/j.ref.2020.05.003>.
- [13] Hansen AD, Sørensen PE, Hansen LH, Bindner HW (2001). Models for a stand-alone PV system. Denmark. Forskningscenter Risoe.
- [14] Keskin T (2019) MPPT Algoritmalarının Gerçek Zamanlı Olarak Karşılaştırılması ve PV Sisteme Uygulanması. Yüksek Lisans Tezi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Isparta, Türkiye.
- [15] Özbay H, Öncü S, Kesler M (2017) SMC-DPC based active and reactive power control of grid-tied three phase inverter for PV systems. *Int J Hydrogen Energy*, 42(28):17713–17722. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2017.04.020>.
- [16] H. Ozbay, A. Karafil, S. Oncu, and M. Kesler (2017) PSIM Simulation of Flyback Converter for P&O and IC MPPT Algorithms. *EJENS*, 2(1):204–209.
- [17] Altıntaş N, Yılmaz A, Demirci A, Tercan SM (2021) Bataryalı PV sistemlerde maksimum güç noktası takip yöntemlerinin karşılaştırılması. *European Journal of Science and Technology*, 21:369–377. <https://doi.org/10.31590/ejosat.702393>.
- [18] Keskin YE, Başoğlu ME, Tekdemir İG, Çakır B (2014) Fotovoltaik sistemlerde değiştir gözle ve artan iletkenlik algoritmalarının karşılaştırılması. in Eleco 2014 Elektrik-Elektronik-Bilgisayar ve Biyomedikal Mühendisliği Sempozyumu, Bursa, Türkiye 27-29 Kasım.
- [19] Kaysal A, Köroğlu S, Oğuz Y, Kaysal K (2023) Design and experimental implementation of DC-DC converter based self-tuning fuzzy PI controller. *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 38(1):483–495.
- [20] Günay Ö (2007) Değişken PWM Frekanslı PI Tipi DC Motor Kontrolü. Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, Türkiye.
- [21] Iñarra MB, Zubiaurre IB, Bengoetxea IL, Azaceta IZ (2018) *Power Electronic Converter Design Handbook*. Arrasate-Mondragon.
- [22] Kalçık ME (2020) SEPIC dönüştürücünün analizi ve farklı kontrol yöntemleri ile çıkış geriliminin denetlenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum, Türkiye.
- [23] Sujitha N, S. Krithiga S (2020) Off-board electric vehicle battery charger using PV array. *IET Electrical Systems in Transportation*, 10(3):291–300.
- [24] Akalp O, Ozbay H, Efe SB (2021) Design and analysis of high-efficient driver model for led luminaires. *Light and Engineering*, 29(2):96–106.



Araştırma Makalesi

Journal of Innovative Engineering and Natural Science

(Yenilikçi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Dergisi)

journal homepage: <https://jiens.org>

Türk tekstil ve hazır giyim sektörü inovasyon sisteminin güncel durumu

Aslı Balçak Girgin^{a,b*}, Yusuf Ulçay^b

^aHarput Textile Research and Development Center, Organize Sanayi Bölgesi Kahverengi Cadde 3. Sokak No:5-7 Nilüfer, BURSA/TÜRKİYE

^bBursa Uludağ Üniversitesi, FBE, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Bursa, Türkiye

MAKELE BİLGİSİ

Makale Geçmişi:
Geliş 5 Mayıs 2023
Düzeltilme 8 Ağustos 2023
Kabul 5 Eylül 2023
Çevrimiçi mevcut

Anahtar Kelimeler:
İnovasyon
İnovasyon sistemleri
Sektörel inovasyon sistemi
Tekstil sektörü

ÖZET

Tüm sektörler farklı bir inovasyon ekosistemine ve farklı politikalara ihtiyaç duyar. Bunun yanında değişik ülkelerde aynı sektöre ait inovasyon sistemlerinin farklı şekillerde yapılmış olduğunu gözlemleyebiliriz. Bu durum sektörün ne kadar katma değer ürettiğini belirleyen önemli bir unsurdur. Bu kapsamda ülkemizde tekstil ve konfeksiyon sektörel inovasyon sistemlerinin en optimum şekilde yapılandırılmasında ilk adım, mevcut Ar-Ge ve inovasyon düzeyi ve yapılanmasını analiz etmektir. Bu amaçla, bu çalışmada Türk tekstil ve konfeksiyon sektörüne yönelik Ar-Ge ve inovasyon verileri ortaya koyulmuş, sektöre ait aktörler ve bu aktörlerin mevcut sistem içerisinde konumlanması incelenmiştir. Ortaya konan veriler AB'deki veriler ile karşılaştırılarak çıkarımlarda bulunmuştur.

The current status of the Turkish textile and apparel sector's innovation system

ARTICLE INFO

Article history:
Received 5 May 2023
Received in revised form 8 August 2023
Accepted 5 September 2023
Available online

Keywords:
Innovation
Innovation systems
Sectoral innovation system
The textile sector

ABSTRACT

Each sector needs a unique innovation ecosystem and set of policies. Furthermore, we can see that different countries' innovation systems in the same sector are structured differently. This is a critical determinant of how much added value the sector generates. In this context, the first step in optimizing our country's textile and apparel sectoral innovation systems is to assess the current R&D and innovation level and structure. R&D and innovation data for the Turkish textile and apparel industries were revealed for this purpose. The sector's actors and their positioning in the current system were investigated. The data was compared to that of the EU, and inferences were made.

I. GİRİŞ

İnovasyon genel bir tanım olarak, mevcut durumdaki ihtiyaçların görülmesinin ardından, mümkün olan en fazla katma değer elde edilmesi için uygulanan çeşitli süreçleri içerir. Türk tekstil inovasyon sisteminin en uygun şekilde yapılanmasını sağlamak için ilk adım, sektörün ihtiyaçlarının ve eksiklerinin doğru bir şekilde

anlaşılmasıdır. Eksik noktaların ve ihtiyaçların diğer ülkelerde nasıl çözüldüğü gözden geçirdikten sonra; bu ihtiyaç ve eksiklerin özünde ne tarz fırsatlar içerdiğine odaklanılmalıdır.

Bazı faktörlerin bazı sektörlerde inovasyon üzerinde etkili iken başka bir sektörde etkili olamamaktadır ve bazı politikalar bazı sektörlerde derin bir etki oluştururken diğerlerinde zayıf kalmaktadır. Sistemdeki aktörlerin farklı sektörler için farklı işlevleri vardır. Bu sebeplerden dolayı sektörel inovasyon kavramına ihtiyaç duyulmuş, bu yönde çalışmalar yapılmıştır [1]. Dünyada yeni teknolojilerin ivmeli bir şekilde artışı ile beraber, önceleri inovasyon araştırmaları yeni teknolojiler üzerine yoğunlaşmaktaydı. 2000 yılından itibaren, Avrupa'daki inovasyon çalışmalarında düşük teknoloji yoğunluklu sektör kavramı da önemli bir yer tutmaya başladı. Çünkü düşük teknoloji sektörlerde inovasyon araştırmaları, endüstriyel inovasyon proseslerini anlamada, sosyal ve ekonomik kalkınmada önemli katkılar sağlamaktadır [2].

OECD'nin [3] sınıflandırmasına göre 17-19 Nace kodlarıyla Tekstil, hazır giyim ve deri (THD) sektörü düşük teknoloji sektör sınıfında yer almaktadır. Oysa sektör, gittikçe artan paydaki teknik tekstil üretimi ile havacılık ve uzay sanayi (353 kodlu), otomotiv (34 kodlu), medikal sektörü (33 kodlu) gibi sektörlerle yarı mamul ve ürünler üretilmektedir. Bu noktada tekstil sektörünün teknoloji yoğunluğu kayıt altına alındıktan sonra daha yüksek bir oranda gerçekleşmektedir. Gelişmiş ülkelerde THD sektörleri Ar-Ge yoğunluğuna baktığımızda; AB'de (%55 olan sektörler genel ortalamasının altında) %39 olarak seyrederken, Japonya'da sektörler genel ortalamasına yaklaştığını görmekteyiz (THD sektörleri ortalaması: %41, sektörler genel ortalaması: %43). Teknik tekstillerinin gelişmesiyle THD sektörleri daha teknoloji yoğun olabilir. Uygun bir inovasyon ekosistemi oluşturulduğunda Türkiye'de THD sektörleri Ar-Ge ve inovasyon yoğunluğu artabilir [4].

Tablo 1'de gelişmiş ülkelerin kilogram başına ihracat değerlerinin yaklaşık 2-3 dolar olduğunu görmekteyiz. Türkiye'nin ürettiği mallarda 2001-2015 arasında kilo başına %108 bir değer artışı olurken, Çin'de bu değer %61,5 olarak kalmıştır. Türkiye bu dönemde kilogram başına fiyatta oldukça iyi bir artış yakalamıştır. Son yıllarda pandemi ve yaşanan krizlerden dolayı bir yavaşlama söz konusu olsa da 2001-2015 arasındaki trendi devam ettirdiği takdirde Türkiye'nin kilogram ihracat değerinde iki dolar ve üzerini yakalaması mümkün görülmektedir.

Tablo 1. Ülkelerin kilogram başına ihracat değerlerinin 2001-2015 yılları arasındaki değişimi [5]

Ülke	2001	2015	Değişim (%)
Japonya	3.44	3.86	12.21
Almanya	1.98	3.68	85.86
İtalya	2.04	3.21	57.35
Güney Kore	1.41	2.70	91.49
ABD	1.74	1.98	13.79
Polonya	0.55	1.87	240.00
İspanya	1.28	1.79	39.84
Çin	0.96	1.55	61.46
Türkiye	0.69	1.44	108.7
Malezya	0.88	1.07	21.59

Gelişmiş ülkelerdeki ihracat kilogram değerinin minimum iki dolar ve üzeri olduğu verisinden yola çıkarak ve tekstil ve hazır giyim sektörlerinin ihracat içindeki payını koruyacağını kabul edersek, bu durumda tekstil sektörünün kilogram başına ihracat değerinin 6 \$/kg hazır giyim ise 18,8 \$/kg olması gerekmektedir.

İhracat kilogram fiyatını arttırmadaki en önemli faktör ihracat içindeki yüksek teknoloji ürünlerin oranıdır. Bu değer Türkiye’de %4 civarındadır. Gelişmiş ülkelerde ise bu oranın %20-25 civarında olduğu görülmektedir. Türkiye’nin ihracat kilo fiyatı ve ileri teknoloji ihracat oranını yükseltmesi için hem yüksek teknoloji hem geleneksel sektörlerde inovasyon ekosisteminin kurması ve olgunlaşması gerekmektedir. Savunma ve havacılık sektörü Türkiye’nin son yıllarda önem verdiği ve çok güzel bir ivme yakaladığı sektördür. Bu konuda kendi inovasyon ekosistemi oluşmaktadır ve bu konuda tekstil ve diğer sektörler için alınması gereken dersler vardır. Bu konuda yapılacak çalışmalar hem kendi ulusal dinamiklerimizin anlaşılması hem de diğer sektörler için çıkarımlar yapılması için önemlidir [6].

PricewaterhouseCoopers’a göre [7]; 2050’de Türkiye GSYH’sı yaklaşık 2,5 kat (2030’de yaklaşık 1,5 kat) büyüyeceği ve Dünya’nın en büyük 11. ekonomisi olacağı öngörülmektedir. Bu hedefe ulaşmak üzere 3,73 dolar/kg olan tekstil sektörü, 13,2 dolar/kg olan hazır giyim sektörü ortalama ihracat fiyatları [8] ve diğer sektörlerin payları, sektörel ihracat kg fiyatları, ileri ve ileri-orta teknoloji mal ihracatının yüzde oranları belirlenmeli ve ayrıntılı yol haritaları oluşturulması gerekmektedir. Tekstil ihracat miktarımızın genel ihracata oranının azalacağı öngörüldüğüne göre, ülke bazında toplam %1 olan teknik tekstil ihracatımızın oranı ve bu oran içerisindeki farklı teknik tekstil dallarının payları, pazar analizleri yapılarak planlanmalı ve planlandığı oranda desteklenmelidir. Oluşturulacak inovasyon ekosistemi bu amaca hizmet etmelidir. Kurumlar ve yatırımlar bu hedeflere ulaşmak üzere konumlandırılmalıdır.

Bu çalışmada Ar-Ge dayalı inovasyon kavramı incelenmiştir. Ar-Ge’ye dayalı inovasyon temel ve uygulamalı araştırma sonuçlarının kullanıldığı ve Ar-Ge sistematığının yürütüldüğü, işletmeler ve kurumlar için daha sürdürülebilir ve ölçülebilir süreçleri içeren bir kavramdır. Türk tekstil ve konfeksiyon sektörünün Ar-Ge’ye dayalı inovasyon alt yapısı belirlemek üzere, öncelikle inovasyon sistemleri açıklanmış, Ar-Ge harcamaları ile ekonomik büyüme arasındaki ilişki irdelenmiş, Türkiye’deki ulusal inovasyon sistemi ve Ar-Ge verileri ortaya koyulmuş, Türkiye’deki Sanayi Bakanlığı onaylı tekstil Ar-Ge merkezleri, tekstil kümeleri ve araştırma alt yapıları irdelenmiş, Üniversite Sanayi İşbirliği ve ara yüzleri hakkında bilgi verilmiş, tekstil ve konfeksiyon sektörüne yönelik Ar-Ge verileri AB verileri ile karşılaştırılmış ve çıkarımlar yapılmıştır. Böylece sektörün inovatif kaynakları ve Ar-Ge alt yapısı ortaya koyulmuştur. Sonuç kısmında yapılan çalışmalara yönelik çıkarımlar yapılmıştır.

II. LİTERATÜR TARAMA

2.1. İnovasyon Kavramı ve Ulusal İnovasyon Sistemi (UIS)

İnovasyon kavramı hem bir süreci hem de bir sonucu anlatır. AB ve OECD’e göre, inovasyon “bir fikri pazarlanabilir bir ürün ya da hizmete, yeni ya da geliştirilmiş bir imalat ya da dağıtım yöntemine ya da yeni bir

toplumsal hizmete dönüştürmeyi” ifade eder. Ayrıca, bu sürecin sonunda ortaya konan, “pazarlanabilir, yeni ya da geliştirilmiş ürün, yöntem ya da hizmeti” de ifade eder [9].

İnovasyon türleri odak noktalarına göre farklı olarak sınıflandırılabilir. Düzeylerine göre inovasyon türleri, radikal, adımsal ve yıkıcı olarak sınıflandırılır. İnovasyon yapılış şekline göre; kapalı, açık ve tersine olarak tanımlanabilir. İnovasyon türleri, konusuna ve yapıldığı alana göre ürün, süreç, iş modeli, örgütsel ve pazarlama inovasyonu olarak sınıflandırılabilir. Ürün/hizmet inovasyonu, yeni veya özellikleri veya kullanım amaçları kapsamında önemli ölçüde geliştirilmiş veya iyileştirilmiş bir mal veya hizmetin pazara sunulmasıdır. Süreç inovasyonu, yeni veya önemli ölçüde geliştirilmiş üretim ya da dağıtım yöntemlerinin uygulanmasıdır. İş modeli inovasyonu, işletmelerin müşteriye sunulan değer, kar, kaynaklar, süreçlerle ilgili konularda değişiklikler oluşturarak, farklı inovasyonlar oluşturmasıdır. Örgütsel inovasyon, iş yapılarının, bunların uygulamalarının ve modellerinin oluşturulmasını ve değişimini kapsar. Bu konuda, pazarlama, süreç ve iş modeli inovasyonlarını içine alır. Pazarlama inovasyonu, firmaların ürün tasarımı, paketlenmesi, yerleştirilmesi, promosyonu ve fiyatlandırılması gibi konularda önemli değişiklikler yaparak yeni bir pazarlama yönteminin uygulamasıdır. Bu türlerin her biri işletmeler için önemli yenilik kaynaklarıdır.

İnovasyon sistemi kavramı gelişim süreci boyunca önce ulusal boyuta, sonrasında makro ve mikro boyuttaki sistemlere yönelmiştir. 1990'lı yıllarda başlayan inovasyon araştırmalarında odak lineer ilk modellerden, günümüzde ağ yapı dinamiklerine doğru evrilmiştir. İnovasyon sistemlerine bilgiyi üreten ve dağıtan, işleyerek ekonomiye kazandıran, katma değer oluşturan sistemler olarak bakmak gerekir [10].

Sektörel inovasyon, ulusal inovasyon sisteminin altından yapılmış olmasından ötürü ulusal inovasyon sistemi sektörel inovasyon sistemini şekillendirir. Bu sebeple öncelikle ulusal inovasyon sistemi kavramı incelenecektir. Freeman [11] UİS'i özel sektör ve kamu kuruluşlarının yeni teknolojileri benimseyerek kabul etmesi, sahip olması, geliştirmesi ve yaygınlaştırması noktasında; bu kurumların aralarındaki bütüncül network ve faaliyetler olarak tanımlar.

Ulusal inovasyon sisteminin 30 küsur senelik oluşumu boyunca 3 farklı dönemden bahsedilebilir. İlk dönemde Ar-Ge'ye ve inovasyon arzını geliştirmeye yoğunlaşmıştır. İkinci dönemde, sistem ve kümelerin geliştirilmesine, üçüncü dönemde ise farklı sektörler ve disiplinler arası koordinasyon ve etkileşimin sağlanmasına odaklanılmıştır.

Birinci dönemde Freeman [11-13], Lundvall [14-16], Nelson [17-19], Patel and Pavitt [20] başlıca araştırmacılarıdır. Bu dönemde odaklanan konular arasında; kurumsal yapı, müşterek öğrenme gelir. Yapılan çalışmalar daha çok OECD ülkelerinin üzerine olmuştur. Bu dönemde gelişmekte olan ülkelere dahil olan ülkeler Kore, Tayvan, Singapur, Meksika Arjantin'dir. İkinci dönemde öne çıkan araştırmacılar Carlsson ve Stangiiwicz [21], Breschi ve Malerba [22], Asheim ve Isaksen [23], Cooke ve ark [10], Jacobsson ve Johnson'dur [24]. Öne çıkan konular ise UİS'in belirleyicilerin saptanması ve UİS yaklaşımının fonksiyonlarının belirlenmesi, makro yaklaşım üzerine oluşan şüpheler, sektörel ve bölgesel inovasyon sistemlerinin geliştirilmesidir. Bu dönemde öne çıkan ülkeler Hindistan, Çin, Brezilya'dır. Çalışmalarda ayrıca Endonezya, Filipinler gibi ülkelerin üzerinde durulmuştur. İkinci dönemde sektörel, bölgesel ve teknoloji sistemleri yükselişe geçmiştir. Yeni teknolojilerin doğuşu, gelişmesi, difüze olması ve inovasyon sistemlerinin zaman içinde gelişmesinde aktörlerin arasında,

prosesler ilişkiler ve bölgesel dinamiklerin nasıl işlediği anlaşılmasına çalışılmıştır. Hindistan, Brezilya, Çin gibi yükselen ekonomiler ve Endonezya, Filipinler gibi gelişmekte olan ekonomiler hakkında artan miktarda UİS çalışmaları olmuştur. Üçüncü dönemdeki önemli araştırmacılar, Pavitt ve Patel [25], Carlsson'dır [26]. Bu dönemin konuları UİS'in uluslararası hale gelmesi, uluslararası aktörlerin rolleri, global bilgi akışları ve pazarlardır. Diğer konular Hindistan, Güney Afrika gibi büyüyen güç odaklarında bilgi ve iletişim teknolojileri, biyoteknoloji ve temiz üretim teknolojileri gibi konulardır.

2.2. Sektörel İnovasyon Sistemi

Pavitt (1984) sektörleri inovasyonun kaynağına göre sınıflandırmıştır. Pavitt taksonomisine göre endüstriyel firmalar 4 kategoride sınıflandırmıştır. Bu sınıflandırma sektörel inovasyon kavramının oluşmasına öncülük etmiştir [27]. OECD ise Pavitt taksonomisine çok benzer bir endüstriyel sınıflandırmayı halen kullanmaktadır. OECD Pavitt taksonomisinden farklı olarak bilgi yoğun sektörleri sınıflandırmasına eklemiştir [28].

Malerba [29] sektörel inovasyon konusunda önemli çalışmalar yapmıştır. Malerba çalışmasında AB ülkelerinde altı ana sektörü karşılaştırmış ve sektörel inovasyonu belirli bir kullanıma yönelik ürün grubu ile bu ürünleri geliştirmeye, üretmeye, pazarlamaya yönelik aktörlerin piyasa ve piyasa dışı ilişkilerden oluşan bütünsel bir yapı olarak tanımlamıştır. Sektörel inovasyon sisteminin temel öğeleri; bilgi altyapısı ve teknolojiler, aktörler ve ağ yapıları, kurumsal sistemler olarak sınıflandırılabilir.

2.3. Farklı Ülkelerde Sektörel İnovasyon Sistemlerinin Farklı Bir Şekilde Yapılanmış Olması

Malerba'ya [2] göre farklı ülkelerdeki aynı sektör birbirinden çok farklı yapıda olabilir, farklı paydaşlar içerebilir veya aktörler arasındaki ilişki ve aktörlerin inovasyon sistemine etki dereceleri farklı olabilir. Benzer özelliklere sahip farklı ülkelerdeki aynı sektör farklı şekilde gelişebilir. Örnek olarak; Tayland ve Vietnam'da motosiklet üretimi sektörü gelişim süreci içinde farklı inovasyon ve üretim süreçleri gelişmiştir [30].

Aynı ülkede bir sektör çok yenilikçi bir yapıya sahipken, diğer sektör oldukça taklitçi ve muhafazakar bir yapıya sahip olabilir. Mani'e göre [31], Hindistan'da ilaç endüstrisi ithalatçı ve yüksek patent sayılarına sahip, kendi kendine yeten bir sektör iken, telekomünikasyon sektörünün, az patent sayısına sahiptir, ayrıca uluslararası şirketlere ve ithalata bağımlıdır.

Geleneksel ve düşük teknolojili bir sektör uygun yapılandırılmış bir inovasyon sistemine sahip olduğu takdirde zaman içinde bilgi yoğun ve inovatif olabilir. Iizuka [32] Şili somon balığı üretimi sektörü üzerine çalışmış, mevcut teknolojik ve organizasyonel yapısı, market bilgisi ve farklı teknolojik alanlarla kombinlenerek ekonomik kalkınma konusunda önemli bir katkı oluşturabildiği görmüştür.

2.4. Türkiye Ulusal İnovasyon Sistemi

Türkiye, UİS ve inovasyon ile ilgili çalışmalara oldukça geç başlamıştır. Bunun en önemli nedeni, inovasyonun büyüme ve refah seviyesini yükseltmekteki rolünün geç fark edilmesidir. Ulusal inovasyon sistemi dört temel bileşenden oluşur. Bu bileşenler; aktörler, aktörlerin etkileşimleri, kurumsal yapı ve fiziksel alt yapıdır [33]. Bir

ulusal inovasyon sisteminin incelenmesi, sorunların ve çözümlerin analizi bu temel bileşenler üzerinden yapılabilmektedir [34]. Türkiye'nin ulusal inovasyon sistemi için, belirtilen temel bileşenlerin her birinin hangi seviyede olduğu ve hangi çalışmaların nasıl planlanması gerektiği belirlenmelidir.

Tarihsel süreci içerisinde 1980 sonrası ihracata dayalı ekonomi, sonrasında ve 1996 Türkiye'nin AB Gümrük Birliğine girmesiyle beraber rekabet şartları ağırlaştı. Böylece Ar-Ge ve inovasyona olan ihtiyaç fark edilmeye başlandı. 1980'lerde Devlet Planlama Teşkilatı (DTP) ile TÜBİTAK Türk Bilim Politikası 1983-2003 oluşturulmuştur [35]. Bu politikaların uygulanmasının sağlamak amacıyla Bilim Teknoloji Yüksek Kurulu (BTYK) 1983 yılında kurulmuştur [36]. Etkin olduğu 1983-2018 yıllarında BTYK bilim ve teknoloji politikasını oluşturan en üst organ olmuştur. BTYK kararlarına genel olarak bakıldığında, önceki dönemlerde alınan kararların sonuçlarının analiz edilmediği, ortaya konulan politikaların, çoğunlukla anlık gündemlere ait olduğu ve sistemin geliştirilmesi için gerekli bütünsel yaklaşımdan uzak olduğu görülmektedir [37].

5746 sayılı Araştırma ve Geliştirme Faaliyetlerinin Desteklenmesi Hakkında Kanun 2008 tarihinde yürürlüğe girmiştir [38]. 4691 sayılı Teknoloji Geliştirme Bölgeleri Kanunu 21 Haziran 2001 tarihinde yürürlüğe girmiştir [39]. Bu kanun üniversite odaklı teknoparkların yaygınlaşmasını mümkün kılmıştır. TÜBİTAK liderliğinde yapılan ulusal inovasyon politikalarına yönelik önemli projelerin bazıları; Ulusal İnovasyon Girişimi 2008 [40], Ulusal İnovasyon Stratejisi 2008-2010 [41], Uluslararası Bilim, Teknoloji ve Yenilik Stratejisi 2007-2010 [42] ve Ulusal Bilim, Teknoloji ve İnovasyon Stratejisi 2011-2016'dır [43]. Araştırma Alt Yapılarının Desteklenmesine Yönelik 6550 nolu Kanun 10 Temmuz 2014 tarihinde 29056 sayı ile Resmi Gazete 'de yayımlanmış ve yürürlüğe girmiştir [44]. 2016-2019 Ulusal e-Devlet Stratejisi ve Eylem Planı [45], Türkiye Sanayi Strateji Belgesi 2015-2018 [46], Bilgi Toplumu Stratejisi ve Eylem Planı 2015-2018 [47] önemli dönüm noktaları olarak sayabiliriz.

2018 yılında BTYK kuruluş kanunu 77 sayılı KHK ile yürürlükten kaldırılmıştır. Cumhurbaşkanlığı bünyesinde Bilim Teknoloji ve Yenilik Politikaları Kurulu (BTYPK) 2018 yılında kurulmuştur. Eylül 2019 itibariyle BTYPK, ülkemiz için öncelikli alanlar belirlemiştir. Bahsedilen faaliyetler dışında bugüne kadar hazırlanan 11 adet kalkınma planından bahsedebiliriz. BTYK öncesi ilk 4 kalkınma planı daha yönlendirici olurken; BTYK sonrası inovasyon konusundaki yönlendirmeler BTYK kararları doğrultusunda olmuştur. Bahsedilen çalışmalar ulusal inovasyon sistemimizin ve ilgili kurumlarının kurulması için önemli çalışmalar olmuştur. Fakat sektörlerde inovatif ekosistemlerin oluşturulmasını sağlayamamış; böylece ülkemizde pek çok sektör ölçek ekonomisi ve fason üretim kıskacında düşük katma değerler oluşturabilmiştir.

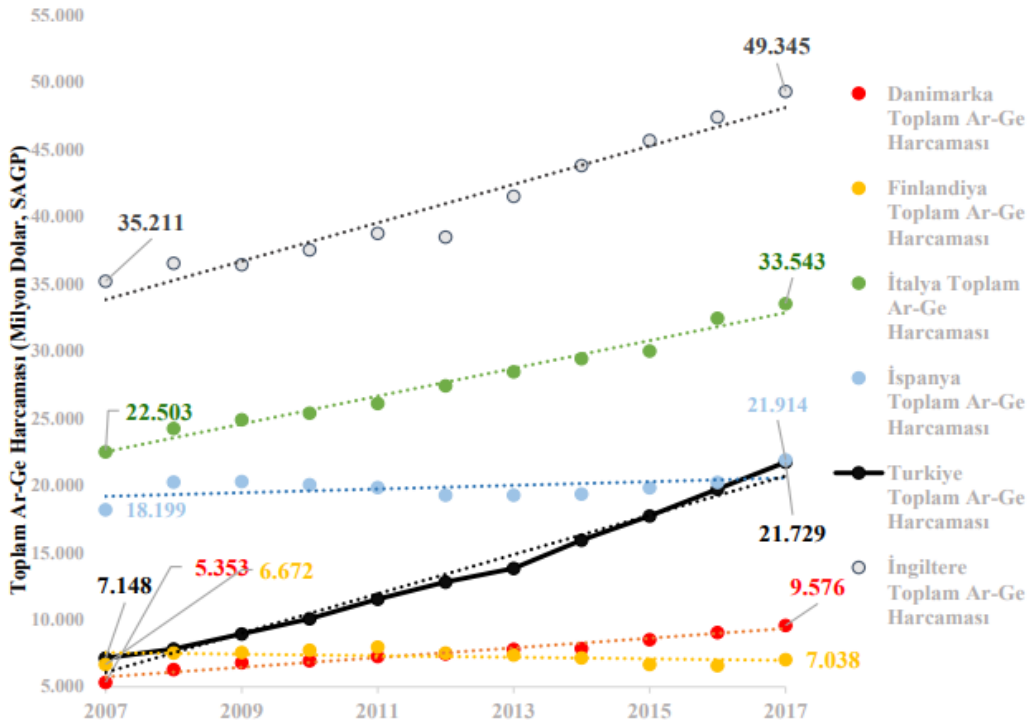
Küresel İnovasyon Endeksi 132 ülkenin ulusal inovasyon verilerini sıralayan bir endekstir. 2022 verilerine göre Türkiye ilk defa 132 ekonomi arasında 37 sıraya yükselmiştir. Kendi gelir grubunu içeren 36 ülke arasında 4. sıradır. Kuzey Afrika ve Batı Asya'daki 19 ekonomi içerisinde 4. ekonomi arasına girmiştir. İnovasyon çıktıları konusunda 33. sırada, inovasyon girdileri konusunda 49. sıradadır. Çıktılar konusunda daha yüksek sırada olması Türkiye'nin ulusal inovasyon sistemini artık daha iyi yönetebildiği daha az girdi ile daha fazla çıktı oluşturabildiğini anlamına gelmektedir.

2.5. Ar-Ge Harcamaları ile Ekonomik Büyüme Arasındaki İlişki

İncelenen farklı çalışmalara göre ekonomik büyüme ile Ar-Ge harcamaları arasında uzun dönemli ve pozitif yönlü bir ilişkinin vardır. Göçer'e göre [48] Ar-Ge harcamalarında %1'lik bir artış bilgi iletişim teknolojileri ihracatında %0,6'lık, yüksek teknolojik ürün ihracatında %6,5'lik, ve ekonomik büyüme üzerinde % 0,43'lük bir artışa sebep olmaktadır. Gülmez ve Akpolat'a göre [49] Ar-Ge harcamalarında %10'luk bir artış kişi başı GSYİH'a % 3,27 oranında bir artış oluşturmaktadır. Altıntaş ve Mercan [50] Ar-Ge harcamalarında 1 birimlik artış ile, ekonomik büyümeyi 3,4 birim arttırdığını öne sürmüştür. Türkiye ve bazı ülkeler arasında GSYİH ile Ar-Ge harcamaları ile GSYİH ilişkisini 1999 2016 yılları arasında inceleyen bir çalışmaya göre [51] Türkiye'de Ar-Ge harcamalarında %1'lik artışa karşılık, GSYİH' da %1,98'lik bir artışa sebep olacağı hesaplanmıştır. Özkan ve Yılmaz'a göre [52] Ar-Ge harcamalarında %1'lik bir artış GSYİH'de %1,38'lik, ileri teknoloji ihracatında %3,5'lik bir artış meydana getirmektedir. Farklı çalışmalara göre; iki değişken arasında uzun dönemli ve çift yönlü bir besleme ve ilişki olduğu görülmektedir [53].

2.6. Türkiye'de Ar-Ge Verileri

2022-2023 Türkiye mevcut Ar-Ge kapasitesi; 208 adet üniversite, 1261 adet Ar-Ge Merkezi, 319 adet Tasarım Merkezi, 97 adet Teknoloji Geliştirme Bölgesi (TGB), 222 bin adet TZE Ar-Ge personeli, 169 bin adet TZE araştırmacı, toplam 101 milyar 738 milyon TL Ar-Ge harcamasıdır. Türkiye'nin Ar-Ge hedeflerine henüz ulaşamamasına rağmen, Ar-Ge verileri artış oranının Şekil 1'de görüldüğü gibi pek çok gelişmiş ülkeden daha yüksek bir ivme ile gerçekleştiği izlenmektedir.



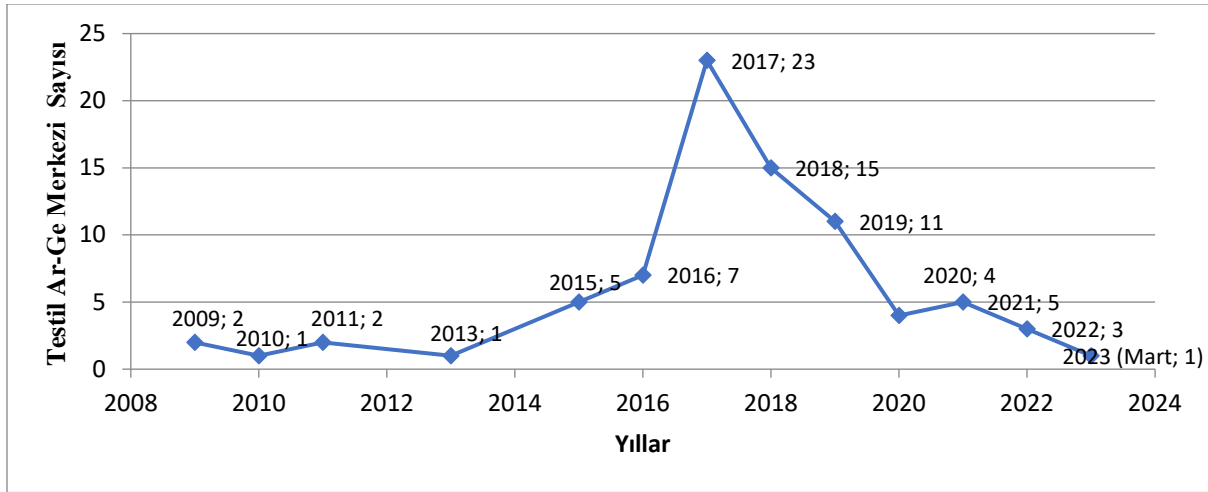
Şekil 1. Türkiye ve bazı gelişmiş ülkeler Ar-Ge harcamaları artış oranları [54]

2.7. Türkiye'deki Sanayi Bakanlığı Onaylı Tekstil Ar-Ge Merkezleri

5746 sayılı kanun 2008, 2014 ve 2016 yıllarında reform paketleri ile revize edilmiş ve bu günkü halini almıştır. Yapılan reform paketlerinin ana hedefleri; Ar-Ge merkezi olma şartlarını kolaylaştırıp sayılarını arttırmak ve daha nitelikli olmalarını sağlamaktır. Reform paketleri ile işletmeler için en önemli barajlardan biri olan minimum TZE Ar-Ge merkezi personel sayısını 50'den önce 30'a sonra 15'e düşürülmüştür. Böylece 2008-2016 yılları arasındaki 8 senelik zamanda ancak 232 olan Ar-Ge merkezi sayısı (2019'a kadar) kalan 3 yıllık süreçte yaklaşık 4 kat katlanarak 1200 kusurlu sayılara ulaşırken Ar-Ge personeli sayısı 2 kat artmıştır. Ar-Ge merkezlerinde yapılan araştırma faaliyetlerinin daha çok Ür-Ge bazlı olması ve Ar-Ge kültürü ve sisteminin henüz işletmelerde yerleşmemiş olması ise üzerinde çalışılması gereken önemli bir konudur.

Nisan 2023 verilerine göre, Türkiye'de olan Sanayi Bakanlığı onaylı Ar-Ge merkezlerinin sayısı 1261 adettir. Bu Ar-Ge merkezlerinin 79'si tekstil sektöründe 1 tanesi hazır giyim sektöründe yer almaktadır. Oluşturduğu istihdam ihracat ve GSYİH içindeki payına göre tekstil sektörünün Ar-Ge merkezleri içindeki payı (% 6,3) oldukça düşük kalmaktadır.

İlk onaylı tekstil Ar-Ge merkezleri 2009 yılında Sanko ve Kordsa olurken, Şekil 2'de görüldüğü gibi 2016 öncesi dönemde bu sayı ancak 11 olabilmıştır. 2016-2019 arası dönemde artış çok ivmeli olmuştur (sayı 67'ye ulaşmıştır). 2017 yılında 23 adet tekstil Ar-Ge merkezi onay almıştır. 2019'dan günümüze ulaşan dönemde ise artış hızı yavaşlamış ve 79 sayısına ulaşılmıştır.



Şekil 2. Yıllara göre onaylanan tekstil ve hazır giyim Ar-Ge merkezi sayısı

Tablo 2'de Ar-Ge merkezlerinin illere göre dağılımı ve yaş ortalamaları verilmiştir. İllere göre dağılıma baktığımızda Bursa ili tekstil Ar-Ge merkezleri için merkez üstü olurken bunu Tekirdağ ve İzmir izlemektedir. Tüm Ar-Ge merkezlerinin ortalama yaşı 5,5 yıldır ve bu çok kısa bir süre olarak görülmektedir. Ar-Ge merkezlerinin nitelikli işler çıkarması için belli bir olgunluk seviyesine gelmeleri ve bu süreci hızlandırmak için nitelikli elemanlar ve alt yapıya sahip olmaları gerekmektedir.

Tablo 2. Türkiye’de bulunan tekstil ve hazır giyim Ar-Ge merkezlerinin illere göre dağılımı ve ortalama yaşı

İl	Sayı	Ar-Ge Merkezi Ort. Yaşı
Bursa	17	6.4
Tekirdağ	10	5.4
İzmir	9	6.1
Denizli	7	5.9
Kahramanmaraş	7	4.1
İstanbul	6	6.2
Gaziantep	6	3.7
Malatya	3	6.7
Kayseri	3	4.3
Sakarya	2	3.5
Adana	2	5.5
Diğer iller	8	5.0

2.8. Türkiye Tekstil Sektörü Araştırma Altyapıları ve Merkezleri

3.07.2014 tarihinde yürürlüğe giren 6550 nolu kanun kapsamındaki araştırma altyapıları, Ar-Ge faaliyetlerinin yürütüldüğü araştırma laboratuvarları, merkezi araştırma laboratuvarları, tematik araştırma laboratuvarlarından oluşan birimlerdir. Araştırma altyapılarının gelişme aşamalarına yönelik destekler yetersiz kalmakta, olgunluk aşamasına yönelik bir destek bulunmamaktadır.

Araştırma altyapıları, vakıflara ait olanlar hariç, henüz giderlerinin yaklaşık yarısını karşılayabilmektedir. Yeterli olgunluk seviyesine ulaşmış, finansal açıdan ayakta durabilecek düzeye gelene kadar destek mekanizmalarına ihtiyaç duyulmaktadır [55]. Ülkemizde yer alan tekstil sektörüne yönelik araştırma alt yapıları, araştırma merkezleri ve mükemmeliyet merkezlerini aşağıda görmekteyiz.

TÜBİTAK BUTAL: 1972 yılında Bursa Test ve Analiz Laboratuvarı Sümerbank çatısında kurulmuştur. 1996 yılında TÜBİTAK’a devredilmiştir. Kimya, tekstil, çevre ve gıda konuları kapsamında hizmet vermektedir. Kamu, özel sektör ve üniversiteler ile iş birlikleri bulunmaktadır.

BUTEKOM (Bursa Teknoloji Koordinasyon ve Ar-Ge Merkezi): Tekstil ve konfeksiyon sektörüne yönelik olarak 2008 yılında kurulan sonrasında, belirlenen hedef sektörlerle hizmete başlayan Ar-Ge merkezidir. Bünyesinde proje aşamasında teknik tekstil, nanoteknoloji ve kompozit mükemmeliyet merkezleri bulunmaktadır. Model Fabrika birimi, endüstri 4.0 faaliyetlerine taban ve farkındalık oluşturmaya yönelik olarak hizmet vermektedir. Belirlenen hedef sektörlerde test, muayene, analiz, eğitim, organizasyon, proje hazırlama hizmetleri, teknik danışmanlık, teknik raporlama hizmetleri vermektedir. Ulusal ve uluslararası Ar-Ge merkezleri, üniversiteler, kamu kurumları ve sanayi iş birlikleri mevcuttur.

TEKSMER (Teknik Tekstiller Araştırma ve Uygulama Merkezi): 2014 yılında İzmir’de kurulmuştur. 2017’den beri Ege İhracatçı Birlikleri bünyesinde Tekstil ve Konfeksiyon Birlikleri ortaklığı ile tüzel kişilik kazanarak çalışmalarına devam etmektedir. Tekstil sektörüne yönelik, test, muayene, analiz, proje yazım ve yönetimi, teknik danışmanlık, eğitim-seminer-çalıştay, Ar-Ge ve Ür-Ge çalışmaları yapmaktadır. Ar-Ge merkezleri ve üniversitelerle iş birlikleri bulunmaktadır.

TEKAUM (Tekstil ve Konfeksiyon Araştırma Uygulama Merkezi): Ege Üniversitesi çatısı altında 1988 yılında tekstil ve konfeksiyon sektörüne yönelik olarak kurulmuştur. Tekstil sektörünün gelişmesine yönelik

hizmetlerinin yanında, test, muayene analiz, proje, kurs, eğitim, yayın gibi hizmetler vermektedir. Üniversiteler, kamu ve özel sektör ile iş birlikleri bulunmaktadır.

Anadolu Üniversitesi Sivil Havacılık Araştırma ve Uygulama Merkezi: 1995'te kurulmuştur. Havacılık sektörüne yönelik, bünyesinde metal dışı malzeme laboratuvarı, tekstil laboratuvarı, polimer, kompozit araştırma ve karakterizasyon laboratuvarı ile tekstil sektörüne de hizmet vermektedir. TEI, TAI, THY ve çeşitli Ar-Ge merkezleri ile iş birlikleri bulunmaktadır.

Prof. Mustafa Köseoğlu Tekstil Tabanlı Kompozit İleri Teknoloji ve İnovasyon Merkezi, Evrensel TEMAG Laboratuvarı: Hava Filtrasyonu (NEFES) Medikal Tekstiller (MEDİTEKS) Ar-Ge Merkezleri, Evrensel Tekstil Tasarım Merkezi, TESENLİF Laboratuvarı, İTÜ bünyesinde yer alan merkezlerdir. Bunun yanında Marmara Üniversitesi bünyesinde yer alan İTAM'ı sayabiliriz. TÜBİTAK MAM Malzeme Enstitüsü bünyesinde kurulan, Koruyucu Tekstil Test Merkezi (KOTTEM) bir diğer merkezdir.

2.9. Yurtdışı Tekstil Araştırma Merkezlerine Genel Bakış

Yurtdışı tekstil araştırma merkezlerini incelediğimizde; İspanya'dan AITEX Textile Research Institute ve LEITAT Managing Technologies, Portekiz'den CITEVE Textile Technology, Belçika'dan CENTEXBEL Textile Competence Centre, İtalya'dan NEXT Technology Tecnotessile, Almanya'dan ITA-AACHEN bunlardan bazılarıdır. Bu merkezleri çoğu yeni kurulmuş ve gelişim aşamasında olan ülkemizdeki merkezlerle karşılaştırdığımızda; çalışan sayılarının 150-500 arasında olduğunu ve personelin önemli bir kısmının akademik alt yapılarının olduğunu görmekteyiz (Ülkemiz'de bu merkezlerde çalışan sayısı 50'nin altı olmaktadır, akademik personel oranı ise daha düşüktür). Yabancı merkezlerde patent ve fayda model sayıları yüksektir (Ülkemizdeki merkezlerin patentleri oldukça az sayıdadır veya patent bulunmamaktadır). Yabancı merkezlerin önemli sayıda uluslararası iş birlikleri ve projeleri bulunmaktadır. Yabancı araştırma merkezlerinin en ayırt edici özelliklerinden biri de bu merkezlerin sertifikasyonlardan ciddi gelir sağlamalarıdır. Sonuç olarak ülkemizdeki tekstil araştırma merkezlerinin performanslarının düşük olduğunu söylemek yanlış bir yaklaşım olacaktır. Bahsedilen yabancı tekstil araştırma merkezlerinin en az 30-100 senelik geçmipleri bulunmaktadır. TÜBİTAK BUTAL hariç tuttuğumuzda, yeni kurulmuş olan bu kurumların, önemli alt yapılar olduğu ve ciddi gelişmeler gösterdiğini söyleyebiliriz.

2.10. Türkiye'de Üniversite Sanayi İş Birliği ve Ara Yüzler

Üniversitede yapılan bilimsel faaliyetler form ve zaman açısından sanayi tarafından doğrudan kullanılmaya uygun değildir. Teknoloji transfer ara yüzleri, bu probleme ve tarafların gereksinimlerine uygun çözümler getirmeye çalışan kurumlardır [56]. Günümüzde işletmeler üniversiteler ile iş birliği yapmak zorundadır. Bunun dört ana nedeni vardır;

- Rekabetin artması
- Teknolojinin her alanda, tarihte daha önce hiç olmadığı kadar hızlı gelişmesi
- Öğrencilerin üniversitelerden sadece teorik bilgiler edinerek mezun olmak istememesi, bunun ötesinde iş dünyasına yakınlaşmak, araştırmalarının sonuçlarının işlevselliği ve ticarileşmesini arttırmak

- Temel ve uygulamalı bilimlerde araştırma yapabilecek insan kaynağı bulundurmak ve laboratuvarlara yatırım yapmanın işletmeler için ciddi maliyetler getirmesidir [57].

Ara yüz kurumlarını, teknoloji transfer ofisleri, teknoloji geliştirme bölgeleri (teknoparklar) ve kuluçkacılıklar olarak sayabiliriz. Ayrıca üniversite bünyesinde kurulan araştırma alt yapıları ve mükemmeliyet merkezlerini de bu kurumlara ekleyebiliriz.

Teknoparkların görevleri; yeni teknoloji kökenli işletmeler oluşturmak ve büyütmek, üniversite buluş ve know-how'larının ticari sonuçlara dönüştürmek, teknoloji transferini artırmak ve işletmelerin Ar-Ge faaliyetlerini ekonomik kazanca dönüştürmektir. Sanayi ve Ticaret Bakanlığı Mart 2023 verileriyle teknoparklardaki firma sayısı 8 972 adet, istihdam edilen personel sayısı 93 173 adet, üzerinde çalışılan proje sayısı 14 129 adet, biten proje sayısı 50 180 adet, ihracat 8,2 milyar ABD doları, başvurusu yapılan patent sayısı (devam eden) 3 293 ve tasdik edilmiş patent sayısı 1 597 adettir. Teknoparklar öncelikle gelişmiş Asya ülkelerinde beyin göçünün tersine çevrilmesinde ve yurtdışındaki ülke bilim insanlarından yararlanmak için de değerli bir oluşum olarak kullanılmaktadırlar. Teknoparkların başarı kriterleri, kuvvetli altyapılara ve kurumların varlığına, ilişki ağlarına, araştırma-teknoloji ve inovasyon eko-sisteminin sağlanabilmesine bağlıdır. Bu sağlanamazsa önemli bir gelişme beklenmemelidir [56].

Bilim Teknoloji Yüksek Kurulu 27 Aralık 2011 tarihli toplantısında, üniversitelerde yapılan bilimsel faaliyetlerin ticarileşmesini sağlamak için Teknoloji Transfer Ofisleri'lerinin (TTO) kurulması kararını almıştır. TÜBİTAK 1513 Programıyla TTO'ların kurulmasını desteklemeye başlamıştır. Böylece TTO'lar üniversite ve sanayi arasında iş birliği sağlamak üzere eğitim, tanıtım hizmetleri, farkındalık, girişimciliği destekleme, fikri ve sanayi hakların yönetimi ve lisanslama gibi hizmetler vermektedir. Bu konuda aksaklıkları ortadan kaldırmak ve TTO'ların görevlerini tam olarak yerine getirebilmelerini sağlamak için, üniversite ve sanayi tarafında işlevlerinin anlaşılması ve daha etkin bir şekilde kullanılmalrı gerekmektedir.

2.10. Kümelenme Kavramı ve Türkiye'de Bulunan Tekstil Kümeleri

Kümelenme kavramını, aynı veya ilişkili sektörlerde rekabet ederken aynı zamanda birbirini destekleyen işletmeler yığını olarak tanımlayabiliriz. Kümeleri oluşturan kurumlar; eğitim ve araştırma kurumları üniversiteler, işletmeler ve destek kurumlarıdır (odalar, STK'lar vb.). Porter'ın (1990) "Ulusların Rekabet Üstünlüğü" adlı çalışmasında kümelenmeyi "Elmas Modeli" altında tanımlamıştır. Bu çalışmada Porter ülke ve bölgelerin rekabet üstünlüklerinin işletmeler ve kümelerden meydana geldiğini savunmaktadır.

Türkiye'deki tekstil ve hazır giyim (TH) kümeleri Marmara bölgesinde yoğun bir şekilde bulunmaktadır. Marmara bölgesindeki TH kümeleri; İstanbul ve Bursa bölgesinde yoğunlaşmıştır. Bu kümeler Bursa Ticaret ve Sanayi Odası (BTSO) ve İstanbul Hazır Giyim ve Konfeksiyon İhracatçı Birlikleri (İHKİB) bünyesinde faaliyet göstermektedir. İHKİB bünyesindeki kümeler; İHKİB Denim Konfeksiyon İhracatçıları Kümelenmesi, İHKİB Çorap Üreticileri Kümelenmesi, İHKİB Örmek Konfeksiyon İhracatçıları Kümelenmesi, İHKİB İç Giyim Markaları Kümelenmesi'dir. Bu kümeler 2015-2016 yıllarında faaliyete geçmiştir. BTSO bünyesinde, BOSB Bursa Tekstil Kümelenmesi 2012 yılında, Sürdürülebilir Ev Tekstili Kümesi 2017 yılında faaliyete geçmiştir. Ayrıca BTSO bünyesindeki Burtex Ev Tekstil Kümesini, Juniokids Bebe ve Çocuk Hazır Giyim Kümesi,

BURTEX Giysilik Kumaş Tekstil Kümesini sayabiliriz. Denizli bölgesinde yer alan Denizli Ev Tekstil Kümesini kümeleneme faaliyetlerine örnek verebiliriz.

2.11. Türk Tekstil Sektörünün Mevcut Durumu

Türkiye’de sanayi ihracat birim fiyatı ortalaması uzun yıllardır 2 dolar/kg’ın altında seyretmektedir. Tekstil ve konfeksiyon sektörü ortalaması ise yaklaşık 8 dolar/kg’dır. Böylece tekstil sektörünün ortalama sanayi ihracat değerinden 4,5 kat daha fazla katma değer oluşturduğunu söyleyebiliriz. 2020 verileriyle Çin ve AB toplam tekstil ihracatında ilk iki sırada yer almaktadır. Üçüncü ve dördüncü sırada Hindistan ve ABD gelirken, Türkiye 5. en büyük tekstil ihracatçısı konumundadır. 2018 verileriyle Çin, AB ve Bangladeş toplam hazır giyim ihracatının %66’sının gerçekleştirmektedir. Dördüncü, beşinci ve altıncı ülke sırasıyla Vietnam, Hindistan ve Türkiye olmuştur. Türkiye 2020 yılında hazır giyimde dördüncü sıraya yükselmiştir [58].

Tablo 3’te 2005-2022 yıllarında Türkiye toplam ihracatında tekstil sektörünün payı %9,6’dan %5’e, hazır giyim ihracatının payı ise %18,2’den %8,2’ye düşmüştür. Dünya ihracatı içindeki tekstil ihracatının payı ise 2005-2020 tarih aralığında %3,2’den zaman zaman dalgalanmalar yaşayarak %4,1’e yükselmiştir.

Tablo 3. Yıllara göre tekstil ihracatı dünya-Türkiye karşılaştırması (Milyar Dolar) [59, 60]

Yıl	Türkiye Tekstil İhracatı	Türkiye Hazır Giyim İhracatı	Türkiye Toplam İhracatı	Türkiye İhracatı İçinde Tekstil Payı (%)	Türkiye İhracatı İçinde Hazır Giyim ve Konfeksiyon Payı (%)	Dünya Tekstil İhracatı	Türk Tekstili Dünya İhracat Payı (%)
2005	7.0	13.0	73.5	9.6	18.2	215.4	3.2
2006	7.6	13.6	85.5	8.9	15.9	230.0	3.3
2007	9.0	15.6	107.3	8.4	14.5	249.6	3.6
2008	9.6	15.3	132.0	7.3	11.6	259.6	3.7
2009	7.6	12.8	102.1	7.4	12.5	219.2	3.5
2010	8.8	14.2	113.9	7.7	12.5	260.3	3.4
2011	10.6	15.6	134.9	7.9	11.6	302.9	3.5
2012	10.9	15.8	152.5	7.2	10.4	292.6	3.7
2013	12.0	17.2	151.8	7.9	11.3	315.8	3.8
2014	12.5	18.5	157.6	7.9	11.7	323.4	3.9
2015	11.0	16.7	143.8	7.6	11.6	290.5	3.8
2016	10.9	16.7	142.5	7.6	11.7	284.0	3.8
2017	10.1	16.8	157.0	6.4	10.7	246.0	4.1
2018	10.5	17.4	167.9	6.3	10.4	290.0	3.6
2019	10.3	18.1	180.8	5.7	10.0	280.0	3.7
2020	9.8	17.5	169.7	5.8	10.3	239.0	4.1
2022	12.9	21.0	254.0	5.0	8.2	-	-

Tekstil sektörü ihracat değerlerinin GSYİH içindeki payı 2005-2018 yıllarında incelendiğinde 2005’de %1,4 olan pay 2010 yılında %1,1’e düşmüştür. 2018 yılında ise tekrar %1,4 değerine gelmiş; seneler içinde fazla bir değişim göstermemiştir. Hazır giyim ihracatı değerlerinin GSYİH içindeki payı 2005-2018 yıllarında incelendiğinde 2005’de %2,7 olan pay 2010 yılında %1,8’e düşmüştür. 2018 yılında ise 2,3’e yükselmiştir. Tüm mal ve hizmetler ihracatının GSYİH içindeki yüzdesi 2005 yılında %24,4 iken, 2018 yılına gelindiğinde %30,6’ya yükselmiştir. Tekstil özelinde baktığımızda uzun vadede oransal olarak bir azalma söz konusudur.

2.12. Türk Tekstil Sektörü Hedefleri ve Ar-Ge Verileri

11. kalkınma planında tekstil sektörüne yönelik genel hedefler; markalaşma, organizatör ülke rolünün güçlenmesi, tedarik zincirinin dijitalleştirilmesi, teknik tekstil ihracatının artırılması, endüstri 4.0 ve verimlilik artışı çalışmaları, pazarlamada alanında yurtdışı perakendeciliğin ve mağazalaşmanın güçlendirilmesi, yüksek katma değerli ürünlerin üretimi şeklinde özetlenebilir. Hazır giyim sektörüne yönelik olan 6 stratejik hamle; en dijital tedarik zinciri, verimlilikte öncü üretici, küresel ilk 100’de beş Türk markası, katma değerli ürünlerde öncü, hızlı moda tasarımı “Made fully in Turkey” markası, dünyada perakende değer zincirindeki oyun alanımızı genişletmek ana başlıklarıyla anılmaktadır [61]. 2022 yılında tüm şirketler bazında Ar-Ge harcaması 34 milyar TL olurken, imalat sektöründe bu sayı 20 milyar TL olmuştur. Tekstil ve hazır giyim toplamında ise 489 milyon TL olmuştur.

Türkiye’de Ar-Ge harcaması 2010-2022 yılları arasında tüm şirketler ve hazır giyimdeki şirketler bazında yaklaşık 9 kat, imalat sektöründeki şirketler bazında 10 kat artarken bu oran, tekstil sektöründe 7,6 kat olmuştur. Tekstil sektöründeki artış hızı tüm sektörler artış hızının altında kalmıştır.

Tablo 4’te verilen mali ve mali olmayan şirketler Ar-Ge harcamasına dağılımı 2018 yılı özelinde Tablo 5’te verilmiştir. 2018 yılında Türkiye’de mali ve mali olmayan şirketler toplamda 23,28 milyar TL Ar-Ge harcaması yapılmıştır. İmalat sektörü 13,74 milyar TL ile bu değerin %59’una tekabül etmektedir. Tekstil sektörü firmaları 259,4 milyon TL Ar-Ge harcaması ile imalat sektörü içerisindeki yüzdesi %1,89 ve hazır giyim imalat sektktörü içindeki yüzdesi % 0,63 dir. Tekstil sektörünün mali ve mali olmayan şirketler için Ar-Ge harcamasının tüm sektörler içerisindeki yüzdesi %1,11, hazır giyim için bu oran %0,37’dir.

Tablo 4. Tekstil ve hazır giyim sektörleri mali ve mali olmayan şirketler Ar-Ge harcaması [62]

Tekstil ve hazır giyim sektörleri mali ve mali olmayan şirketler Ar-Ge harcaması (2010-2022) (milyon TL)		2022	2018	2016	2013	2010
NACE Kodu	Tüm Şirketler	35.623	23.289	13.359	7.031	3.942
10-33	İmalat Sanayi	20.333	13.748	7.651	3.610	2.035
13	Tekstil imalatı	390	259	145	78	51
14	Hazır giyim imalatı	99	86	33	17	11

2018’de Türkiye’de 50-63 fasıla için ihracat toplamı, tüm ürünler ihracatının %16,4’üne karşılık gelirken, tüm şirketler bazına Ar-Ge harcamalarının %1,48’inin TH sektörüne ait olması çok düşük bir orandır.

Tekstil sektörü mali ve mali olmayan şirketler arasında Ar-Ge harcamalarının dağılımına baktığımızda en fazla harcama %57,2 ile personel harcamaları olmaktadır (imalat sektörü ortalaması %40,3 tür). Tekstil ve hazır giyim sektörleri personel Ar-Ge harcamaları imalat sektörü ortalamasının oldukça üzerindedir. Sonrasında sırasıyla (%34,7 ile) diğer cari, (%6,7 ile) makine teçhizat, (%0,3 ile) bilgisayar yazılımları ve (%0,1 ile) fikri mülkiyet hakları izlemektedir. (İmalat sektörü bilgisayar yazılım harcamaları payı: %1,1, imalat sektörü fikri mülkiyet hakları payı: 0,5’tir). Tekstil sektörü bilgisayar harcamaları ve fikri mülkiyet hakları harcamaları alanında, imalat sektörü ortalamasının oldukça altında kalmaktadır.

Tablo 5. 2018 Sektörlere göre mali ve mali olmayan şirketler Ar-Ge harcaması [62] (verilerine göre Tablo oluşturulmuştur).

Ekonomik faaliyet ve harcama grubuna göre mali ve mali olmayan şirketler Ar-Ge harcaması, 2018 (1000 TL)						
Ekonomik faaliyetlerin istatistikî sınıflaması (NACE Rev.2)	Cari harcamalar		Yatırım harcamaları			
	Toplam	Personel	Makine teçhizat	Sabit tesis	Bilgisayar yazılımları	Fikri mülkiyet
Tüm Sektörler	23.289.367	11.430.880	1.223.384	376.660	336.768	92.406
10-33 İmalat	13.748.110	5 546.574	846.581	262.655	152.647	62.347
13 Tekstil ürünlerinin imalatı	259.432	148.289	17.332	2.796	817	228
14 Giyim eşyalarının imalatı	86.284	45.630	5.962	1.709	233	2

Tablo 6’da tekstil sektörü Ar-Ge insan kaynağını eğitim durumuna göre incelediğimizde, en yüksek oranı lisans düzeyinde görmekteyiz (tekstil: %49, imalat sektörü ortalaması %53). Tekstil sektöründe çalışan doktoralı Ar-Ge personeli oranı %1,6, imalat sektöründe ise %2,1 civarındadır. Yüksek lisanslı personel oranı tekstilde %10 civarında olurken, imalat sektöründe bu oran %16 civarındadır. MYO ve lise kategorisinde oranlar imalat sektörü genel ortalamasının üzerinde seyretmektedir.

Tablo 6. Tekstil ve hazır giyim sektörü mali ve mali olmayan şirketler Ar-Ge insan kaynağının sektör ve öğrenim durumuna göre dağılımı (2018) [62]

2018 Sektör ve Öğrenim Durumuna Göre Ar-Ge İnsan Kaynağı (Kişi sayısı)						
			Toplam	Doktora	Yüksek Lisans	Lisans
Sektör Sınıflaması (NACE Rev.2)	SAYI		118.867	3.687	18.978	72.659
	TZE		104.376	3.194	16.747	64.213
10-33 İmalat	İmalat Sektörü	SAYI	56.516	1.217	9.386	30.262
		TZE	50.071	1.095	8.550	26.981
13	Tekstil Sektörü	SAYI	2.561	42	261	1.279
		TZE	2.131	34	219	1.051
14	Hazır Giyim Sektörü	SAYI	940	11	39	527
		TZE	827	11	38	483

Tablo 7’de Türkiye’de tüm şirketler bazında TZE Ar-Ge insan kaynağı sayısı 2010-2018 yıllarında, 2,8 katı artarken imalat sektöründe bu oran 2,6 kat, tekstil sektöründe 2,9 kat, hazır giyimde ise 3,4 kat artmıştır. TH sektörlerinde çalışan TZE Ar-Ge insan kaynağının tüm TZE Ar-Ge personeline oranı %2,8’dir.

Tablo 7. Tekstil ve hazır giyim sektörleri mali ve mali olmayan şirketler Ar-Ge insan kaynağı [62] (verilerine göre Tablo oluşturulmuştur).

Tekstil ve hazır giyim sektörleri mali ve mali olmayan şirketler Ar-Ge insan kaynağı (2010-2018)												
		Yıl	2018	2017	2016	2015	2014	2013	2012	2011	2010	2018/2010
NACE Kodu	Toplam	SAYI	118.867	101.404	83.873	77.551	73.737	69.018	61.378	55.023	45.922	2.59
		TZE	104.376	87.918	72.579	66.667	61.945	58.391	52.233	45.408	37.522	2.78
10-33	İmalat	SAYI	56.516	49.870	40.287	36.070	34.948	33.425	31.334	28.781	24.588	2.30
		TZE	50.071	43.517	34.918	29.802	28.583	27.243	25.640	23.079	19.534	2.56
13	Tekstil imalatı	SAYI	2.561	1.689	1.137	1.291	1.154	1.086	1.152	947	920	2.78
		TZE	2.131	1.492	944	966	845	844	826	726	723	2.95
14	Hazır giyim imalatı	SAYI	940	592	349	282	256	311	349	316	270	3.48
		TZE	827	545	331	251	221	271	305	286	245	3.37

2.13. Türk-Avrupa Ar-Ge Verileri ve Tekstil, Hazır Giyim Sektörlerinin İhracat Verilerinin Karşılaştırması

AB tekstil sektöründe istihdam edilen kişi sayısı yaklaşık Türk tekstil sektörünün 1,7 katı olarak gözlemlenmesine rağmen, AB tekstil sektörü toplam ihracat değeri Türk tekstil sektörü ihracat değerinin yaklaşık 8 katı olmaktadır. Böyle bir verimlilik ve katma değer oluşturulması için AB'nin oluşturduğu tekstil stratejik yol haritasının önemi büyüktür. Tablo 8'de fasıllar bazında 2010-2022 yıllarında AB-Türkiye bazı tekstil ve hazır giyim ihracat değerleri karşılaştırılmış, böylece Türkiye ve AB'nin tekstil ve hazır giyim konusunda birbirlerine konumları gösterilmiştir.

Tablo 8. Tekstil ve hazır giyim sektörleri ihracatına göre Türkiye ve AB(28) karşılaştırılması (milyar dolar) [63] (verilerine göre Tablo oluşturulmuştur).

		Fasılalara Göre Ürün Grupları						
		60	57	52	50-60	61-63	50-63	Toplam
		Örme veya tığ işi kumaş	Halı ve diğer tekstil zemin kaplama	Pamuk	Tekstil Toplam	Hazır Giyim Toplam	Tekstil ve Hazır Giyim	Tüm Ürünler Toplamı
2010	AB	4.4	5.5	7.7	62.7	105.8	168.5	5077.9
	TR	1.3	1.3	1.4	7.6	14.2	21.8	113.9
	AB/TR	3.5	4.4	5.3	8.2	7.4	7.7	44.6
2012	AB	4.6	5.4	7.5	64.4	115.7	180.1	5684.9
	TR	1.6	2.0	1.8	9.7	15.8	25.5	152.5
	AB/TR	2.9	2.7	4.2	6.6	7.3	7.1	37.3
2014	AB	5.0	5.8	7.2	69.4	135.4	204.8	6030.2
	TR	1.7	2.3	1.9	10.9	18.5	29.4	157.6
	AB/TR	3.0	2.5	3.9	6.4	7.3	7.0	38.3
2016	AB	4.3	5.3	5.6	58.9	124.5	183.3	5220.9
	TR	1.5	1.9	1.7	9.5	16.7	26.2	142.5
	AB/TR	2.9	2.8	3.3	6.2	7.4	7.0	36.6
2018	AB	4.6	5.8	5.8	65.1	149	214.1	6282.8
	TR	1.5	2.3	1.8	10.5	17.4	27.9	167.9
	AB/TR	3.0	2.6	3.2	6.2	8.6	7.7	37.4
2020	AB	3.6	4.4	4.4	50.8	199.7	250.5	5303.8
	TR	1.5	2.6	1.4	9.8	17.5	27.3	169.6
	AB/TR	2.4	1.7	3.0	5.17	11.4	9.1	31.2
2022*	AB	4.5	5.1	5.6	62.9	228.5	291.5	7137.4
	TR	2.0	2.8	2.2	13.0	22.2	35.2	254.1
	AB/TR	2.2	1.8	2.5	4.83	10.2	8.2	28.0

* Grafikte 2022 değeri AB(27) e göre alınmıştır. İngiltere verileri dahil edilmemiştir.

2010-2022 yıllarında AB-Türkiye ihracat değerlerini karşılaştırdığımızda; tüm ürünler bazında 2010 yılında AB Türkiye'den 44,6 kat daha fazla ihracat yapmıştır. 2022 yılında, AB Türkiye'den 28 kat daha fazla ihracat yapmıştır. Geçen zaman boyunca Türkiye ihracatını AB'den oransal olarak önemli ölçüde artırmıştır. 2010-2022 yıllarında AB Türkiye'nin tekstil ve hazır giyim ihracatının yaklaşık 7-8 katını gerçekleştirmiş, bu oran yıllar içinde yaklaşık olarak sabit kalmış, son yıllarda TH sektörlerinde AB ihracatında oransal bir artış söz konusudur. Tekstil özelinde baktığımızda; 2010 yılında 8,2 kat olan tekstil AB ihracat değeri 2022 yılında Türkiye tekstil

ihracat değerinin 4,8 katı bir değer almıştır. Hazır giyimde ise 2010 yılında Türkiye'nin 7,4 katı olan hazır giyim ihracat değeri, 2022 yılına gelindiğinde 10,2 katı olmuştur. Geçtiğimiz yıllardaki Avrupa yatırım, istihdam ve firma sayısı değerlerini, hazır giyimde tekstilden çok daha fazla düştüğü halde, ihracat miktarı Türkiye'ye göre oransal olarak artmıştır. Bu dönem içerisinde AB'nin Türkiye'ye göre hazır giyim sektörünün yakaladığı katma değer, tekstil sektöründe yakalayamadığını, Türkiye'nin tekstil ihracatı konusunda daha yüksek bir ivme yakaladığını görebiliriz. Türkiye'nin AB(27)'e göre en fazla ihracat yaptığı ilk 4 fasıla grubu; pamuk, halı ve diğer zemin kaplamaları, örme ve tığ işi kumaşlardır.

Tablo 9'da 2000 yılında AB'nin Ar-Ge harcamalarının GSYİH'a oranı Türkiye'nin 3,5 katı iken, 2021 yılında bu oran 1,6 kat olabilmıştır. Bu süre içinde Türkiye'nin Ar-Ge harcamalarının GSYİH oranı yaklaşık 3 katına çıkarken, AB %36 oranında bir artış yakalayabilmiştir. Buna göre yıllar içerisinde Türkiye'nin Ar-Ge alanında istikrarlı bir yükselme kaydettiğini söyleyebiliriz.

Tablo 9. 2000-2021 yılları arasında AB Türkiye arasında Ar-Ge harcamalarının karşılaştırılması [62, 64]

		2000	2003	2006	2009	2012	2015	2017	2021
Ar-Ge Harcamalarının GSYİH'ye Oranı	AB	1.67	1.69	1.68	1.83	1.91	1.96	1.97	2.27
	TR	0.47	0.47	0.56	0.81	0.83	0.88	0.96	1.40
	AB/TR	3.57	3.59	3.02	2.27	2.30	2.22	2.05	1.62

Türkiye tekstil ve hazır giyim sektörlerindeki işletmelerinin Ar-Ge harcamaları ve Ar-Ge personeli artış hızı yaklaşık olarak tüm sektörler ortalama artış hızını yakalamıştır. Türkiye Ar-Ge harcamaları ve Ar-Ge personeli artış hızının AB ortalamasından önemli bir şekilde fazla olmuştur.

Tablo 10'da 2000-2017 tarihleri arasında AB teknik tekstil üretim miktarları yaklaşık olarak aynı kalmıştır. Türkiye ise kilo bazında 2000-2017 döneminde 2,15 kat, 2010-2017 arasındaki dönemde ise 1,15 kat daha fazla üretim yapmıştır.

Tablo 10. Türkiye-AB teknik tekstil üretimi karşılaştırılması (1.000 ton) (2000-2017) [65]

	2000	2005	2006	2007	2008	2009	2010	2013	2017	2017/2000	2017/2010
Avrupa	1.244	1.312	1.302	1.324	1.242	1.047	1.182	1.190	1.185	0.95	1
Türkiye	101	145	149	164	153	148	188	207	217	2.15	1.15

2.14. Türkiye ve Almanya Tekstil ve Hazır Giyim Sektörü İnovasyon Sistemlerinin Karşılaştırılması

Dünya çapında 90'lı yıllarda tekstil ürünlerinin aşırı üretimi ve pazarın doygunluğa ulaşmasıyla Alman tekstil sektörünün rekabetçiliğinde düşüş yaşandı. 2000-2006 yılları arasında Alman tekstil sektörü sarsıntılı bir dönem yaşadı. Tekstil firma sayısı %43 oranında azaldı. 2000-2006 yılları arasında tekstil üreticilerinin sayısı 11.452'den 6.593'e istihdam sayısı ise 216.187'den 156.059'e düşmüştür. Ev tekstili ve giyim gibi geleneksel tekstil üretiminde daralma yaşanırken, teknik tekstil alanında ise gelişmeler yaşandı. Bu tarih aralığında tekstil, deri ve hazır giyim sektörlerinde inovasyon yoğunluğu %1,1'den %3,1'e yükseldi. Ar-Ge harcamalarının oranı %1,2'den %1,6'ya ulaştı. Sadece tekstil sektöründe Ar-Ge yoğunluğu %1,7'den %2'ye ulaşarak sektör orta-

düşük teknoloji sektör kategorisine yükselirken, hazır giyim sektöründe bu değer %0,4'ten %0,8'e ulaşarak düşük teknoloji sektör kategorisinde kalmıştır [1].

Türk teknik tekstil sektörü firma içerisindeki bilgi kaynağı kullanım oranları yaklaşık % 10-20 bandı arasında değişmektedir. Bu haliyle veriler Almanya'da 2000 tarihli verilerine benzerlik göstermektedir. 2000 yılında Almanya'da firma içerisinde bilgi kaynağı kullanım oranları %20 civarındayken, bu oran 2008'de %60'ların üzerine çıkmıştır. Aynı şekilde 2000'de müşterilerden bilgi kaynağı olarak kullanımı %20 civarında iken 2008'de bu değer %50'lerde gözlemlenmiştir. Diğer kısımlarda bilgi kaynağı kullanımı yıllara göre değişim oranı daha düşüktür ve % 20'lerin altında seyretmektedir [1, 65].

Alman tekstil sektörü 2000-2006 verilerine göre Ar-Ge harcamaları oranı yaklaşık %2 iken hazır giyim sektörü oranı %0,5 ile %1 arasındadır. Türkiye'de 2018 yılında tekstil şirketleri Ar-Ge harcamaları oranı %1,1, hazır giyim sektörü Ar-Ge harcamaları oranı %0,4'tür (STB onaylı Ar-Ge merkezlerine ait orandır) [66]. Alman tekstil sektöründe inovatif firmaların tüm firmalara oranı 1994 yılında %35 olurken 2000 yılı sonrası dönemde bu oran %50-65 şeklinde değişmiştir. 2000-2010 arası dönemde proses inovasyonu yapan işletmelerin oranı %20-30 iken ürün inovasyonu yapan işletmelerin oranı %40-50 arasında değişmektedir. 1999 ve 2007 yılları arasında Alman tekstil sektörü Ar-Ge personelinin tüm istihdama oranı belirgin bir artış göstermemiş ve %1 aralığında kalmıştır. Hazır giyim sektöründe ise %0,5'ten %1'e gelmiştir. İmalat sektörünün ortalama değeri ise %4 civarındadır.

2010 yılında Türk tekstil sektörü TZE Ar-Ge insan kaynağının tüm tekstil istihdamı içerisindeki payı %0,2 iken 2018'te %0,5 olmuştur. 2010 yılında Türk hazır giyim sektörü TZE Ar-Ge insan kaynağı tüm hazır giyim istihdamı içerisindeki payı %0,06 olurken, 2018 yılında bu oran %0,16 olmuştur. 2018 yılında tekstil ve hazır giyim toplamında TZE Ar-Ge personelinin tüm tekstil ve hazır giyim istihdamına oranı %0,3'tür. Türk tekstil sektörü 2018 yılı Ar-Ge personeli oranının, Alman tekstil sektörü 2007 yılı Ar-Ge personeli oranının ancak yarısına ulaşabildiği görülmektedir. Hazır giyimde ise Almanya'ya göre oldukça düşük bir performans sergilediği görülmektedir. Bu sonuç, Türkiye'nin hazır giyim sektöründe AB ihracatına göre ihracat oranının düşmesi sonucu ile de uyumludur.

Alman THD sektörleri 2003 yılı istihdamının eğitim düzeyine baktığımızda %21,7'si sektör konusunda eğitimsiz, %66,7'si eğitilmiş, %10,4'ü uzman ve sadece %1,1'i akademik çevredendir. Bu oranlar Avrupa ortalamasıyla kıyaslandığında yüksek bir düzeydedir. Yüksek orandaki eğitilmiş iş gücüne oranla akademik katılımın çok düşük bir oranda kalması sektörün düşük teknoloji yapıda kalmasına neden olmaktadır. 2018 yılı Türk tekstil sektöründe bu oranlar; lisans %49, yüksek lisans %10, akademik düzey (doktora) %1,6, civarındadır. Kalan pay MYO, lise ve eğitimsiz kategorilerinden oluşmaktadır [66].

III. SONUÇLAR

Bu çalışmada Türk Tekstil ve Hazır Giyim inovasyon sistemini tespit etmek amacıyla; sektörün genel durumu ve sektöre ait inovasyon ve Ar-Ge verileri, sistemi oluşturan aktörler ve sistem içindeki konumlanmaları incelenmiştir. Türkiye Ar-Ge verilerine odaklandığımızda, Türkiye'nin 2023 hedeflerine ulaşamamasına rağmen Ar-Ge verileri artış oranları itibarıyla pek çok ülkeyi, geride bıraktığı görülmektedir. Böylece tüm sektörler ve

tekstil, hazır giyim sektörü için Türkiye oldukça iyi bir trend yakalamıştır. Bunun yanında Türkiye'nin Ar-Ge ve inovasyon konusunda ulaşması gereken önemli kilometre taşlarının mevcut olduğu gerçeğini aklımızdan çıkarmamız gerekir.

Türkiye tekstil ve hazır giyim ihracatı, Türkiye toplam ihracatından %13'lük bir pay almaktadır. Son yıllarda sektörün Türkiye ihracatında payı düşmüş olsa da sektör Dünya'daki ve Avrupa'daki, payını korumaktadır. Toplam Sanayi Teknoloji Bakanlığı onaylı Ar-Ge merkezleri içinde TH sektörü Ar-Ge merkezleri %6,3'lük bir pay almaktadır. Buna rağmen TH sektörü işletmelerinin imalat sektörü içindeki Ar-Ge harcamaları payı %2,2 tüm işlemler içindeki payı %1,48 olarak oldukça düşük seyretmektedir. Aynı şekilde TH sektörü işletmelerinde çalışan TZE Ar-Ge personellerinin tüm sektörler TZE Ar-Ge personellerine oranı %2,8 olarak oldukça düşük bir oranda seyretmektedir. TH sektörlerinin Ar-Ge yoğunluğunun artması için bu oranların artması gerekmektedir. Yaklaşık %1 olan Türkiye Teknik tekstil ihracatı payı hem miktar olarak hem de katma değer olarak artırılması da Ar-Ge harcamaları ve TZE Ar-Ge personeli sayılarının artışı ile yakından bağlantılıdır.

Klasik ekonomiden bilgi ekonomisine geçerken; ürettiğimiz malın ne kadar bilgi içerdiği ve ne kadar katma değer oluşturduğu en önemli kalkınma göstergelerinden biridir. Her paradigma değişikliğine olduğu gibi, bu kırımında da dinamikleri iyi anlamak, kendi değerlerini kullanarak yeni iş modelleri geliştirmek, sadece kaynak ayırmak değil, kaynakları doğru bir biçimde yapılandırmak; Türk tekstil sektörü için önemli bir rekabet avantajı olacaktır.

Türk tekstil ve konfeksiyon sektöründe yer alan işletmelerde inovasyon kavramı ürün ve süreç inovasyonu kavramları ile özdeşleştirmekte; diğer inovasyon türlerinin farkındalığı ve uygulanması ise daha zayıf kalmaktadır [66]. Örneğin bugün artık etkisini yitirmekte olan "Fast Fashion" kavramı bir örgütsel inovasyon türüdür. Bu inovasyon türü ile çok büyük katma değerler oluşturulmuştur. Bu inovasyona zıt bir kavram olan ve yeni yükselişe geçen tekstil ürünlerinin geri dönüşümü ve tekrar tekrar kullanılması kavramı; örgütsel inovasyon için çok uygun bir konudur. Bu konuda önemli katma değerler oluşturulabilecektir. Sektör bu hedefleri ancak Ar-Ge'ye dayalı inovasyonu sistemli bir şekilde kullanarak ve zamanla uzmanlaşarak yakalayabilecektir.

Ar-Ge'ye dayalı inovasyonda en önemli faktör insana yatırımdır. Yeterli sayıda nitelikli bilim insanı, mühendis ve teknik eleman yetiştiremeyen ülkelerin sürdürülebilir büyüme ve kalkınma oluşturabilmesi mümkün değildir. Bunun yanında eğitimin değişen teknoloji ve ihtiyaçlar kapsamında hem müfredat hem de uygulama metotları açısından revize edilmesi gerekmektedir. Bir diğer sorun, Türkiye'de oluşturulan farklı programlar ve kurumlar arasında uyum eksikliğidir. Kurumlar, firmalar ve kişiler arasında iş birliği kültürünün her düzeyde benimsenmesi önemli bir kaldıraç etkisi gösterecektir. Bilim ve teknoloji politikalarımızın en etkin şekilde uygulanabilmesi için, üniversite sanayi iş birliğini kuvvetlendirmek ve diğer kritik network faaliyetlerini güçlendirmek üzere teknokentler ve teknoloji transfer ofisleri gibi arabirimlere önemli vazifeler düşmektedir. Ülkemizde bu kurumlar ivmeli bir şekilde deneyim kazanmakta ve kendi dinamiklerimizin gerektirdiği en uygun inovasyon sistemlerinin yapılmasında katalizör olma misyonuna her gün biraz daha yaklaşmaktadırlar.

KAYNAKLAR

- [1] Schwinge I (2014) *The Paradox of Knowledge-Intensive Entrepreneurship in Low-Tech Industries; Evidence from Case Studies of the German Textile Industry*, Springer Fachmedien Wiesbaden, Technical University Dortmund, Dortmund, Germany. ISBN 978-3-658-10936-3 ISBN 978-3-658-10937-0 (eBook) DOI 10.1007/978-3-658-10937-0
- [2] Malerba F, Mani S (2009) *Sectoral System of Innovation and Production in Developing Countries; Actors, Structure And Evolution*, Edward Elgar Publishing Ltd., UK. ISBN 978 1 84844656 4
- [3] OECD (2005) Directorate for Science, Technology And Industry, *Stan Indicators (2005 edition) 1980-2003*, <http://www.oecd.org/industry/ind/40230754.pdf> (Erişim Tarihi: 10.03.2020)
- [4] <http://www.oecd.org/sti/inno/inno-stats.htm> (Erişim Tarihi: 10.03.2020)
- [5] TİM (2015) *İhracatın Yıllar İçindeki Gelişimi 2001-2015*, http://www.tim.org.tr/files/downloads/AR-GE/ihracatin_gelisimi_2001_2015.pdf. (Erişim Tarihi: 19.02.2019)
- [6] <https://sondevir.gaste24.com/analizler/son-20-yilda-dis-ticaretin-teknoloji-yogunlugu-nasil-degisti-h580484.html> (Erişim Tarihi: 01.02.2021)
- [7] PWC (2017) *The long view: how will the global economic order change by 2050?* PWC, <http://www.pwc.com/gx/en/world-2050/assets/pwc-the-world-in-2050-full-report-feb-2017.pdf> (Erişim tarihi: 05.08.2017)
- [8] <https://www.dunya.com/ekonomi/ihracat-ucuzluyor-haberi-487664> (Erişim tarihi: 04.11.2020)
- [9] OECD (1995) *Measurement of Scientific and Technological Activities, Manual on the Measurement of Human Resources Devoted to S&T - Canberra Manual*, DOI:<https://doi.org/10.1787/9789264065581-en>
- [10] Cooke P, Uranga M.G, Etxebarria G (1997) *Regional Innovation Systems: Institutional and Organisational Dimension*, Res. Policy 26, 475–491.
- [11] Freeman C (1987) *Technology Policy and Economic Performance: Lessons From Japan*, Pinter London.
- [12] Freeman C (1982) *Technological Infrastructure and International Competitiveness*, Draft Paper Submitted to the OECD Ad hoc Group on Science, Technology and Competitiveness, August.
- [13] Freeman C (1995) *The national innovation systems in historical perspective*. Cambridge J. Econ. 19 (1).
- [14] Lundvall BA (1985) *Product Innovation and User-Producer Interaction*, Aalborg University Press, Aalborg.
- [15] Lundvall BA (1988) *Innovation as An Interactive Process: From User Producer Interaction to the National System Of Innovation*, In: Dosi, G. (Ed.), *Technical Change and Economic Theory*. Pinter Publishers, London, New York, pp. 349–369.
- [16] Lundvall BA (1992) *National Systems of Innovation toward a Theory of Innovation and Interactive Learning*, Introduction. In: Lundvall, B. (Ed.), Pinter Publishers, London, pp. 1–19.
- [17] Nelson RR (1990) *Capitalism as an Engine of Progress*, Res. Policy 19 (3), 193–214.
- [18] Nelson RR (1992) *National Innovation Systems: A Retrospective on a Study*. Ind, Corporate Change 1 (2), 347–374.
- [19] Nelson R (1993) *National Innovation Systems: A Comparative Analysis*, University of Illinois at Urbana-Champaign's Academy for Entrepreneurial Leadership Historical Research Reference in Entrepreneurship.
- [20] Patel P, Pavitt K (1994) *National innovation systems: why they are important, and how they might be measured and compared*, Econ. Innovation New Technol. 3 (1), 77–95.
- [21] Carlsson B, Stangiiwicz R (1995) *On the nature, function and composition of technological systems*. In: Carlsson, B. (Ed.), *Technological Systems and Economic Performance: The Case of Factory Automation*. Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, pp. 21–56.
- [22] Breschi S, Malerba F (1997) *Sectoral Systems of Innovation: Technological Regimes, Schumpeterian Dynamics and Spatial Boundaries*. In: Edquist, C. (Ed.), *Systems of Innovation*. Frances Pinter, London.
- [23] Asheim BT, Isaksen A (1997) *Localisation, Agglomeration and Innovation: Towards Regional Innovation Systems in Norway?* Eur. Plann. Stud. 5, 299–330.
- [24] Jacobsson S, Johnson A (2000) *The Diffusion of Renewable Energy Technology: An Analytical Framework And Key Issues for Research*, Energy Policy 28 (9), 625–640.
- [25] Pavitt K, Patel P (1999) *Global Corporations and National Innovation Systems: Who Dominates Whom?* In: Archibugi, D., Howells, J., Michie, J. (Eds.), *Innovation Policy in a Global Economy*. Cambridge University Press, pp. 94–119.
- [26] Carlsson B (2006) *Internationalization of Innovation Systems: A Survey of The Literature*. Res. Policy 35 (1), 56–67.
- [27] Pavitt K (1984) *Patterns of Technical Change: Towards a Taxonomy and a Theory*, Research Policy, 13, 343–74.
- [28] TTGV (2013) *Biyoteknoloji Sektörel İnovasyon Sistemi Kavramlar Dünyadan Örnekler Türkiye’de Durum ve Çıkarımlar*, ISBN: 978-975-95878-7-1.
- [29] Malerba F (2004) *Sectoral system of Innovation Basic Concepts*. in 2004, *Sectoral System of Innovation: Concepts Issues and Analyses Six Major Sector in Europe*, Malerba Franco Cambridge Univ. Press, UK.

- [30] Fujita M, Intarakumnerd P (2009) China' s Threat and Opportunity for the Thai and Vietnamese Motorcycle industries: A sectoral System Analysis, Sectoral system of Innovation and Production in Developing Countries; Actors, Structure and Evolution, Edward Elgar Publishing Ltd., UK. ISBN 978 1 84844656 4
- [31] Mani S (2009) Why is Indian Pharmaceutical Industry More Innovative Than Its Telecommunications Equipment Industry? Contrast between The sectoral Systems of innovation of The Indian Pharmaceutical and Telecommunication Industries, Sectoral system of Innovation and Production in Developing Countries; Actors, Structure and Evolution, Edward Elgar Publishing Ltd., UK. ISBN 978 1 84844656 4.
- [32] Luzika M (2009) Low-Tech Industry: A New Path For Development? The Case Of The Salmon Farming Industry, Sectoral system of Innovation and Production in Developing Countries; Actors, Structure and Evolution, Edward Elgar Publishing Ltd., UK. ISBN 978 1 84844656 4.
- [33] Balzat M (2006) An Economic Analysis of Innovation: Extending the Concept of National Innovation Systems, Edward Elgar Publishing Ltd, UK. ISBN10 1845426169, ISBN13 9781845426163.
- [34] Chaminade C, Intarakumnerd P, Sappasert K (2012) Measuring Systemic Problems in National Innovation Systems. An Application To Thailand, Research Policy, Volume 41, Issue 8, Pages 1476-1488, ISSN 0048-7333, <https://doi.org/10.1016/j.respol.2012.04.004>.
- [35] T.C. Devlet Bakanlığı (1983) Türk Bilim Politikası 1983-2003.
- [36] Ertan F (2020) Teknoloji, İnovasyon ve Ar-Ge'ye Yönelik Devlet Politikaları ve Tübitak Tarafından Verilen Ar-Ge Desteklerinin Firmalar Üzerindeki Etkisine Yönelik Analiz, Doktora Tezi, Sosyal Bilimler Enstitüsü Maliye (Kamu Ekonomisi) Anabilim Dalı, Ankara Üniversitesi, Ankara.
- [37] Karahan Ö (2019) Türkiye' de İnovasyon Politikası Uygulamalarının Gelişimi, Ekonomi ve Siyaset Üzerine Yazılar, Ekin Basım Yayın Dağıtım. ISBN: 978-605-327-965-5
- [38] Resmi Gazete (2008) Araştırma, Geliştirme ve Tasarım Faaliyetlerinin Desteklenmesi Hakkında Kanun (1), Kanun Numarası: 5746, Sayı: 26814, Tertip: 5 Cilt: 47.
- [39] Resmi Gazete (2001) Teknoloji Geliştirme Bölgeleri Kanunu, Sayı: 24454, Tertip : 5 Cilt: 40 Kanun Numarası: 4691
- [40] Sabancı Üniversitesi (2014) Ulusal İnovasyon Girişimi 2006 - 2013 Dönemi Değerlendirme Raporu.
- [41] Maden SI, Kutgi D (2019) Yenilik Politikalarında Yaşanan Küresel Dönüşümler ve Türkiye'de Paradigma Değişimleri, SDÜ Fen-Edebiyat Fakültesi Sosyal Bilimler Dergisi, 47 (165-180).
- [42] TÜBİTAK (2006) Uluslararası Bilim, Teknoloji ve Yenilik (BTY) Stratejisi Uygulama Planı 2007-2010.
- [43] TÜBİTAK (2010) Ulusal Bilim, Teknoloji ve Yenilik Stratejisi 2011-2016.
- [44] Resmi Gazete (2014) Araştırma Altyapılarının Desteklenmesine Dair Kanun, Kanun Numarası: 6550, Sayı: 29056, Tertip: 5, Cilt: 54.
- [45] Ulaştırma Denizcilik ve Haberleşme Bakanlığı (2016) 2016-2019 Ulusal e-Devlet Stratejisi ve Eylem Planı, Ulaştırma Denizcilik ve Haberleşme Bakanlığı.
- [46] BSTB (2013) Tekstil, Hazır giyim ve Deri Ürünleri Sektörleri Raporu <http://www.sanayi.gov.tr/Files/Documents/tekstil-hazir-giyim-ve-de-24102013101300.pdf> (Erişim tarihi: 22.02.2016).
- [47] Kalkınma Bakanlığı (2014) Bilgi Toplumu Stratejisi ve Eylem Planı 2015-2018, Kalkınma Bakanlığı, Bilgi Toplumu Dairesi Başkanlığı.
- [48] Göçer İ (2013) Ar-Ge Harcamalarının Yüksek Teknolojili Ürün İhracatı, Dış Ticaret Dengesi Ve Ekonomik Büyüme Üzerindeki Etkileri. Maliye Dergisi (165), 215-240.
- [49] Gülmez A, Akpolat AG, (2014) Ar-Ge & İnovasyon ve Ekonomik Büyüme: Türkiye ve AB Örneği için Dinamik Panel Veri Analizi, AİBÜ Sosyal Bilimler Enstitüsü Dergisi, 14(2), 1-17.
- [50] Altıntaş H, Mercan M (2015) Ar-Ge Harcamaları ve Ekonomik Büyüme İlişkisi: Oecd Ülkeleri Üzerine Yatay Kesit Bağımlılığı Altında Panel Eşbütünleşme Analizi, Ankara Üniversitesi Sbf Dergisi , 70 (2), 345- 376.
- [51] Kutbay H, Öz E (2017) Ar-Ge Harcamalarının Ekonomik Büyüme Üzerine Etkisi: Türkiye ve Seçilmiş Ülkelerde Vergi Teşvikleri Boyutuyla Ekonometrik Analiz, Maliye Dergisi, Temmuz-Aralık 2017, 173, 331-361.
- [52] Özkan G, Yılmaz H (2017) Ar-Ge Harcamalarının Yüksek Teknoloji Ürün İhracatı Ve Kişi Başı Gelir Üzerindeki Etkileri: 12 AB Ülkesi Ve Türkiye İçin Uygulama (1996-2015), Bilgi Ekonomisi ve Yönetimi Dergisi, 12 (1)
- [53] Dereli D, Sağlar U (2019) Ar-Ge Harcamaları İle Büyüme Arasındaki İlişki: Türkiye Üzerine Bir Değerlendirme, Cilt 6, Sayı 3, 2019, sayfa. 345-360, Rating Academy. E - ISSN: 2148-4139, URL: <http://www.ratingacademy.com.tr/ojs/index.php/jlecon>, DOI: <https://doi.org/10.15637/jlecon.6.021>
- [54] Gülsoy S (2020) Türkiye'de Araştırma, Geliştirme (Ar-Ge) ve Yenilikçiliğe Yönelik Devlet Uygulamaları ve Avrupa Birliği Ülkelerindeki Uygulamalar ile Karşılaştırılması, Türkiye için Politika Önerileri, Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi, Sosyal Bilimler Enstitüsü, Avrupa Birliği ve Uluslararası Ekonomik İlişkiler Anabilim Dalı, Ankara.

- [55] Fendođlu CF (2018) Türkiye Arařtırma Altyapılarının Etkinliđinin Artırılması: Analiz ve Öneriler, Uzmanlık Tezi, Yayın No:2987, Sosyal Sektörler ve Koordinasyon Genel Müdürlüđü, Kalkınma Bakanlığı, ISBN 978-605-2270-21-9.
- [56] Kiper M (2012) Türkiye'deki Üniversite Sanayi İşbirliđi Arayüzü Deneyimlerine Bakış, TTGV.
- [57] Kiper M (2010) Teknoloji Transfer Arayüzleri, TTGV, Ankara.
- [58] <https://www.ihracat.co/2019/11/tekstil-ve-hazir-giyim-sektoru-dunya.html> (Eriřim Tarihi:29.02.2020)
- [59] https://www.trademap.org/Product_SelCountry_TS.aspx?nvpm=1%7c792%7c%7c%7c%7c112976%7c%7c2%7c1%7c1%7c2%7c2%7c1%7c1%7c1%7c1 (Eriřim tarihi 01.02.2020)
- [60] İTKİB (2018) Toplam Tekstil ve Hammaddeleri Sektörü 2018 Yılı Ocak Ayı İhracatı Performans Raporu, Tekstil, Deri ve Halı Ar-Ge Şubesi İTKİB Genel Sekreterliđi
- [61] Kalkınma Bakanlığı (2018) T.C. Kalkınma Bakanlığı On Birinci Kalkınma Planı (2019-2023) Tekstil-Deri Hazır Giyim Çalışma Grubu Raporu, Yayın No: Kb: 2998 - Öik: 779, Ankara.
- [62] <http://www.tuik.gov.tr/PreHaberBultenleri.do?id=30572> (Eriřim tarihi: 07.05.2020)
- [63] https://www.trademap.org/Product_SelProductCountry.aspx?nvpm=1%7c792%7c%7c%7c%7c32504%7c%7c2%7c1%7c1%7c2%7c1%7c1%7c1%7c1
- [64] <https://data.oecd.org/rd/gross-domestic-spending-on-r-d.htm#indicator-chart> (Eriřim tarihi: 19.02.2020).
- [65] STB (2019) Sanayi ve Teknoloji Stratejisi 2023 Raporu, STB, sanayi.gov.tr/strateji-2023/sts-ktp.pdf (Eriřim tarihi:14.10.2019)
- [66] Balçak Girgin A (2022) Türk tekstil sektörü inovasyon sistemi için ölçüm kriterlerinin belirlenerek bir model önerilmesi, Doktora Tezi, Tekstil Mühendisliđi Anabilim Dalı, Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa Uludađ Üniversitesi, Bursa, Türkiye.



Araştırma Makalesi

Journal of Innovative Engineering and Natural Science

(Yenilikçi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Dergisi)

journal homepage: <https://jieng.org>

Oleik asit/nişasta/grafit temelli kompozit faz değıştiren malzemelerin hazırlanması ve ısıl özelliklerinin incelenmesi

Mehmet Selçuk Mert*^a, Hatice Hande Mert^b, Sude Yıldız^a, Fikret Yüksel^a

^aYalova Üniversitesi Mühendislik Fakültesi, Enerji Sistemleri Mühendisliği Bölümü, Yalova, 77200, Türkiye

^bYalova Üniversitesi Mühendislik Fakültesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, Yalova, 77200, Türkiye.

MAKELE BİLGİSİ

Makale Geçmişi:

Geliş 5 Mayıs 2023

Düzeltilme 14 Eylül 2023

Kabul 21 Eylül 2023

Çevrimiçi mevcut

Anahtar Kelimeler:

Faz değıştiren malzeme,
Mikrokapsülasyon,
Enerji depolama,
Kompozit malzeme.

ÖZET

Faz Değıştiren Malzemeler (FDM'ler), faz değışimi esnasında görülen donma ve erime süreçleri boyunca ısıl enerjinin gizli ısı formunda depolanmasına ve salınmasına izin veren akıllı malzemelerdir. Bu çalışmada, ısıl enerji depolama uygulamalarında kullanılmak üzere oleik asit/nişasta temelli kompozit faz değıştiren malzemeler (OA/St) dondurarak kurutma tekniği ile üretilmiş ve karakterize edilmiştir. Ek olarak, ısı transfer hızını iyileştirmek amacıyla yüksek ısıl iletkenliğe sahip genişletilmiş grafit varlığında benzer örnekler (OA/St/%IGF) hazırlanmıştır. Elde edilen kompozit FDM'lerin; Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM), Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FT-IR) ve Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) ile gerçekleştirilen morfolojik, kimyasal ve ısıl karakterizasyon teknikleriyle özellikleri incelenmiştir. Elde edilen OA/St kompozit FDM'nin ısıl enerji depolama kapasitesi 18,23 kJ/kg, erime ve kristalizasyon pik sıcaklıkları sırasıyla, 5,83 °C ve -8,10 °C olarak bulunmuştur. OA/St/%IGF Kompozit FDM'nin ise bu özellikleri sırasıyla; 18,54 kJ/kg, 5,66 °C ve -8,15 °C olarak belirlenmiştir. Buna ilaveten, elde edilen kompozitlerin ısıl davranışları Sıcaklık-Kayıt (T-Kayıt) yöntemiyle araştırılmış ve bir ısıl özellikler analiz cihazı kullanılarak ısıl iletkenlikleri ölçülmüştür. Sonuç olarak, elde edilen bulgular temelinde, hazırlanan kompozit FDM'lerin başta tarımsal seralarda don olaylarının önlenmesi, gıda ve medikal soğuk depolama uygulamaları gibi çok çeşitli pratik uygulama alanlarında ortam sıcaklık gereksinimlerinin karşılanmasında uygun birer aday olarak kullanılabileceği değerlendirilmiştir.

Preparation of oleic acid/starch/graphite based composite phase change materials and investigation of their thermal properties

ARTICLE INFO

Article history:

Received 5 May 2023

Received in revised form 14 Sep 2023

Accepted 21 Sep 2023

Available online

Keywords:

Phase change material,
Microencapsulation,
Energy storage,
Composite material

ABSTRACT

Phase change materials (PCMs) are smart materials that allow thermal energy to be stored and released in the form of latent heat during the freezing and melting processes seen during phase change. In this study, oleic acid/starch based composite phase change materials (OA/St) were produced by freeze drying technique and characterized with the aim of using in thermal energy storage applications. In addition, similar samples (OA/St/1%GF) were prepared in the presence of expanded graphite with high thermal conductivity in order to improve the heat transfer rate. The properties of obtained composite PCMs were investigated by morphological, chemical, and thermal characterization techniques performed with Scanning Electron Microscopy (SEM), Fourier Transform Infrared (FT-IR) and Differential Scanning Calorimetry (DSC). The thermal energy storage capacity of the obtained OA/St composite PCM was found to be 18.23 kJ/kg and the melting and crystallization peak temperatures were found to be 5.83 °C and -8.10 °C, respectively. These thermal characteristics of OA/St/IGF composite PCM are respectively; It was determined as 18.54 kJ/kg, 5.66 °C and -8.15 °C. Additionally, the thermal behaviors of the obtained composites were investigated by the Temperature-History (T-History) method and their thermal conductivities were measured by using a thermal properties analyzer. As a consequence, based on the findings obtained, it has been evaluated that the prepared composite PCMs can be used as suitable candidates to meet the ambient temperature requirements in a wide variety of practical application areas, such as preventing frost in agricultural greenhouses, food and medical cold storage applications.

I. GİRİŐ

Enerji depolama, geleneksel ve yenilenebilir enerji sistemlerinin verimli bir Őekilde kullanılmasında son yıllarda önemli bir araç olarak görölmektedir. GeniŐ bir yelpazede farklı amaçlara yönelik uygulama alanlarına sahip olan enerji depolama teknolojileri, kaynakların daha etkin kullanılmasını saęlamakla birlikte, çeŐitli sistemler için enerjinin verimli kullanılmasında da fırsatlar sunar. Bu teknolojiler içinde yer alan ısı enerji depolama da son yıllarda araŐtırmacıların oldukça ilgisini çekmektedir. Isı enerjisi, termokimyasal, duyulur ve gizli ısı formlarında depo edilebilir ve depolanan enerji farklı bir zamanda kullanılabilir. Gizli ısı depolama, Faz DeęiŐtiren Malzemeler (FDM'ler) olarak isimlendirilen yeni nesil enerji malzemeleri ile gerçekteřtirilmektedir. Bu tip depolamada, kullanılan malzemenin faz deęiŐimini sırasında bir miktar ısı salınmakta veya absorbe edilmektedir. Ancak, bir maddenin etkin bir gizli ısı depolama malzemesi olarak kullanılabilmesi için nano-mikro veya makro ölçekte kapsüllenmesi veyahut da baŐka tipteki bir malzemeyle kompozit bir yapı haline getirilerek kararlı bir yapıya kavuŐturulması gerekmektedir [1, 2].

FDM'ler organik, inorganik ve ötektik olarak üç grupta sınıflandırılmaktadır [3, 4]. Bunlardan organik esaslı FDM'ler, yüksek kimyasal ve fiziksel kararlılıkları, ısı dayanıklılıkları, yüksek erime gizli ısısına sahip olmaları, geniŐ bir sıcaklık aralıęında kullanılabilmeleri, ekonomik olmaları, korozif ve zehirleyici olmamaları gibi avantajlarıyla birçok ısı enerji depolama uygulamalarında tercih edilmektedir [3]. Dięer yandan ısı iletkenliklerinin düşük olması ve katı-sıvı faz dönüŐümü esnasında görölen sızdırma sorunu nedeniyle uygulamada birtakım kısıtlamalar görölmektedir. Isı iletkenlik, ısı iletim hızının bir göstergesidir. Isı iletkenlięin düşük olması, ısı transfer hızının azalmasına yol açarak, organik FDM'lerin Őarj/deŐarj sürelerinin artmasına neden olur. Dięer yandan katı-sıvı faz geçiŐi esnasında FDM'nin sınırlayıcı bir yapıda korunmaması nedeniyle uygulanan alanda ya da cihazda problemler ortaya çıkmaktadır. Őekilce kararlı kompozit FDM'lerin geliŐtirilmesiyle sızdırmanın azaltılması ya da önlenmesi ve ısı iletkenlięin artırılması mümkün olmakta ve bu dezavantajlar giderilmektedir. Gözenekli malzemeler, nanomalzemeler gibi çeŐitli destek malzemelerinin kullanılması veya mikro/nanokapsülasyon yoluyla Őekilce kararlılık saęlanabilmekte ve FDM'nin termo-fiziksel özellikleri iyileŐtirilebilmektedir [4].

Kapsülasyon iŐlemi, söz konusu malzemenin bir kap içinde ya da kaplama içinde kapalı tutulması prensibine dayanmaktadır. FDM'lerin kapsülasyonu ile yüzey alanının artırılmasının yanı sıra, sıvı fazda FDM kaybının ve çevre Őartlarından etkilenmesinin önlenmesi de mümkün olmaktadır [5]. Ayrıca, bu yöntemle ısı iletkenlięin artırılması ve faz geçiŐi nedeniyle yapıdaki deęiŐiklięin önlenerek malzemenin formunun korunması mümkündür [6]. FDM'lerin kapsülasyonu için kabuk malzeme olarak çeŐitli organik polimerler [7-9], inorganik malzemeler [10-12], metaller [13-15] ya da hibrit yapılar [16-18] kullanılabilir.

NiŐasta yüksek bir oranda tüketilen petrokimyasal kaynaklı polimerlere kıyasla, düşük maliyeti, benzersiz özellikleri ve performansı nedeniyle ilgi çeken doęal polimerlerden biridir. Polisakkaritler grubuna dahil olan niŐasta biyopolimerlerin ve biyomakromoleküllerin önemli bir üyesidir ve özellikle plastik endüstrisinde çevre dostu ve düşük maliyetli plastik malzemelerin, karıŐımların veya kompozitlerin üretiminde dolgu olarak kullanılmaktadır [19]. Son yıllarda, sentetik petrol bazlı plastik filmlerin yaygın kullanıldıęı sera ve tarımsal uygulamalarda artan çevresel kaygılar nedeniyle, yenilenebilir kaynaklardan elde edilen, çevre dostu hammaddeler alternatif olarak ön plana çıkmaktadır. Bu noktada, niŐasta, selüloz, aljinat gibi doęal polimerler tarımsal uygulamalarda çevre dostu ve sürdürülebilir kaynaklar olarak tercih edilmektedir [20].

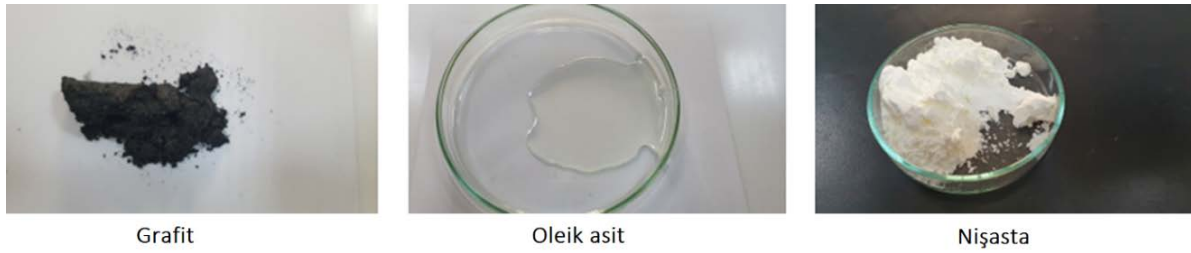
Yüksek faz geçiř sıcaklıklarına sahip enerji depolama malzemeleri pek çok arařtırımcı tarafından geniř çapta çalıřılmakta iken, soğuk depolama uygulamalarına yönelik faz deęiřtiren malzemelerin seçimindeki sınırlamalardan ötürü bu alanda daha az çalıřılmaktadır. Soğuk depolama uygulamalarına yönelik FDM'lerin düşük faz deęiřim sıcaklıklarına (~5 °C civarında) sahip olması gerekir. Ancak güvenlik, yakıcılık, yanıcılık ve maliyet gibi unsurlar dikkate alındığında bu sıcaklık aralıęında doğrudan çok az malzeme seçilebilir [21]. Organik esaslı FDM'ler ya da bunların ötektik karışımları ile bu amaca yönelik FDM seçimi yapılabilmesine rağmen, gerçek uygulamalarda bu malzemelerin nispeten düşük olan termal iletkenliklerinin de ısı transferini arttırmaya yönelik birtakım katkılarla iyileřtirilmesi oldukça önemlidir. Oleik Asit (C₁₈H₃₄O₂) organik FDM sınıfından açık sarı renkte, 5-7 °C civarında erime noktasına sahip olan ve düşük sıcaklık soğuk depolama uygulamalarında kullanılabilen bir yağ asididir [22]. Oleik asit 18 karbon atomlu asil zincirinin merkezinde bir cis-çift baęa sahiptir. Asil zinciri bu çift baę ile iki parçaya; yani çift baę ile terminal metil grubu arasındaki zincir segmenti (ω -zincir) ve çift baę ile karboksil grup arasındaki zincir segmenti (Δ -zincir) olmak üzere iki parçaya bölünür. Bu iki zincir bölümünün farklı fiziksel özellikler sergilemesi beklenmektedir. Bundan başka oleik asitin polimorfik yapıları olan γ -formu ve α -formu, ω -zincirinin konformasyonel yapısının farkından ileri gelir [23, 24]. Hayvansal ve bitkisel kaynaklarda doğal olarak bulunan oleik asitin, ısıl enerji depolama karakteristiklerinde temin edilen kaynağının ve saflığının önemli bir etkisi olmakla birlikte, sahip olduęu γ - ve α -formuna ait dönüşümlerden kaynaklı olarak faz geçiř sıcaklığı ve entalpi ile ilgili deęerlerde literatürde farklılıklar gözlenmektedir [25-27]. Cedeño ve ark. [28] yaptıkları bir çalıřmada oleik asitin erimeden önce tersinir katı-katı faz geçiřinin 225 K de (-48,15 °C ve $\Delta H=3.6$ J/g) gerçekleřtięini, erimenin ise 278 K (4,85 °C ve $\Delta H=75,5$ J/g) de görüldüęünü rapor etmişlerdir. Dięer yandan bu yağ asidinin kristallenme sürecinde sıvı-sıvı faz dönüşümünün 272 K de (-1,15 °C ve $\Delta H= -10.5$ J/g), sıvı-katı faz dönüşümünün ise 260 K de (-13,15 °C ve $\Delta H= -61.0$ J/g) olduęunu tespit etmişlerdir.

Bu çalıřmada, oleik asit/niřasta temelli kompozit faz deęiřtiren malzemeler dondurarak kurutma teknięi ile üretilmiş ve karakterize edilmiştir. Ek olarak, ısı transfer hızını iyileřtirmek amacıyla yüksek ısıl iletkenliğe sahip geniřtirilmiş grafit varlığında benzer örnekler de hazırlanmıştır. Elde edilen kompozit FDM'nin; Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FT-IR) ve Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) ile gerçekleřtirilen morfolojik, kimyasal ve ısıl karakterizasyon teknikleriyle özellikleri incelenmiştir.

II. DENEYSEL YÖNTEM

2.1 Malzemeler

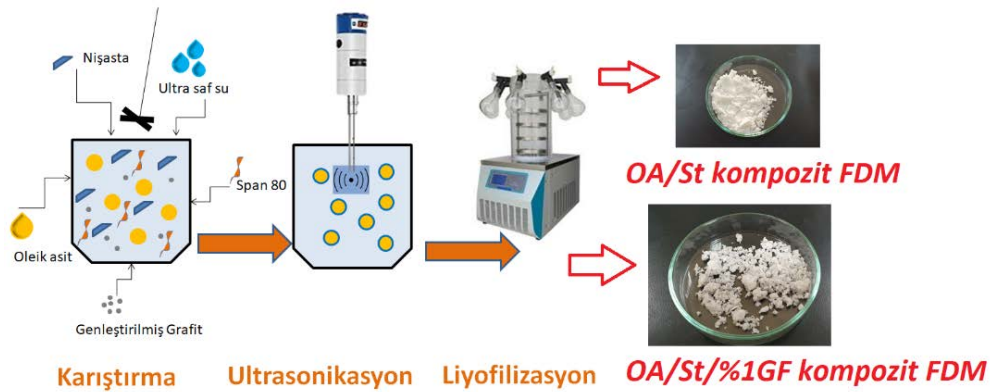
Oleik asit (OA, Carlo Erba Reagents, Fransa), gıdai mısır niřastası (St, perakende), geniřtirilmiş grafit (GF, Nanografi, saflık >%96, Türkiye), Span 80® (Aldrich Chemistry, Almanya) temin edildięi şekilde kullanılmıştır. Ultra saf su ile deneyler gerçekleřtirilmiştir. Şekil 1'de faz deęiřtiren malzeme olarak seçilen oleik asit, kabuk malzeme olarak kullanılan niřasta ve ısıl özellikleri geliřtirmek için kullanılan yüksek ısıl iletken özellikteki geniřtirilmiş grafit görülmektedir.



řekil 1. Kompozit FDM eldesinde kullanılan malzemelerin oda sıcaklıęındaki dijital kamera görüntüleri

2.2 Oleik asit/niřasta/grafit esaslı kompozit faz deęiřtiren malzemelerin hazırlanması

Oleik asitin, genleřtirilmiř grafit dolguları varlıęında niřasta ile mikrokapsülasyonu, sulu ortamda karıřtırma, ultrasonikasyon ve liyofilizasyon iřlemlerinden oluřan bir dizi prosedüre göre gerekleřtirilmiřtir (řekil 2). Ultra saf su, niřasta ve Span 80® 60 dakika boyunca mekaniksel olarak karıřtırılmıřtır. Ayrı bir yerde genleřtirilmiř grafit (aęırlıkça %1), Span 80® ieren sulu ortamda daęıtılmıřtır. Niřasta solüsyonu üzerine, grafit solüsyonu ve oleik asit ilave edilerek bir süre daha mekaniksel karıřtırma sürdürülmüřtür. Karıřım, buz banyosuna oturtularak ultrasonik homojenizatör (Bandelin SONOPULS HD 2200, 20 kHz) ile 20 dakika boyunca homojenize edilmiřtir. Karıřım polietilen tüplere aktarılmıř ve -37 °C de 48 saat süresince dondurulmuřtur. Donmuř örnekler liyofilizatörde -54 °C de, 0,024 mbar basınta 120 saat süreyle kurutulmuřtur. Aynı prosedür genleřtirilmiř grafit dolguları olmadan tekrar edilmiřtir. Elde edilen oleik asit/niřasta ve oleik asit/niřasta /grafit temelli kompozit FDM örnekleri sırasıyla “OA/St” ve “OA/St/%1GF” olarak isimlendirilmiřtir. Deneysel alıřmada kullanılan malzemelerin toplam miktarları Tablo 1’de sunulmuřtur.



řekil 2. Oleik asit/niřasta/grafit esaslı kompozit faz deęiřtiren malzemelerin hazırlanma ařamaları

Tablo 1. Kompozit FDM’lerin hazırlanmasında kullanılan malzemelerin miktarları

Kompozit FDM	Ultra saf su (mL)	Oleik asit (g)	Niřasta (g)	Span 80® (g)	Grafit (g)
OA/St	230	10	40	3,1	0
OA/St/%1GF	180	10	40	3,1	0,1

2.3. Elde edilen malzemelerin karakterizasyonu

Elde edilen mikrokapsellenmiř kompozit FDM'lerin kimyasal, ısıl ve morfolojik karakterizasyonları gerekleřtirilmiřtir. Oleik asit, niřasta ve retilen kompozit FDM'lerin kimyasal yapıları FT-IR spektrofotometresi (Perkin Elmer, Spectrum 100) ile 4000-400 cm⁻¹ dalga boyu aralıęında gerekleřtirilen analizler ile aydınlatılmıřtır. Kompozit FDM'lerin morfolojik analizi SEM-Taramalı Elektron Mikroskobu (FEI, Ouanta FEG 250 model, Thermo Scientific) ile gerekleřtirilmiřtir. Malzemelerin gizli ısı depolama zellikleri azot atmosferi altında -30 ila 80 C sıcaklık aralıęında 10 C/dakika ısıtma hızıyla Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (Perkin-Elmer DSC-6) ile belirlenmiřtir. Elde edilen kompozit FDM'lerin termal enerji depolama performansları ařaęıdaki denklemlere gre katılma oranı (R), katılma verimlilięi (E) ve termal depolama kapasitesi (η) hesaplanarak deęerlendirilmiřtir [29].

$$R = \frac{\Delta H_{m,Kompozit\ FDM}}{\Delta H_{m,OA}} \times 100\% \quad (1)$$

$$E = \frac{\Delta H_{m,Kompozit\ FDM} + \Delta H_{c,Kompozit\ FDM}}{\Delta H_{m,OA} + \Delta H_{c,OA}} \times 100\% \quad (2)$$

$$\eta = \frac{E}{R} \times 100\% \quad (3)$$

Burada ΔH_m ve ΔH_c retilen kompozit FDM'ler ve oleik asit iin sırasıyla erime ve kristallenme entalpilerini (kJ/kg) ifade etmektedir.

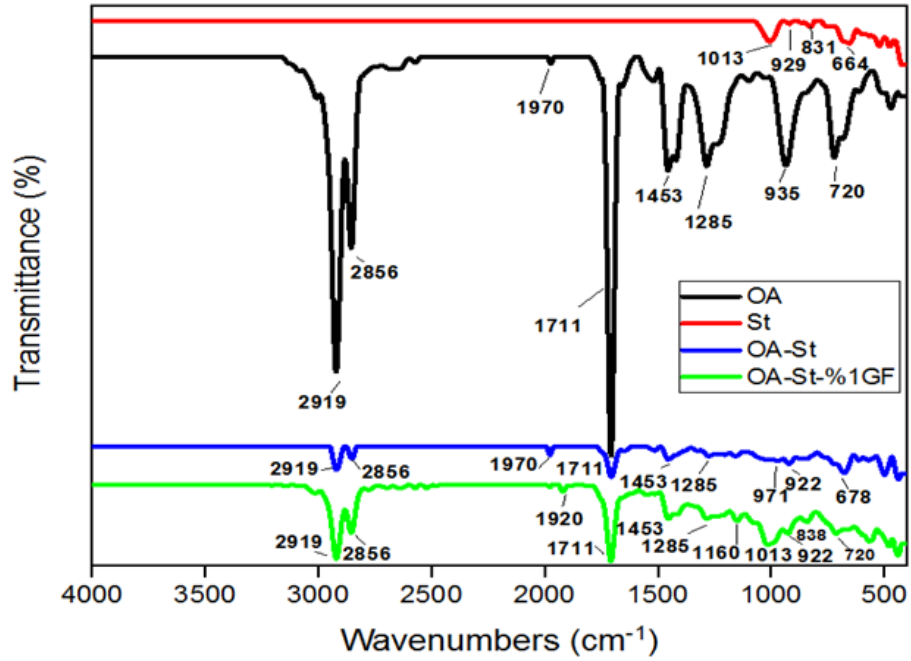
Elde edilen kompozit FDM'lerin soęutma iřlemi esnasındaki ısıl davranıřları Sıcaklık-Kayıt (T-Kayıt) yntemiyle incelenmiřtir. Bu amala, sirklatrl su banyosu, K tipi ısıl iftler (termokupl) ve veri kayıt cihazı kullanılarak hazırlanan deneysel sistemde, kompozitlerin soęuma davranıřları ve ısı iletim zellikleri malzemelerin faz geiř sıcaklıkları zerindeki bir aralıkta arařtırılmıřtır. Gerekleřtirilen testte, eřdeęer miktardaki rnekler deney tpleri ierisine konularak ısıl iftler vasıtasıyla anlık olarak sıcaklıkları llmř ve bu lmler veri kayıt cihazı ile toplanarak bilgisayara kaydedilmiřtir. Buna ilaveten, rneklerin ısı iletim katsayıları (k) Tempos marka ısıl zellikler analiz cihazı kullanılarak llmřtr. Bunun iin, sabit sıcaklıklı bir ortam hazırlanarak her bir numune iin 5 kez lm tekrar edilmiř ve bylece ortalama ısıl iletkenlik lm deęerleri bulunmuřtur.

III. BULGULAR VE TARTIřMA

3.1 Kimyasal Yapının İncelenmesi

Oleik asit, niřasta ve retilen kompozit FDM'lerin kimyasal yapıları FT-IR analiziyle belirlenmiřtir. Oleik asit (OA), niřasta (St) ve kompozit FDMlere (OA/St ve OA/St/%1GF) ait FT-IR spektrumları karřılařtırmalı olarak Őekil 3'de sunulmuřtur. Niřastaya ait spektrum incelendięinde, 1013 cm⁻¹ ve 929 cm⁻¹ de grlen pikler C-O, C-C ve C-OH gerilmelerine aitken, 831 cm⁻¹ civarında yer alan pikler C-O-C simetrik gerilmeleri ve C-H deformasyonundan ileri gelmektedir [30, 31]. Dięer yandan OA'ya ait spektrum incelendięinde alifatik C-H gruplarının CH₂ ve terminal CH₃'teki asimetrik ve simetrik gerilme titreřimleri nedeniyle olan pikler sırasıyla 2919

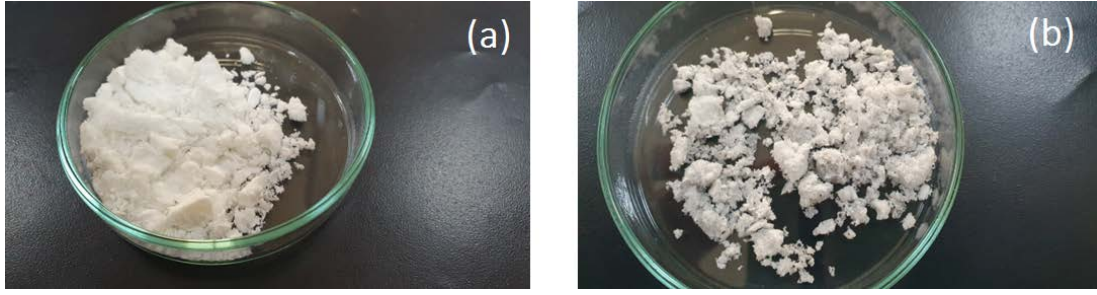
cm^{-1} ve 2856 cm^{-1} 'de görölmektedir [32]. 1711 cm^{-1} 'de gözlemlenen keskin bant, asimetrik -C=O gerilmesine atfedilebilir [33]. 1453 cm^{-1} 'de gözlenen pik düzlem içi OH bandına karşılık gelirken ise, 1400 cm^{-1} civarındaki küçük pik alifatik CH_3 gruplarının eğilme titreřimlerinden kaynaklanmaktadır. 1285 cm^{-1} 'de görölen pik C-O gerilmesine atfedilebilir [34]. 937 cm^{-1} 'de görölen pik düzlem dışı O-H gerilmesine karşılık gelirken, 720 cm^{-1} de görölen absorpsiyon piki CH_2 salınma titreřimini göstermektedir [35]. OA/St ve OA/St/%1GF kompozit FDM'lerin spektrumlarını incelediğimizde oleik asite ait karakteristik piklerin görölmeleri yapıda OA varlığını ve kapsülasyonun başarısını doğrulamaktadır.



Şekil 3. Oleik asit, niřta ve kompozit FDM'lere ait FT-IR spektrumları

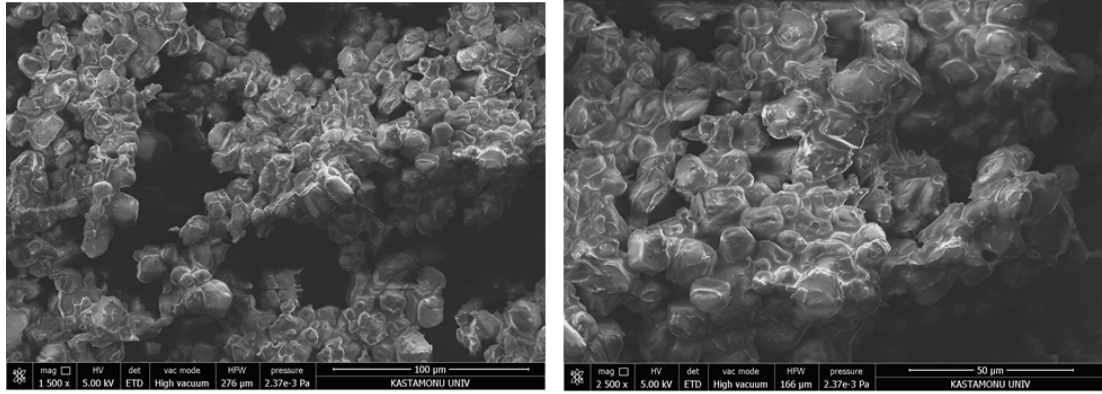
3.2 Morfolojik Yapının İncelenmesi

Elde edilen toz formundaki OA/St ve OA/St/%1GF Kompozit FDM'lerin oda sıcaklığında çekilmiş dijital kamera görüntüleri Şekil 4'de verilmiş, bu malzemelerin morfolojik karakterizasyonu için gerçekleştirilen Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri ise Şekil 5 ve 6'da sunulmuştur. Şekil 4'de yer aldığı üzere kompozit malzemeler oleik asitin erime sıcaklığı (erime pik sıcaklığı $\sim 10 \text{ }^\circ\text{C}$) üzerinde oda sıcaklığında şekilce kararlılıklarını korumuşlar ve herhangi bir sızdırma davranışı göstermemişlerdir.

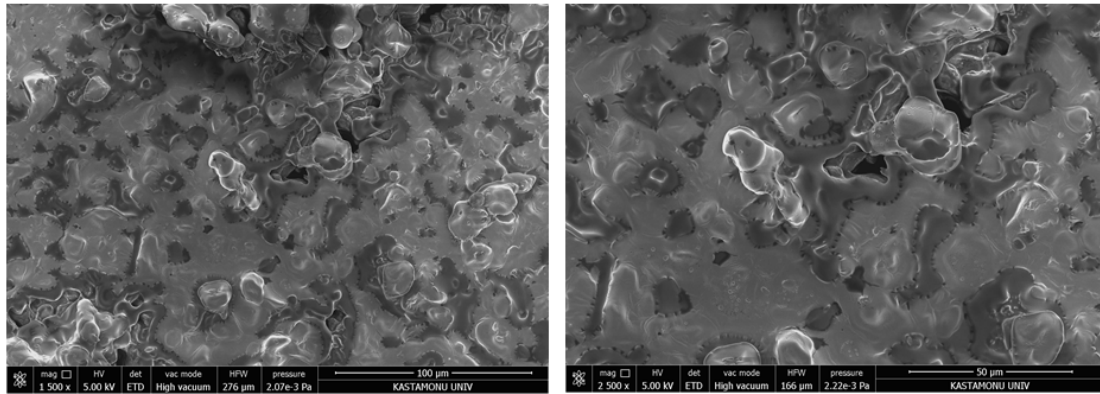


řekil 4. Kompozitlere ait dijital kamera görüntüleri (a) OA/St Kompozit FDM (b) OA/St/%1GF Kompozit FDM

SEM görüntülerinden görüldüęü üzere OA/St Kompozit FDM küresel yapıda bir morfoloji sergilemiştir (řekil 5). Dięer yandan OA/St/%1GF kompozit FDM'ye ait SEM görüntüleri (řekil 6) incelendięinde grafit katkısının morfolojide kısmen deęiřime sebep olduęu ve heterojen yüzeyli küresel kapsüllerden oluřan aglomere olmuř bir yapının oluřtuęu görülmüřtür.



řekil 5. OA/St Kompozit FDM SEM görüntüleri

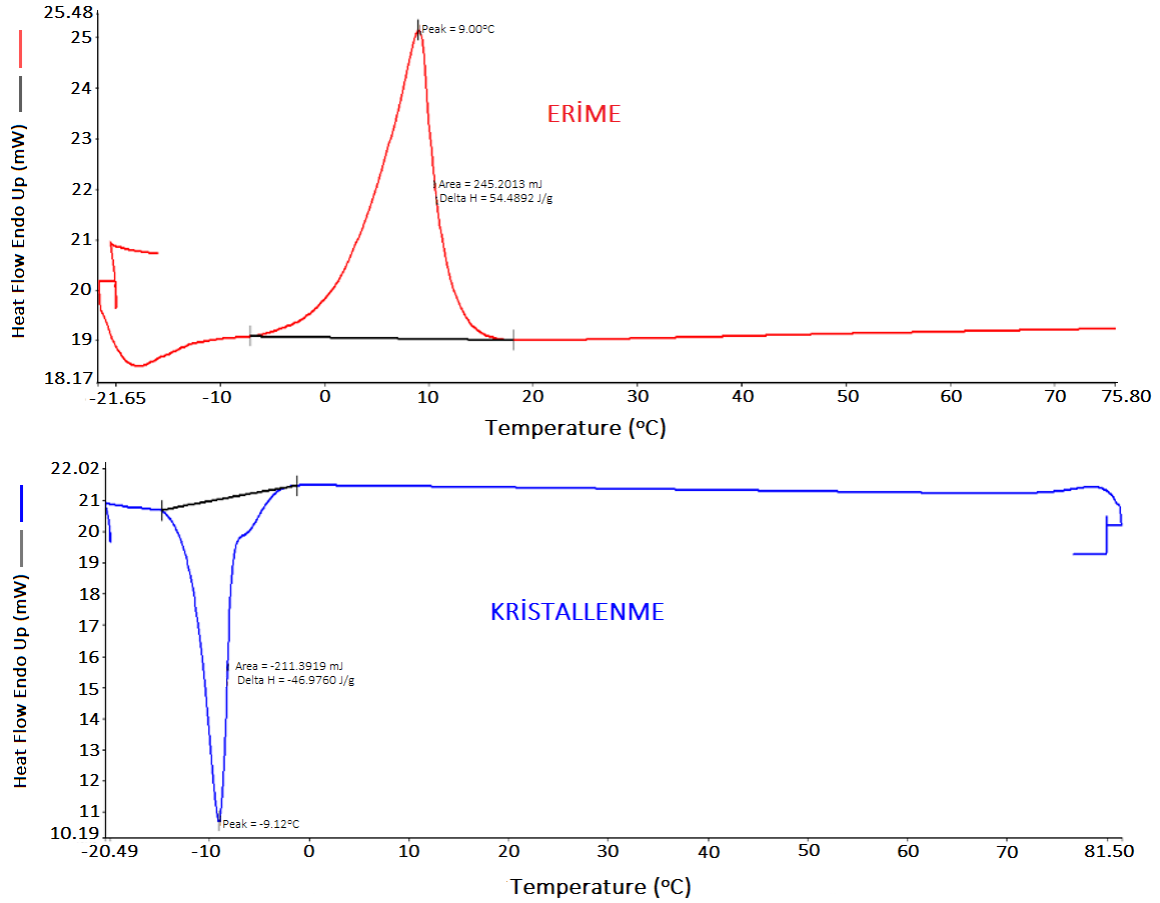


řekil 6. OA/St/%1GF Kompozit FDM SEM görüntüleri

3.3 Isıl Özelliklerin İncelenmesi

Isıl özelliklerin karakterizasyonu için OA ve OA içeren kompozit FDM'lerin DSC analizleri gerçekleştirilmiştir. řekil 7 ve řekil 8'de sunulan DSC grafiklerine göre ısının absorlandıęına ve salındıęına iřaret eden katı-sıvı erime

ve sıvı-katı donma pikleri hem OA hem de kompozit FDM'lerin termogramlarında yer almaktadır. Buna göre, benzer piklerin varlığı FDM ve kabuk malzeme arasında herhangi bir kimyasal reaksiyon olmadığını ve kompozit FDM'lerin gizli ısı depolaması yaptığını göstermektedir [36].



Şekil 7. Oleik asite ait DSC termogramları

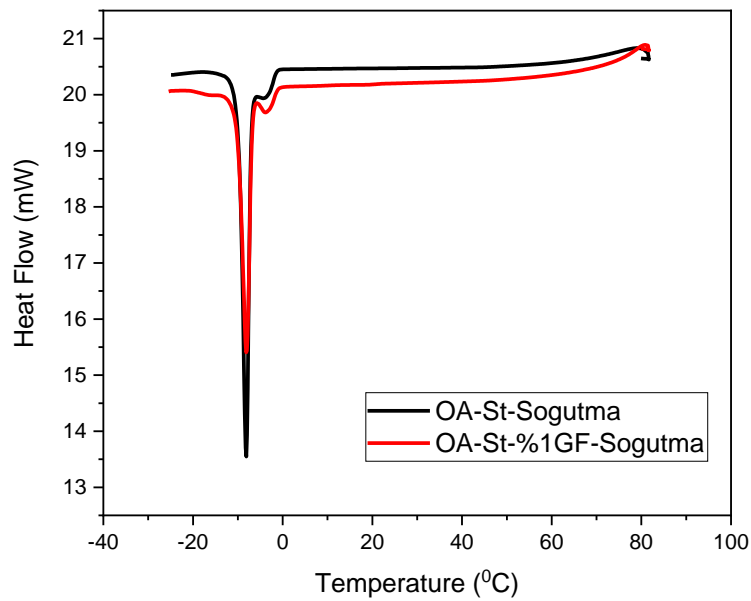
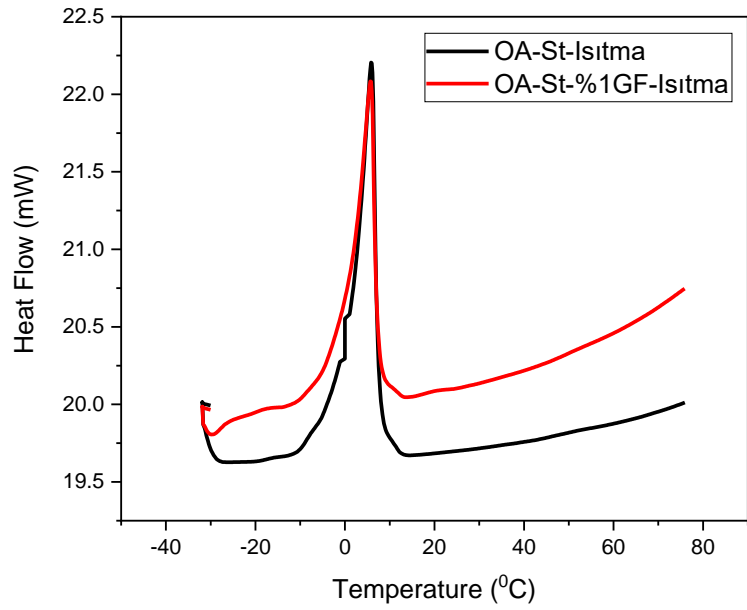
OA'nın DSC grafiğinden elde edilen verileri incelendiğinde, yağ asidinin erime ve kristallenme pik sıcaklıkları sırasıyla 9,00 °C ve -9,12 °C; erime ve kristallenme entalpileri ise sırasıyla 54,49 kJ/kg ve -46,98 kJ/kg olarak ölçülmüştür. Diğer yandan, nişasta ile kapsüllenmiş kompozit FDM'lere ait DSC analizinden elde edilen ısı depolamaya ait ısı karakteristikleri Tablo 2'de, gizli ısı depolama (LHS) verileri kullanılarak hesaplanan kompozit FDM'lerin kapsülasyon oranı (R), kapsülasyon verimliliği (E) ve termal depolama kapasitesi (η) sonuçları ise Tablo 3'de verilmiştir. Kompozit FDM'lerin ısı karakteristiklerine göre (Tablo 2), ısı transfer hızının iyileştirilmesi amacıyla katılanan genişletilmiş grafit dolgusu malzemelerin faz geçiş sıcaklıkları ve gizli ısı depolama kapasitelerinde belirgin bir değişime ya da düşüşe neden olmamıştır. Ayrıca, hazırlanan kompozit FDM'ler oldukça yakın kapsülasyon oranı (%33,45 ve %34,02) ve verimliliğine (%35,37 ve %35,03) sahiptir. Elde edilen kompozit FDM'lerin %100 termal depolama kapasitesi gösterdikleri bulunmuştur. Bu özellikleriyle, üretilen kompozit malzemeler ısı depolama uygulamalarında kullanım potansiyeline sahiptirler.

Tablo 2. Elde edilen kompozit FDM'lerin termal özellikleri

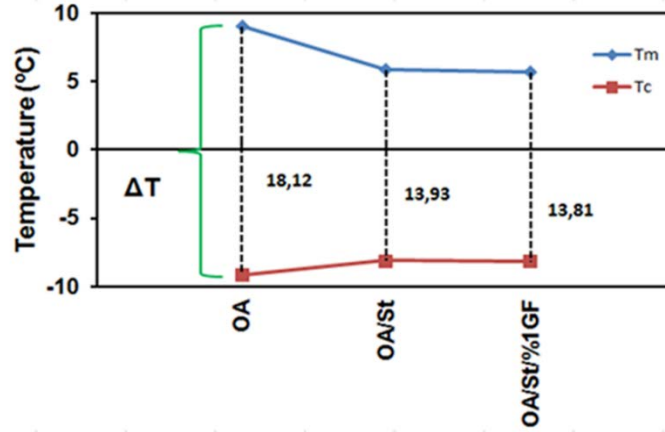
Malzeme	^a T _m (°C)	^b ΔH _m (kJ/kg)	^c T _c (°C)	^d ΔH _c (kJ/kg)
OA/St	5,83	18,23	-8,10	-17,66
OA/St/%1GF	5,66	18,54	-8,15	-17,01

^a:pik erime sıcaklığı^b:erime entalpisi^c:pik kristallenme sıcaklığı^d:kristallenme entalpisi**Tablo 3.** Elde edilen kompozit FDM'lerin kapsülasyon özellikleri

Malzeme	R(%)	E (%)	η (%)
OA/St	33,45	35,37	100
OA/St/%1GF	34,02	35,03	100

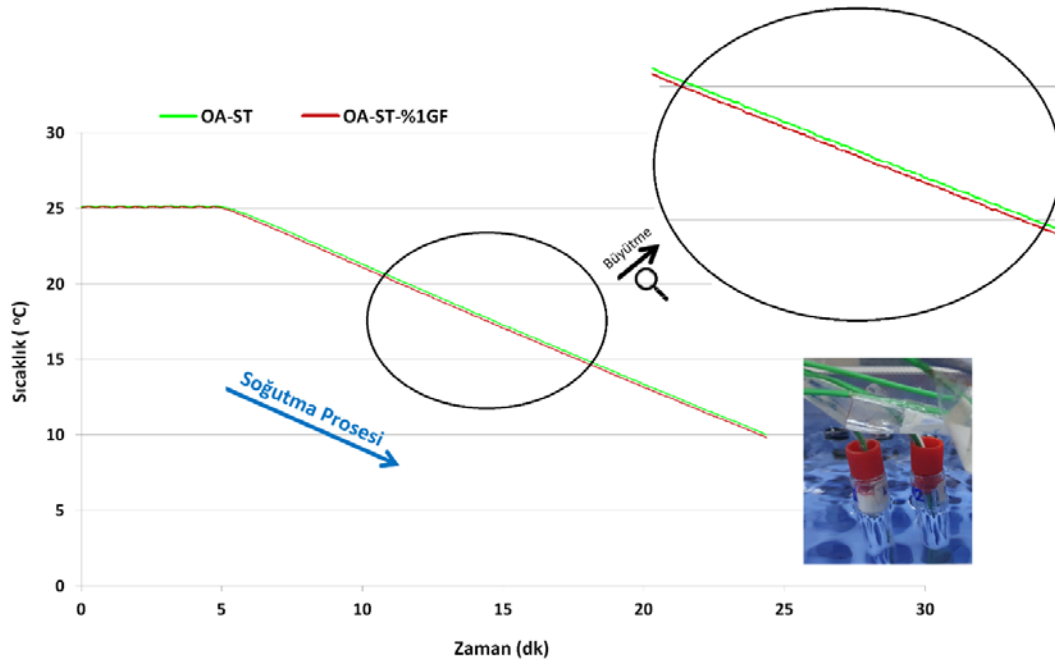
**Şekil 8.** OA/St ve OA/St/%1GF Kompozit FDM'lere ait ısıtma ve soęutma esnasında elde edilen DSC termogramları

FDM'lerin ısı depolama malzemesi olarak kullanılmasındaki karşılaşılan problemlerden biri de aşırı soğumadır [37]. Bu davranış, sıvı haldeki FDM'nin soğutulduğunda donmanın genellikle erime noktasından daha düşük bir sıcaklıkta meydana gelmesi olarak tanımlanabilir. Gizli ısı yalnızca aşırı soğutulmuş sıcaklığın altında salındığından, gizli ısının tam olarak kullanılabilmesi için şarj ve deşarj arasında büyük sıcaklık farkına ihtiyaç vardır. Ancak bu durum enerji depolama uygulamalarının enerji verimliliği açısından istenmeyen bir durumdur [38]. Üretilen kompozit malzemelerin nişasta ile sağlanan yapıca kararlılıkları, FDM'lerin uygulama alanında bir dezavantaj olarak görülen ve endotermik ve ekzotermik pikler arasındaki sıcaklık farkına işaret eden aşırı soğuma davranışında da değişime yol açmıştır. Şekil 9'da sunulan aşırı soğuma davranışı grafiklerinden ve sıcaklık farkları (ΔT) değerlerinden görüldüğü üzere oleik asitin bir kabuk ile sınırlandırılması yani kapsüllenmesi uygulama açısından bir avantaj olarak, saf FDM'ye göre kompozit malzemelerin aşırı soğuma derecesinde düşüşe neden olmuştur [39].



Şekil 9. Oleik asit ve kompozit FDM'lerin aşırı soğuma davranışı

OA/St ve OA/St/%1GF kompozit FDM'lerin soğutma işlemi esnasında T-kayıt yöntemiyle elde edilen ısı davranışları Şekil 10'da gösterilmiştir. Soğutma işlemine geçmeden önce, deney tüpleri içerisine konulmuş numuneler 25 °C'ye ayarlanmış banyo içine daldırılarak bu sıcaklıkta belirli bir süre ısı dengeye gelmesi için bekletilmiştir. Isıl denge sağlandığında soğutma işlemi başlatılmış ve kompozit malzemelerin ısı davranışı T-kayıt yöntemiyle elde edilen veri temelinde grafik olarak çizilmiştir. Şekil 10 incelendiğinde, %1 GF katkılı kompozitin katkısız kompozitten görece yüksek ısı iletim özelliğinden dolayı daha hızlı bir şekilde hedef sıcaklıklara ulaştığı gözlemlenmiştir. Elde edilen kompozit FDM'lerin duyulur ısı depolama hızları T-kayıt yöntemiyle elde edilen sıcaklık ölçüm verisine bağlı olarak hesaplanmış ve bulunan değerler Tablo 4'te verilmiştir. Buna göre, elde edilen grafiğe göre OA/St ve OA/St/%1GF kompozit FDM'lerinin soğutma işlemi esnasındaki duyulur ısı depolama/salma hızları sırasıyla 0,0130 °C/s ve 0,0134 °C/s olarak hesaplanmıştır. Buna ilaveten, hazırlanan kompozit FDM'ler birbiri ile karşılaştırıldığında, %1 GF katkılı kompozitin katkısız kompozit FDM'ye göre %3,08 nispetinde daha hızlı bir şekilde soğutma işlemi sırasında hedef sıcaklığa ulaştığı görülmüştür (Şekil 10). Bununla birlikte, elde edilen kompozit FDM'lerin ısı iletimlik katsayısı (k) ölçümleri gerçekleştirilmiş ve alınan ölçümler Tablo 5'te sunulmuştur. Tablo 5'e göre, %1 GF katkısının elde edilen kompozitin ısı iletimliğini %6,74 oranında iyileştirdiği sonucu bulunmuştur. Sonuç olarak, T-Kayıt yöntemi ile elde edilen bulguların ısı iletimlik ölçümleri ile uyumlu olduğu görülmüştür.



Şekil 10. OA/St ve OA/St/%1GF kompozit FDM'lerin soğutma işlemi esnasında T-kayıt yöntemiyle elde edilen ısıl davranışları

Tablo 4. OA/St ve OA/St/%1GF kompozit FDM'lerin soğutma işlemi sırasında ısı depolama hızları

İşlem	Gözlem	OA/St	OA/St/%1GF
Soğutma	Isıl Depolama/Salınım Hızı (°C/s)	0,0130	0,0134
	İyileştirme Oranı (%)	-	%3,08

Tablo 5. OA/St ve OA/St/%1GF kompozit FDM'lerin ölçülen ısıl iletkenlikleri

Gözlem	OA/St	OA/St/%1GF
Isıl İletkenlik (W/m K)	0,1009	0,1077
İyileştirme Oranı (%)	-	%6,74

IV. SONUÇLAR

Bu çalışmada, nişasta temelli kimyasal yapısı ve uygun ısıl enerji depolama özellikleri açısından sera ve tarımsal uygulamalarda kullanılabilme potansiyeli bulunan kompozit malzemeler mikrokapsülasyon yöntemiyle hazırlanmıştır. Elde edilen kompozit FDM'lerin fiziksel, kimyasal, ısıl, morfolojik ve yapısal özellikleri; Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FT-IR) spektroskopisi analizleri ile araştırılmıştır. Elde edilen OA/St Kompozit FDM'nin ısıl enerji depolama kapasitesi 18,23 kJ/kg, erime ve kristalizasyon pik sıcaklıkları sırasıyla, 5,83 °C ve -8,10 °C olarak bulunmuştur. OA/St/%1GF Kompozit FDM'nin ise bu özellikleri sırasıyla; 18,54 kJ/kg, 5,66 °C ve -8,15 °C olarak bulunmuştur. Ayrıca, kompozitlerin ısıl iletkenlik katsayıları ölçülmüş ve elde edilen sonuçlara göre görece az miktarda (%1) genleştirilmiş grafit ilave edilmesinin OA/St/%1GF malzemesinin ısıl iletkenlik katsayısını %6,74 oranında iyileştirdiği görülmüştür. Bu sonuçlar temelinde, hazırlanan kompozit malzemelerin seralarda meydana

gelen don olaylarının önüne geçebilmesine yönelik uygun iklim koşullarında gerçekleştirilebilecek FDM uygulamalarında değerlendirilme potansiyeli olduđu düşünölmektedir. Bu sayede iklimlendirme yükünde iyileřtirme sağlanarak enerji tasarrufu elde edilebileceđi öngörölmektedir. Son olarak, faz deđiřim sıcaklık aralıkları ve belirlenen diđer özelliklerinden ötürü, sentezlenen kompozit FDM'lerin medikal ve gıda gibi alanların sođuk taşıma-muhafaza gibi uygulamalarında da kullanılabilir potansiyele sahip uygun nitelikte malzemeler olduđu değerlendirilmektedir.

TEŐEKKÖR

Bu çalışmanın gerçekleştirilmesinde destek sağlayan (Proje No: 2020/AP/0010) Yalova Üniversitesi Bilimsel Arařtırma Projeleri Koordinasyon Birimi'ne teőekkür ederiz.

KAYNAKLAR

- [1] Huang X, Zhu C, Lin Y, Fang G (2019) Thermal properties and applications of microencapsulated PCM for thermal energy storage: A review. *Applied Thermal Engineering*, 147:841-855. <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2018.11.007>
- [2] Mert MS, Mert HH, Sert M (2019) Investigation of thermal energy storage properties of a microencapsulated phase change material using response surface experimental design methodology. *Applied Thermal Engineering*, 149:401-413. <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2018.12.064>
- [3] Rathore PKS, Shukla SK (2021) Enhanced thermophysical properties of organic PCM through shape stabilization for thermal energy storage in buildings: A state of the art review. *Energy and Buildings*, 236:110799. <https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2021.110799>
- [4] Mert HH, Mert MS (2022) Design of n-octadecane-based form-stable composite phase change materials embedded in porous nano alumina for thermal energy storage applications. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* 147:4925–4934. <https://doi.org/10.1007/s10973-021-10886-0>
- [5] Rodríguez-Cumplido F, Pabón-Gelves E, Chejne-Jana F (2019) Recent developments in the synthesis of microencapsulated and nanoencapsulated phase change materials. *Journal of Energy Storage*, 24:100821. <https://doi.org/10.1016/j.est.2019.100821>
- [6] Chinnasamy V, Heo J, Jung S, Lee H, Cho H (2023) Shape stabilized phase change materials based on different support structures for thermal energy storage applications–A review. *Energy*, 262:125463, <https://doi.org/10.1016/j.energy.2022.125463>
- [7] Lashgari S, Arabi H, Mahdavian AR, Ambrogi V (2017) Thermal and morphological studies on novel PCM microcapsules containing n-hexadecane as the core in a flexible Shell. *Applied Energy*, 190:612-622, <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2016.12.158>
- [8] Xing J, Zhou Y, Yang K, Chang J, Yu Y, Cai L, Shi SQ, Huang Z (2021) Microencapsulation of fatty acid eutectic with polyvinyl chloride shell used for thermal energy storage. *Journal of Energy Storage*, 34:101998. <https://doi.org/10.1016/j.est.2020.101998>
- [9] Chen DZ, Qin SY, Tsui GCP, Tang CY, Ouyang X, Liu JH, Tang JN, Zuo JD (2019) Fabrication, morphology and thermal properties of octadecylamine-grafted graphene oxide-modified phase-change microcapsules for thermal energy storage. *Composites Part B: Engineering*, 157:239-247. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.08.066>
- [10] Liu H, Wang X, Wu D, Ji S (2019) Fabrication and applications of dual-responsive microencapsulated phase change material with enhanced solar energy-storage and solar photocatalytic effectiveness. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 193:184-197, <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2019.01.012>
- [11] Yuan H, Bai H, Zhang X, Zhang J, Zhang Z, Yang L (2018) Synthesis and characterization of stearic acid/silicon dioxide nanoencapsules for solar energy storage. *Solar Energy*, 173:42-52. <https://doi.org/10.1016/j.solener.2018.07.049>

- [12] Yu S, Wang X, Wu D (2014) Microencapsulation of n-octadecane phase change material with calcium carbonate shell for enhancement of thermal conductivity and serving durability: Synthesis, microstructure, and performance evaluation. *Applied Energy*, 114:632-643. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2013.10.029>
- [13] Wei H, Li X (2017) Preparation and characterization of a lauric-myristic-stearic acid/Al₂O₃-loaded expanded vermiculite composite phase change material with enhanced thermal conductivity. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 166:1-8. <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2017.03.003>
- [14] Sheng N, Zhu C, Rao Z (2021) Solution combustion synthesized copper foams for enhancing the thermal transfer properties of phase change material. *Journal of Alloys and Compounds*, 871:159458. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.159458>
- [15] Huang X, Lin Y, Alva G, Fang G (2017) Thermal properties and thermal conductivity enhancement of composite phase change materials using myristyl alcohol/metal foam for solar thermal storage. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 170:68-76. <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2017.05.059>
- [16] Ma Z, Jiang Q, Lv W, Song Z (2021) Novel phase separation method for the microencapsulation of oxalic acid dihydrate/boric acid eutectic system in a hybrid polymer shell for thermal energy storage. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 628:127369. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2021.127369>
- [17] Jiang B, Wang X, Wu D (2017) Fabrication of microencapsulated phase change materials with TiO₂/Fe₃O₄ hybrid shell as thermoregulatory enzyme carriers: A novel design of applied energy microsystem for bioapplications. *Applied Energy*, 201:20-33. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2017.05.093>
- [18] Wang H, Zhao L, Chen L, Song G, Tang G (2017) Facile and low energy consumption synthesis of microencapsulated phase change materials with hybrid shell for thermal energy storage. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 111:207-213. <https://doi.org/10.1016/j.jpcs.2017.08.002>
- [19] Gamage A, Liyanapathirana A, Manamperi A, Gunathilake C, Mani S, Merah O, Madhujith T (2022) Applications of Starch Biopolymers for a Sustainable Modern Agriculture. *Sustainability* 14:6085. <https://doi.org/10.3390/su14106085>
- [20] Vox G, Teitel M, Pardossi A, Minuto A, Tinivella F, Schettini E (2010) Sustainable greenhouse systems. In *Sustainable Agriculture: Technology, Planning and Management*; Salazar, A., Rios, I (Ed). Nova Science Publishers, New York, pp 1-78.
- [21] Jiang L, Wang RZ, Roskilly AP (2019) Development and thermal characteristics of a novel composite oleic acid for cold storage. *International Journal of Refrigeration*, 100:55-62. <https://doi.org/10.1016/j.ijrefrig.2019.01.025>
- [22] Dinesh R, Hussain SI, Roseline AA, Kalaiselvam S (2021) Experimental investigation on heat transfer behavior of the novel ternary eutectic PCM embedded with MWCNT for thermal energy storage systems. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* 145:2935-2949. <https://doi.org/10.1007/s10973-020-09726-4>
- [23] Suzuki M, Ogaki T, Sato K (1985) Crystallization and transformation mechanisms of α , β and γ -polymorphs of ultra-pure oleic acid. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 62:1600-1604. <https://doi.org/10.1007/BF02541697>
- [24] Inoue T, Hisatsugu Y, Suzuki M, Wang Z, Zheng L (2004) Solid-liquid phase behavior of binary fatty acid mixtures: 3. Mixtures of oleic acid with capric acid (decanoic acid) and caprylic acid (octanoic acid). *Chemistry and Physics of Lipids*, 132(2):225-234. <https://doi.org/10.1016/j.chemphyslip.2004.07.004>
- [25] Cedeño FO, Prieto MM, Huidobro JA (2000) Measurements and Estimate of Heat Capacity for Some Pure Fatty Acids and Their Binary and Ternary Mixtures. *Journal of Chemical and Engineering Data* 45:64-69. <https://doi.org/10.1021/jc990164z>
- [26] Inoue T, Hisatsugu Y, Ishikawa R, Suzuki M (2004) Solid-liquid phase behavior of binary fatty acid mixtures: 2. Mixtures of oleic acid with lauric acid, myristic acid, and palmitic acid. *Chemistry and Physics of Lipids*, 127(2):161-173. <https://doi.org/10.1016/j.chemphyslip.2003.10.013>
- [27] Harikrishnan S, Kalaiselvam S (2012) Preparation and thermal characteristics of CuO-oleic acid nanofluids as a phase change material, *Thermochimica Acta*, Volume 533:46-55. <https://doi.org/10.1016/j.tca.2012.01.018>
- [28] Cedeño FO, Prieto MM, Espina A, García JR (2001) Measurements of temperature and melting heat of some pure fatty acids and their binary and ternary mixtures by differential scanning calorimetry. *Thermochimica Acta*, 369(1-2):39-50. [https://doi.org/10.1016/S0040-6031\(00\)00752-8](https://doi.org/10.1016/S0040-6031(00)00752-8)

- [29] Li B, Liu T, Hu L, Wang Y, Gao L (2013) Fabrication and properties of microencapsulated paraffin@ SiO₂ phase change composite for thermal energy storage. *ACS Sustain Chem Eng.* 1(3):374–80. <https://doi.org/10.1021/sc300082m>
- [30] Bartošová A, Soldán M, Sirotiak M, Blinová L, Michalíková A (2013) Application of FTIR-ATR spectroscopy for determination of glucose in hydrolysates of selected starches. *Research Papers Faculty of Materials Science and Technology Slovak University of Technology*, 21(Special-Issue):116-121. <https://doi.org/10.2478/rput-2013-0019>
- [31] Iizuka K, Aishima T (1999) Starch gelation process observed by FT-IR/ATR spectrometry with multivariate data analysis. *Journal of food science*, 64(4), 653-658. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1999.tb15104.x>
- [32] Yu P, Cui B, Shi Q (2008) Preparation and characterization of BaTiO₃ powders and ceramics by sol-gel process using oleic acid as surfactant. *Materials Science and Engineering: A*, 473(1–2):34-41. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.03.051>
- [33] Aliakbari A, Seifi M, Mirzaee S, Hekmatara H (2015) Influence of different synthesis conditions on properties of oleic acid-coated-Fe₃O₄ nanoparticles. *Materials Science-Poland*, 33(1):100-106. <https://doi.org/10.1515/msp-2015-0027>
- [34] Ibarra J, Melendres J, Almada M, Burboa MG, Taboada P, Juárez J, Valdez MA (2015) Synthesis and characterization of magnetite/PLGA/chitosan nanoparticles. *Materials Research Express* 2(9):095010. <http://dx.doi.org/10.1088/2053-1591/2/9/095010>
- [35] Premaratne WAPJ, Priyadarshana WMGI, Gunawardena SHP, De Alwis AAP (2013) Synthesis of Nanosilica from Paddy Husk Ash and Their Surface Functionalization. *Journal of Science, University of Kelaniya* 8:33-48. <http://dx.doi.org/10.4038/josuk.v8i0.7238>
- [36] Nicholas AF, Hussein MZ, Zainal Z, Khadiran T (2018). Palm kernel shell activated carbon as an inorganic framework for shape-stabilized phase change material. *Nanomaterials*, 8(9):689. <https://doi.org/10.3390/nano8090689>
- [37] Li Y, Zhao L, Wang H, Li B (2019) Synthesis of novel shape-stabilized phase change materials with high latent heat and low supercooling degree for thermal energy storage. *Journal of Materials Research* 34(19):3263-3270. <https://doi.org/10.1557/jmr.2019.97>
- [38] Shuo Zhang, Jian-Yong Wu, Chi-Tat Tse, Jianlei Niu, Effective dispersion of multi-wall carbon nano-tubes in hexadecane through physiochemical modification and decrease of supercooling, *Solar Energy Materials and Solar Cells*, Volume 96, 2012, Pages 124-130, <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2011.09.032>.
- [39] Parameshwaran, R., Jayavel, R. & Kalaiselvam, S. Study on thermal properties of organic ester phase-change material embedded with silver nanoparticles. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* 114, 845–858 (2013). <https://doi.org/10.1007/s10973-013-3064-9>.



Araştırma Makalesi

Journal of Innovative Engineering and Natural Science

(Yenilikçi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Dergisi)

journal homepage: <https://jiens.org>

Parke taşı üretiminde kükürt polimer beton kullanımının araştırılması

Onur Öztürk^{a,*}, Adnan Öner^a

^aKocaeli Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, Kocaeli 41001, Türkiye.

MAKELE BİLGİSİ

Makale Geçmişi:

Geliş 25 Ağustos 2023

Düzeltilme 3 Ekim 2023

Kabul 24 Ekim 2023

Çevrimiçi mevcut

Anahtar Kelimeler:

Kükürt

Aşınma

Parke taşı

Dayanım

Bitüm

ÖZET

Bu deneysel çalışma kapsamında geleneksel Portland çimentosu yerine petrol endüstrisinde yan ürün olarak açığa çıkan kükürte, inşaat sektöründe alternatif kullanım alanı oluşturmak için beton olarak kullanılması amacıyla yaygınlaşan kükürt polimer betonlardan (KPB) üretilen parke taşlarının yol kaplamasında kullanılabilirliğinin araştırılması amaçlanmıştır. Bu çalışmada; bitüm ile modifiye edilen KPB kullanılarak hazırlanan parke taşları üzerinde böhme aşınma dayanımı, ağırlık kaybı, basınç ve yarmada çekme dayanımı, su emme oranı ile görünür porozite deneyleri yapılmıştır. KPB parke taşlarının deneysel sonuçlarının karşılaştırmalı olarak değerlendirilebilmesi için aynı basınç dayanımına sahip Portland çimento betonu (PÇB) numuneleri hazırlanmış ve Marmara bölgesinde bulunan 2 farklı firmadan fabrikada üretilmiş olan ve uygulamada kullanılan prizma parke (PP) ve kilitli parke (KP) numuneleri temin edilerek aynı deneyler bu numuneler üzerinde de yapılmıştır. Aşınma deneyleri sonucunda PP ve KP numunelerinden elde edilen hacim kaybı değerinin KPB'lerde meydana gelen aşınma miktarının yaklaşık olarak 7 katı olduğu ve kükürt bağlayıcılı beton kullanımı ile aşınmanın %86 oranında azaltılabileceği görülmüştür. PÇB'lerin KPB'lere oranla daha boşluklu olduğu ve bu nedenle KPB'lerin diğer numunelere göre su emme oranlarının daha düşük seviyede olduğu sonucuna varılmıştır. KPB parke taşların ilgili standartlarda verilen limit değerleri sağladığı ve yol kaplaması olarak kullanılabilceği belirlenmiştir.

Investigation of the use of sulfur polymer concrete in paving stone production

ARTICLE INFO

Article history:

Received 25 August 2023

Received in revised form 3 October 2023

Accepted 24 October 2023

Available online

Keywords:

Sulfur

Abrasion

Paving stone

Strength

Bitumen

ABSTRACT

Within the scope of this experimental study, it is aimed to investigate the usability of paving stones produced from sulfur polymer concrete (SPC), which has become widespread to use sulfur, which is released as a by-product in the petroleum industry instead of traditional Portland cement, as concrete to create an alternative usage area in the construction industry. In this study, Bohme abrasion rate, weight loss, compressive strength, splitting tensile strength, water absorption rate, and apparent porosity tests were carried out on paving stones prepared using SPC modified with bitumen. Portland cement concrete (PCC) samples with the same compressive strength were prepared and locked parquet (LP) and prism parquet (PP) samples, which were produced in the factory and used in the application, were obtained from 2 different companies in the Marmara region and the same experiments were carried out also done on these samples to compare the experimental results of SPC paving stones. As a result of the abrasion rate tests, it was seen that the volume loss value obtained from the PP and KP samples is approximately 7 times the amount of wear in the KPBs, and the wear can be reduced by 86% with the use of sulfur-based concrete. It was concluded that PCC has more voids than SPC, and therefore, water absorption rates of SPC are lower than other samples. It was determined that SPC paving stones meet the limit values given in the relevant standards and can be used as road pavement.

I. GİRİŞ

Dünyada enerji tüketimi gün geçtikçe hızla artmakta ve bu enerji ihtiyacının da önemli ölçüde petrol endüstrisinden karşılanmaktadır. Bunun sonucu olarak petrol endüstrisinden yan ürün olarak açığa çıkan kükürt miktarı artmaktadır. Artan kükürt rezervleri, depolama alanı sıkıntıları ile kükürt kullanımı için alternatif yeni uygulama alanlarının bulunmasını zorunlu hale getirmiştir. Son yıllarda kükürt, özellikle inşaat yapım teknolojileri içinde bazı uygulamalarda iyi bir alternatif yapı malzemesi olarak kabul edilmektedir [1-3].

Bağlayıcısı kükürt olan betonlar geleneksel Portland çimento betonlarında bağlayıcı olarak kullanılan su ve çimento yerine kükürt kullanılarak hazırlanan yüksek performanslı termoplastik kompozit malzemelerdir. Kükürtün yapı inşaat sektöründe yapı malzemesi olarak kullanılması hususunda ilk çalışmalar saf kükürt kullanılarak hazırlanan betonlar üzerinde gerçekleştirilmiştir [4]. 1920 ile 1960 yılları arasında yapılan çalışmaların hedefi kükürtün geleneksel PÇB'ye alternatif olarak inşaat teknolojilerinde kullanılabileceğinin gösterilmesiydi. Saf kükürt kullanılarak hazırlanan kükürt betonlarda kükürtün soğuması ile içyapıda gerçekleşen faz dönüşümü nedeniyle kısa sürede parçalanma ve göçmelerin meydana geldiği ve oldukça düşük durabilite performansına sahip oldukları belirlenmiştir. Dayanım ve dayanıklılık kaybına yol açan bu faz dönüşümünün engellenebilmesi için kimyasal veya fiziksel olarak kükürt kristalizasyonun kontrol altına alınarak saf kükürt modifiye edilmiştir [5, 6]. Kimyasal olarak kontrolde en yaygın olarak kullanılan kimyasallar disiklopentadien (DCPD) [7] ve DCPD, siklopentadien ve dipenten kombinasyonlarıdır [8]. Fiziksel kontrol ile kükürt modifikasyonunda ise saf kükürt, olefin hidrokarbon polimerleri ve uçucu kül gibi fiziksel stabilizatör ile birleştirilmektedir. Bu yöntemde en yaygın olarak kullanılan olefin hidrokarbon polimerleri RP220, RP020, Escopol ve bitüm [8] olarak özetlenebilmektedir.

Modifiye kükürt (MK) kullanılarak hazırlanan KPB'ler, birçok özel mühendislik uygulamasında geleneksel PÇB'ye alternatif bir yapı malzemesi olarak kullanılmaktadır. İçeriğinde su kullanılmaması, bağlayıcı olarak kükürt kullanılması, soğutma ile katılaşması ve kükürtün ay yüzeyinde serbest bir element olarak bulunması nedeniyle KPB'ler uzayda yapılacak inşaat uygulamalarında öne çıkmaktadır [9]. Aynı zamanda KPB, hızlı kuruma süresi ve mukavemet kazandırma özelliği dikkate alınarak 3D yazıcı teknolojilerinde de kullanım alanı bulmuştur [10]. Ayrıca literatürde uçucu kül ve geri dönüştürülmüş agrega [7], elektrolitik manganez kalıntısı [11], atık ilmenit çamuru [12] gibi atık maddelerin değerlendirilmesine yönelik deneysel çalışmalar da bulunmaktadır. KPB'lerin aşınmaya karşı dirençlerinin yüksek olduğu bilinmektedir, bu nedenle yol kaplaması ve beton kaplama blokları olarak kullanılabilirliği konusunda Al-Otaibi vd. tarafından 2018 yılında deneysel çalışma gerçekleştirilmiştir [13]. Yapmış oldukları bu deneysel çalışmada farklı karışım oranlarına sahip KPB kullanılarak hazırlanan beton yol kaplaması numunelerinin basınç, eğilme dayanımı ve su emme oranları belirlenmiştir. Yapılan deneysel çalışma sonucunda KPB kullanılarak hazırlanan beton yol kaplama bloklarının kullanımının uygun olduğu belirlenmiştir. Kükürtün bağlayıcı olarak kullanıldığı ilk inşaat uygulaması 1975 yılında Sulfurcrete Products şirketi tarafından gerçekleştirilmiştir [14]. Korozif etki dayanıklılığı göz önünde bulundurularak kükürt betonlar ile 1977 yılında çelik yapı kolon temeli, prefabrik asit tankı ve saha betonu uygulamaları yapılmıştır [15]. Tokyo'da bulunan Nippon Petrol Şirketi tarafından 2008 yılında prefabrik olarak kanalizasyon boru ve bacası imalatı gerçekleştirilmiş ve ilk saha uygulaması aynı yıl içinde Al Ain, Birleşik Arap Emirlikleri'nde yapılmıştır [16]. Modifiye edilmiş kükürt kullanılarak hazırlanmış olan asfalt betonuna ait ilk saha uygulaması 2007 yılında Katar'da gerçekleştirilmiştir [17]. Prefabrik parke zemin kaplaması kullanılarak Katar'da ilk saha uygulaması 2008 yılında bir oyun parkı içerisinde 16 m²'lik alanda uygulanmıştır [18]. Ayrıca kükürt betonların geri dönüşümünün geleneksel Portland çimento betonlarına oranla daha iyi olduğu ve sürdürülebilirlik olarak daha büyük avantajlar sağladığı bilinmektedir [19].

Günümüzde birçok ülkede yaygın olarak kullanılmakta olan parke taşları, ülkemizde de tercih edilen yer döşeme ve kaplama malzemesidir. Prefabrik parke taşları; asfalt, beton ve diğer kaplamaların gerektiği her yerde kullanılan ideal bir yol kaplaması olarak kullanılmaktadır. Parke taşları özel ekipman ve araç gerektirmeden basit işçilik ile uygulanabilir olması, bakım-onarım maliyetlerinin düşük olması ve kısa sürelerde uygulanabilir olması kendine yaygın bir kullanım alanı bulmuştur [20]. Kilitli parkelerin prefabrik olarak üretim tesislerinde bloklar halinde üretilmesi, sıcak döküm olarak gerçekleştirilen ve katılaşma süreci ortam sıcaklığından etkilenen kükürt bağlayıcılı betonların bu elemanların üretiminde kullanılmasında tercih edilmesinin önemli nedenlerinden biridir.

Bu çalışmada, hem petrol endüstrisinden yan ürün olarak açığa çıkan kükürte alternatif kullanım alanı oluşturulması hem de KPB'lerin üstün mekanik özellikleri nedeniyle parke taşlarının kullanım ömürlerinin uzatılabilmesi amacıyla KPB kullanılarak hazırlanan parke taşlarının özelliklerinin incelenmesi amaçlanmıştır. Bitüm ile modifiye edilen KPB kullanılarak hazırlanan parke taşları üzerinde yarmada çekme dayanımı, basınç dayanımı, su emme oranı ve görünür porozite deneyleri gerçekleştirilmiştir. Ayrıca literatürde yer alan çalışmalarda özellikle trafiğe açık yolların yüzeyinin aşınması sonucu oluşan cilalama sonucu fren mesafelerinin oldukça uzadığı ve yol kaplamalarında aşınmanın oldukça önemli bir parametre olduğu belirtilmiştir [21]. Bu nedenle KPB ile hazırlanan parke taşları üzerinde böhme aşınma dayanımı ve ağırlık kaybı deneyleri de yapılmıştır. KPB parke taşlarının deneysel sonuçlarının karşılaştırmalı olarak değerlendirilebilmesi için aynı basınç dayanımına sahip Portland çimento betonu (PÇB) numuneleri hazırlanmış ve Marmara bölgesinde bulunan 2 farklı firmadan fabrikada üretilmiş olan ve uygulamada kullanılan PP ile KP numuneleri temin edilerek aynı deneyler bu numuneler üzerinde de gerçekleştirilmiştir. KPB parke taşlarından elde edilen deneysel sonuçlar PÇB, PP ve KP numuneleri ile karşılaştırmalı olarak incelenmiş ve parke taşları ile ilgili standartlar göz önünde bulundurularak kullanılabilirliğinin değerlendirilmesi amaçlanmıştır.

II. DENEYSEL ÇALIŞMA

Bu çalışmada bağlayıcısı kükürt olan betonlar ile hazırlanan parke taşlarının özelliklerinin geleneksel Portland çimento betonları ile hazırlanan parke taşları ile karşılaştırmalı olarak incelenmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla öncelikle KPB numuneleri hazırlanmış ve basınç dayanımı değeri belirlenmiştir. Doğru bir karşılaştırma yapılabilmesi için deneme yanılma dökümleri ile aynı basınç dayanımını veren PÇB karışımı belirlenmiş ve o karışım oranları kullanılarak PÇB numuneleri hazırlanmıştır. Aynı zamanda Marmara bölgesinde hizmet veren 2 farklı firmadan uygulamada kullanılan PP ile KP numuneleri temin edilerek bu numunelerin de özellikleri deneysel olarak incelenmiş ve karşılaştırma imkânı elde edilmiştir. Deneysel çalışmada her bir grup numune için 15'er adet olmak üzere toplam 60 adet numune kullanılmıştır.

2.1 Kullanılan Malzemeler

Bağlayıcısı kükürt olan betonların hazırlanmasında Claus prosesi sonucunda Tüpraş-İzmit rafinerisinde yan ürün olarak açığa çıkan pul şeklinde saf kükürt kullanılmıştır. Kullanılan kükürtün saflık oranı %99,8'dir ve Şekil 1'de gösterildiği gibi kükürt iri taneli olarak herhangi bir öğütme işlemine tabi tutulmadan doğrudan rafineriden temin edilmiştir. Kükürt modifikasyonunda da Tüpraş-İzmit rafinerisinden temin edilen yumuşama noktası 49°C, özgül ağırlığı 1,034 gr/cm³ ve 135°C viskozitesi 416 cSt olan 50/70 penetrasyonlu bitüm kullanılmıştır. Bitümün kimyasal analizi sonucunda içeriğinde %3,3 kükürt, %10 hidrojen, % 0,7 nitrojen ve % 79 karbon bulunduğu yapılan deneyler sonucunda belirlenmiştir.



Şekil 1. Rafineriden temin edilen saf kükürt

Çalışmada PÇB numuneleri hazırlanırken bağlayıcı olarak kullanılan CEM I 42,5 Portland çimentosu ile KPB hazırlanırken kullanılan uçucu küle ait fiziksel ve kimyasal özellikler Tablo 1’de verilmiştir. Kullanılan uçucu kül (F sınıfı) Çatalağzı Termik Santralinden temin edilmiştir. İki farklı fabrikadan temin edilen KP ve PP numuneleri kendi fabrikalarında üretilmiştir ve bu numunelerin üretilmesinde kullanılmış olan çimento özellikleri de Tablo 1’de verilmiştir.

Tablo 1. Çimento ve uçucu külün fiziksel-kimyasal özellikleri

Kimyasal Özellikler				
İncelenen Maddeler	KPB (Uçucu Kül)	PÇB (CEM I 42,5)	KP (CEM I 42,5 R)	PP (CEM II B-M 32,5 R)
SiO ₂	57,32	22,10	22,90	31,37
Al ₂ O ₃	25,21	4,37	5,57	8,07
Fe ₂ O ₃	6,86	3,30	3,51	3,49
CaO	1,47	65,63	63,11	47,31
MgO	1,86	1,20	2,38	1,58
SO ₃	0,47	2,62	1,82	2,36
Fiziksel Özellikler				
Priz Başlangıcı (<i>h:min</i>)	-	2:59	3:02	2:63
Priz Sonu (<i>h:min</i>)	-	3:20	3:37	4:15
Özgül Yüzey (<i>cm²/gr</i>)	2765	3420	3100	4105
Özgül Ağırlık (<i>gr/cm³</i>)	2,29	3,14	3,11	2,95
Mekanik Özellikler				
7 günlük basınç day. (<i>MPa</i>)	-	47,5	44,7	28,5
28 günlük basınç day. (<i>MPa</i>)	-	58,1	55,6	36,1

Laboratuvar ortamında hazırlanan KPB ve PÇB numunelerinde özellikleri TS EN 932-1 ve TS EN 933-1 standartlarına uygun olarak gerçekleştirilmiş ve Tablo 2’de verilmiş olan aynı agregalar kullanılmıştır [22, 23]. Kullanılan kırmataş ve kumun sırasıyla özgül ağırlıkları 2,68 ve 2,60 gr/cm³, maksimum dane çapı 14,3 ve 3,7 mm ve incelik modülleri ise 4,88 ve 2,28 olarak bulunmuştur. İki farklı fabrikadan temin edilen KP ve PP numunelerinde kullanılmış olan agregaların özellikleri de Tablo 2’de listelenmiştir.

Tablo 2. Agregaların granülometrik özellikleri

Elek Altına Geçen Malzeme (%)							
Elek (mm)	KPB ve PÇB		KP			PP	
	Kum	K.taş NO.I	Kum	K.taş NO.I	K.taş NO.II	Kum	K.taş NO.I
16	100	100	100	100	88	100	100
8	100	75	100	94	7	100	100
4	100	33	98	10	1	99	56
2	70	2	68	3	1	94	3
1	50	1	32	2	0	78	0
0,5	34	1	21	1	0	52	0
0,25	19	1	11	1	0	10	0
İncelik Modülü	2,28	4,88	2,70	4,89	6,03	1,67	4,41

2.2. Numunelerin Hazırlanması

KPB numunelerinin hazırlanmasında; bağlayıcı olarak saf kükürt ve bitüm kullanılarak modifiye edilmiş olan modifiye kükürt (MK), uçucu kül, ince agrega olarak kum ve iri agrega olarak kırmataş kullanılmıştır. Çalışmada kullanılan MK literatürde açıklanmış olan yöntemlere uygun olarak saf kükürte ağırlıkça %2,5 oranında bitüm ilave edilerek hazırlanmıştır [2, 5, 8]. KPB dökümleri Şekil 2’de gösterilen sıcaklık kontrollü mekanik karıştırıcı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 2. Sıcaklık kontrollü mekanik karıştırıcı

Kükürt bağlayıcılı betonlarda sıcaklığın önemli bir faktör olmasından dolayı karışım süresince sıcaklık 135-140°C arasında sabit tutulmuştur. Karışımlar hazırlanırken kullanılan agregalar, uçucu kül, tüm karıştırma ekipmanları ve kalıplar 135°C etüv içerisinde 2 saat süre ile ön ısıtmaya tabi tutulmuştur. Sıcaklık kontrollü mekanik karıştırıcıya konularak sıcaklık sabit 130-135°C arasında tutulmuş ve saf kükürt sıvı faza getirilmiştir. Saf kükürt eritildikten sonra içerisine etüvde aynı sıcaklık derecesinde ısıtılmış uçucu kül ilave edilmiş, 10'ar dakika düşük ve yüksek hızda toplam 20 dakika karıştırılmış ve karışımın homojen olması sağlanmıştır. Karışımın homojen hale geldikten sonra karışıma saf kükürtün ağırlıkça %2,5'u kadar modifiye kükürt ilave edilmiştir. MK, sıcak karışımı ilave edilerek 10 dakika daha karıştırma işlemi devam etmiştir. Daha sonra mekanik karıştırıcıdaki karışımın içine etüvde ısıtılmış olan agregalar (kum ve kırmataş) ilave edilmiş ve karışım homojen hale gelene kadar en az 20 dakika daha karıştırma işlemi gerçekleştirilmiştir. Beton karışımı ön ısıtmaya tabi tutulan 71 mm ± 1,5 mm'lik metal kalıplar içerisine doldurulmuştur. Kalıp içindeki KPB karışımı, ısıtılmış demir çubuk ve plastik tokmak kullanılarak kalıba yerleştirme işlemi tamamlanmıştır. Kalıplardaki tüm numuneler laboratuvar ortamında oda sıcaklığında kendiliğinden soğumaya bırakılmıştır. KPB'lere ait karışım oranları Tablo 3'te verilmiştir.

Tablo 3. KPB'lere ait karışım oranları

	Bağlayıcı (Ağr. %)		Uçucu Kül (Ağr. %)	Agrega (Ağr. %)	
	Saf Kükürt	Modifiye Kükürt		Kum	Kırmataş
KPB	33,95	1,05	35,00	15,00	15,00

Çalışmada ilk olarak KPB'lerin dökümleri gerçekleştirilmiş, bu betonların 28 günlük basınç dayanım değerleri belirlenmiştir. PÇB'lerin nihai basınç dayanımı değeri KPB'lerden elde edilen 28 günlük ortalama basınç değeri olarak hedeflenmiştir. Burada aynı basınç dayanımı değerindeki KPB ve PÇB'lerin özelliklerinin karşılaştırılması amaçlanmıştır. PÇB nihai basınç dayanımı değerinin sağlanması amacıyla gerekli karışım oranları birçok deneme dökümü gerçekleştirilerek belirlenmiştir. Hedef dayanım yakalanana kadar karışım oranlarında düzenlemeler gerçekleştirilerek deneme dökümleri yapılmıştır. PÇB dökümlerinde de KPB'lerde kullanılmış olan aynı agregalar kullanılmıştır. Dökümü yapılan numuneler, priz süresi olarak 24 saat kalıp içerisinde bekletildikten sonra kalıptan çıkartılarak deneyin gerçekleştirileceği zamana kadar kür havuzlarında bekletilmiştir.

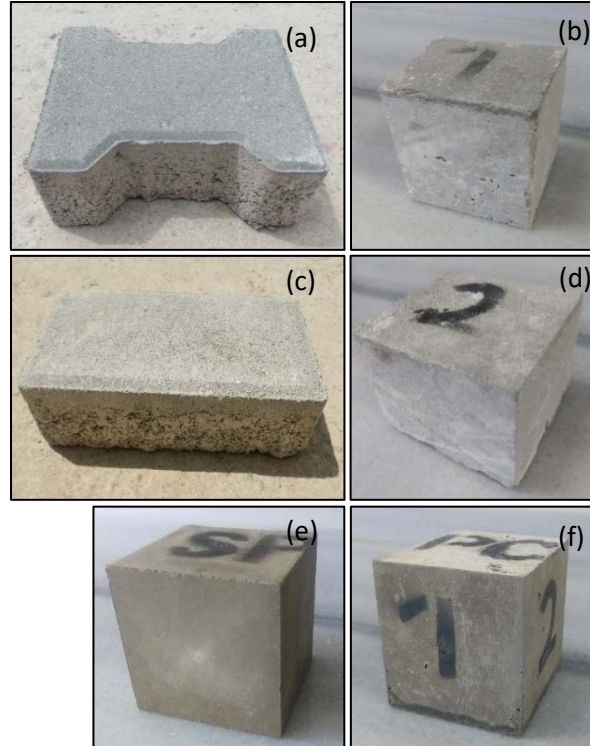
Karşılaştırma amacıyla Marmara bölgesindeki 2 ayrı firmadan uygulamaya hazır olarak alınmış olan PP ile KP numuneleri için de aynı deneyler tatbik edilmiştir. Uygulamada kullanılan parke taşları ile karşılaştırma yapılabilmesi için KP ve PP numunelerinin üretimi numunelerin alındığı fabrikalarda gerçekleştirilmiştir. Standart imalat prosedüründe kullanılan malzemeler ve karışım oranları kullanılarak hazırlanan betonlar, fabrikaların parke

üretim makinaları kullanılarak hazırlanmıştır. Numuneler deneylerin yapılacağı zamana kadar branda ile örtülmüş olarak fabrikaların depolama alanında kürlenmiştir. Burada fabrikaların standart üretim uygulamalarında yaptıkları kürlenme şeklinin uygulanması amaçlanmıştır. 28 gün sonunda fabrikada kürlenmiş olan numuneler üzerinde deneyler gerçekleştirilmiştir. Fabrikaların üretim sırasında kullandığı beton karışım oranları laboratuvarında hazırlanan PÇB karışım oranları ile Tablo 4’te verilmiştir.

Tablo 4. 1m³ PÇB, KP ve PP teorik karışım miktarları

Malzeme	PÇB	KP	PP
Su/Çimento oranı	0,50	0,40	0,46
Çimento (kg)	400	230	238
Su (lt)	200	92	109
Kum (kg)	673,7	656	906
Kırmataş NO I (kg)	1041,7	678	913
Kırmataş NO II (kg)	-	904	-

KPB ve PÇB numuneleri 71 mm’lik küp kalıplar kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Kilitli ve prizma parke (PP ve KP) numunelerinin döküm ve kür işlemleri alındıkları fabrikada gerçekleştirilmiştir. KP ve PP parke numuneleri 28 günlük kür sonunda 71 mm \pm 1,5 mm boyutunda olacak şekilde kesilerek deney numuneleri hazırlanmıştır. Tüm numuneler Şekil 3’te gösterilmiştir. Şekil 3(a)’da kilitli parke ve (b)’de kesilmiş küp numune durumu, (c)’de prizma parke ve (d)’de kesilmiş küp numune durumu ile (e) KPB ve (f) PÇB numuneleri gösterilmiştir.



Şekil 3. KP (a-b), PP (c-d), KPB (e) ve PÇB (f) deney numuneleri

III. DENEY SONUÇLARI VE DEĞERLENDİRME

Bağlayıcısı kükürt olan betonların yol kaplaması olarak kullanılabilirliğinin araştırılması amacıyla bu deneysel çalışmada dökümleri gerçekleştirilen KPB numuneleri böhme aşınma dayanımı, ağırlık kaybı, yarmada çekme ve basınç dayanımı, su emme oranı ile görünür porozite deneyleri yapılmıştır. Karşılaştırma amacıyla aynı basınç dayanımına sahip PÇB ve ayrıca farklı firmalardan temin edilen PP ve KP numuneleri üzerinde de aynı deneyler

gerçekleştirilmiştir. Tüm numuneler 28 günlük kür süresi sonrası deneylere tabi tutulmuştur. KPB'ler laboratuvar ortamında soğumaya bırakılmış ve havada kürlenmiştir. PÇB'ler laboratuvar ortamında dökümleri gerçekleştirildikten sonra 24 saat kalıp süresi sonrasında kür süresi boyunca kür havuzunda bekletilmiştir. KP ve PP numunelerinin üretimleri fabrikada gerçekleştirildiğinden bu numunelerde fabrikanın uyguladığı kürleme prosesi uygulanmıştır. Bu numuneler kalıptan alındıktan sonra açık depolama alanlarında naylon ile üstleri kapatılarak 28 gün süre ile kür uygulanmıştır.

Böhme aşınma kaybı deneyleri TS 2824 EN 1338 standardına uygun olarak gerçekleştirilmiştir [24]. Deneye başlamadan önce deney numunesinin tüm boyutları kumpas yardımıyla kontrol edilmiş ve hassas terazi ile başlangıç ağırlığı belirlenmiştir. 30 ± 1 devir/min sabit hızda dönen döner diskin üstündeki yuvaya yerleştirilen ve üzerinde standart yük bulunan numunede, deney izi üstüne konulan aşındırıcı tozdan dolayı aşınma gerçekleştirilmiştir. Numunenin tüm yüzeylerinde bu işlem 22 devir ve 16 çevrim olarak toplamda 352 devir yapılmış ve deney tamamlanmıştır. Deneye başlamadan gerçekleştirilen ölçümler 16 çevrim sonrasında aşınan numuneler için de tekrarlanmıştır. Deney öncesi ağırlık ölçümü ile 16 çevrim sonrası ağırlık ölçümü yapılarak ağırlık kaybı yüzdesi hesaplanmıştır. Numunelerin hacmindeki azalma (ΔV) ise Denklem (1) kullanılarak hesaplanmıştır.

$$\Delta V = \frac{\Delta m}{\rho_r} \quad (1)$$

Burada Δm kütle kaybını (16 çevrim sonunda), ρ_r numunenin yoğunluğudur. Küp numunelerinin yarmada çekme dayanımları TS 2824 EN 1338 verilmiş olan Denklem (2) ve (3) kullanılarak hesaplanmıştır.

$$T = \frac{0,637 \cdot k \cdot P_t}{A} \quad (2)$$

$$A = l \cdot t \quad (3)$$

Burada A yarmada durumunda kırılma alanını, l bloğun kesit uzunluğunu (üstünden ve altından yapılan iki ölçümün ortalaması), t bloğun kırılma düzlemindeki kalınlık (ortadan ve diğer iki taraftan gerçekleştirilen üç ölçümün ortalaması) değeridir. Numunelerin basınç dayanımı değerleri ASTM C-39 standardına uygun olarak yapılmıştır [25]. T, yarmada dayanımı ise göçme yükü (P_t) ve kırılma alanına bağlı olarak hesaplanmıştır. Formüldeki k katsayısı parke taşının kalınlığının düzeltme değeridir ve bu değer TS 2824 EN 1338-Çizelge F.1'den alınmıştır. Küp numuneler değişmez kütleyle ulaşıncaya kadar su içinde bekletilmiştir. Numuneler suda bekletilirken aralarında en az 15 mm ve üzerlerinde de en az 20 mm su tabakası olmasına dikkat edilmiş ve en az 3 gün su içinde bekletilmiştir. Sudan çıkartılan numunenin tüm yüzeylerinde bulunan fazla yüzey suyu nemli bir havlu kullanılarak alınmış ve sonra tartılarak küp numunelerin doygun ağırlıkları (M_d) belirlenmiştir. Numunelerin kuru ağırlıklarının belirlenmesinde, KPB'lerin termoplastik özelliğinden dolayı bozunmalara sebebiyet verebileceğinden etüv kullanılmamıştır. Tüm numuneler laboratuvar ortamında sabit 30°C'deki kapalı bir odada bekletilerek art arda tartımlar ile değişmez kütleyle gelinceye kadar beklenmiştir. Numuneler değişmez kütleyle geldikleri belirlendiğinde kuru ağırlıkları (M_k) belirlenmiştir. Ağırlıkça su emme oranı (S_a) ve görünür porozite (n) değerleri Denklem (4), (5) ve (6) kullanılarak belirlenmiştir.

$$S_a = \frac{M_d - M_k}{M_k} 100 \quad (4)$$

$$V_v = \frac{M_d - M_k}{\rho_w} \quad (5)$$

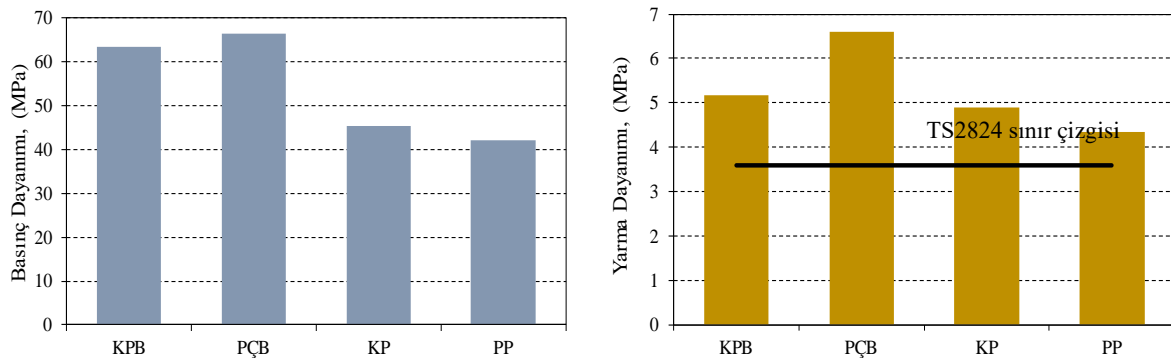
$$n = \frac{V_v}{V} 100 \quad (6)$$

Burada görünen hacim V , boşlukların hacmi V_v ve suyun özgül ağırlığı ρ_w ile temsil edilmiştir. Tüm numunelerin böhme aşınma dayanımı, ağırlık kaybı, basınç ve yarma dayanımı, su emme oranı ile görünür porozite deneylerinden elde edilen sonuçları Tablo 5'te verilmiştir. Basınç ve yarmada dayanımı ile ağırlıkça su emme oranı değerleri 3'er adet, böhme aşınma kaybı deney sonuçları 6'şar adet küp numunenin deneylerinden elde edilen verilerin ortalaması alınarak elde edilmiştir.

Tablo 5. Küp numunelere ait deney sonuçları

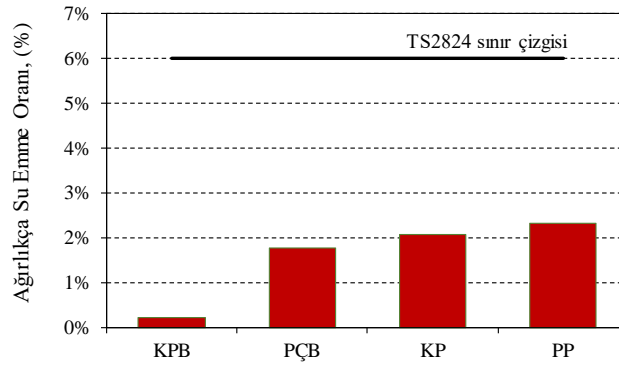
Beton Türü	Basınç Dayanımı (MPa)	Yarmada Çekme Dayanımı (MPa)	Hacim Kaybı ($cm^3/50cm^2$)	Ağırlık Kaybı (%)	Ağırlıkça Su Emme (%)	Görünür Porozite (%)
KPB	63,52	5,57	1,90	0,5	0,21	0,95
PÇB	66,44	6,61	9,82	2,4	1,76	4,14
KP	45,44	4,89	13,16	3,0	2,08	4,77
PP	42,10	4,34	14,04	4,1	2,33	5,33

Tüm beton gruplarına ait basınç ve yarmada çekme dayanımı grafikleri karşılaştırmalı olarak Şekil 4'te verilmiştir. PP ve KP'nin basınç dayanımı değerleri sırasıyla 42,10 ve 45,44 MPa olarak bulunmuştur. KPB basınç dayanımı değeri sırasıyla 63,52 MPa bulunurken hedef basınç dayanımı KPB ile aynı olması istenen PÇB basınç dayanımı ise 66,44 MPa olarak belirlenmiştir. Beton gruplarına ait basınç dayanımı değerleri incelendiğinde KPB ortalama basınç dayanımı değerinin fabrikada imaları yapılan PP ve KP'lerin basınç dayanımı değerlerinden yaklaşık olarak %40-50 oranında daha yüksek olduğu görülmüştür. Yarmada çekme dayanımı değeri KPB, PÇB, PP ve KP için sırasıyla 5,17, 6,61, 4,34 ve 4,89 MPa olarak belirlenmiştir. Beton parke taşlarının yarmada çekme dayanımı değerinin deneyi gerçekleştirilen numunelerin grup ortalamasının 3,6 MPa'ın altında olmaması sınır şartı TS 2824 EN 1338 standardında bulunmaktadır. Standartta verilen limit değer ve numunelerin ortalama yarmada çekme dayanımı değerleri göz önünde alındığında tüm beton türlerinin ilgili şartnamede belirtilmiş olan limit değerinin altında olduğu görülmektedir. Grafikler incelendiğinde KPB'lerin yarmada çekme dayanımlarının fabrikada imaları yapılan PP ve KP'lerin yarmada çekme dayanımlarından yaklaşık %6-19 oranlarında daha büyük olduğu belirlenmiştir.



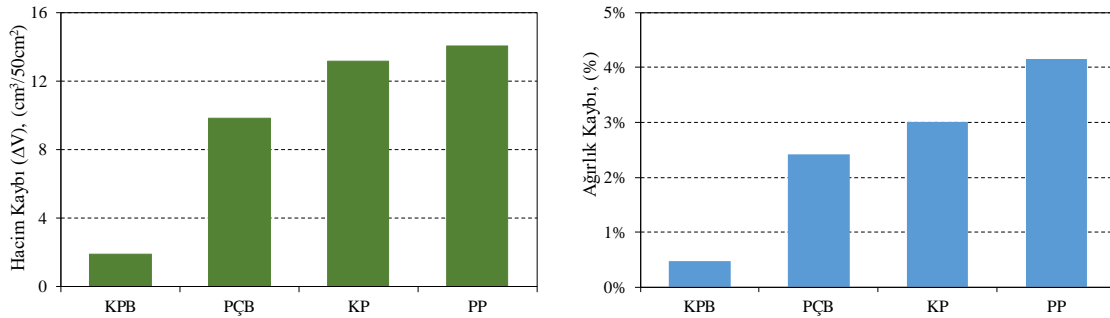
Şekil 4. Basınç ve yarmada çekme dayanımı değerleri

Ağırlıkça su emme oranı deneylerinden elde edilmiş olan sonuçlar tüm beton numuneleri için Şekil 5'te verilmiştir. PP ve KP numuneleri için ağırlıkça su emme oranı değeri sırasıyla %2,33 ve %2,08 olarak belirlenmiştir. PÇB'lerin su emme oranı %1,76 iken KPB için bu değer %0,21 olarak bulunmuştur. Dökümleri laboratuvarda yapılmış olan KPB ve PÇB'lerin farklı firmalardan alınmış olan parke taşlarına oranla daha boşluksuz olduğu ve bundan dolayı su emme oranlarının daha düşük seviyelerde kaldığı görülmüştür. Parke taşlarının ağırlıkça su emme oranı grup ortalamasının maksimum %6 olması gerekliliği TS 2824 EN 1338 standardında belirtilmiştir. Belirtilmiş olan üst sınır değeri ve numunelere ait ortalama grup değerleri göz önüne alındığında tüm beton türlerinin sınır değerinin altında kaldığı görülmüştür. MK kullanılarak hazırlanmış olan KPB'lerde en düşük su emme oranı değerine ulaşılmıştır. Literatürde yapılmış olan deneysel çalışmalar incelendiğinde KPB'lerin su emme oranlarının yaklaşık olarak %0,28-0,88 aralığında değişkenlik gösterdiği görülmüş ve bu çalışma sonucunda bulunan değerler ile literatürde yapılmış olan çalışmalara ait sonuçların paralellik gösterdiği belirlenmiştir [13]. KPB'lerin geleneksel PÇB'lere göre birçok avantajı olduğu literatürde yapılmış olan deneysel çalışmalar ile gösterilmiştir [8, 26]. Özellikle kükürtün hidrofob özelliği nedeniyle KPB'lerin su geçirimsizliğinin oldukça düşük olduğu ve bu durumun sonucu olarak ta yüksek durabilite özelliği gösterdikleri bilinmektedir [8, 27]. Bu deneysel çalışma kapsamında KPB'lerin su emme oranlarının geleneksel çimento kullanılarak hazırlanan diğer beton türlerine göre beklendiği şekilde daha düşük çıkmıştır.



Şekil 5. Numunelerin ağırlıkça su emme oranı değerleri

Şekil 6'da tüm numunelere ait aşınma deneylerinden elde edilmiş olan hacim ve ağırlık kayıpları verilmiştir. PP ve KP'nin hacim kaybı değerleri sırasıyla 14,04 ve 13,16 $\text{cm}^3/50\text{cm}^2$ olarak bulunmuştur. KPB'lerin ve aynı dayanım değerindeki PÇB'lerin aşınmayla hacim kaybı değeri sırasıyla 1,90 ve 9,82 $\text{cm}^3/50\text{cm}^2$ olarak belirlenmiştir. PP ve KP numunelerinde elde edilen hacim kaybı değeri KPB kullanılmasıyla yaklaşık %86 oranında azalabileceği belirlenmiştir. Tüm beton gruplarına ait ağırlık kaybı değeri KPB'lerde en düşük olarak bulunmuş ve KP ve PP numunelerinde bu değerlerin en yüksek sonuçları verildiği belirlenmiştir.



Şekil 6. Böhme aşınma ve ağırlık kaybı değerleri

IV. SONUÇLAR

Bu deneysel çalışma kapsamında geleneksel Portland çimentosu yerine son yıllarda kükürte alternatif kullanım alanı oluşturmak için betonda kullanılması amacıyla yaygınlaşan kükürt polimer betonlardan üretilen parke taşlarının yol kaplamasında kullanılabilirliğinin araştırılması amaçlanmıştır. Bu amaçla KPB ve aynı basınç dayanımına sahip PÇB numuneleri ve 2 farklı firmadan uygulamada kullanılan kilitli parke (KP) ile prizma parke (PP) hazırlanarak karşılaştırmalı olarak böhme aşınma dayanımı, ağırlık kaybı, basınç ve yarmada çekme dayanımı, su emme oranı ile görünür porozite deneyleri yapılmıştır. Çalışmadan elde edilen sonuçlar aşağıda özetlenmiştir.

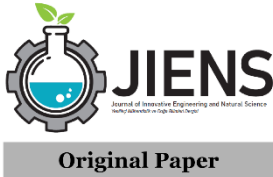
1. KPB'nin geleneksel Portland çimentosu kullanılarak hazırlanan beton parke taşlara nazaran daha az boşluklu olduğu ve buna bağlı olarak su emme oranının daha düşük seviyelerde kaldığı görülmüştür. Yol kaplaması olarak kullanılan beton parke taşlarının önemli bir problemi olan durabiliteye bağlı bozunmaların geçirimsiz KPB parke taşı kullanımıyla azaltılabileceği ön görülmektedir.
2. PP ve KP numunelerden elde edilen hacim kaybı değerlerinin KPB kullanımı ile yaklaşık %86 oranında azaltılabileceği görülmüştür. Özellikle yol kaplamalarında kullanım yoğunluğuna bağlı olarak aşınma direnci yüksek parke taşı kullanımı ile yolların servis ömürlerinin uzatılabileceği ve bakım-onarım maliyetlerinin minimuma indirilebileceği düşünülmektedir.
3. Bu çalışma kapsamında hazırlanmış olan KPB, PÇB, PP ve KP numunelerinin ilgili standartça belirtilen sınır değerleri sağladığı belirlenmiştir.

Kükürt polimer beton ile hazırlanan parke taşlarının ilgili standart sınır değerlerini sağladığı ve yol kaplaması olarak kullanılabileceği belirlenmiştir. Yeni bir kullanım alanı oluşturulması ile petrol endüstrisinden yan ürün olarak elde edilen kükürtün yapı malzemesi olarak değerlendirilmesi sağlanabilir ve çimento kullanımı azaltılarak karbondioksit salınım miktarı da azaltılabilecektir. İlerleyen çalışmalarda kükürt polimer beton içinde farklı oranlarda atık malzeme kullanımının değerlendirilmesi ve parke taşı üretiminde üretim maliyetlerinin azaltılmasını hedefleyen çalışmaların gerçekleştirilmesi KPB parke taşlarının yaygın kullanımına katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

KAYNAKLAR

- [1] Yue L, Caiyun J, Yunping X (2006) The properties of Sulfur Rubber Concrete (SRC). J. Wuham Univ. Technol. Mater. Sci. 21:129-133. <https://doi.org/10.1007/BF02861490>
- [2] Öztürk O, Öner A (2022) Long-term Durability of Bitumen Modified Sulfur Polymer Concrete Under Freeze-Thaw Cycles. Int J Civ Eng 20:529-543. <https://doi.org/10.1007/s40999-021-00672-2>
- [3] Fediuk R, Amran Y, Mosaberpanah M, Danish A, El-Zedani M, S. Klyuev S, Vatin N (2020) Investigation Friction Loss of Concrete Pavement Surface with a New Method. Materials 13:4712. <https://doi.org/10.3390/ma13214712>
- [4] Bacon R, Davis H (1921) Recent Advances in the American Sulfur Industry. Chemical and Metallurgical Engineering 53:159-175.
- [5] Mohamed AMO, Gamal ME (2007) Sulfur Based Hazardous Waste Solidification. Environmental Geology 53:159-175. <https://doi.org/10.1007/s00254-006-0631-4>
- [6] Vlahovic M, Martinovic S, Boljanac T, Jovanic P, Volkov-Husovic T (2011) Durability of Sulfur Concrete in Various Aggressive Environments. Construction and Building Materials 25(10):3926-3934. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.04.024>
- [7] Shin M, Kim K, Gwon S, Cha S (2014) Durability of Sustainable Sulfur Concrete with Fly Ash and Recycled Aggregate Against Chemical and Weathering Environments. Construction and Building Materials 69:167-176. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.07.061>
- [8] Mmohamed AMO, Gamal ME (2009) Hydro-Mechanical Behavior of a Newly Developed Sulfur Polymer Concrete. Cement & Concrete Composites 31(3):186-194. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2008.12.006>
- [9] Anyszka R, Bielinski D, Sicinski M, Imiela M, Szajerski P, Pawlica J, Walendziak R (2016) Sulfur Concrete-Promising Material for Space-Structures Building. European Conference on Spacecraft Structures Materials and Environmental.
- [10] Hager I, Golonka A, Putanowicz R (2016) 3D Printing of Buildings and Building Components as the Future for Sustainable Construction. Procedia Engineering 151:292-299. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2016.07.35>

- [11] Yang C, Lv X, Tian X, Wang Y, Komarneni S (2014) An Investigation on the Use of Electrolytic Manganese Residue as Filler in Sulfur Concrete. *Construction and Building Materials* 73:305-310. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.09.046>
- [12] Contreras M, Gazquez M, Garcia-Diaz I, Alguacil F, Lopez F, Bolivar J (2013) Volarization of Waste Ilmenite Mud in the Manufacture of Sulphur Polymer Cement. *Journal of Environmental Management* 128: 625-630. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2013.06.015>
- [13] Al-Otaibi S, Al-Aibani A, Al-Bahar S, Abdulsalam M, Al-Fadala S (2019) Potential for Producing Concrete Blocks Using Sulphur Polymeric Concrete in Kuwait. *Journal of King Saud University-Engineering Sciences* 31(4): 327-331. <https://doi.org/10.1016/j.jksues.2018.02.004>
- [14] Ciak N, Harasymiuk J (2013) Sulphur Concrete's Technology and Its Application to the Building Industry. *Technical Sciences* 16(4):323-331.
- [15] McBee W, Sullivan T (1983) *Industrial Evaluation of Sulfur Concrete in Corrosive Environments*. U.S. Bureau of Mines.
- [16] Mohamed A, El Gamal M (2010) *Sulfur Concrete for the Construction Industry*. J. Ross Publishing, Florida.
- [17] Al-Ansary M, Masad E, Stricklan D (2010) Innovative Solutions for Sulphur: Initial Field Monitoring and Performance of Shell Thiopave Trial Road in Qatar. 2nd Annual Gas Processing Symposium, Doha, Qatar, January 10-14.
- [18] Al-Ansary M (2010) Innovative Solutions for Sulphur in Qatar. The Sulphur Institute's (TSI) Sulphur World Symposium, Doha, Qatar, April 12-15.
- [19] Gulzar M, Rahim A, Ali B, Khan A (2021) An investigation on recycling potential of sulfur concrete. *Journal of Building Engineering* 38. <https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2021.102175>
- [20] Tekmen T (2006) Kireçtaşlarından Üretilen Kilitli Beton Parke Bloklarının Mekanik Özelliklerinin Değerlendirilmesi. Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi.
- [21] Karpuz O, Akpınar M, Aslan H, Çelik M, Çiçek E (2022) Investigation Friction Loss of Concrete Pavement Surface with a New Method. *J. Innovative Eng. Nat. Sci.* 2:66-75. <http://dx.doi.org/10.29228/JIENS.62559>
- [22] TS EN 932-1; Agregaların Genel Özellikleri İçin Deneyler-Kısım 1 Numune Alma Metotları (1997) Türk Standartları Enstitüsü, Ankara.
- [23] TS EN 933-1; Agregaların Geometrik Özellikleri İçin Deneyler-Bölüm 1: Tane Büyüklüğü Dağılımının Tayini-Elleme Yöntemi (2012) Türk Standartları Enstitüsü, Ankara.
- [24] TS 2824 EN 1338; Zemin Döşemesi İçin Beton Kaplama Blokları Gerekli Şartlar Ve Deney Metotları (2005) Türk Standartları Enstitüsü, Ankara.
- [25] ASTM C-39; Standard Test Method for Compressive Strength of Cylindrical Concrete Specimens (2018) American Society for Testing and Materials, Pennsylvania.
- [26] Vlahovic M, Savic M, Martinovic S, Boljanac T, Volkov-Husovic T (2012) Use of Image Analysis for Durability Testing of Sulfur Concrete and Portland Cement Concrete. *Materials and Design* 34: 346-354. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.08.026>
- [27] Lee S, Hong K, Park J, Ko J (2014) Influence of Aggregate Coated with Modified Sulfur on the Properties of Cement Concrete. *Materials* 7: 4739-4754. <https://doi.org/10.3390/ma7064739>



Catching the biogas opportunity: Determining the animal waste-based biogas potential and environmental effects for Sırnak

Dilek Gunduz^a, Ezgi Bayraktar Ates^{a,*}

^aYalova University, Engineering Faculty, Energy Systems Engineering Department, 77200, Yalova/Turkey.

ARTICLE INFO

Article history:

Received 6 September 2023

Received in revised form 19 October 2023

Accepted 16 November 2023

Available online

Keywords:

Anaerobic digestion

Animal waste

Biogas production

Bio methane

Bio waste

ABSTRACT

Anaerobic digestion of renewable feedstocks into biogas is an important technological approach for sustainable and reliable energy supply. Biogas is produced from biomass and is defined as a gaseous energy carrier containing 60% methane and 35-40% carbon dioxide. Among many different types of biomass, the use of animal wastes in biogas production is more preferred than others. The region selected in the study is a city with a significant amount of animal waste production and, thus, biogas potential due to intensive livestock. In this study, the animal waste potentials that can be produced from cattle, sheep, and poultry in Sırnak province and their effects in terms of biogas equivalents and carbon emissions were analyzed. The results of the study show that a total of 23.4] million m³ year⁻¹ of biogas can be produced from animal wastes in Sırnak province from all districts, while total electricity production may be 44,238,955.45 kWh year⁻¹. As an environmental impact, it has been determined that total CO₂ emissions can be 276,356,209.6 kg CO₂ year⁻¹, on the other hand, a reduction in total CO₂ emissions up to 209,809,869.8 kg CO₂ year⁻¹ can be achieved.

I. INTRODUCTION

Energy demand has been increasing rapidly in recent years due to the increase in the world population and rapidly developing industrial production. A significant portion of this intensive energy demand is met by fossil resources, which have limited reserves and create climate change problems by causing greenhouse gas emissions. As an alternative to this situation, awareness of sustainable clean energy production and supply and environmental pollution issues has increased. The trend towards renewable energy sources to meet energy demand has recently gained momentum [1, 2]. Among these renewable energy sources, biomass has attracted more and more attention in recent years in terms of energy efficiency and climate change with its energy potential [2, 3]. Biomass resources can be used to meet different energy demands such as generating electricity, heating homes, fuelling vehicles, and supplying process heat for industrial plants [4]. Biomass has a wide portfolio including a wide variety of organic wastes such as animal manure, agricultural waste, municipal-industrial waste, and sewage sludge [4, 5]. Biomass energy is utilized by direct combustion for heating and cooking, or by anaerobic digestion, pyrolysis, gasification, etc. to produce heat, electricity, and liquid and gaseous fuels [6]. Accordingly, biogas/biomethane production from organic wastes has been increasingly realized as a sustainable energy source in recent years [7]. Animal wastes, which are one of the alternative sources for biogas production, are no longer considered an environmental problem and are preferred an important alternative to meet energy needs [1, 7, 8].

The breakdown of organic matter (biomass) in a humid, oxygen-free environment with the help of the right microorganisms leads to biogas formation, which is a microbiological process. Biogas can be produced naturally [9, 10] or in facilities such as landfills, sewage treatment plants, or anaerobic digestion plants. The chemical composition, energy content, or fuel equivalent of the biogas produced varies depending on the type of biomass selected [11]. Along with the substrate, other factors also affect the biogas composition [12, 13]. Biogas mainly contains 55-70% methane and 30-45% carbon dioxide, but also hydrogen sulfide (mostly 50-2000 mg/l), water vapor (saturated), oxygen (less than 1% by volume), nitrogen (less than 2% by volume), and trace amounts of

*Corresponding author. Tel.: +90-226-815-5379; e-mail: ezgi.bayraktar@yalova.edu.tr

hydrogen, ammonia, carbon monoxide, oxygen, and various hydrocarbons (e.g., benzene up to 2.5 mg/m³ or toluene up to 11.8 mg/m³) [11, 14-16].

Anaerobic degradation of agricultural residues, animal wastes, energy crops, and biodegradable industrial by-products is considered a technology that can reduce greenhouse gas (GHG) emissions and contribute to the development of sustainable energy supply and has recently attracted much attention [17]. Anaerobic degradation is defined as the breakdown of organic compounds into more basic products by producing biogas through microorganisms in the absence of oxygen [18, 19]. The advantages of anaerobic digestion on various issues are seen at local, national, and even global scales [11]. Biogas production by anaerobic digestion in bio-based energy production is more advantageous than other methods and is also one of the most energy-efficient and environmentally friendly technologies [13]. Animal waste, often used in anaerobic digestion, is one of the most frequently used feedstocks for biogas production worldwide [16]. In recent years, a significant amount of animal waste has been generated due to the large increase in the number of livestock. This situation offers a very large biogas supply opportunity. In regions where livestock is intensively carried out, animal wastes become an important problem, such as environmental pollution, when they are not disposed of properly, and at the same time, their disposal also creates an economic burden [16, 20]. For these reasons, anaerobic digestion of animal manure is mostly carried out both to obtain organic fertilizer and to convert the waste into basic molecules such as methane and carbon dioxide by removing odor and microbial pathogens for energy production. [21-23].

Since animal wastes are at the forefront of biogas production for the reasons mentioned above, countries where livestock are developing offer an important potential for biogas production. Thanks to the climate, ecological characteristics, and topographical diversity, livestock is very developed in Turkey. Cattle, ovine, poultry, beekeeping, sericulture, and sericulture are the main types of livestock [24]. Cattle breeding is in the form of pasture and fattening and is carried out with modern methods. The number of large-scale facilities engaged in cattle and sheep breeding has increased in recent years, especially in or close to large cities, which are more intensive consumption centers. Sheep, hair goats, and mohair goats are raised within the scope of ovine husbandry in Turkey [7, 25]. In Turkey, the number of registered cattle breeding enterprises is 1,164,673, while the number of sheep and goat breeding enterprises is 385,125 [26]. Significant number of animals are raised and cared for in these facilities or in rural areas [27]. Accordingly, the amount of animal waste is also quite high [28]. Animal manure cannot be directly removed due to sanitation-based restrictions. A significant portion of animal manure is stored near livestock facilities for fertilizer use [29, 30] or around houses or fields in rural areas. However, storage of animal manure under inappropriate conditions not only creates odor and hygiene-based problems but also generates significant greenhouse gas emissions [31-33]. This situation causes livestock farming to account for a significant percentage of Turkey's greenhouse gas emissions. Therefore, it is aimed at develop innovative approaches to reduce greenhouse gas emissions from fertilizers [28, 33]. Animal manure that is not stored under the right conditions can mix with surface water or groundwater through leaks [25, 34]. For all these reasons, sustainable manure management systems that reduce environmental impacts and allow for the storage, transport, and efficient utilization of manure should be implemented on animal farms. As mentioned before, animal manure is an important biomass source, and biogas can be produced [8, 32, 35, 36]. While the biogas produced is used as an energy source, the remaining substrate or decomposition product waste can be used as fertilizer [37- 39].

When agricultural and animal wastes are utilized efficiently in Turkey, large-scale natural gas savings can be achieved, and imports have been expected to be significantly reduced [7, 28, 40]. In order to utilize the full potential of animal waste-based biomass in Turkey and to produce more biogas, biogas contents in various regions should be calculated and planning should be made. However, from an energy source perspective, biogas production in Turkey is not controlled enough to be properly utilized. At this stage, it is important to provide information about local biogas resources, as stated in the literature [7, 28]. It is particularly important to study cities or regions where livestock farming is intensive but the utilization of the available potential has not been calculated. This will contribute to the provision of information and the development of biogas and energy supply plans and strategies. In addition, as stated in Aksay and Tabak (2022) [33], it is very important to calculate the data on feedstock and electricity production close to reality in terms of the installation and operation of such costly biogas plants. For these reasons, this study analyzed the biogas production potential for Sirnak province, where livestock breeding is intensively carried out and therefore has a significant waste potential. Several calculations on the biogas potential of Sirnak province have been made in different studies [33, 41-44]. However, this study is a pioneer in terms of

calculating the districts and animal wastes one by one and analyzing them together with their environmental impacts more comprehensively than others. In addition, compared to previous studies, an increase in capacity in terms of increased waste and thus biogas amount as a result of the support for livestock in recent years has been identified. Within the scope of the study, biogas production potential and the amount of electricity that can be generated from bovine, ovine, and poultry manure were calculated. In addition, CO₂ emissions and how much reduction in CO₂ emissions can be achieved were also determined. The calculation of possible CO₂ reduction also reveals the greenhouse gas effect.

II. THEORETICAL METHOD

In this study, the biogas production potential that can be produced from the wastes of existing ovine, bovine, and poultry animals in Sirnak province in 2022 was determined. In addition, the amount of electricity that can be obtained from this biogas, the determination of the amount of CO₂ emission, and the reduction in CO₂ emission were also presented [45].

2.1 Determination of Biogas Potential and Electricity Generation Equivalent

In order to calculate the biogas production potential of Sirnak province from animal waste, it is necessary to know the amount of organic material available. Therefore, the number of cattles, sheep, goats, egg-hens, turkeys, ducks, and geese was investigated on the basis of districts. The animal number statistics for the year 2022 in the Turkey Biomass Energy Potential Atlas (BEPA) were used (BEPA Statistics, 2022) [46]. BEPA statistics were preferred because they also provide animal numbers on a district basis. While the districts within the borders of Sirnak province are shown in Figure 1, animal number data are given in Figure 2 and Figure 3.



Figure 1. Map of Sirnak province and its districts [47]

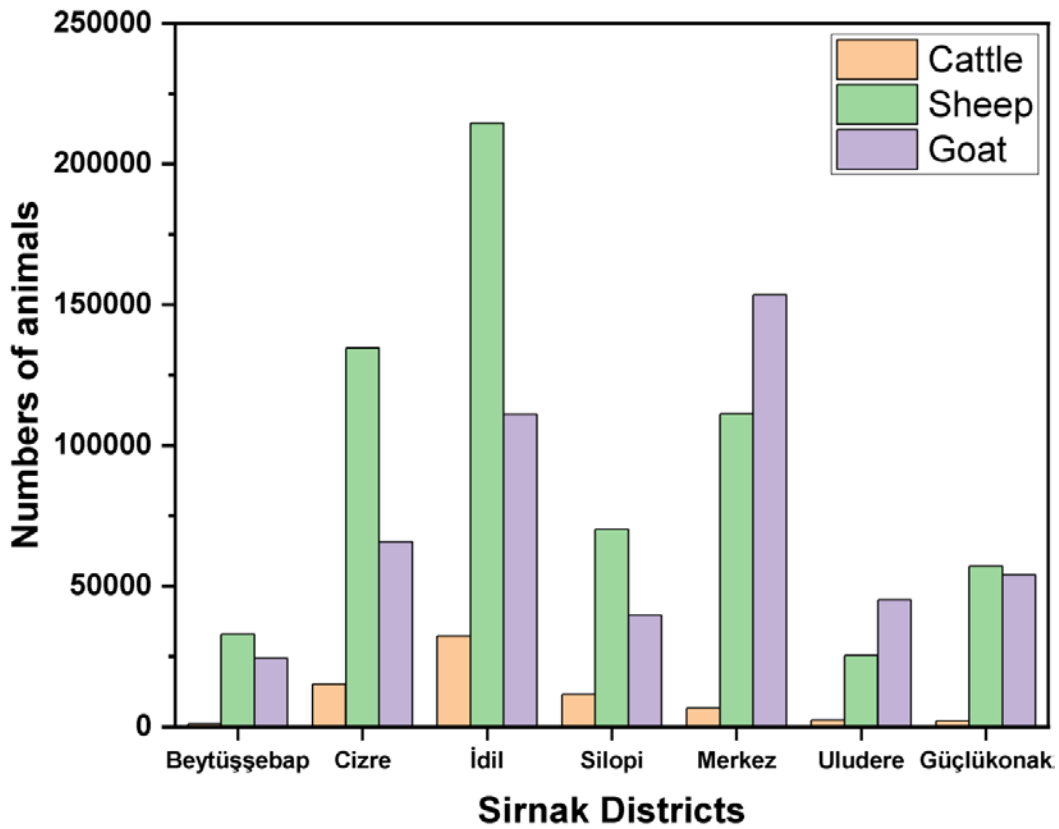


Figure 2. Numbers of cattles, sheep, and goats in Sirnak districts [46]

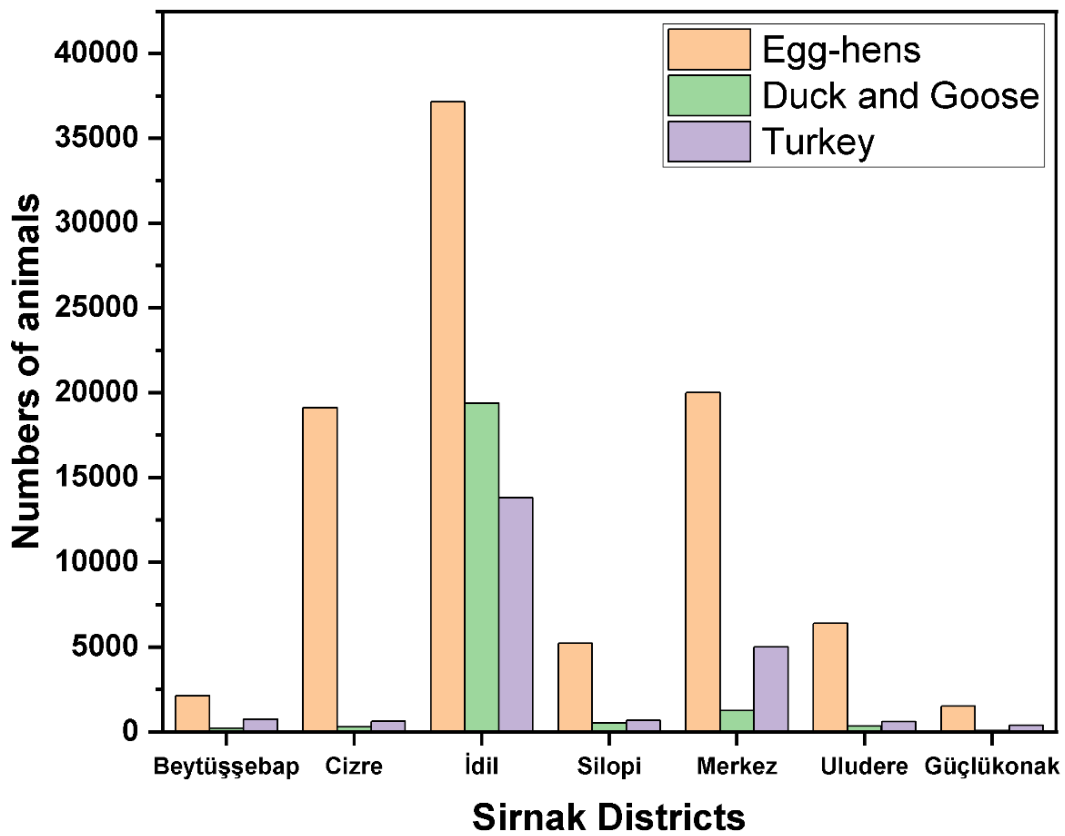


Figure 3. Numbers of egg-hens, ducks, goose and turkeys in Sirnak districts [46]

The most basic information required for the calculation of biogas production potential is the amount of waste per animal [33, 41]. The assumptions taken into account to calculate the amount of waste per animal are shown in Table 1. Animal waste amounts were calculated on the basis of districts by multiplying the number of animals by the corresponding ratios. The waste amounts (M) found are not fully achievable or permissible to use. Therefore, the total amount of waste (M) (kg/day) and the percentage of access to the amount of manure (AC) (availability coefficient) were taken into account when calculating the total amount of biogas. The product of these two gives the total amount of accessible waste in a day for each animal.

Table 1. Assumptions of animal wastes in Sirkak districts

Livestock	Manure (kg/day)	AC (%)	References
Cattle	29.00	50	[48-50]
Sheep	2.40	13	
Goat	2.05	13	
Egg-Hen	0.13	99	
Duck and Goose	0.33	99	
Turkey	0.38	99	

The total solids (TS) of animal waste is another basic parameter for biogas production from animal waste. The total solids ratio varies according to different factors such as the amount of nutrition, body weight, type of animal, and waste availability [1]. The ratio of solids (TS) (%) and volatile solids (VTS) (%) in wet manure is the basic structure of manure for biogas production and varies according to animal species. In addition, the estimated amount of biogas produced per kg of total volatile solids (EB_{TS}) (m^3/kg VTS or l/kg VTS) was also used in the calculations. However, the waste supply before biogas production may not always be in the desired amount, and the amount of manure may vary. These values are different for each animal and the accepted sizes for each animal, are given in Table 2.

Table 2. TS (%), VTS (%), and EB_{TS} (l/kg VTS) values by livestock

Livestock	TS (%)	VTS (%)	EB_{TS} (l/kg VTS)	References
Cattle	14.00	83.33	330	[6, 48, 49]
Sheep	27.50	83.36	300	
Goat	31.71	73.06	300	
Egg-Hen	25.00	75.00	350	
Duck and Goose	28.18	61.28	350	
Turkey	25.53	75.83	350	

According to these values, biogas production was calculated as shown in Eq. 1. For each animal, the amount of biogas calculated varied due to variations in the number of animals, manure amount, and other parameters. The theoretical potential of biogas produced (TPB) (m^3/day) [51, 52]:

$$TPB = M \times AC \times TS \times VTS \times EB_{TS} \quad (1)$$

Biogas production can be achieved with high efficiency by adjusting the pH and temperature values of the process to optimum conditions [53]. In biogas production, bovine manure is mostly used due to the high amount of manure compared to other animals. The biogas yield produced by mixing sheep and goat manure with cattle manure is slightly more efficient. Poultry manure can be preferred as an important biogas source due to its high biodegradation rate [54]. In this study, no meat chicken was found for Sirkak province, and egg chicken was taken into consideration for the assumptions and calculations made for chicken. On the other hand, animal manure that can be used for biogas production was calculated by taking into account the duration of the animals' stay in the shelter. It is assumed that 50% of cattle, 13% of ovine, and 99% of poultry produce an average of 29 kg, ovine

2.40 kg, and poultry 0.13 kg of manure per day. The estimated amount of biogas produced per kg of volatile solids in total wet manure was assumed to be in the range of 200-350 l/kg VTS in cattle, 100-310 l/kg VTS in ovine animals, and 310-620 l/kg VTS in egg-hens [49]. The access rate to manure, the amount of manure production for each animal, the dry matter and volatile dry matter ratios of manure, and the methane production rate of manure were calculated by considering different studies in the calculation of biogas production potential.

The methane content in the biogas formed as a result of the anaerobic digestion of animal manure is important in terms of the electricity potential that can be generated from biogas. The percentage of methane in biogas varies according to the source of the manure. It has been determined that 50-70% of the biogas formed as a result of anaerobic digestion from cattle manure consists of methane [16, 22, 23, 55]. On the other hand, the methane content of biogas produced from sheep manure is between 40% and 50% [16], while biogas production using chicken manure contains methane in the range of 50%-70% [55, 56]. In this study, the amount of methane content for cattle, sheep, and poultry was accepted as 60%, 45%, and 60%, respectively.

Considering the calorific value of methane is 36 MJ/m³, it is accepted that 85% of the produced methane can be converted into heat in the boiler in terms of heat and power efficiency (85% heating conversion efficiency) while electricity efficiency is between 35-40% [21]. Energy content of methane unit and cogeneration electricity efficiency are taken as 10 kWh/m³ and is 40%, respectively [52]. The electricity generation potential from biogas is shown in Eq. 2.

$$\text{Biogas plant capacity (kWh/year)} = \text{Biogas production amount (m}^3/\text{hour)} \times \text{Methane rate (\%)} \times \text{Methane unit energy content (kWh/m}^3) \times \text{Cogeneration electricity efficiency (\%)} \quad (2)$$

2.2 Determination of CO₂ Emission and CO₂ Emission Reduction

There are three separate parts in the calculation of CO₂ emission [33, 48].

Part 1: CO₂ emission to the environment when animal manure is not treated, i.e. anaerobic digestion is not applied;

$$B_{CO_2} = TBBP \times a_{CO_2} \quad (3)$$

is calculated by using the Eq. 3. Where TBBP is the total amount of biogas produced (m³/year); a_{CO₂} is the CO₂ emission equivalent (kg CO₂/m³) which is equal to the emission of 1 m³ of biogas to the atmosphere (9.19 value is accepted in this study).

Part 2: When electricity is produced from biogas, the CO₂ equivalent value (CHP) that will be released to the atmosphere as a result of the combustion of biomethane is ;

$$CHP_{CO_2} = TBMP \times b_{CH_4} \times EI \quad (4)$$

is determined from the equation. TBMP is the total amount of methane produced per year (m³/year); b_{CH₄} is the CO₂ equivalent of the gases emitted to the atmosphere (kg CO₂/kWh) if methane gas is used to generate 1 kWh of electrical energy (0.8 value is taken in this study); EI is the energy content of biogas (kWh/m³).

Part 3: The amount of CO₂ to be emitted if the amount of electricity produced from biogas is produced using coal;

$$Coal_{CO_2} = TBBP \times EI \times n \times C_{coal} \quad (5)$$

is calculated by using the equation. Where TBBP is the total amount of biogas produced per year (m³/year); EI is the energy content of biogas (kWh/year); n is the conversion efficiency to electricity (%); C_{coal} is the amount of CO₂ emitted by the coal used to produce 1 kWh of energy (kg CO₂/ kWh) (1 kg CO₂ per kWh is accepted for the coals in Turkey) [17].

Total CO₂ emission and reduction in Total CO₂ emission are expressed by the following equations:

$$Total\ CO_2\ Emission : TE_{CO_2} = Coal_{CO_2} + B_{CO_2} \quad (6)$$

$$Reduction\ in\ Total\ CO_2\ Emission = RTE_{CO_2} = Coal_{CO_2} + B_{CO_2} - CHP_{CO_2} \quad (7)$$

III. RESULTS AND DISCUSSIONS

According to 2022 BEPA data, there are 59,347 cattle, 1,138,629 ovine (sheep and goats), and 135,332 poultry, totaling 1,333,308 animals in Şırnak province. The relevant equations in the theoretical calculation section were used for the biogas potential that can be produced from collectible animal wastes. The possible biogas potentials in all districts, including the central district, are given in Figures 4 and 5 for each animal waste. If the wastes in the region are used for biogas production, it has been determined that a total of 64,234.218 m³/day of biogas can be produced from animal wastes per day. Of this value, 39,516.1 m³/day is from cattle, 21,863.801 m³/day from ovine, and 1,754.314 m³/day from poultry. In another study conducted six years ago by Lüle (2017), it was calculated that 5,479.452 m³/day and 273.972 m³/day of biogas could be produced from cattle and poultry wastes, respectively, while in our study, it was determined that these values increased in this time interval. Compared to the same study, the amount of biogas that can be produced from ovine wastes is 82,191.78082 m³/day, while in our study it was 23,301.67529 m³/day. These results are in line with the increase in the number of cattle in the region in recent years and the government's desire to encourage small cattle breeding in Şırnak. Additionally, in the study of Aksay and Tabak (2022) [33], the amount of biogas obtained from animal waste was calculated as 55,890.410 million m³/year for Şırnak. When it is considered that their data belongs to the year before 2022 and compared with the results in the present study, it is seen that an increase of 8,343.808 million m³/day has been achieved in about two years. This increase shows that the biogas potential in Şırnak is sustainable and can be further increased by increasing livestock production and other incentives. Using 2021 data, Aydın and Üren (2022) [43] calculated the total amount of biogas produced based on animal waste for Şırnak as 108,472.251 m³/day. The reason for calculating higher compared to the previous study and ours, which were conducted in the same periods, may be that all wastes were included in the calculation considering that all of them were accessible and all of them were used.

Although Artun et al. (2017) [41] stated that no suitable biogas energy production area could be identified in Şırnak, investments in the field of livestock have accelerated with government support since their study. This has increased the number of animals and, therefore, the amount of waste. The results of our current study indicate that there is a significant potential for sustainable biogas production in Şırnak province. Şırnak is a city with a higher cattle content, the highest rate of biogas production from cattle is due to the higher amount of waste and methane content, as mentioned before. Abdesahian et al. (2016) also found that more biogas will be obtained from cattle wastes in support of this situation [1]. On the other hand, although this value is the highest for poultry in terms of waste accessibility, the amount of biogas produced is the lowest. This is due to the difference in the volatile dry matter content and methane percentage per waste and the fact that the amount of waste is less in volume compared to cattle and sheep. The amount of biogas production varies from animal to animal according to the changes in the waste and its properties, as well as the amount of biogas that can be produced between the districts for the same

animal due to the different animal data in the seven districts of Sırnak province. When Figure 4 is examined, İdil district ranks first in sheep and cattle waste-based biogas production, while it ranks second after the central district in the production of goat waste. This situation is due to the high number of animals, as stated by Bulut et al. (2017) in their study. Artun et al. (2017) [41] also stated that İdil district has approximately 2/3 of the total number of animals in the province with 59.83%. Beytüşşebap district was found to have the lowest value in biogas production based on cattle and goat waste, while Uludere district was calculated to have the lowest potential in sheep waste production. On the other hand, when the biogas production data based on egg-hen, duck, goose, and turkey wastes is analyzed according to Figure 5, it is determined that the lowest amount belongs to Güçlükonak district except for turkey waste-based biogas production. In turkey waste-based biogas production, the lowest value was calculated in Beytüşşebap district. In general, the lower biogas potential in Beytüşşebap district is due to the fact that animal waste is not high compared to other districts due to the decrease in population in recent years and the decrease in livestock activities. Similarly, the low number of animals in Güçlükonak district caused the amount of biogas produced to be less than the other districts.

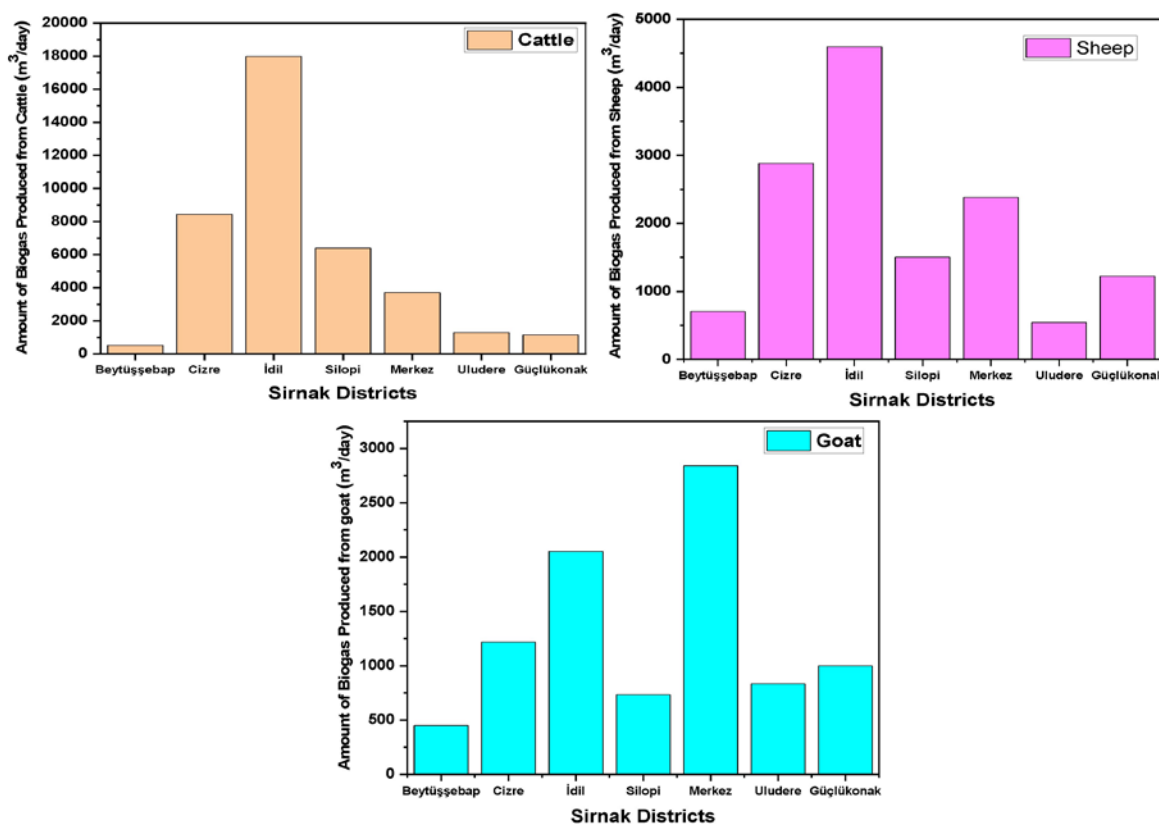


Figure 4. Amounts of Biogas Produced from cattles, sheep and goats in Sırnak districts

Approximately 55-70% of the biogas potential produced consists of methane. In this study, 60% is accepted for cattle and poultry and 45% for ovine animals. Using the equation given for electricity generation in the theoretical method section, according to the 2022 data for Şırnak province, the amount of electricity that can be produced when methane gas is burned in a CHP engine with an average electricity efficiency of 40% is predicted at 4,423,895,555.45 kWh (44.238 GWh/year). On the other hand, Ertop et al. (2022) [44] determined the amount of electricity that can be obtained from biogas produced from cattle wastes as 2,833,010 kWh/year using Sırnak 2020 animal data. In our study, electricity production from cattle waste increased in three years and was calculated at 34,616,103.6 kWh/year. This can be considered a result of the increase in state support for livestock in the region in recent years. Data on the amount of electricity that can be obtained by using biogas that can be produced from waste according to each animal species on the basis of districts is given in Table 3.

Table 3. Amounts of Electricity Produced (kWh/year) from biogas in Sirnak districts

Districts	Cattle	Sheep	Goat	Egg-Hen	Duck and Goose	Turkey
Beytüşşebap	466,344.73	462,899.20	295,653.28	15,536.73	3,823.74	16,720.21
Cizre	7,403,351.06	1,895,125.69	799,344.96	141,461.73	4,702.36	13,822.40
İdil	15,748,191.89	3,020,311.78	1,348,460.96	274,837.11	333,680.66	301,545.48
Silopi	5,605,429.39	988,203.55	480,900.34	38,561.52	9,008.78	15,115.38
Merkez	3,254,638.71	1,564,982.54	1,866,398.37	147,972.16	21,532.08	111,472.75
Uludere	1,135,555.29	356,682.67	547,499.12	47,351.30	5,681.73	13,376.52
Güçlükonak	1,002,592.51	804,368.38	656,386.36	11,097.16	1,119.52	8,359.66

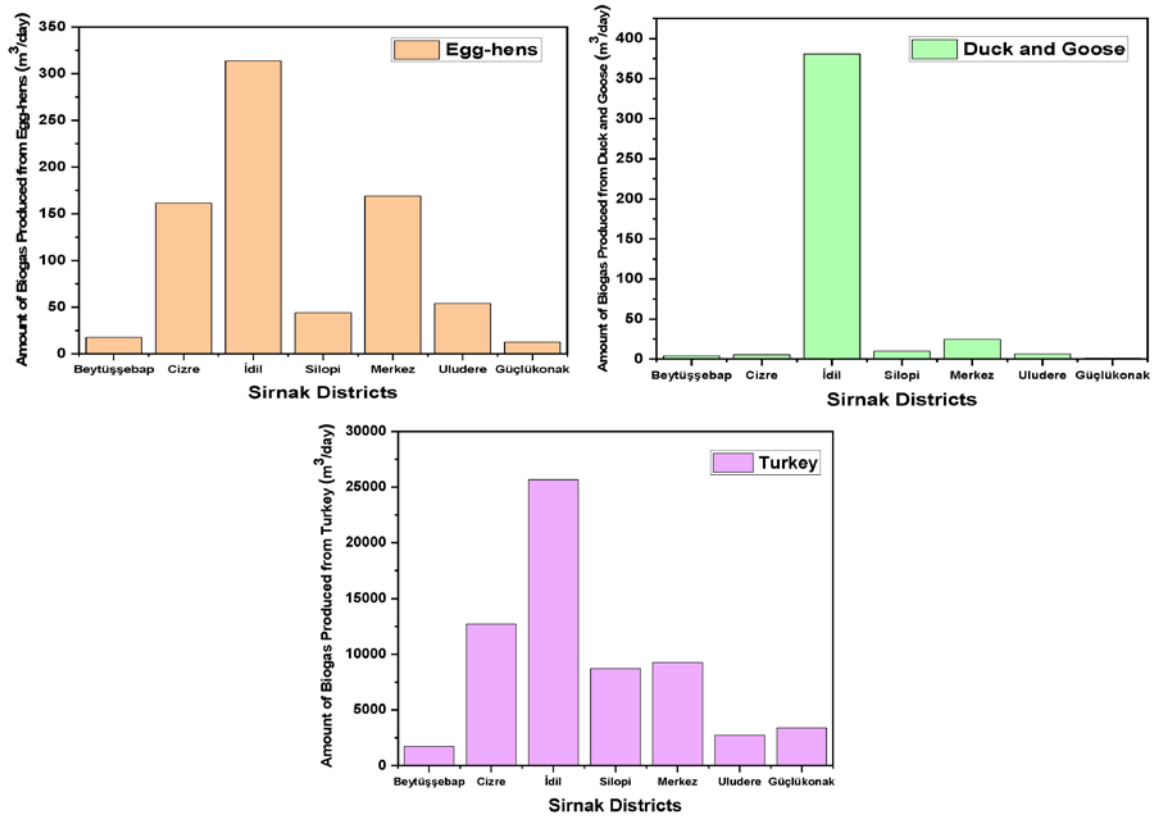


Figure 5. Amounts of Biogas Produced from egg-hens, goose, ducks and turkeys in Sirnak districts

It has been determined that the highest electricity production can be provided from cattle manure [48]. Since cattle produce more manure compared to other animals in terms of the daily manure amount [54], this increases biogas production and thus electricity production. Compared to other districts, cattle breeding, which is intensively active in İdil and Cizre districts compared to other districts, may contribute to the higher amount of biogas and electricity production compared to other districts. Another reason for the high total amount of biogas production and electricity generation in İdil district is the high amount of poultry. Poultry are the most suitable animals for the biological transformation process because of the manure they produce daily. Poultry manure is considered the most suitable and efficient raw material for biogas production. This manure can be easily processed and converted into biogas in biogas plants [54]. This increases biogas production and, thus, electricity production in İdil district. The density of poultry ensures that the amount of manure is high and allows for more biogas production in biogas plants. For these reasons, both the presence of cattle, sheep, and goats and the density of poultry in the İdil district contribute to the higher amount of biogas and electricity production compared to other districts. It has been determined that the amount of electricity generated is the lowest in Beytüşşebap and Uludere districts. The main reason for this is that the number of animals is generally lower than in other districts, as mentioned when analyzing biogas production data.

In our country, most of the electricity generation is provided by fossil resources. However, this situation causes an increase in CO₂ emissions [21]. As in this study, the environmental impact of utilizing biogas in electricity generation as an alternative was also calculated. The total CO₂ emission and the possible reduction in CO₂ emission were calculated using the equations given for them in the theoretical methodology section and given together in Table 4.

Table 4. Amounts of CO₂ Emissions (kg CO₂/year) and Reduction of CO₂ Emissions (kg CO₂/year) thanks to biogas potential in Sirmak districts

Districts /CO ₂ Emissions (kg CO ₂ /year)	Cattle	Sheep	Goat	Egg-Hen	Duck and Goose	Turkey
Beytüşşebap	2,290,918.49	3,031,989.79	1,936,529.01	76,324.21	18,784.12	82,138.04
Cizre	36,368,962.11	12,413,072.32	5,235,322.20	694,930.77	23,100.38	67,902.55
İdil	77,362,992.65	19,783,042.17	8,832,419.31	1,350,137.33	1,639,206.26	1,481,342.17
Silopi	27,536,671.89	6,472,733.28	3,149,897.27	189,433.46	44,255.65	74,254.30
Merkez	15,988,412.69	10,250,635.64	12,224,909.34	726,913.27	105,776.34	547,609.89
Uludere	5,578,415.35	2,336,271.51	3,586,119.26	232,613.28	27,911.52	65,712.15
Güçlükonak	4,925,235.71	5,268,612.92	4,299,330.67	54,514.83	5,499.68	41,066.86
Districts /Reduction of CO ₂ Emissions (kg CO ₂ /year)	Cattle	Sheep	Goat	Egg-Hen	Duck and Goose	Turkey
Beytüşşebap	1,684,671.29	2,430,220.82	1,552,179.74	56,126.45	13,813.26	60,401.76
Cizre	26,744,605.72	9,949,409.91	4,196,250.62	511,030.52	16,987.30	49,933.43
İdil	56,890,343.20	15,856,636.86	7,079,420.06	992,849.08	1,205,421.39	1,089,333.04
Silopi	20,249,613.68	5,188,068.66	2,524,726.82	139,303.49	32,544.23	54,604.31
Merkez	11,757,382.36	8,216,158.34	9,798,591.45	534,549.45	77,784.63	402,695.31
Uludere	4,102,193.46	1,872,584.04	2,874,370.40	171,056.58	20,525.27	48,322.67
Güçlükonak	3,621,865.44	4,222,934.02	3,446,028.40	40,088.51	4,044.29	30,199.30

The results show that CO₂ emissions are high in Idil and Cizre districts, and this may be due to the fact that animal wastes are not sufficiently utilized for biogas production. Because livestock breeding activities are quite common in these districts, there are more cattle and ovine animals. The manure produced by cattle on a daily basis constitutes a potential source for biogas production [54]. However, there may be cases where animal wastes are not collected and processed sufficiently for biogas production. This may cause animal waste to be released directly into the environment and increase CO₂ emissions. Total biogas production, total electricity production, total CO₂ emission, and reduction in total CO₂ emission corresponding to the total number of animals in each district are given in Table 5.

Table 5. Total Energy Potential and Environmental Effects in Sirmak districts

Districts	Total Number of Animals (Quantity)	Total Biogas Potential (m ³ /year)	Total Electricity Production (kWh/year)	Total CO ₂ Emission (kg CO ₂ /year)	Total CO ₂ Emission Reduction (kg CO ₂ /year)
Beytüşşebap	61,209	630,761.97	1,260,977.91	7,436,683.68	5,797,413.35
Cizre	235,449	4,648,317.70	10,257,808.23	54,803,291.36	41,468,217.52
İdil	427,87	9,368,035.61	21,027,027.90	110,449,139.9	83,114,003.65
Silopi	127,590	3,177,883.45	7,137,218.97	37,467,245.88	28,188,861.20
Merkez	297,543	3,379,495.94	6,966,996.63	39,844,257.18	30,787,161.57
Uludere	80,018	1,003,141.91	2,106,146.65	11,827,043.09	9,089,052.44
Güçlükonak	115,091	1,237,850.78	2,483,923.62	14,594,260.70	11,365,159.99

As shown in Table 5, the highest number of animals is found in İdil district. The higher the number of animals, the higher the amount of biogas produced and the higher the electricity capacity. If animal manure is not handled properly, İdil is the district where the most carbon emissions will occur. The district with the lowest number of animals is Beytüşşebap. Therefore, the amount of biogas and electricity produced is lower than in other districts.

In terms of reducing CO₂ emissions, different sustainable sources such as hydroelectricity and solar energy are used in Sirmak. However, one of the most important production areas that stands out for Sirmak is livestock, and the fact that the waste obtained from this is an important energy input makes biogas more advantageous than other available alternatives. Furthermore, when all social, technical, geographical, and economic factors of Sirmak are

taken into account, it could be faster than others to utilize this existing potential in Sirnak for energy production and CO₂ emission reduction. In addition, with the expected increase in support for livestock in recent years, more and more animal waste will be generated and it is important to convert it into biogas in order to reduce its environmental damage and turn it into useful products.

Livestock breeding investments will come to the forefront in Sirnak with the livestock breeding model that will reduce environmental impacts with biogas production. The conversion of animal wastes into organic fertilizer will not only provide environmental gain but also add value to the national economy. These gains will contribute not only to livestock and energy but also to sustainable agriculture with the use of organic fertilizers, thus preventing agricultural emissions and damage to the soil. It will be possible to realize environmentally friendly, modern, and efficient livestock, agriculture, and energy activities in line with the concept of a "sustainable economy" in the region. This will pave the way for economic development that is ecologically, has a high profit margin, and is culturally compatible with the region. This will pave the way for the activities of a large group of individuals or businesses in agriculture and livestock in Sirnak and its districts. On the other hand, this could be an encouraging example for the implementation of rural livestock, agriculture, environment, and energy development goals at the national level.

IV. CONCLUSIONS

As a result of agricultural policies and targets, together with the suitability of geographical conditions, there is a significant livestock potential in Sirnak, which leads to significant amount of organic waste production. The results of the study indicate that the conversion of animal wastes with biogas technology in the selected city can be an important sustainable energy production potential for this developing region. It is also seen that with this realized transformation, it is also possible to provide an advantage in terms of CO₂ emissions, and a reduction can be achieved. With this study, it is given that the total animal waste produced from animals in Sirnak for 2022 is approximately 24.28 Mt. The total biogas potential produced from these animal wastes is 23.445 million m³ year⁻¹, and the heating value and electricity generation potential equivalents are 550,969,004.9 MJ year⁻¹ and 44,238,955.45 kWh year⁻¹, respectively. On the other hand, the determination that a reduction in total CO₂ emissions by 209,809,870 kg CO₂ year⁻¹ can be achieved indicates a significant environmental gain. This study proves that animal wastes are an economic, clean, and promising energy raw material that can be sustainably utilized for biogas production and electricity generation in Sirnak. The results of this study can be used as a reference for identifying alternative project locations urgently, as it is predicted that waste will increase with increasing livestock support. It will be possible to contribute to emission reduction and energy supply by using the waste that may increase as a sustainable energy input without causing more CO₂ emissions. This study also coincides with the objectives of utilizing animal wastes for sustainable energy production in the development goals of agriculture and livestock in Turkey.

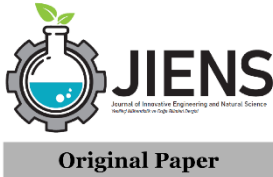
REFERENCES

- [1] Çalışkan M, Tumen Ozdil NF (2021) Potential of biogas and electricity production from animal waste in Turkey. *Bioenergy Res* 14:860-869. <https://doi.org/10.1007/s12155-020-10193-w>
- [2] Ocak S, Acar S (2021) Biofuels from wastes in Marmara Region, Turkey: potentials and constraints. *Environ Sci Pollut Res* 28: 66026-66042. <https://doi.org/10.1007/s11356-021-15464-3>
- [3] Guo M, Song W, Buhain J (2015) Bioenergy and biofuels: History, status, and perspective. *Renewable Sustainable Energy Rev.* 42:712-725. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2014.10.013>
- [4] Gokcol C, Dursun B, Alboyaci B, Sunan E (2009) Importance of biomass energy as alternative to other sources in Turkey. *Energy Policy* 37: 424-431. <https://doi.org/10.1016/j.enpol.2008.09.057>
- [5] Al K (2021) Biyokütle Enerji Santralleri İçin Tarımsal Atıklar: Şanlıurfa İlinde Tarımsal Atık ve Artıkların Değerlendirilmesi. *Ulusal Çevre Bilimleri Araştırma Dergisi.* 4(2): 67-76.
- [6] Aybek A, Bilgili ME, Üçok S (2015) Türkiye’de Kullanılabilir Hayvansal Gübre ve Tahıl Sap Atıklarının Biyogaz ve Enerji Potansiyelinin Belirlenerek Sayısal Haritalarının Oluşturulması. *Tekirdağ Ziraat Fakültesi Dergisi.* 12(03): 109-120.






- [7] Şenol H, Dereli MA, Özbilgin F (2021) Investigation of the distribution of bovine manure-based biomethane potential using an artificial neural network in Turkey to 2030. *Renewable Sustainable Energy Rev.* 149:111338. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2021.111338>
- [8] Mao C, Feng Y, [X, Ren G (2015) Review on research achievements of biogas from anaerobic digestion. *Renewable Sustainable Energy Rev.*45:540–555. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2015.02.032>
- [9] Salvi O, Chaubet C, Evanno S (2012) Improving the safety of biogas production in Europe. *Revista de Ingenieria.* 37:57–65. <https://doi.org/10.16924/revinge.37.9>
- [10] Wang Q, Xia C, Alagumalai K, Le TTN, Yuan Y, Khademi T, Berkani M, Lu, H (2023) Biogas generation from biomass as a cleaner alternative towards a circular bioeconomy: Artificial intelligence, challenges, and future insights. *Fuel* 333:126456. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2022.126456>
- [11] Petravić-Tominac V, Nastav N, Buljubašić M, Šantek B (2020) Current state of biogas production in Croatia. *Energy Sust. Soc.* 10:8. <https://doi.org/10.1186/s13705-020-0243-y>
- [12] Weiland P (2010) Biogas production: Current state and perspectives. *Appl. Microbiol. Biotechnol.*85(4):849–860. <https://doi.org/10.1007/s00253-009-2246-7>
- [13] Horváth SI, Tabatabaei M, Karimi K, Kumar R (2016) Recent updates on biogas production - a review. *Biofuel Res. J.*3(2):394-402. <http://doi.org/10.18331/BRJ2016.3.2.4>
- [14] Chasnyk O, Sołowski G, Shkarupa O (2015) Historical, technical and economic aspects of biogas development: case of Poland and Ukraine. *Renewable Sustainable Energy Rev.* 52:227–239. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2015.07.122>
- [15] Sun Q, Li H, Yan J, Liu L, Yu Z, Yu X (2015) Selection of appropriate biogas upgrading technology—a review of biogas cleaning, upgrading and utilisation. *Renewable Sustainable Energy Rev.* 51:521–532. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2015.06.029>
- [16] Abdeshahian, P, Lim JS, Ho WS, Hashim H, Lee CT (2016) Potential of biogas production from farm animal waste in Malaysia. *Renewable and Sustainable Energy Rev.* 60:714-723. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2016.01.117>
- [17] Kusch S, Morar MV (2009) Integration of lignocellulosic biomass into renewable energy generation concepts. *ProEnvironment.* 2:32–37.
- [18] Christy PM, Gopinath LR, Divya D (2014) A review on anaerobic decomposition and enhancement of biogas production through enzymes and microorganisms. *Renewable and Sustainable Energy Rev.*34:167–173. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2014.03.010>
- [19] Li J, Wei L, Duan Q, Hu G, Zhang G (2014) Semi-continuous anaerobic co-digestion of dairy manure with three crop residues for biogas production. *Bioresour Technol.*156:307–13. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2014.01.064>
- [20] Kurnuç SA, Badem A (2021) Erzincan ili hayvansal atık kaynaklı biyogaz potansiyelinin değerlendirilmesine yönelik biyogaz tesisi senaryoları. *Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi.*11:245-256. <https://doi.org/10.17714/gumusfenbil.743724>
- [21] Atelge MR (2021) The Potential of Biogas Production as a Biofuel from Cattle Manure in Turkey And Projected Impact on the Reduction of Carbon Emissions for 2030 And 2053. *International Journal of Innovative Engineering Applications.* 5: 57-64. <https://doi.org/10.46460/ijiea.923792>
- [22] Nasir IM, Ghazi TIM, Omar R, Idris A (2013) Anaerobic digestion of cattle manure: influence of inoculums concentration. *International Journal of Engineering and Technology.*10:22–26.
- [23] Ounnar A, Benhabyles L, Igoud S (2012) Energetic valorization of biomethane produced from cow-dung. *Procedia Eng.* 33:330–334. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2012.01.1211>
- [24] Pence I, Kumaş K, Cesmeli MS et al (2022) Detailed analysis of animal manure-based CO₂ emissions, coal, electricity, thermal energy, and CH₄ emissions and using machine learning as a forecasting method: a study from Turkey. *Research Square.* <https://doi.org/10.21203/rs.3.rs-1648218/v1>
- [25] Font-Palma C (2019) Methods for the treatment of cattle manure—a review. *Journal of Carbon Research.* 5(2):27. <https://doi.org/10.3390/c5020027>
- [26] Türkiye Cumhuriyeti Tarım ve Orman Bakanlığı Hayvancılık Genel Müdürlüğü (2023) <https://www.tarimorman.gov.tr/sgb/Belgeler/SagMenuVeriler/HAYGEM.pdf> Access 30 August 2023
- [27] Yavuz F, Bilgic A, Terin M, Guler IO (2013) Policy implications of trends in Turkey’s meat sector with respect to 2023 vision. *Meat Sci.* 95:798–804. <https://doi.org/10.1016/j.meatsci.2013.03.024>
- [28] Melikoglu M, Menekse ZK (2020) Forecasting Turkey’s cattle and sheep manure based biomethane potentials till 2026. *Biomass Bioenergy.* 132:105440. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2019.105440>
- [29] Scarlat N, Dallemand JF, Fahl F (2018) Biogas: developments and perspectives in Europe. *Renewable Energy.* 129:457–472. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2018.03.006>
- [30] Erdoğan AE, Polat R, Özbay G (2019) Pyrolysis of goat manure to produce bio-oil. *Engineering Science and Technology an International Journal.* 22 :452–457. <https://doi.org/10.1016/j.jestch.2018.11.002>
- [31] Aryal N, Kvist T, Ammam F, Pant D, Ottosen LDM (2018) An overview of microbial biogas enrichment. *Bioresour. Technol.* 264:359–369. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2018.06.013>

- [32] Zaidi AA, RuiZhe F, Shi Y, Khan SZ, Mushtaq K (2018) Nanoparticles augmentation on biogas yield from microalgal biomass anaerobic digestion. *Int. J. Hydrogen Energy*. 43:14202–14213. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2018.05.132>
- [33] Aksay MV, Tabak A (2022) Mapping of biogas potential of animal and agricultural wastes in Turkey. *Biomass Convers. Biorefin.* 12(11):5345-5362. <https://doi.org/10.1007/s13399-022-02538-6>
- [34] Manna MC, Rahman MM, Naidu R, Sahu A, Bhattacharjya S, Wanjari R, Patra AK, Chaudhari S, Majumdar K, Khanna S (2018) Bio-waste management in subtropical soils of India: future challenges and opportunities in agriculture. *Adv. Agron.* 152:87–148. <https://doi.org/10.1016/bs.agron.2018.07.002>
- [35] Meyer AKP, Ehimen EA, Holm-Nielsen JB (2018) Future European biogas: animal manure, straw and grass potentials for a sustainable European biogas production. *Biomass Bioenergy* 111:154–164. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2017.05.013>
- [36] Zeng Y, Xiao L, Zhang X, Zhou J, Ji G, Schroeder S, Liu G, Yan Z (2018) Biogas desulfurization under anoxic conditions using synthetic wastewater and biogas slurry. *Int. Biodeterior. Biodegrad* 133:247–255. <https://doi.org/10.1016/j.ibiod.2018.05.012>
- [37] Achinas S, Li Y, Achinas V, Willem Euverink GJ (2018) Influence of sheep manure addition on biogas potential and methanogenic communities during cow dung digestion under mesophilic conditions. *Sustainable Environ. Res.* 28:240–246. <https://doi.org/10.1016/j.serj.2018.03.003>
- [38] Cheng D, Liu Y, Shehata E, et al (2021) In-feed antibiotic use changed the behaviors of oxytetracycline, sulfamerazine, and ciprofloxacin and related antibiotic resistance genes during swine manure composting. *J. Hazard. Mater.* 402:123710. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.123710>
- [39] Karaaslan A, Gezen M (2022) The evaluation of renewable energy resources in Turkey by integer multi-objective selection problem with interval coefficient. *Renewable Energy* 182:842–854. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2021.10.053>
- [40] Gündoğan B, Koçar G (2022) Potential Usability of *Cynara cardunculus* L. Residues in Biogas Production in Various Regions of Turkey. *BioEnergy Research* 15:1894–1907. <https://doi.org/10.1007/s12155-021-10375-0>
- [41] Artun O, Atilgan A, Saltuk B (2016) Determination of the potential biogas energy production amounts and areas in the Tigris Basin using GIS. *INFRASTRUKTURA I EKOLOGIA TERENÓW WIEJSKICH INFRASTRUCTURE AND ECOLOGY OF RURAL AREAS* 761-771. <http://dx.medra.org/10.14597/infraeco.2016.3.1.056>
- [42] Lule F, (2019) Güneydoğu Anadolu Bölgesinin Hayvansal Atıklardan Elde Edilebilecek Enerji Potansiyeli. *ÇOMÜ Zirat Fakültesi Dergisi* 7 (1): 145–150. <https://doi.org/10.33202/comuagri.435371>
- [43] Aydın K, Üren G (2022) Bölüm 12: Şırnak İlinin Hayvansal Yan Ürün Kaynaklı Biyogaz Potansiyelinin Belirlenmesi, In: Baran MF and Çelik A (ed) İklim Değişikliği Ve Tarımda Dönüşüm. Iksad Publications, Turkey, ss 307-320.
- [44] Ertop H, Atilgan A, Saltuk B, Aksoy E (2022) Büyükbaş Hayvansal Atıklardan Elde Edilebilir Biyogaz ve Elektrik Üretim Potansiyelinin Belirlenerek Sayısal Haritaların Oluşturulması. *Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi* (35):530-540. <https://doi.org/10.31590/ejosat.1034086>
- [45] Aktaş T, Özer B, Soyak G, Ertürk MC (2015) Tekirdağ İli'nde Hayvansal Atık Kaynaklı Biyogazdan Elektrik Üretim Potansiyelinin Belirlenmesi. *Tarım Makinaları Bilimi Dergisi* 11:69-74.
- [46] BEPA Statistics (2022) <https://bepa.enerji.gov.tr/> Access 04 August 2023
- [47] Map of Şırnak province and its districts <https://bolge3.tarimorman.gov.tr/Documents/%C5%9EIRNAK.pdf> Access date: 08 October 2023
- [48] Yağlı H, Koç Y (2019) Hayvan Gübresinden Biyogaz Üretim Potansiyelinin Belirlenmesi: Adana İli Örnek Hesaplama. *Çukurova Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi* 34(3): 35-48. <https://doi.org/10.21605/cukurovaummfd.637603>
- [49] Avcioglu AO, Türker U (2012) Status and potential of biogas energy from animal wastes in Turkey. *Renewable Sustainable Energy Rev.* 16: 1557-1561. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2011.11.006>
- [50] Ekinci K, Kulcu R, Kaya D et al (2010) The prospective of potential biogas plants that can utilize animal manure in Turkey. *Energy Explor. Exploit.* 28(3): 187-206. <https://doi.org/10.1260/0144-5987.28.3.187>
- [51] Khalil M, Berawi MA, Heryanto R, Rizalie A (2019) Waste to energy technology: The potential of sustainable biogas production from animal waste in Indonesia. *Renewable Sustainable Energy Rev.* 105:323- 331. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2019.02.011>
- [52] Akyürek Z (2018) Potential of biogas energy from animal waste in the Mediterranean Region of Turkey. *Journal of Energy Systems* 2:159-167. Turkey. <http://doi.org/10.30521/jes.455325>
- [53] Cucchiella F, D'Adamo I, Gastaldi M (2019) An economic analysis of biogas-biomethane chain from animal residues in Italy. *J. Cleaner Prod.* 230:888–897. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.05.116>
- [54] Yenigün İ, Gülşen H, Yenigün A (2021) Mardin ilinin hayvansal atık kaynaklı biyogaz potansiyelinin belirlenmesi. *Dicle University Journal of Engineering* 12(3): 479-486. <https://doi.org/10.24012/dumf.955496>
- [55] Nasir IM, Ghazi TIM, Omar R (2012) Anaerobic digestion technology in livestock manure treatment for biogas production: a review. *Eng Life Sci* 12:258– 269. <http://dx.doi.org/10.1002/elsc.201100150>

[56] Noorollahi Y, Kheirrouz M, Farabi Asl H, Yousefi H, Hajinezhad A (2015) Biogas production potential from livestock manure in Iran. *Renewable Sustainable Energy Rev.* 50:748–54. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2015.04.190>



The flexural and compressive properties of sandwich composites with different 3D-printed core structures

 Rabia Caran^{a,b},  Ayten Nur Yüksel Yılmaz^{a,c},  Necati Ercan^c,  Doruk Erdem Yunus^c
and  Ayşe Çelik Bedeloğlu^{a,*}

^aDepartment of Polymer Materials Engineering, Bursa Technical University, Bursa, Turkey.

^bStructural Manufacturing R&D Department, BAYKAR Technology, İstanbul, Turkey.

^cDepartment of Mechanical Engineering, Bursa Technical University, Bursa, Turkey.

ARTICLE INFO

Article history:

Received 5 September 2023

Received in revised form 19 October 2023

Accepted 18 November 2023

Available online

Keywords:

3D-Printed core

Fused deposition modeling (FDM)

Sandwich composite

Carbon fiber-reinforced polyactic acid

Compressive properties

Flexural properties

ABSTRACT

In this study, different core structures are produced with polylactic acid (PLA) and carbon fiber reinforced PLA (CFR-PLA) filaments using a 3D printer with fused deposition modeling (FDM) technique. An alternative new core structure is proposed to the honeycomb and square core structures commonly used in the literature. Then, sandwich composites are produced by bonding carbon fiber-epoxy plates to the lower and upper surfaces of these core structures. The effect of carbon fiber reinforcement and core types on the mechanical properties of sandwich composites was investigated. The core structures produced with carbon fiber-reinforced PLA showed lower compressive strength but higher compressive modulus than those produced with pure PLA. Among the core structures, the designed structure showed the highest compressive strength with a value of 9.867 MPa, which is 32.18% and 54.36% higher than the honeycomb and square structure. While the flexural strength and flexural stiffness of the sandwich composites increased with carbon fiber reinforcement, the designed sandwich composite showed approximately 1.40 and 3.15 times the flexural strength of the honeycomb and square sandwich composites, respectively.

I. INTRODUCTION

Unmanned aerial vehicles (UAVs) are aircraft that fly autonomously with an autopilot without human assistance [1]. UAVs have significant advantages such as minimal operating cost, reduced human error, and the ability to operate under hazardous conditions [2]. UAVs were first introduced during the Second World War and have progressed significantly over time [3]. In recent years, research and development studies of UAVs have attracted great attention not only for the military but also for civilian applications [4]. UAVs are preferred in many applications such as meteorological data collection, disaster monitoring, search and rescue activities, telecommunications, mapping, surveillance, payload deliveries (disposable load), reconnaissance, and attack [5–10].

The primary feature desired from materials used in the aerospace industry is that they have low-weight and high strength. This is expressed by the term specific strength and is defined as the strength of the unit weight of the material. UAV components with high specific strength provide solutions to many situations such as longer flight distances, reducing emissions, and responding to safety requirements [11]. Successful development of UAVs depends on the production of low-cost and high-resilience platforms. Reducing the structural weight is one of the effective factors to improve the performance of UAVs and increase their disposable load (payload) capacity [10].

*Corresponding author. Tel.: +90-224-300-3491; e-mail: ayse.bedeloglu@btu.edu.tr

For this purpose, aviation designers aim to reduce the weight of the UAV. This encourages the researchers to develop stronger materials and better structural designs.

Composite materials are formed as a result of combining two or more materials to obtain materials having new (desired) properties. These materials have many advantages such as high strength, low weight, high corrosion and chemical resistance, and high fatigue strength [12]. Therefore, composite materials have gradually replaced metals in the aerospace and UAV industries and are already frequently used [13, 14]. Using only strong materials is not sufficient to reduce the weight of the UAV. In this case, it is necessary to offer design improvements. Lattice structures are a good alternative to increase the specific strength of UAV components. Lattice structures are often geometrically complex and difficult to manufacture using traditional manufacturing techniques such as molding or milling [15]. Since lightweight structures with complex geometries are difficult and costly to produce using traditional fabrication methods, lattice structures can be directly printed by Additive Manufacturing (AM).

AM helps to improve the aerodynamic and structural efficiency of UAVs with the design freedom feature it offers to users [3, 10]. AM is an innovative manufacturing technique where the final product is produced layer by layer using the CAD file directly [16, 17]. AM has many application areas such as aerospace, automotive, biomedical so on [18, 19]. Metals, polymers, ceramics, and composites are preferred as materials in Additive Manufacturing (AM) in aerospace applications [20–23]. Additive manufacturing methods such as Fused Deposition Modeling (FDM), Selective Laser Sintering (SLS), Stereolithography (SLA), Selective Laser Melting (SLM), and Electron Beam Melting (EBM) are used to produce UAV components [3]. FDM is the most widely used additive manufacturing method with some advantages [10, 24, 25]. FDM is based on the principle of melting a thermoplastic polymer filament in a printhead and extruding the molten material on a print bed. Many studies have been conducted in which critical parts of UAVs are manufactured using the FDM method. For example, Stratasys and Aurora Flight Sciences have produced the largest and fastest AM drone (UAV) using FDM [26]. Paskalya et al. have printed UAV wings from acrylonitrile-butadiene-styrene (ABS) material with FDM [27]. In another study, an optimized UAV landing gear was designed and manufactured using the FDM method [2]. There are many studies that use the FDM method to print UAV parts [3, 10, 28–30].

The most widely used thermoplastic filaments to manufacture UAV components with FDM are Acrylonitrile Butadiene Styrene (ABS), Polylactic Acid (PLA), Polyetherimide (ULTEM), Polyphenylene Sulfide (PPS), Polycarbonate (PC), Polyamide (Nylon), Polyethylene Terephthalate Glycol (PETG), etc. [31, 32]. These thermoplastic materials have relatively low strength and are often used in applications where strength is not very necessary. However, thermoplastic filaments are not suitable for applications where high stresses occur, such as landing gear. To increase the strength of the parts to be used in aerospace applications, it is necessary to strengthen the thermoplastic filaments with reinforcements [33]. FDM is one of the AM methods by which reinforced thermoplastics can be printed [34]. Thermoplastics used in FDM are reinforced with materials such as metal, graphene and carbon to increase the strength [29, 35, 36]. The most commonly used reinforcement is Carbon Fiber (CF), and Thermoplastic/CF filaments are often preferred in aviation and UAV applications [37–41].

Adding carbon fibers to thermoplastic filaments is generally made in two different ways as discontinuous (short) and continuous fiber. Research has generally focused on discontinuous fiber-reinforced composites because additive manufacturing of continuous fiber-reinforced composites involves some difficulties and is costly [42–44]. Short fiber-reinforced (discontinuous) FDM composites are formed by blending the thermoplastic polymer with

milled or chopped fibers. Then, the blending is extruded to form filaments, which are the raw materials of the FDM method. Fibers are typically shorter than the nozzle diameter to avoid clogging [45, 46]. The majority of fibers used in AM composites are milled fibers and have a fiber length of fewer than 150 μm [47].

While short fiber-reinforced polymer composites produced by AM offer significant performance improvements compared to pure polymers (PLA, ABS, PETG), the maximum mechanical properties achieved with short fiber-reinforced composites are severely limited compared to continuous fiber polymer composites [30]. There are several reasons why the mechanical properties obtained by additive manufacturing of short fiber reinforced filaments are unsatisfactory. The first reason is that milled fibers are not effective enough to increase strength, as the fiber length of milled fibers is well below the value that provides optimum mechanical properties. In addition, it is known that the addition of fiber fillers will change the polymer rheology and therefore increase the void fraction in composites produced by AM [46]. Finally, mechanical properties are negatively affected when the interfacial bonds between the fiber and the thermoplastic matrix are not strong enough. As a result, the strength of 3D printed specimens is adversely affected due to defects such as high void content, poor interlayer bonding, and inhomogeneous fiber distribution [48–52]. For all these reasons, it has been observed that the specimens produced with CF-reinforced filament generally do not marginally increase the strength of those produced with pure polymer, and in some cases reduce it [47, 51, 53].

Sandwich materials, which are among the most valuable structural engineering materials of the composite material industry, are frequently used in aerospace and other industry fields for the advantages they offer such as low weight, high strength, and low production costs [54]. Typically sandwich structures consist of high-strength face sheets on the outer surfaces and the core with low weight in the middle. The core is mostly subjected to shear stresses while the face sheets on the surface are subjected to tensile and compression stresses [55]. The use of lightweight sandwich structures in UAVs provides better acceleration and lower fuel consumption by reducing the structural weight [56]. The most common traditional materials used in the core of lightweight sandwich structures are foam and balsa [57, 58]. Recently, researchers prefer functionally adjustable lattice structures as core materials in sandwich composites instead of traditional core materials after the recent developments in AM [59]. The desired functional properties in sandwich structures can be adjusted by changing the design or material of the cell structure. The studies show that various cellular structures such as honeycomb, gyroid, truss, diamond, kagome, octet, and hybrid are used as cores in sandwich composites [53, 60–64]. Therefore, the flexural and compressive properties of sandwich composites with different 3D-printed core structures developed for unmanned aerial vehicles were investigated in this study. Three different lattice structures were used as the core of the sandwich composite to achieve this goal: honeycomb, square, and original design. Sandwich composite specimens were created by affixing CF face sheets to a lattice-structured core made of PLA and CFR-PLA materials. The mechanical properties of sandwich structures were investigated in terms of cell topology and reinforced filaments.

II. EXPERIMENTAL METHOD / TEORETICAL METHOD

2.1 Materials

In this study, two different filaments, polylactic acid (PLA) and 15% carbon fiber reinforced- PLA (CFR-PLA), were used. PLA filaments were purchased from Filament Dünyası (Turkey) and Sunlu brand CFR-PLA filament

was used. The diameter of the filaments is 1.75 mm. For each test, it was produced with both PLA and CFR-PLA in three designs. In the production of sandwich composites, plain woven carbon fabric with a density of 245 gr/m² was used as a reinforcement element on the lower and upper surfaces of the core structures. These carbon fabrics were provided by BAYKAR Technology (Turkey). EPORES 11564 epoxy and EPOHARD 13486 hardener were purchased from Omnis Kompozit (Turkey).

2.2 Design of core structures

In this study, 3 different core structures were produced by the FDM method using Creality Ender 3 Pro printer. In addition to the honeycomb and square structure used in the literature [9, 64, 65], a new design has been developed. The designed core structure has unit cells consist of 2 types of quadrilateral shapes which includes an inner rhombus supporting an outer rectangle (Figure 1). The short side, long side, and wall thicknesses of a unit of the core structure were preferred as 10 mm, 20 mm, and 0.5 mm, respectively. The height of the cell was chosen as 15 mm. Honeycomb and square structures were drawn in the same dimensions by using SolidWorks so that the designed core structure could be compared with traditional honeycomb and square structures. The length of one unit honeycomb cell in the honeycomb structure and the edge length of one unit cell of the square structure are 10 mm.

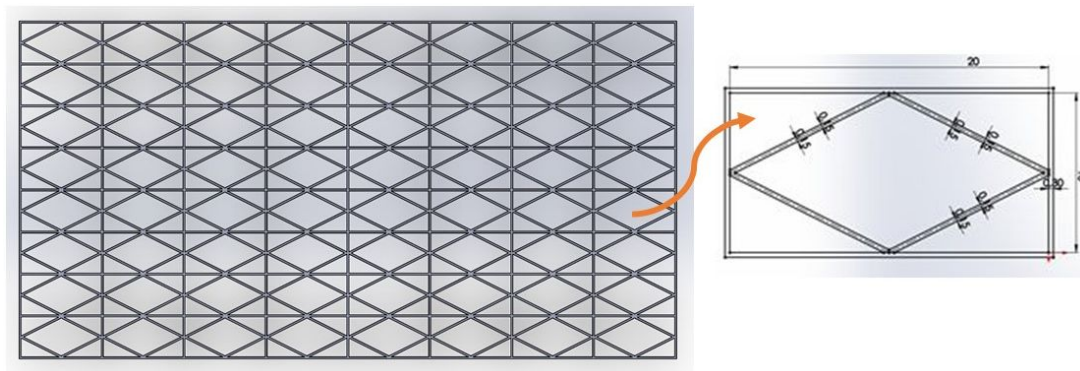


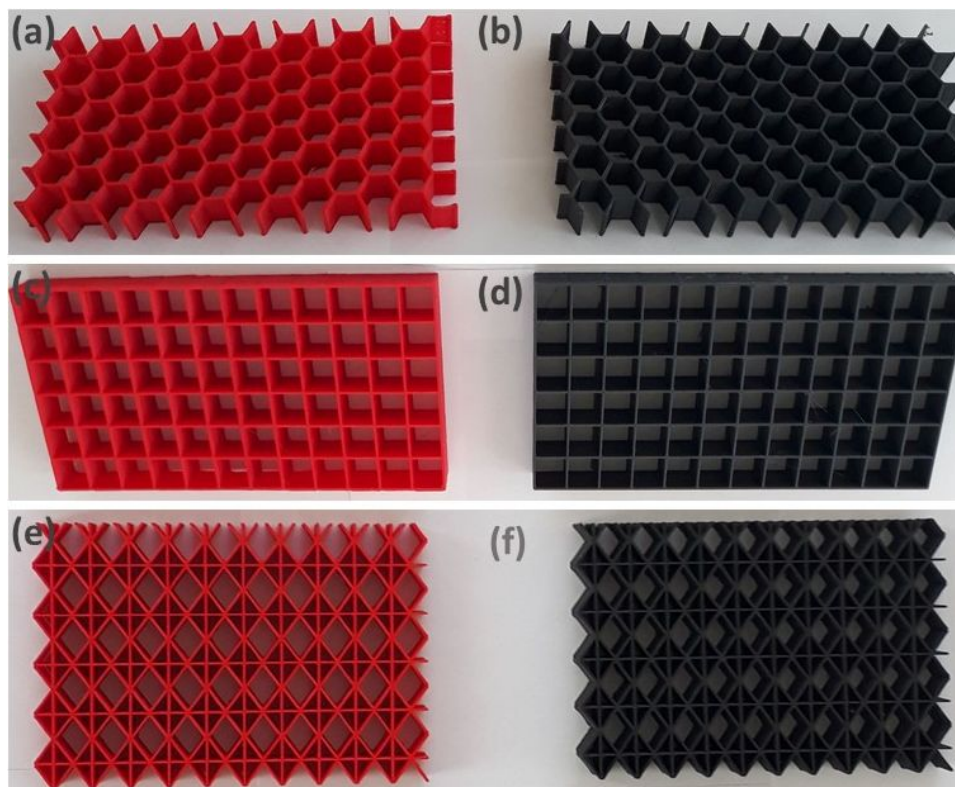
Figure 1. Image of the designed core structure

2.3 The manufacturing process of core structures

Honeycomb, square, and designed core structures were fabricated using a 3D printer (Creality Ender 3 Pro). These structures were produced with both PLA and CFR-PLA filaments. Processing parameters are given in Table 1. To begin, the geometry of the specimens was drawn in SolidWorks and exported as an STL file. The transferred geometry was opened in the Cura software and the appropriate parameters were entered and the specimens were printed on a 3D printer. Figure 2 shows the images of the core structures printed. The honeycomb, square, and newly designed core structure are denoted by the letters H, S, and D, respectively. In addition, the word CFR was added to these core structures produced with PLA filaments containing carbon fiber. For example, the abbreviation S-CFR-PLA refers to the square core structure produced with carbon fiber reinforced PLA filament, and H-PLA shows the honeycomb core structure produced with neat-PLA filament.

Table 1. The 3D printing process parameters

Printing Parameters	PLA	CFR-PLA
Extruder temperature (°C)	225	220
Bed temperature (°C)	80	80
Layer thickness (mm)	0.2	0.2
Infill density (%)	100	100
Flow rate (%)	105	95
Printing speed(mm/s)	50	50
Filament diameter (mm)	1.75	1.75

**Figure 2.** Images of (a) H-PLA, (b) H-CFR-PLA, (c) S-PLA, (d) S-CFR-PLA, (e) D-PLA, and (f) D-CFR-PLA specimens

2.4 Manufacturing of sandwich composites

The sandwich composite specimens produced consist of three components: core structure, face sheets, and adhesive. For the production of the lower and upper face sheet layers, woven carbon fabric was used as a reinforcement, and epoxy resin was used as a matrix material. The production steps of sandwich composite specimens are shown in Figure 3. For the specimens to be easily separated from the surface, vacuum nylon was laid on the floor and 4 layers of carbon fiber were placed on top of each other (Figure 3a). On each layer, carbon fiber was wetted with an epoxy-hardener mixture (100:34 by weight) with the help of a brush. Then, a core structure was placed on top of the carbon fiber and 4 layers of carbon fiber were laid on top of this core structure (Figure 3b). Afterward, the specimens were covered with vacuum nylon and a heavy plate was placed on top and left to cure for 2 days. Figure 3c shows the side view of the sandwich composite specimens obtained at the end of the production stages.



Figure 3. Production steps of sandwich composite specimens: (a) placement of carbon fabrics in the lower part of the core structure, (b) placement of carbon fabrics in the upper part of the core structure, and (c) sandwich composites produced.

2.5 Test Procedure

2.5.1 Compression test

A compression test was applied to each core structure specimen consisting of two different filament materials (PLA and CRF-PLA) and three different designs (honeycomb, square, and design). The tests were performed with Shimadzu brand AG-X-plus model mechanical device having a load capacity of 250 kN according to ASTM C365–03 standard [66]. Dimensions of compression test specimens are 77x77x15 mm (length, width, and height). All tests were performed at a crosshead speed of 1 mm/min. During the test, the compressive load was increased until the maximum load that the specimens could carry, then decreased, and a visible deformation was obtained on the specimen along the height where the cell walls were compressed, and the results were recorded. The compressive strength (σ_c) and compressive modulus (E_c) values of the core structures were calculated with the following equations using the load and deflection data obtained from the test:

$$\sigma_c = P/A \quad (1)$$

$$E_c = \frac{\Delta P * t}{\Delta h * A} \quad (2)$$

where P, A, ΔP , Δh , and t show compressive load (N), cross-sectional area (mm²), the is the load increment in the elastic part of the compressive curve (N), the deflection increment corresponding to ΔP (mm), and core thickness (mm), respectively. At least 5 compressive test specimens were tested for each set and average values were used.

2.5.2 Flexural test

Three-point bending tests were carried out on the sandwich composites formed by adding a face sheet layer made of carbon fiber and epoxy to the lower and upper sides of the core structures. Tests were performed on sandwich composites with SHIMADZU - AGS-X (250kN) device according to ASTM C 393–00. Specimen dimensions

were 120×60×15 mm (length, width and height). The test speed and span length, which is the length between the two end supports, were 0.75 mm/min and 80 mm, respectively.

The flexural strength (σ_f) values of the sandwich specimens were calculated with the following equations according to ASTM C 393–00:

$$\sigma_f = PL/2t(d + c)b \quad (3)$$

where P, L, t, d, c, and b indicate flexural load (N), span length (mm), facing thickness (mm), sandwich thickness (mm), core thickness (mm), and sandwich width (mm), respectively. Also, the bending stiffness values of specimens were calculated by dividing the maximum bending force by the bending deflection at that load.

III. RESULTS AND DISCUSSIONS

Firstly, compression tests of 3 different core structures produced using PLA and CFR-PLA filaments were carried out. Then, bending tests of sandwich composites produced using these core structures were performed. The acquired results are presented and assessed in the following subsections.

3.1 Compressive test results

The compression properties of core structures are affected by various factors such as filament type, shape, and dimensions of the unit cell, and FDM process parameters [67–69]. The compressive properties of specimens with different filaments (PLA and CFR-PLA) and core structures (honeycomb, square, and design) are obtained from compression tests and the specimens properties are compared to each other. During the test, the specimens were compressed by applying force, as can be seen in Figure 4a. Also, Figures 4b and 4c show images of the specimens after testing.

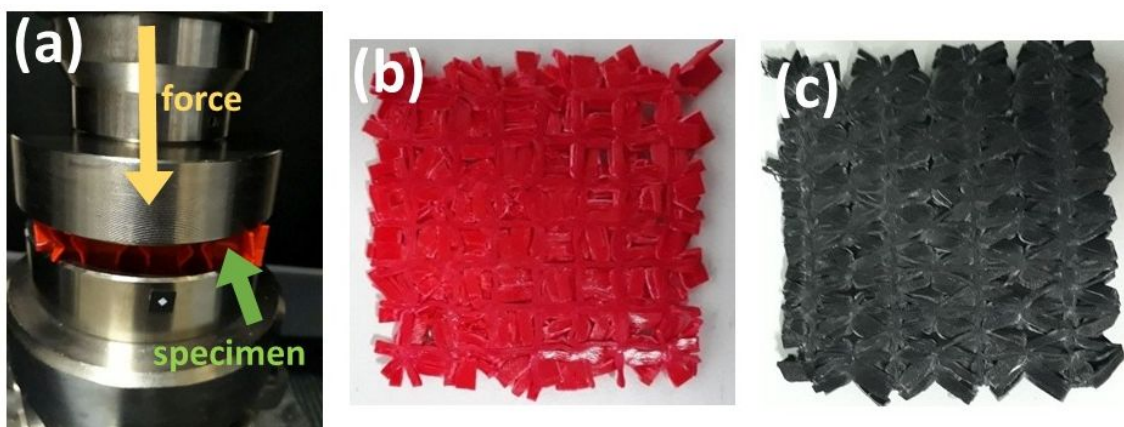


Figure 4. Image of a specimen in the compressive test (a), images of (b) S-PLA and (c) S-CFR-PLA specimens after the compressive test

Compressive test results of 3D printed specimens are summarized in Table 2. For each specimen set (H-PLA, H-CFR-PLA, S-PLA, S-CFR-PLA, D-PLA, D-CFR-PLA) at least five tests were conducted, the results were averaged, and the ultimate compressive strength, compressive strain at peak load, compressive modulus are listed. Compressive-strain curves of the three types of specimens are illustrated in Figure 5. When the stress-strain curves of the specimens are examined, it is seen that three different regions occur under compression loading. In the first region, a linear curve was observed until the maximum stress value was reached with the applied compressive force. The strain in this region is elastic. In other words, when the applied force is removed, the core structure returns to its original shape. The second region includes plastic yielding and ends by plateau stress. In this region, the stress value remains approximately constant for a long time, while the strain continues to increase. The constant stress value in this region is called plateau stress. The strain in the second region is plastic. If the structures continue to be compressed, the cell walls will be crushed and come into contact with each other, leading to a rapid increase in stress. This region is referred to as the densification region [70–73]. The core structures containing carbon fiber reinforced-PLA filament showed lower compressive strength than those containing pure PLA filament (Figures 6a and 6b). D-PLA showed the highest compressive strength value of 9.867 MPa. Compared to H-PLA and S-PLA, D-PLA compressive strength is approximately 32.18% and 54.36% higher, respectively. Saleh and his team printed diamond, gyroid, and primitive cell structures using both PLA and CF-reinforced PLA through the FDM method, investigating the impact of CF reinforcement on the mechanical properties of different core structure. The specimens produced with CF-PLA exhibited lower compressive strength compared to those produced with PLA. Among structures printed with both PLA and CF-PLA, the highest compressive strength was observed in specimens with a diamond cell structure, followed by Gyroid and Primitive cell structures. It was noted that Gyroid and Primitive cell structures deformed uniformly, allowing for consistent load-bearing. Additionally, it was mentioned that deformation became more uniform with an increase in relative density and a decrease in cell size [73]. This was attributed to the high surface area and improved material distribution, which enhanced the contact between walls and minimized the empty spaces between them.

Table 2. Compressive test results of core structures

Specimens	Ultimate compressive strength (MPa)	Compressive strain at peak load (ϵ)	Compressive modulus (MPa)
H-PLA	7.465 \pm 0.13	0.0581 \pm 0.0058	167.088 \pm 6.03
H-CFR-PLA	5.688 \pm 0.26	0.0436 \pm 0.0041	173.605 \pm 5.30
S-PLA	6.392 \pm 0.24	0.0429 \pm 0.0052	164.803 \pm 2.05
S-CFR-PLA	5.093 \pm 0.17	0.0411 \pm 0.0024	168.613 \pm 4.58
D-PLA	9.867 \pm 0.28	0.0611 \pm 0.0066	169.728 \pm 1.26
D-CFR-PLA	6.050 \pm 0.13	0.0568 \pm 0.0023	180.127 \pm 4.51

However, core structures produced with CFR-PLA filament showed higher compressive modulus than those produced with pure PLA. The high elastic modulus of carbon fiber has increased the elastic modulus of core structures [72, 74]. In the study conducted by Mei et al., specimens printed with carbon fiber reinforced PLA showed higher compression modulus but lower compression strength than those printed with pure PLA. The following are the explanations given for the decrease in compressive strength of the specimens: Low compressive strength of the carbon fiber, agglomeration of the carbon fiber, and faults that may occur during the 3D printing

process [72]. In addition, buckling and layer separation may occur with the application of compressive force to the specimens produced by the FDM method, and this causes a decrease in the compressive strength [13, 75].

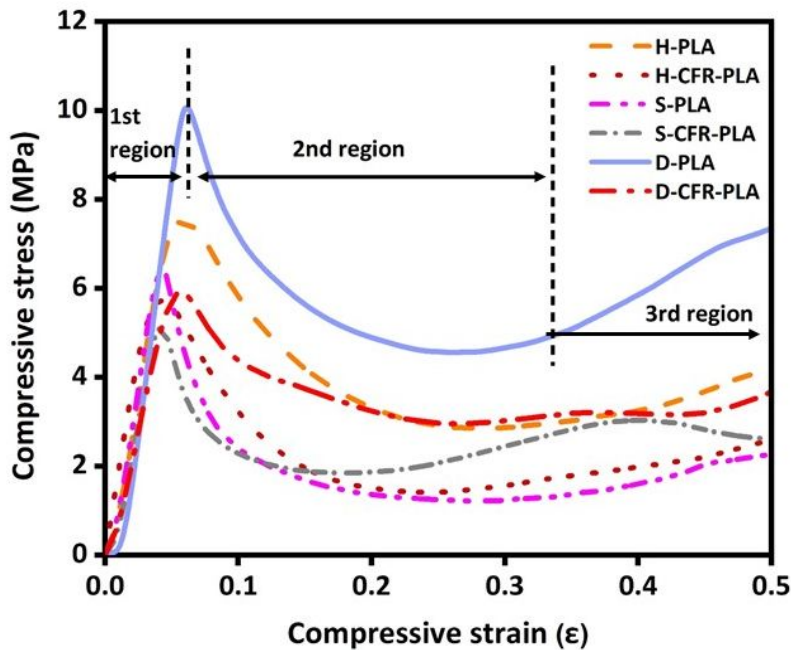


Figure 5. Compressive stress-strain curve of core specimens

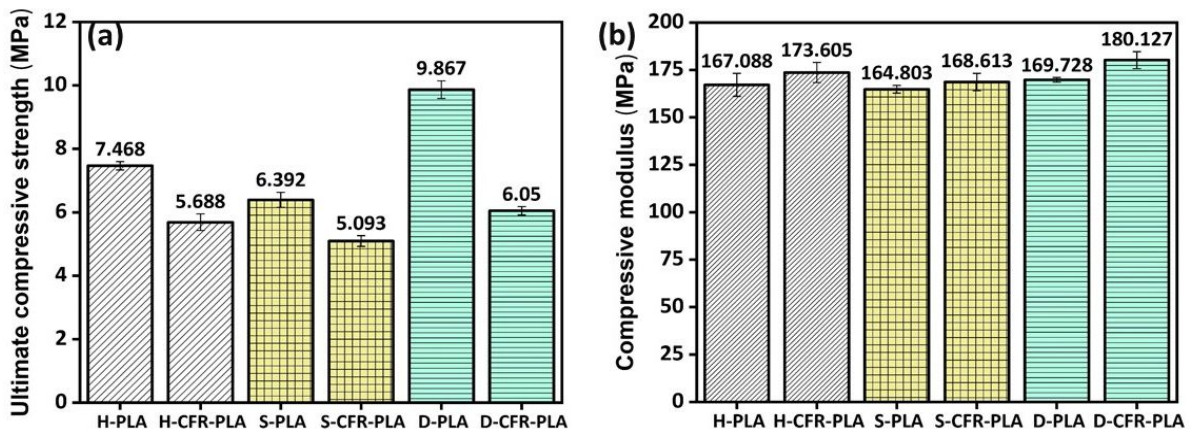


Figure 6. Ultimate compressive strength (a) and compressive modulus (b) of core structures

3.2 Flexural test results

Bending tests of sandwich composites, which were formed by bonding carbon fabric with epoxy to the lower and upper surfaces of different core structures produced by the FDM method, were carried out. Figure 7a shows a sandwich composite specimen subjected to bending force using a mechanical tester. After the bending test, cracks were observed in the core layer of all specimens in general (Figure 7b). These cracks occurred close to where the

bending force was applied (near the middle of the specimen). The bending test results of sandwich composites are summarized in Table 3. At least 5 tests were performed for each composite set (H-PLA, H-CFR-PLA, S-PLA, S-CFR-PLA, D-PLA, D-CFR-PLA) and the results were averaged. The force-deflection data of the composites were recorded during the test and facing bending stress and flexural stiffness values were calculated using these data.

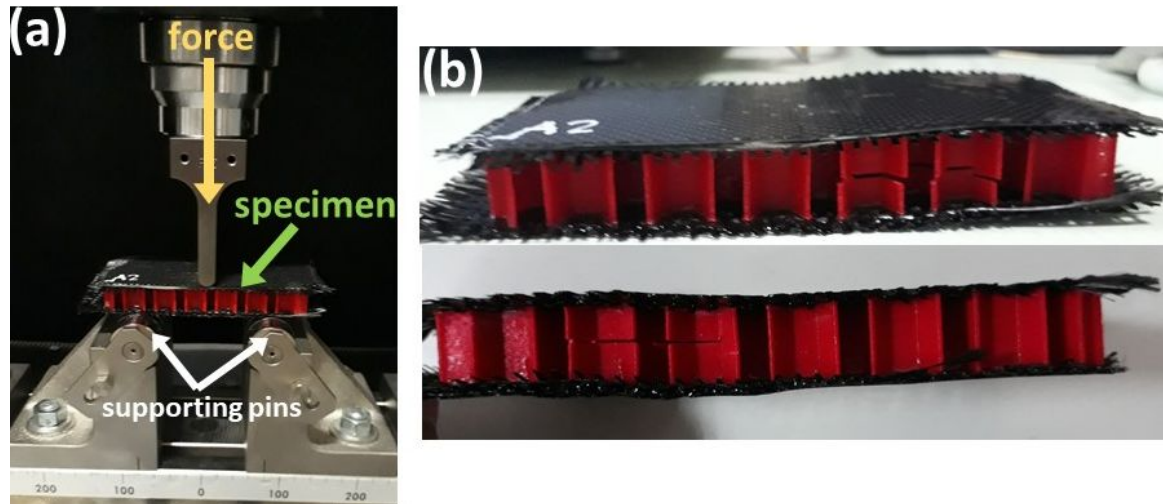


Figure 7. Image of a sandwich specimen; (a) in the flexural test, (b) after the flexural test

Table 3. Flexural test results of sandwich composites

Specimens	Maximum load (N)	Flexural strength (MPa)	Flexural stiffness (N/mm)
H-PLA	1242.081 ± 27.92	44.233 ± 0.99	638.516 ± 51.88
H-CFR-PLA	1627.286 ± 147.36	57.951 ± 5.25	1120.400 ± 111.44
S-PLA	2171.066 ± 192.29	77.317 ± 6.85	1419.400 ± 92.93
S-CFR-PLA	2372.672 ± 136.37	80.926 ± 4.86	1506.336 ± 101.95
D-PLA	4177.550 ± 250.67	144.618 ± 6.96	2472.244 ± 109.16
D-CFR-PLA	4846.821 ± 165.07	183.137 ± 3.84	3261.775 ± 94.39

Flexural load-deflection curves of sandwich composite specimens are given in Figure 8. Typically, the sandwich specimens exhibited a linear elastic region until they reached the point of maximum force. In all three core structures, composites containing carbon fiber-reinforced PLA filament showed higher flexural strength and flexural stiffness than those produced with pure PLA filament (Figures 9a and 9b). Among the composite specimens, H-PLA showed the lowest flexural strength and stiffness with values of 44.232 MPa and 638.516 N/mm, respectively. In the case of H-CFR-PLA, the flexural strength and flexural stiffness are 57.951 MPa and 1120.4 N/mm, respectively. S-CFR-PLA showed approximately 4.47% and 6.12% greater values of flexural strength and stiffness than S-PLA. D-CFR-PLA showed the highest flexural strength and stiffness with values of 183.137 MPa and 3261.775 N/mm, respectively. In a study by Liao et al., composite specimens were produced with PA12 filaments containing carbon fiber in different additive ratios (0, 2, 4, 6, 8, and 10%) by the FDM method and their mechanical properties were investigated. They stated that the flexural strength increased as the amount

of carbon fiber increased, and the composite containing 10% by weight carbon fiber-PA12 showed 251.1% higher flexural strength than the composite produced with pure PA12 filament [76]. Similar results were observed in articles [67, 77, 78].

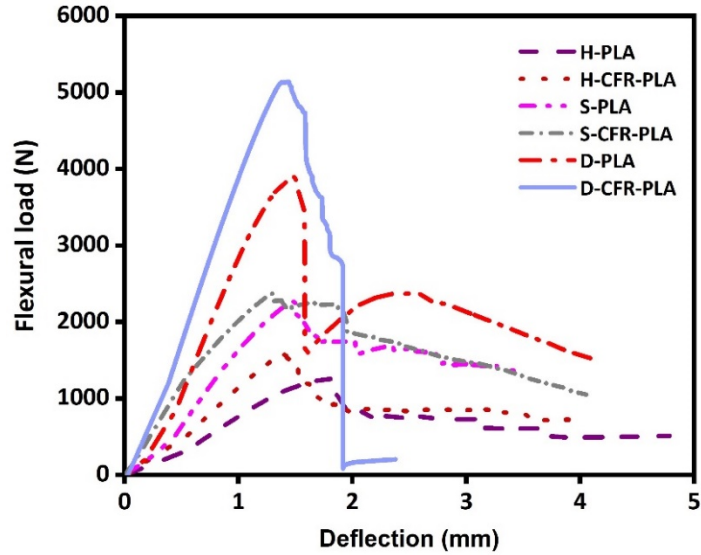


Figure 8. Flexural load- deflection curve of sandwich composite specimens

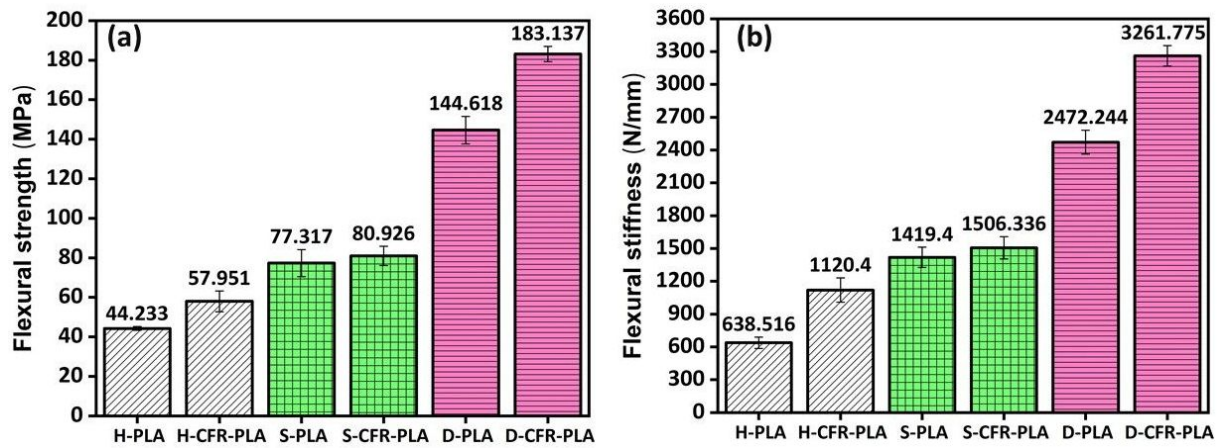


Figure 9. Flexural strength (a) and flexural stiffness (b) of sandwich composite specimens

IV. CONCLUSIONS

Stronger and lighter three-dimensional parts are produced by depositing the materials layer by layer using the additive manufacturing (AM) method. Among the AM methods, the most widely used one is the fused deposition modeling (FDM) method. In this study, it is aimed to produce different core structures that can be used in unmanned aerial vehicles (UAVs) by using the FDM method. For this purpose, a new structure was developed as an alternative to the honeycomb and square structures frequently encountered in the literature. Firstly, honeycomb,

square and designed structures were 3D printed with both PLA and carbon fiber-reinforced PLA filaments and then, sandwich composites were produced by adding carbon fiber fabric-epoxy to the lower and upper surfaces of these core structures. Experimental studies were carried out to investigate the effects of carbon fiber addition to PLA filaments on the mechanical properties of different lattice structures. The lattice structures containing carbon fiber reinforced-PLA filament showed lower compressive strength than those without reinforcement and the highest compressive strength was seen in the designed structure with a value of 9.867 MPa. D-PLA exhibited 32.18% and 54.36% higher tensile strength than H-PLA and S-PLA, respectively. In the flexural test results, it was observed that the flexural strength and stiffness values of the sandwich composites increased with the addition of 15 wt% carbon fiber reinforcement in the PLA filament. With the carbon fiber reinforcement, the flexural strengths of the sandwich composites containing honeycomb, square and designed lattice structures increased by approximately 31.01%, 4.67%, and 26.63%, respectively. In the subsequent studies, the aim is to produce various core structures using filled-filaments and investigate their mechanical properties. It will be recommended to use sandwich composites produced from these core structures in UAVs.

ACKNOWLEDGMENT

The authors would like to thank for the financial support of this research to the TUBITAK (Scientific and Technological Research Council of Turkey) 2209-B University Students Research Projects Support Program (project no: 1139B411901075). In addition, the authors thank the BAYKAR Inc. for supplying the carbon fabric. This article is based upon work from COST Action “High-performance Carbon-based composites with Smart properties for Advanced Sensing Applications” (EsSENce Cost Action CA19118, <http://www.essence-cost.eu/>) supported by COST (European Cooperation in Science and Technology, <https://www.cost.eu>).

DECLARATION OF INTEREST STATEMENT

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

FUNDING

This study was supported under the TUBITAK (Scientific and Technological Research Council of Turkey) 2209-B University Students Research Projects Support Program (project no: 1139B411901075).

REFERENCES

- [1] Ukaegbu UF, Tartibu LK, Okwu MO, Olayode IO (2021) Development of a light-weight unmanned aerial vehicle for precision agriculture. *Sensors* 21:4417.
- [2] Vogeltanz T (2016) A survey of free software for the design, analysis, modelling, and simulation of an unmanned aerial vehicle. *Arch Comput Methods Eng* 23:449–514.
- [3] Goh GD, Agarwala S, Goh GL, Dikshit V, Sing SL, Yeong WY (2017) Additive manufacturing in unmanned aerial vehicles (UAVs): Challenges and potential. *Aerosp Sci Technol* 63:140–151.
- [4] Li J (2022) Artificial intelligence technology and China’s defense system. *J. Indo-Pacific Aff.* <https://www.airuniversity.af.edu/JIPA/Display/Article/2980879/artificialintelligence-technology-and-chinas-defense-system/#sdendnote1sym>. Accessed 15 June 2023.

- [5] Bi ZM, Yung KL, Ip AWH, Tang YK, Zhang CWJ, Xu L Da (2022) The state of the art of information integration in space applications. *IEEE Access* 10: 110110-110135.
- [6] Cawthorne D (2023) The ethics of drone design: how value-sensitive design can create better technologies. Taylor & Francis.
- [7] Shavarani SM, Nejad MG, Rismanchian F, Izbirak G (2018) Application of hierarchical facility location problem for optimization of a drone delivery system: a case study of Amazon prime air in the city of San Francisco. *Int J Adv Manuf Technol* 95:3141–3153.
- [8] Saari M, Cox B, Richer E, Krueger PS, Cohen AL (2015) Fiber encapsulation additive manufacturing: An enabling technology for 3D printing of electromechanical devices and robotic components. *3D Print Addit Manuf* 2:32–39.
- [9] Moon SK, Tan YE, Hwang J, Yoon Y-J (2014) Application of 3D printing technology for designing light-weight unmanned aerial vehicle wing structures. *Int J Precis Eng Manuf Technol* 1:223–228.
- [10] Klippstein H, Diaz De Cerio Sanchez A, Hassanin H, Zweiri Y, Seneviratne L (2018) Fused deposition modeling for unmanned aerial vehicles (UAVs): a review. *Adv Eng Mater* 20:1700552.
- [11] Emimi M, Khaleel M, Alkrash A (2023) The current opportunities and challenges in drone technology. *Int J Electr Eng Sustain* 1:74–89.
- [12] Borchardt JK (2004) Unmanned aerial vehicles spur composites use. *Reinf Plast* 48:28–31
- [13] Dikshit V, Yap YL, Goh GD, Yang H, Lim JC, Qi X, Yeong WY, Wei J (2016) Investigation of out of plane compressive strength of 3D printed sandwich composites. In: *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* IOP Publishing, p 12017.
- [14] Fu X, Lin Y, Yue X-J, XunMa, Hur B, Yue X-Z (2022) A review of additive manufacturing (3D printing) in aerospace: Technology, materials, applications, and challenges. In: *Mob. Wirel. Middleware, Oper. Syst. Appl. 10th Int. Conf. Mob. Wirel. Middleware, Oper. Syst. Appl. (MOBILWARE 2021)*. Springer, pp 73–98.
- [15] Goh GD, Toh W, Yap YL, Ng TY, Yeong WY (2021) Additively manufactured continuous carbon fiber-reinforced thermoplastic for topology optimized unmanned aerial vehicle structures. *Compos Part B Eng* 216:108840.
- [16] Praveena BA, Lokesh N, Buradi A, Santhosh N, Praveena BL, Vignesh R (2022) A comprehensive review of emerging additive manufacturing (3D printing technology): Methods, materials, applications, challenges, trends and future potential. *Mater Today Proc* 52:1309–1313.
- [17] Lee JM, Yeong WY (2016) Design and printing strategies in 3D bioprinting of cell-hydrogels: A review. *Adv Healthc Mater* 5:2856–2865.
- [18] Tom T, Sreenilayam SP, Brabazon D, Jose JP, Joseph B, Madanan K, Thomas S (2022) Additive manufacturing in the biomedical field-recent research developments. *Results Eng* 100661.
- [19] Srivastava M, Rathee S, Patel V, Kumar A, Koppad PG (2022) A review of various materials for additive manufacturing: Recent trends and processing issues. *J Mater Res Technol* 21:2612–2641.
- [20] Cramer CL, Ionescu E, Graczyk-Zajac M, Nelson AT, Katoh Y, Haslam JJ, Wondraczek L, Aguirre TG, LeBlanc S, Wang H (2022) Additive manufacturing of ceramic materials for energy applications: Road map and opportunities. *J Eur Ceram Soc* 42:3049–3088.
- [21] Ren L, Wang Z, Ren L, Han Z, Liu Q, Song Z (2022) Graded biological materials and additive manufacturing technologies for producing bioinspired graded materials: An overview. *Compos Part B Eng* 242:110086.
- [22] Chaudhary RP, Parameswaran C, Idrees M, Rasaki AS, Liu C, Chen Z, Colombo P (2022) Additive manufacturing of polymer-derived ceramics: Materials, technologies, properties and potential applications. *Prog Mater Sci* 128:100969.
- [23] Madhavadas V, Srivastava D, Chadha U, Raj SA, Sultan MTH, Shahar FS, Shah AUM (2022) A review on metal additive manufacturing for intricately shaped aerospace components. *CIRP J Manuf Sci Technol* 39:18–36.
- [24] Ramazani H, Kami A (2022) Metal FDM, a new extrusion-based additive manufacturing technology for manufacturing of metallic parts: a review. *Prog Addit Manuf* 7:609–626.
- [25] Megdich A, Habibi M, Laperriere L (2023) A review on 4D printing: Material structures, stimuli and additive manufacturing techniques. *Mater Lett* 133977.
- [26] Najmon JC, Raeisi S, Tovar A (2019) Review of additive manufacturing technologies and applications in the aerospace industry. *Addit Manuf Aerosp Ind* 7–31.
- [27] Easter S, Turman J, Sheffler D, Balazs M, Rotner J (2013) Using advanced manufacturing to produce unmanned aerial vehicles: a feasibility study. In: *Ground/air Multisens. interoperability, Integr. Netw. persistent ISR IV*. SPIE, pp 20–35.
- [28] Šančić T, Brčić M, Kotarski D, Łukaszewicz A (2023) Experimental characterization of composite-printed materials for the production of multicopter UAV airframe parts. *Materials (Basel)* 16:5060.
- [29] Azarov A V, Antonov FK, Golubev M V, Khaziev AR, Ushanov SA (2019) Composite 3D printing for the small size unmanned aerial vehicle structure. *Compos Part B Eng* 169:157–163.

- [30] Grodzki W, Łukaszewicz A (2015) Design and manufacture of unmanned aerial vehicles (uav) wing structure using composite materials: Planung und bau einer flügelstruktur für unbemannte luftfahrzeuge (uav) unter verwendung von kompositwerkstoffen. *Materwiss Werksttech* 46:269–278.
- [31] Dudek P (2013) FDM 3D printing technology in manufacturing composite elements. *Arch Metall Mater* 58:1415–1418.
- [32] Stern M, Cohen E (2013) VAST AUAV (variable airspeed telescoping additive unmanned air vehicle). In *Technical Paper - Society of Manufacturing Engineers*, TP13PUB47.
- [33] Sugiyama K, Matsuzaki R, Ueda M, Todoroki A, Hirano Y (2018) 3D printing of composite sandwich structures using continuous carbon fiber and fiber tension. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 113:114–121.
- [34] Goh GD, Yap YL, Agarwala S, Yeong WY (2019) Recent progress in additive manufacturing of fiber reinforced polymer composite. *Adv Mater Technol* 4:1800271.
- [35] Jayanth N, Senthil P, Prakash C (2018) Effect of chemical treatment on tensile strength and surface roughness of 3D-printed ABS using the FDM process. *Virtual Phys Prototyp* 13:155–163.
- [36] Szykiedans K, Credo W (2016) Mechanical properties of FDM and SLA low-cost 3-D prints. *Procedia Eng* 136:257–262.
- [37] Ning F, Cong W, Qiu J, Wei J, Wang S (2015) Additive manufacturing of carbon fiber reinforced thermoplastic composites using fused deposition modeling. *Compos Part B Eng* 80:369–378.
- [38] Zhong W, Li F, Zhang Z, Song L, Li Z (2001) Short fiber reinforced composites for fused deposition modeling. *Mater Sci Eng A* 301:125–130.
- [39] Namiki M, Ueda M, Todoroki A, Hirano Y, Matsuzaki R (2014) 3D printing of continuous fiber reinforced plastic. *SAMPE Tech Seattle 2014 Conf, Seattle, United States, June 2-5*.
- [40] Shofner ML, Lozano K, Rodríguez-Macías FJ, Barrera E V (2003) Nanofiber-reinforced polymers prepared by fused deposition modeling. *J Appl Polym Sci* 89:3081–3090.
- [41] Khan ZI, Mohamad Z, Rahmat AR, Habib U (2021) Synthesis and characterization of composite materials with enhanced thermo-mechanical properties for unmanned aerial vehicles (uavs) and aerospace technologies. *Pertanika J. Sci. Technol* 29:2003-2015.
- [42] Ning F, Cong W, Hu Y, Wang H (2017) Additive manufacturing of carbon fiber-reinforced plastic composites using fused deposition modeling: Effects of process parameters on tensile properties. *J Compos Mater* 51:451–462.
- [43] Zhang W, Cotton C, Sun J, Heider D, Gu B, Sun B, Chou T-W (2018) Interfacial bonding strength of short carbon fiber/acrylonitrile-butadiene-styrene composites fabricated by fused deposition modeling. *Compos Part B Eng* 137:51–59.
- [44] Ferreira RTL, Amatte IC, Dutra TA, Bürger D (2017) Experimental characterization and micrography of 3D printed PLA and PLA reinforced with short carbon fibers. *Compos Part B Eng* 124:88–100.
- [45] Zhang H, Zhang L, Zhang H, Wu J, An X, Yang D (2021) Fibre bridging and nozzle clogging in 3D printing of discontinuous carbon fibre-reinforced polymer composites: Coupled CFD-DEM modelling. *Int J Adv Manuf Technol* 117:3549–3562.
- [46] Van de Werken N, Tekinalp H, Khanbolouki P, Ozcan S, Williams A, Tehrani M (2020) Additively manufactured carbon fiber-reinforced composites: State of the art and perspective. *Addit Manuf* 31:100962.
- [47] Quan Z, Larimore Z, Wu A, Yu J, Qin X, Mirotznik M, Suhr J, Byun J-H, Oh Y, Chou T-W (2016) Microstructural design and additive manufacturing and characterization of 3D orthogonal short carbon fiber/acrylonitrile-butadiene-styrene preform and composite. *Compos Sci Technol* 126:139–148.
- [48] Lupone F, Padovano E, Venezia C, Badini C (2022) Experimental characterization and modeling of 3D printed continuous carbon fibers composites with different fiber orientation produced by FFF process. *Polymers* 14:426.
- [49] Justo J, Távara L, García-Guzmán L, París F (2018) Characterization of 3D printed long fibre reinforced composites. *Compos Struct* 185:537–548.
- [50] Iragi M, Pascual-González C, Esnaola A, Lopes CS, Aretxabaleta L (2019) Ply and interlaminar behaviours of 3D printed continuous carbon fibre-reinforced thermoplastic laminates; effects of processing conditions and microstructure. *Addit Manuf* 30:100884.
- [51] Chacón JM, Caminero MA, Núñez PJ, García-Plaza E, García-Moreno I, Reverte JM (2019) Additive manufacturing of continuous fibre reinforced thermoplastic composites using fused deposition modelling: Effect of process parameters on mechanical properties. *Compos Sci Technol* 181:107688.
- [52] Borowski A, Vogel C, Behnisch T, Geske V, Gude M, Modler N (2021) Additive manufacturing-based in situ consolidation of continuous carbon fibre-reinforced polycarbonate. *Materials* 14:2450.
- [53] Xiao L, Xu X, Feng G, Li S, Song W, Jiang Z (2022) Compressive performance and energy absorption of additively manufactured metallic hybrid lattice structures. *Int J Mech Sci* 219:107093.
- [54] Sarvestani HY, Akbarzadeh AH, Niknam H, Hermenean K (2018) 3D printed architected polymeric sandwich panels: Energy absorption and structural performance. *Compos Struct* 200:886–909.

- [55] Al-Ketan O, Lee D-W, Al-Rub RKA (2021) Mechanical properties of additively-manufactured sheet-based gyroidal stochastic cellular materials. *Addit Manuf* 48:102418.
- [56] Herrmann C, Dewulf W, Hauschild M, Kaluza A, Kara S, Skerlos S (2018) Life cycle engineering of lightweight structures. *CIRP Ann* 67:651–672.
- [57] Galos J, Das R, Sutcliffe MP, Mouritz AP (2022) Review of balsa core sandwich composite structures. *Mater Des* 221:111013.
- [58] Cao D, Bouzolin D, Lu H, Griffith DT (2023) Bending and shear improvements in 3D-printed core sandwich composites through modification of resin uptake in the skin/core interphase region. *Compos Part B Eng* 264:110912.
- [59] Zaharia SM, Pop MA, Chicos L-A, Buican GR, Lancea C, Pascariu IS, Stamate V-M (2022) Compression and bending properties of short carbon fiber reinforced polymers sandwich structures produced via fused filament fabrication process. *Polymers* 14:2923.
- [60] Sarvestani HY, Akbarzadeh AH, Mirbolghasemi A, Hermenean K (2018) 3D printed meta-sandwich structures: Failure mechanism, energy absorption and multi-hit capability. *Mater Des* 160:179–193.
- [61] Ingrole A, Hao A, Liang R (2017) Design and modeling of auxetic and hybrid honeycomb structures for in-plane property enhancement. *Mater Des* 117:72–83.
- [62] Gautam R, Idapalapati S, Feih S (2018) Printing and characterisation of Kagome lattice structures by fused deposition modelling. *Mater Des* 137:266–275.
- [63] Schaedler TA, Carter WB (2016) Architected cellular materials. *Annu Rev Mater Res* 46:187–210.
- [64] Lu C, Qi M, Islam S, Chen P, Gao S, Xu Y, Yang X (2018) Mechanical performance of 3D-printing plastic honeycomb sandwich structure. *Int J Precis Eng Manuf Technol* 5:47–54.
- [65] Tao Y, Li W, Wei K, Duan S, Wen W, Chen L, Pei Y, Fang D (2019) Mechanical properties and energy absorption of 3D printed square hierarchical honeycombs under in-plane axial compression. *Compos Part B Eng* 176:107219.
- [66] C365-03: Standard Test Method for Flatwise Compressive Properties of Sandwich Cores (2003). ASTM International, West Conshohocken.
- [67] Abeykoon C, Sri-Amphorn P, Fernando A (2020) Optimization of fused deposition modeling parameters for improved PLA and ABS 3D printed structures. *Int J Light Mater Manuf* 3:284–297.
- [68] Shanmugam V, Rajendran DJJ, Babu K, Rajendran S, Veerasimman A, Marimuthu U, Singh S, Das O, Neisiany RE, Hedenqvist MS (2021) The mechanical testing and performance analysis of polymer-fibre composites prepared through the additive manufacturing. *Polym Test* 93:106925.
- [69] Sood AK, Ohdar RK, Mahapatra SS (2012) Experimental investigation and empirical modelling of FDM process for compressive strength improvement. *J Adv Res* 3:81–90.
- [70] Mieszala M, Hasegawa M, Guillonneau G, Bauer J, Raghavan R, Frantz C, Kraft O, Mischler S, Michler J, Philippe L (2017) Micromechanics of amorphous metal/polymer hybrid structures with 3D cellular architectures: size effects, buckling behavior, and energy absorption capability. *Small* 13:1602514.
- [71] Babamiri BB, Askari H, Hazeli K (2020) Deformation mechanisms and post-yielding behavior of additively manufactured lattice structures. *Mater Des* 188:108443.
- [72] Mei H, Yin X, Zhang J, Zhao W (2019) Compressive properties of 3D printed polylactic acid matrix composites reinforced by short fibers and SiC nanowires. *Adv Eng Mater* 21:1800539.
- [73] Saleh M, Anwar S, Al-Ahmari AM, Alfaify A (2022) Compression performance and failure analysis of 3D-printed carbon fiber/PLA composite TPMS lattice structures. *Polymers (Basel)* 14:4595.
- [74] Van Der Klift F, Koga Y, Todoroki A, Ueda M, Hirano Y, Matsuzaki R (2016) 3D printing of continuous carbon fibre reinforced thermo-plastic (CFRTP) tensile test specimens. *Open J Compos Mater* 6:18-27.
- [75] Mohan N, Senthil P, Vinodh S, Jayanth N (2017) A review on composite materials and process parameters optimisation for the fused deposition modelling process. *Virtual Phys Prototyp* 12:47–59.
- [76] Liao G, Li Z, Cheng Y, Xu D, Zhu D, Jiang S, Guo J, Chen X, Xu G, Zhu Y (2018) Properties of oriented carbon fiber/polyamide 12 composite parts fabricated by fused deposition modeling. *Mater Des* 139:283–292.
- [77] Gavali VC, Kubade PR, Kulkarni HB (2020) Property enhancement of carbon fiber reinforced polymer composites prepared by fused deposition modeling. *Mater Today Proc* 23:221–229.
- [78] Sang L, Han S, Li Z, Yang X, Hou W (2019) Development of short basalt fiber reinforced polylactide composites and their feasible evaluation for 3D printing applications. *Compos Part B Eng* 164:629–639.



Araştırma Makalesi

Journal of Innovative Engineering and Natural Science

(Yenilikçi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Dergisi)

journal homepage: <https://jiens.org>

Siber ağların risk analizi: Saldırı-savunma ağaçlarıyla temellendirilmiş niceliksel bir yaklaşım

Mehmet Ertem^{a,*} ve İlker Özçelik^b

^aEndüstri Mühendisliği Bölümü, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Meşelik Kampüsü, Eskişehir26040, Türkiye.

^bYazılım Mühendisliği Bölümü, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Meşelik Kampüsü, Eskişehir26040, Türkiye.

MAKELE BİLGİSİ

Makale Geçmişi:

Geliş 25 Ekim 2023

Düzeltilme 27 Kasım 2023

Kabul 14 Aralık 2023

Çevrimiçi mevcut

Anahtar Kelimeler:

Siber güvenlik risk analizi

Saldırı savunma ağacı

Siber risk yönetimi

Eniyi kaynak tahsisi

ÖZET

Günümüzde siber saldırıların ve potansiyel zararlarının hızla artmasıyla birlikte, şirketler ve kurumlar için siber güvenliğin sağlanması hayati bir öneme sahip hale gelmiştir. Bu çalışmada, siber risklerin nicel bir analizi için saldırı-savunma ağaçları tabanlı bir yaklaşım geliştirilmiştir. Önerilen yaklaşım, siber tehditleri temsil eden düğümlerin risk seviyelerini ölçerek toplam riski hesaplamak için saldırı-savunma ağacını kullanmaktadır. Ayrıca, belirlenen savunma önlemlerinin alınması durumunda güncellenmiş risk değerini sistematik bir şekilde hesaplamaktadır. Geliştirilen siber risk analizi yaklaşımı, ortalama saldırılarına yönelik yaygın bir senaryoya uygulanmış ve çeşitli savunma stratejileri altında siber risk değerleri hesaplanmıştır. Örneğin, savunma önlemleri alınmadığı durumda siber risk değeri 0,28392 olarak hesaplanırken, teknik savunma önlemlerinin (antivirüs, IDS, erişim denetimi, web içerik sınırlandırma ve spam kontrolü) alınması durumunda risk değeri yaklaşık %97,5 azalarak 0,00721 seviyesine düşmektedir. Teknik savunma önlemlerine ek olarak kullanıcı eğitimi de verildiğinde risk değerindeki azalma %98'e ulaşmaktadır. Sadece bireysel kullanıcılara yönelik temel savunma önlemlerinin (antivirüs ve spam kontrolü) alınması durumunda risk değerindeki azalma ise %90 civarında kalmaktadır. Örnek çalışma üzerinden elde edilen bu sonuçlar, önerilen yaklaşımın doğruluğunu ve önemini kanıtlamaktadır. Geliştirilen yaklaşımın siber güvenlik stratejilerinin belirlenmesi yolunda katkıları tartışma bölümünde detaylandırılmıştır.

Risk analysis of cyber networks: a quantitative approach based on attack-defense trees

ARTICLE INFO

Article history:

Received 25 Sep 2023

Received in revised form 27 Nov 2023

Accepted 14 Dec 2023

Available online

Keywords:

Cybersecurity risk analysis

Attack defense tree

Cyber risk management

Optimal resource allocation

ABSTRACT

With the rapid increase in cyber-attacks and potential damage in today's world, ensuring cybersecurity has become of paramount importance for companies and organizations. In this study, an approach based on attack-defense trees has been developed for the quantitative analysis of cyber risks. The proposed methodology utilizes attack-defense trees to measure the risk levels of nodes representing cyber threats and systematically calculate the total risk when specific defense measures are implemented. The developed cyber risk analysis approach has been applied to a common scenario involving phishing attacks, and cyber risk values have been calculated under various defense strategies. For instance, when no defense measures are taken, the cyber risk value is calculated as 0.28392. However, when technical defense measures such as antivirus software, intrusion detection systems (IDS), access control, web content filtering, and spam control are implemented, the risk value significantly decreases by approximately 97.5% to 0.00721. Furthermore, incorporating user training results in a 98% reduction in risk value. Implementing basic defense measures targeting individual users, such as antivirus and spam control, leads to a reduction of around 90% in the risk value. The accuracy and significance of the proposed approach are demonstrated through the results obtained from this sample study. The contributions of the developed approach to determining cybersecurity strategies are detailed in the discussion section.

I. GİRİŞ

Verilerin sürekli olarak dijital ağlar boyunca akış halinde olduğu bağlantılı bir dünyada siber güvenlik her geçen gün çok daha önemli hale gelmektedir. Siber tehditler, kötü niyetli kişilerce (hacker) kurumların ve kuruluşların zayıf noktalarını kullanarak savunmalarını aşma çabaları için giderek daha sofistike taktiklerin uygulandığı bir hale evrilmiştir. Kuruluşlar, dijital varlıklarını ve hassas bilgilerinin koruma konusundaki çabalarını artırırken, sağlam ve veri odaklı siber risk değerlendirme metodlarına olan ihtiyaç kritik hale gelmiştir. Siber risk konusunda kabul görmüş tanım ve terimlerin henüz oluşmaması sebebiyle siber riski tanımlama [1], etkileyen faktörleri belirleme [2] ve sektörel etkilerini inceleme [3] üzerine çalışmalar yapılmaya başlanmıştır. Öte yandan siber risk alanında yeterli veri setinin bulunmamasının etkileri ve bu konudaki çözüm önerileri Cremer vd. [4] tarafından 2022 yılında yayınlanmıştır. Ayrıca Eling vd. [5] siber riski kurumsal risk yönetim süreçlerine dahil etmenin önemli ve disiplinler arası çalışma gerektiren zor bir problem olduğunu vurgulamıştır.

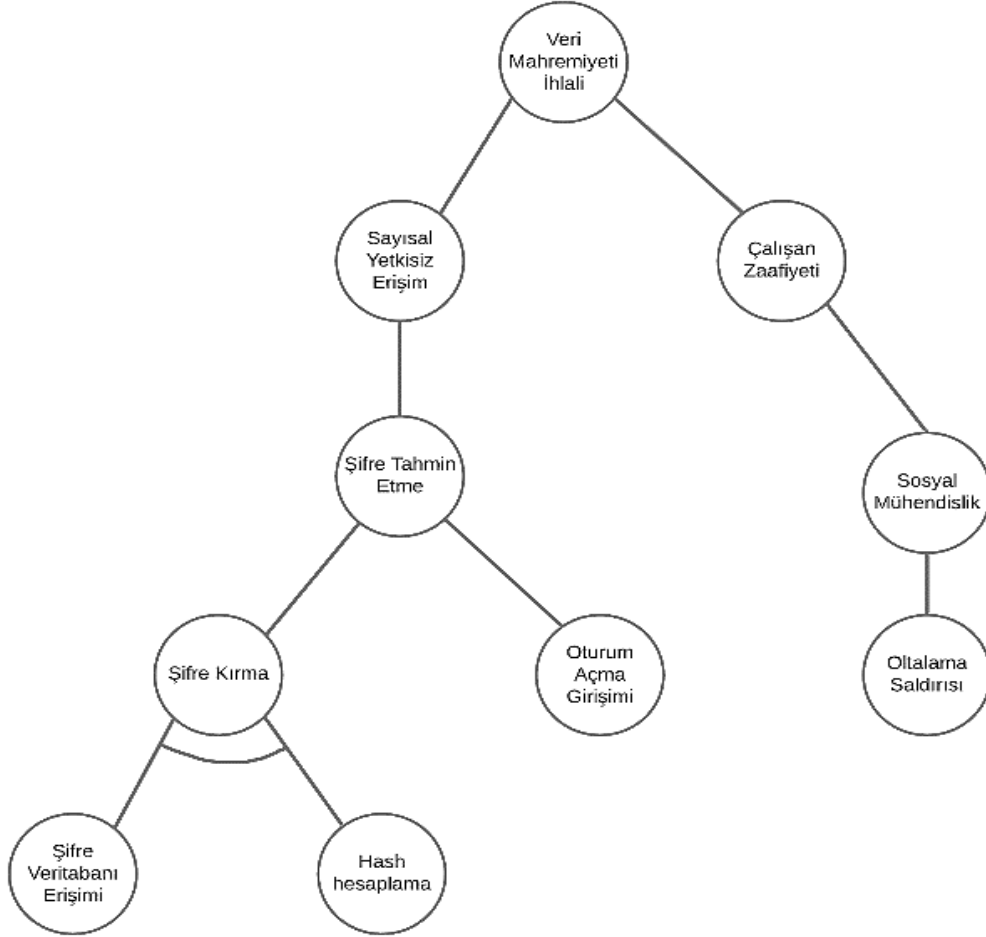
Son yıllarda popülerlik kazanan bu metodolojilerden biri de saldırı ağaçlarını nicel siber risk değerlendirmesi için kullanmaktır. Saldırı ağaçları, siber güvenlik profesyonellerinin kullandığı güçlü bir araç olup potansiyel siber tehditleri modelleme ve analiz etmek için yapılandırılmış ve sistematik bir yaklaşım sunar. Bu grafiksel temsilciler, kuruluşların karmaşık saldırı senaryolarını yönetilebilir bileşenlere bölmelerine yardımcı olarak, kötü niyetli aktörlerin kullanabileceği karmaşık zayıf noktaların ve saldırı yollarının iç içe geçmiş ağına ışık tutar. Saldırı ağaçları uzun süredir nitel tehdit analizi için kullanılmış olsa da nicel risk analizine uygulanması daha yeni bir alan olup büyük potansiyele sahiptir.

Bu makale, saldırı-savunma ağaçlarını kullanan bir nicel siber risk analizi yaklaşımı geliştirerek kuruluşların risk durumlarını daha derinlemesine anlamak için bu metodolojiyi nasıl kullanabileceklerini açıklamaktadır. Geliştirilen model, saldırı-savunma ağacı öğelerine çeşitli olasılıklar ve sonuçlar atayarak siber tehditlerin olasılığını ve etkisini hesaplama yoluyla bilinçli karar verme, kaynak tahsis etme ve risk azaltma stratejilerinin geliştirilmesinde kuruluşlara yol göstermeyi hedeflemektedir. Ayrıca, saldırı-savunma ağaçlarını nicel bir çerçeveye entegre etmek, kuruluşların güvenlik önlemlerini etkili bir şekilde önceliklendirmelerine ve siber güvenlik yatırımlarını optimize etmelerine olanak tanır.

Bilgisayar ağlarının güvenliği için birçok çözüm yaklaşımı geliştirilmiştir. Bununla birlikte, çoğu geleneksel ağ güvenliği çözümü, nicel bir karar verme sürecinden yoksundur. İdeal olarak, böyle bir çerçeve saldırganın davranışlarını dikkate almalıdır. Bu doğrultuda geliştirilen saldırı ağaçları literatürde geçen en yaygın siber güvenlik analizi araçlarından biridir. Bir saldırı ağacı esasen “bir bilgisayar ağına saldırmak için olası tüm senaryoların özlü ve eksiksiz bir temsidir” [6]. Başka bir deyişle, kaynak düğümden (bilgisayar sistemine ilk giriş noktası) uç düğüme (sistemin başarılı bir şekilde ele geçirilmesi) bir yol üzerindeki her ark, saldırgan tarafından gerçekleştirilebilecek bir eylemi temsil eder (örneğin, parola kırma, belirli bir sunucuya yönetici erişimi, istenen veri tabanına başarılı erişim vb.). Saldırı ağaçlarını kullanarak, optimal veya optimale yakın savunma stratejileri belirlemek mümkündür.

Şekil 1’de bir kurumda gerçekleştirilecek veri mahremiyeti ihlali saldırılarını gösteren basitleştirilmiş bir saldırı ağacı sunulmuştur. Saldırı ağacında düğümler bir saldırı senaryosunu oluşturan birim saldırıları ve kenarlar saldırılar arasındaki ilişkiyi gösterir [7]. Ağacın en üstündeki düğüm, saldırının hedefini temsil eden kök düğümdür. Kök düğümden başlayıp takip eden tüm düğümler kendisini oluşturan alt birim saldırıları temsil eden çocuk düğümler ile gösterilir. Eğer bir düğümün çocuk düğümü yok ise ilgili düğüm dahil olduğu yol üzerindeki

saldırıyı gerçekleştirmek için gerekli gözlenebilen en temel saldırı birimini temsil eder. Bir saldırı senaryosunda, alt birim saldırılar bir yay ile birleştirilmişse, hedef saldırının gerçekleşmesi için bağlı tüm saldırıların gerçekleşmesi gerekir. Sistemi kök düğümde belirtilen saldırıya karşı koruyan savunmacı, bu saldırı ağacını kullanarak saldırı yüzeyini belirleyip bütçesine bağlı olarak en uygun savunma yöntemini seçebilir.



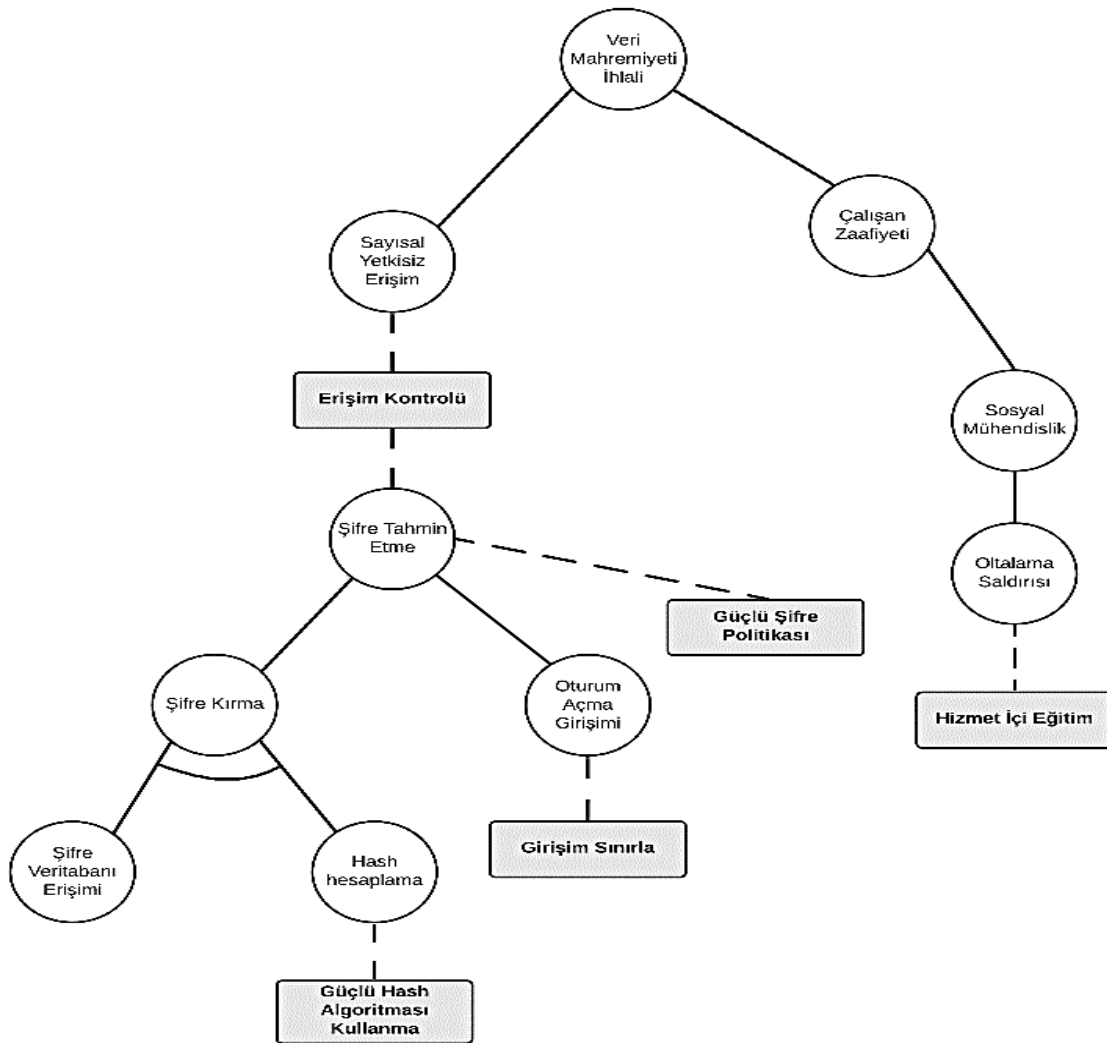
Şekil 1. Saldırı ağacı örneği

Saldırı ağaçları saldırganın hedefe ulaşabilmesi için kullanabileceği farklı yolları gösteren ve sistem güvenliğini olası saldırıların bir fonksiyonu olarak tanımlayan formal bir yöntemdir [7]. Ancak, saldırı ağaçları bir saldırıya karşı gerçekleştirilmiş savunma yaklaşımlarının etkisini ve saldırgan veya savunmacının sisteme müdahaleleri sonrası sistem güvenlik evrimini göstermez [8].

Saldırı Savunma Ağaçları, saldırı ağaçlarının bu eksikliğini tamamlayarak saldırgan ve savunmacının hamlelerini temsil edebilmek için 2 tür (saldırı ve savunma) düğüm kullanımını mümkün kılar. Bu sayede saldırganın ve savunmacının hamlelerinin etkinliği analiz edilebilir [8]. Saldırı Savunma Ağaçlarında birbirine karşı çalışan iki düğüm türü olduğu için düğümler arası ilişkiler düzeltme ve önlem geçişleri ile temsil edilir. Kök düğümünde saldırı ile başlayan bir ağaçta düzeltmeler ilgili düğümü alt birim saldırı düğümlerine bağlarken, önlem geçişleri ilgili düğümü karşı gerçekleştirilen düğümler ile bağlantıyı sağlar.

Basit bir Saldırı Savunma Ağacı örneği Şekil 2’de verilmiştir. Şekil 1’de verilen veri mahremiyet saldırı ağacına savunmacının hamleleri eklenerek saldırı savunma ağacı oluşturulmuştur. Ağaçta aynı türden eylemler (düzeltmeler) düz, birbirine karşı eylemler (önlem) kesikli çizgi ile gösterilmiştir. Yukarıda verilen ağaç eksiksiz bir ağaç olmayıp, olası diğer saldırı ve savunma vektörleri eklenerek kolaylıkla güncellenebilir.

Saldırı Savunma Ağaçlarında senaryolar düğümlerdeki önlem ve düzeltme eylem çiftleri olarak tanımlanır. Bir senaryonun gerçekleşmesi için ilgili düzeltmeler gerçekleştirilirken önlemlerin gerçekleşmemesi gerekir [9]. Şekil 2’deki ağaçta sayısal yetkisiz erişimin sağlanması için savunmacı güçlü şifre politikası uygulamazken, saldırganın başarılı bir şifre tahmin etme saldırısı gerçekleştirmesi gerekir. Saldırı Savunma Ağaçları gerekli matematiksel denklemler tanımlanıp farklı amaçlar için (saldırının en az maliyeti, uygulanan savunmanın etkisi vb.) senaryolar yardımı ile analiz edilebilir [9]. Saldırı savunma ağaçlarının gerçek hayat uygulaması ve bu ağaçları kullanarak RFID-tabanlı ürün yönetimi sistemlerine gerçekleştirilebilecek hizmet engelleme saldırılarına karşı zafiyet senaryolarının nitel analizi Bagnato vd. [10] tarafından yapılmıştır. Saldırı ve savunma ağaçlarını kullanarak siber güvenlik analizi ve risk değerlendirme çalışmaları son yıllarda tekrar hız kazanmaya başlamıştır.



Şekil 2. Saldırı savunma ağacı örneği

He vd. [11] endüstriyel kontrol sistemleri güvenlik değerlendirmesi için saldırı savunma ağaçlarını kullanmıştır. Bu çalışmada yazarlar havaalanı yakıt tedarik sistemi otomasyonunun risk değerlendirmesini Fuzzy Analitik Hiyerarşik Süreç ve saldırı- savunma ağacı kullanılarak gerçekleştirmiştir. Rios vd. [12] saldırı- savunma ağaçlarını kullanarak akıllı şebekelerde kullanılabilir bir risk değerlendirme metodolojisi önermiştir. Önerilen yöntem akıllı saldırgan ve akıllı savunmacı hamlelerini göz önünde bulunduran ve olası hamlelerin güncellenmesi sonrası risk değerini güncelleyen bir yapıda tasarlanmıştır. Guo vd. [13] bir alfa ayrışma ölçüsü geliştirip bu ölçüyü değişken ağırlıklı tabanlı siber risk değerlendirme yöntemi geliştirmek için kullanmıştır. Yazarlar ayrışma ölçütünü saldırı- savunma ağacındaki farklı saldırı yollarının risk ağırlıklandırmasında kullanmıştır. Hyder vd [14] CySec Game isminde Siber Fiziksel Sistemler ve Kritik Altyapılar için siber risk değerlendirmesinde kullanılabilir bir çerçeve sistem ve yazılım önermiştir. Sistem tasarımında saldırı ağaçları, saldırı- savunma ağaçları ve oyun teorisi kullanılmış ve sistemin siber risk değerlendirme amaçlı kullanımının yanı sıra riski incelenen sistemde yüksek riskli hedeflerin belirlenmesi ve savunma harcaması optimizasyonu amaçlı kullanılabilirliği belirtilmiştir.

Mondal vd. [15] E-devlet portallarının gereksinimlerini inceleyip güvenlik parametrelerini ölçmek için yöntem önermiştir. Çalışmalarında yazarlar saldırı başarı olasılığını risk matrisi ve normal dağılım kullanarak olasılıksal olarak tanımlamıştır. Bryans vd [16] saldırı-savunma ağaçları kullanarak siber fiziksel sistemlerde (SFS) gerçekleştirilen saldırılar ve savunma yöntemlerinin etkileşimini incelemiştir. Yazarlar SFS modeli, saldırı ve savunma sistemlerinin tanımlandığı şablonlar kullanarak bu ağaçların otomatik olarak çizilmesini sağlayan bir yöntem önermiş ve çizimlerin doğrulamasını yapmıştır.

Saldırı savunma ağaçlarının analizinde kullanılması gereken önemli parametrelerden birisi saldırı başarı olasılığıdır. Siber saldırıların başarı olasılığının hesaplanmasında yaygın zafiyet puanlama sistemi (CVSS) değerlerinin kullanılması kabul edilmiş bir yaklaşımdır [17, 18]. Bu çalışmada, saldırı başarı oranlarının hesaplanmasında CVSS değerleri kullanılacaktır.

Bilişim sistemlerinin risk analizini tanımlarken “Risk = Tehdit x Zafiyet x Sonuçlar” temel yaklaşımı kullanılacaktır. Burada “Tehdit” saldırganın sisteme yapacağı saldırının başarı olasılığını temsil ederken “Zafiyet” ise sistemin dış tehditlere karşı ne denli kırılgan olduğunun bir ölçütüdür. “Sonuçlar” ise başarılı bir saldırının sistemde ortaya çıkaracağı her türlü zararın ekonomik maliyetini temsil etmektedir.

Gelecek bölümlerde, saldırı-savunma ağaçlarının temellerini ve siber risk analizindeki rolü incelenerek gerçekçi hayat örneğine uygulanmıştır. Ayrıca, saldırı-savunma ağaçlarını kullanarak yapılan nicel siber risk analizinin karşılaştığı zorlukları ve dikkate alınması gerekenler tartışılarak bu yaklaşımın çağdaş siber güvenlik paradigmaları ile nasıl uyumlu olduğu incelenmiştir.

II. TEORİK METOT

Bu araştırma, siber risk analizini ilgili parametreler ve saldırı ağacının yapısı dikkate alınarak hesaplama amacını taşımaktadır. Ayrıca, siber riskin en aza indirilmesi için gerekli savunma stratejilerinin ilgili saldırı-savunma ağacı üzerinden belirlenmesi hedeflenmiştir. Genel risk tanımında temel bileşenler olarak tehdit, zafiyet ve olası sonuçlar yer alır ki bu Eş. 1 ile gösterilmiştir. Benzer şekilde, siber güvenlik alanında da risk tanımlaması yapılabilir. Ancak, doğru bir risk hesaplaması için ilgili bileşenlerin siber güvenlik alanına ve dinamiklerine uygun şekilde tanımlanması gerekmektedir. Aksi halde hesaplanan risk ve ilgili risk azaltma önlemleri gerçekçi olmayacaktır.

Bu çalışmada, siber riskin hesaplanabilmesi için saldırı-savunma ağacı kullanılmakta ve bu ağaç üzerinden tüm risk bileşenleri tanımlanarak matematiksel modele eklenmektedir, bu da çalışmamızın özgün yönünü oluşturmaktadır.

$$\text{Risk} = \text{Tehditler} \times \text{Zaaflar} \times \text{Sonuçlar} \quad (1)$$

Tablo 1’de mevcut bir siber ağ için saldırı-savunma ağacı kullanılarak riskin hesaplanabilmesi için gerekli indisler, parametreler ve karar değişkenleri verilmiş ve devamında risk denklemleri oluşturularak açıklanmıştır.

Tablo 1. İndisler, Parametreler ve Karar Değişkenleri

İndis	Parametreler ve Karar Değişkenleri
i	Saldırı/saldırı-savunma ağacı üzerindeki her bir tehdit düğümü, ($i \in I$). Ağaç üzerinde daire şeklinde düğümler ile gösterilmiştir.
\tilde{i}	i düğümünün çocuk düğümleri kümesi
d	Saldırı-savunma ağacı üzerinde savunmacı tarafından alınabilecek her bir savunma önlemi, ($d \in D$). Ağaç üzerinde dikdörtgen şeklinde düğümler ile gösterilmiştir.
T_i	i düğümü üzerinde suistimal edilebilir tehdit olma durumu (i düğümü tehditlere açıksa 1, değilse 0 değerini alır).
Z_i	i düğümü ile ilişkilendirilebilen zafiyet olma durumu (i düğümü herhangi bir zafiyetle ilişkilendirilmişse 1, değilse 0 değerini alır).
F_i	Saldırganın i düğümüne saldırma olasılığı
P_i	i düğümü kullanarak saldırılması durumdaki başarı olasılığı
$CVSS_i$	i düğümünü suistimal etmede kullanılacak zafiyetlerin normalize edilmiş CVSS değerlerinin en büyüğü (i düğümü herhangi bir zafiyete sahip değilse 0 değerini alır).
S	Yapılan saldırının başarılı olması durumunda savunucuya vereceği zararın sayısal değeri
Q_{id}	Savunmacının d önlemini alması durumunda i düğümü üzerinde saldırganı caydırabilme (deterrence) oranı. (i düğümü üzerinde alınmayacak önlemler için 0 değerini alır).
L_{id}	Savunmacının d önlemini alması durumunda i düğümünün siber saldırılar karşısında zafiyet skorunu azaltma (mitigation) seviyesi (i düğümü üzerinde alınmayacak önlemler için 0 değerini alır).
K_{id}	Tehdit düğümü (i) savunma yöntemi (d) ilişki matrisi
M_{id}	Savunmacının i düğümü üzerinde d önlemini almasının maliyeti
B	Toplam savunma bütçesi
R_i^y	i bir yaprak düğüm ise siber risk seviyesi
R_i^d	i düğümü üzerinde önlem(ler) alınması durumunda risk seviyesi
R_i^{OR}	i bir yaprak düğüm değil ise ve OR (veya) ilişkili çocuk düğümlere sahip ise siber risk seviyesi
R_i^{AND}	i bir yaprak düğüm değil ise ve AND (ve) ilişkili çocuk düğümlere sahip ise siber risk seviyesi
x_{id}	Savunmacı i düğümü üzerinde d önlemini alırsa 1, aksi takdirde 0 olan ikili karar değişkeni

Risk Fonksiyonları

$$R_i^y = (T_i * F_i * P_i) * (Z_i * CVSS_i) \quad (2)$$

$$R_i^d = \left\{ T_i * F_i * \left(1 - \text{enb}_{d \in D}(K_{id} Q_{id} x_{id}) \right) * P_i \right\} * \left\{ Z_i * (CVSS_i - \text{enb}_{d \in D}(K_{id} L_{id} x_{id})) \right\} \quad (3)$$

$$R_i^{OR} = 1 - \prod_{i \in \underline{i}} (1 - R_i) \quad (4)$$

$$R_i^{AND} = \text{enk}_{i \in \underline{i}}(R_i) \quad (5)$$

$$\sum_i \sum_d M_{id} x_{id} \leq B \quad (6)$$

Burada Eş. 2 mevcut sistemin risk seviyesini ölçmektedir. Risk bileşenlerinden ilki olan tehdit üç parametre değerinin çarpımıyla elde edilir. Buna göre saldırı ağacı üzerindeki herhangi bir i yaprak düğümü tehditlere yapısı gereği açıksa ($T_i = 1$) saldırganın bu düğüm üzerinden sisteme saldırma olasılığı geçmiş veriler üzerinden hesaplanır ve eğer bir saldırı gerçekleşirse bu saldırının başarılı olma olasılığı ile çarpılarak ilgili düğüm üzerindeki tehdit seviyesi ölçülmüş olur. Risk ölçümünün diğer bir bileşeni olan zafiyet ise ilgili düğümün zafiyeti varsa ($Z_i = 1$) bunun ilgili CVSS skoru ile çarpılması ile ölçülür.

Gerekli savunma önlemleri Eş. 6'da verilen bütçe kısıtına göre alınması durumunda risk seviyesi Eş. 3 kullanılarak hesaplanabilir. Burada Eş. 2'ye benzer şekilde her bir yaprak düğüm için tehdit ve zafiyet seviyeleri çarpılarak risk ölçülür. Ancak, savunmacı tarafından i yaprak düğümü üzerinde uygulanan önlem sayesinde saldırganı caydırma seviyesi saldırı olasılığını azaltacağı için denkleme $F_i * (1 - \text{enb}_{d \in D}(K_{id} Q_{id} x_{id}))$ şeklinde eklenmiştir. Benzer şekilde, savunmacının alacağı önlemler ilgili düğümdeki zafiyet seviyesini düşüreceği için bu durum CVSS skorunun azalması şeklinde $CVSS_i - \text{enb}_{d \in D}(K_{id} L_{id} x_{id})$ denkleme yansıtılmıştır. Burada, aynı düğüm üzerinde birden fazla önlem alındığında bunların caydırıcılık ve zafiyeti azaltma konusunda etkisi genellikle en etkili olanla ölçüldüğü varsayılmıştır. Sonuç olarak, kısıtlı bütçe altında riski en küçükleyecek savunma stratejileri Eş. 3 ve 6 kullanılarak hesaplanır.

Yaprak düğümlerin risk seviyeleri ölçüldükten sonra ara düğümlerin ve nihayet kök düğümün risk seviyesini ölçebilmek için saldırı ağacında yapraklardan düğümlere doğru risk değerleri Eş. 4 ve 5 kullanılarak aktarılır. Eğer, ebeveyn düğümün çocuk düğümleri "OR" (veya) kombinasyonuna sahipse Eş. 4, "AND" (ve) kombinasyonuna sahipse de Eş. 5 kullanılarak risk değerlendirilmesi yapılır. Bu iteratif yaklaşım kök düğümün risk seviyesi hesaplanıncaya kadar sürdürülür. Son olarak, hesaplana kök düğüm risk seviyesi saldırının potansiyel maliyet değeri ile çarpılarak (S) ilgili sistemin siber riski hesaplanmıştır.

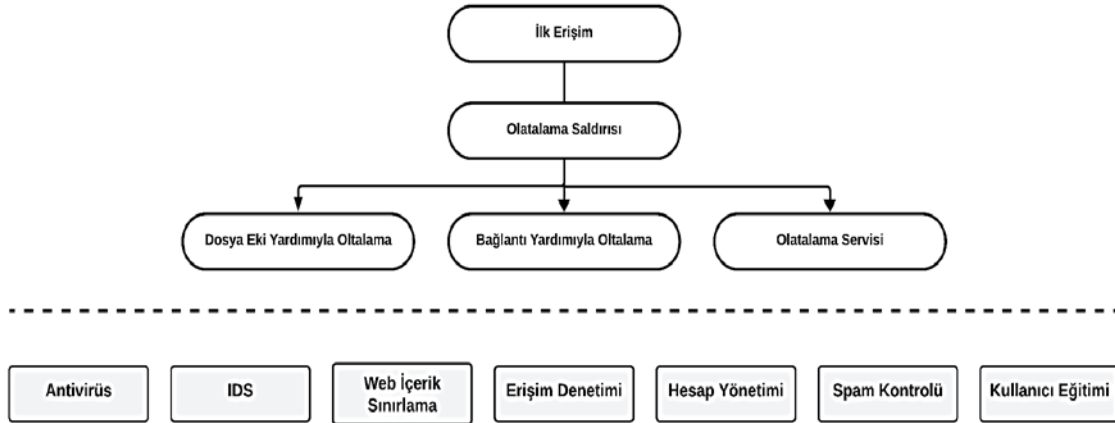
III. BULGULAR VE TARTIŞMA

Bu çalışmada önerilen risk hesaplama ve analiz yaklaşımı ortalama saldırıların oluşturduğu riski hesaplayacak bir örnek uygulama ile bu bölümde sunulacaktır. Ortalama saldırıları internet kullanıcılarının hassas bilgilerini kişilerin güvendiği şahıs veya kurum kimliklerini kullanarak yasal olmayan yollar ile elde etmeyi hedefleyen sosyal mühendislik saldırılarıdır [19]. Proofpoint'in yayınladığı rapora göre 2019 yılında işletmelerin %90'ı ortalama saldırılarına maruz kalmıştır [20]. Bu saldırıların işletmeler üzerinde oluşturduğu risk ihmal

edilemeyecek kadar büyüktür. Bu örnek olay incelemesinde saldırı- savunma ağacı kullanarak ortalama saldırısının sebep olduğu riski hesaplanacak ve analiz edilecektir.

MITRE ATT&CK [21] tarafından yayınlanan işletmeler için taktikler ve teknikler tablosunda ortalama saldırıları ilk erişim taktikleri altında bir teknik olarak listelenmiştir. Bu çalışmada kullanılan saldırı- savunma ağacı da MITRE ATT&CK sınıflandırması temel alınarak oluşturulmuştur.

Şekil 3'te MITRE ATT&CK tarafından tanımlanmış ortalama saldırıları sınıflandırması ve bu saldırılara karşı kullanılan savunma yaklaşımları gösterilmiştir. Şekil 3'teki sınıflandırma ve ilişkilerden faydalanılarak çizilen ortalama saldırısına ait saldırı-savunma ağacı Şekil 4'te gösterilmektedir. Bu örnek çalışmada sistem erişimi tehdidine karşı ortalama saldırılarının oluşturduğu risk hesaplanacaktır. Bu sebeple çizilen saldırı-savunma ağacının kök düğümü olarak ortalama saldırısının hedefi olan sistem erişimi yazılmıştır. Ağacın takip eden seviyesine saldırı hedefine ulaşabilmek için birlikte olması gereken zararlı yazılımın dağıtımını ve bu yazılımın çalıştırılmasını temsil eden çocuk düğümler eklenmiştir. Zararlı yazılımın elektronik posta üzerinden dağıtımını yapabileceğini gösteren düğüm dağıtım kök düğümü altına eklenmiştir. Ayrıca elektronik posta ile dağıtım esnasında kullanılabilecek dosya eklentisi veya bağlantı adresi de birer çocuk düğüm olarak ağaca eklenmiştir.



Şekil 3. MITRE ATT&CK ortalama saldırısı sınıflandırması ve savunma yöntemleri

Ortalama saldırısının başarılı olarak gerçekleşmesi için dağıtım işleminin tamamlanması sonrası zararlı yazılımın çalıştırılması gerekmektedir. Ağaçta çalışma düğümünün altına işlemin kullanıcı tarafından manuel olarak yapabileceğini gösteren çocuk düğüm de eklenmiştir.

Oluşturulan saldırı ağacına ilgili tehditlere karşı kullanılabilecek savunma mekanizmaları uygun seviyelerde eklenerek saldırı- savunma ağacı oluşturulmuştur. Ağacın çizimi sonrası analiz ve hesaplama sürecinde ihtiyaç duyulacak saldırı ve savunma başarı olasılıkları tanımlanmıştır. Risk hesaplamasında kullanılacak tehdit bileşenlerinden tehdit vektörü çizilen saldırı- savunma ağacında suistimal edilebilir tehditler belirlenerek, ilgili tehditlere karşı saldırı olasılıkları hedef kurumun bilgi işlem istatistiklerinden ve saldırı başarı olasılıkları dönemlik siber güvenlik raporları incelenerek çıkarılabilir. Riskin zafiyet bileşenlerinden zafiyet vektörü ilgili tehdidi aktif kılan güvenlik açığı olarak tanımlanıp bilişim sistemi zafiyet taraması sonucu bulunabilir ve etkisi CVSS değerleri

kullanılarak hesaplanabilir. Riskin sonuç bileşeni ise saldırının başarılı olması halinde hedef kuruma maliyeti olarak tanımlanıp, kurum özelinde kullanıcı tarafından girilebilir.

Saldırı ağaçları ile risk hesaplaması sürecinde tehditlere, zafiyetlere ve sonuçlara odaklanılıp savunma mekanizmalarının etkisi genellikle sürece direkt dahil edilmemektedir. Bu çalışmada kullanılan saldırı- savunma ağacı yardımı ile savunma mekanizmaları ağaca eklenebilmiş ve risk hesaplaması sürecine savunma bileşenleri hesaba katılmıştır. Bu bileşenlerden savunma vektörü tehditlere karşı kullanılacak savunma mekanizmalarını, savunucu başarısızlık oranı kullanılan savunma yaklaşımının ilgili tehdiye karşı sistemi koruyamama olasılığını ve savunucu karar vektörü kurumun olası savunma yöntemlerinden hangilerini kullanıldığını belirtir. Hesaplama sürecinde ihtiyaç duyulacak savunma vektörü MITRE ATT&CK veri tabanından, savunucu başarısızlık oranı kullanılan savunma ürünlerinin teknik dokümantasyonu veya yayınlanan performans göstergelerinden ve savunucu karar vektörü kurum bilgi işlem biriminden temin edilebilir.

Şekil 4'te görülen saldırı-savunma ağacında tehdit ve savunma düğümleri i ve d olarak işaretlenmiş ve numaralandırılmıştır. Suistimal edilebilir tehditler ağacın yapraklarında gösterilmiş olup bu yaprakların ata düğümleri saldırının ağaç üzerindeki mantıksal rotasını göstermekte olup risk hesaplamasında etkisi yoktur. Verizon tarafından yapılan bir analize göre başarılı olarak gerçekleşen saldırıların %90'ı ortalama saldırısı içermektedir [22]. Proofpoint'in 2019 da yayınladığı rapora göre ortalama saldırılarının %10'u e-posta eki ile gerçekleşirken %90'ında zararlı bağlantılar kullanılmaktadır. Bu bilgiler ışığında I_5 ve I_6 düğümleri üzerinden saldırı olasılıkları için sırasıyla $F_5 = 0.1$ ve $F_6 = 0.9$ değerleri kullanılmıştır. Graphus tarafından yayınlanan rapora göre gerçekleştirilen ortalama saldırılarının %65'i başarılı olmaktadır [23]. Bu çalışmada ortalama saldırısına katkı sağlayan tehdit düğümleri kullanılarak suistimal gerçekleştirme (exploit) olasılığı P_i değerleri 0.65 kabul edilmiştir. Almanya Friedrich-Alexander Üniversitesinde yapılan bir çalışmaya göre risklerden haberdar olmalarına rağmen kullanıcıların %56'sının ortalama saldırısı dosyalarını çalıştırdığı veya bağlantıları açtığı gözlemlenmiştir [23]. Bağlı olarak I_4 düğümü için F_4 değeri 0,56 olarak kullanılmıştır.

Zafiyet taraması sonucu elde edilecek zafiyetler ile ilişkilendirilebilecek tehdit düğümleri zafiyet vektörü Z 'de 1 olarak işaretlenmiştir. Her bir tehdit düğümü ile ilişkili zafiyetlerden etkisi en yüksek olan CVSS değeri CVSS vektörüne yazılmıştır. Bu çalışmada ortalama saldırılarında sıklıkla suistimal edilen CVE-2017-11882 uzaktan kod çalıştırma ve CVE-2023-35120 siteler arası çağrı sahteciliği (cross-site request forgery) zafiyetlerinin var olduğu varsayılmıştır. Bu zafiyetlerin ilişkili olduğu tehdit düğümleri Tablo 2'de gösterilmiştir.

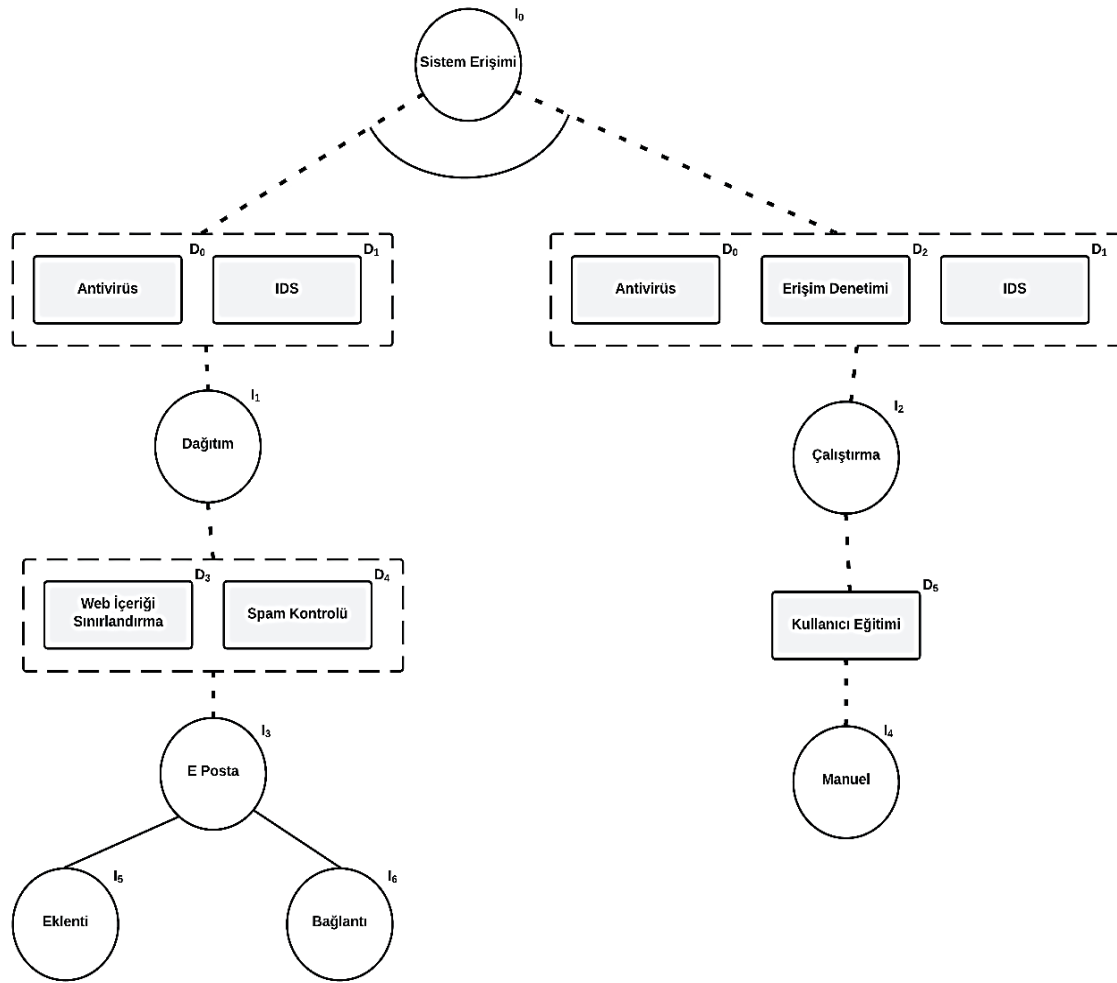
Tablo 2. Zafiyet tehdit düğüm ilişkisi matrisi ve zafiyetlerin CVSS skorları

Zafiyet	I_4	I_5	I_6	CVSS Skoru
CVE-2017-11882	1	1	0	7.8
CVE-2023-35120	0	0	1	8.8

Ağaç üzerinde farklı tehditlere karşı kullanılacak farklı savunma yöntemleri bir bütün olarak sunulmuştur. Savunmacı bu savunma yöntemlerinden bütçesine bağlı olarak uygun olanları sistemine ekleyecektir. Tablo 3'te ağaçta bulunan tehditler ve bu tehditlere karşı kullanılacak savunma yöntemlerinin ilişkilendirilmesi yapılmıştır. Tablo 3'te bir ile gösterilen hücreler bir savunma yönteminin ilgili tehdiye karşı kullanılabileceğini ifade ederken, 0 ile savunma yönteminin ilgili tehdiye karşı bir etki sağlamadığı gösterilmiştir.

Tablo 3. Tehdit-savunma yöntemi ilişki matrisi (K_{id}) ve Q_{id} değerleri

Savunma Yöntemi	I_4	I_5	I_6	Q_{id}
Antivirüs (D_0)	1	1	1	0,90
IDS (D_1)	1	1	1	0,97
Erişim Denetimi (D_2)	1	0	0	0,97
Web İçerik Sınırlama(D_3)	0	1	1	0,98
Spam Kontrolü (D_4)	0	1	1	0,872
Kullanıcı Eğitimi (D_5)	1	0	1	0,79

**Şekil 4:** Ortalama saldırısı saldırı-savunma ağacı

Savunma amaçlı kullanılan yöntemlerin başarısı tehdit ve zafiyet seviyelerini etkileyecektir. Bu çalışmada kullanılan savunma yöntemlerinin başarı seviyeleri, güvenlik raporları, çevrimiçi ürün performans sıralamaları ve akademik çalışma sonuçlarına göre seçilmiştir. AntivirusGuide web sitesinde yayınlanan antivirüs yazılımlarına ortalama saldırılarına karşı verilen başarı değerlendirmesi [24] referans alınarak D_0 değeri %90 kabul edilmiştir. Shah ve Issac'ın [25] gerçekleştirdiği IDS performans kıyaslaması çalışmasında IDS başarısı %97 olarak ölçülmüş olup D_1 savunma düğüm başarısı 0,97 kabul edilmiştir. Qiang vd. [26] sistem kontrol akışlarını takip ederek %97 başarıyla zararlı yazılımları tespit etmiştir ve D_3 değeri buna bağlı olarak 0,97 kabul edilmiştir. Microsoft Araştırma grubu tarafından zararlı web bağlantı tespit çalışmasında Choi vd. [27] %98 başarı elde etmiştir ve bağlı

olarak D_5 değeri 0,98 seçilmiştir. Kaspersky Araştırma grubundan Tushkanov'un raporuna [28] göre ChatGPT gibi büyük dil modelleri kullanarak yapılan spam engelleme çalışmalarında %87,2 başarı elde edilmiş olup D_6 değeri 0,872 seçilmiştir. Verizon tarafından 2016 yılında yapılan çalışma sonuçlarına göre [23] ortalama saldırı başarısı farkındalık eğitimi sonrası %79 azalmıştır. Bu bilgi ışığında da D_7 değeri 0,79 seçilmiştir.

Yapılan örnek olay çalışmasında savunma yaklaşımlarının risk üzerindeki etkisini göstermek için önce savunmasız sistem riski (S_0) hesaplanmıştır. Takip eden senaryolarda farklı savunma karar vektörleri (x_{id}) kullanılarak risk değerleri hesaplanmıştır. Bu senaryolar sırasıyla tüm teknik imkanları kullanarak savunma S_1 , teknik savunmaya ilave kullanıcı eğitimi S_2 ve bireysel kullanıcı için temel risk senaryosu S_3 listelenmiş ve Tablo 4'te gösterilmiştir. Bu senaryolarda kullanılan savunma yöntemlerine bağlı CVSS değerleri Tablo 5'te gösterilmiştir. Bu değerler ilgili zafiyetin CVSS hesap makinesinde baz değerlendirme metriklerinden etki metrikleri değiştirilerek elde edilmiştir. Elde edilen bu sonuçlar tartışma bölümünde detaylı olarak değerlendirilmiştir.

Tablo 4. Çeşitli savunma senaryoları için hesaplanan siber risk seviyeleri (S_0 : Savunmasız durum, S_1 : Yalnız teknik savunma durumu, S_2 : Kullanıcı eğitimi ile desteklenmiş teknik savunma durumu, S_3 : Bireysel kullanıcılar için temel savunma durumu)

Savunma Senaryosu	D_1	D_2	D_3	D_4	D_5	D_6	Risk Seviyesi
S_0	-	-	-	-	-	-	0,28392
S_1	✓	✓	✓	✓	✓	-	0,00721
S_2	✓	✓	✓	✓	✓	✓	0,00579
S_3	✓	-	-	-	✓	-	0,02657

Tablo 5. Farklı savunma senaryolarına bağlı CVSS değer değişim tablosu

Savunma Senaryosu	CVSS ₄	CVSS ₅	CVSS ₆
S_0	7.8	7.8	8.8
S_1	6.6	6.6	7.6
S_2	5.3	5.3	6.3
S_3	7.3	7.3	8.3

IV. SONUÇLAR

Bu çalışma kapsamında saldırı-savunma ağacı kullanılarak siber risk hesaplamasında kullanılacak gerçekçi bir model sunulmuştur. Sunulan modele ait tüm parametrelerin hangi kaynaklardan temin edilebileceği belirtilmiş ve önerilen bu yöntem ortalama saldırılarına karşı risk hesaplaması örnek olay incelemesinde kullanılmıştır.

Çalışma kapsamında yapılan örnek olay incelemesinde kullanılan saldırı-savunma ağacı MITRE ATT&CK referans alınarak oluşturulmuştur. Bu çalışmada gerçekçi sonuçlar elde edebilmek için hesaplamalarda kullanılan parametre değerleri siber güvenlik raporları, ürün değerlendirme çalışmaları ve akademik yayınlardan alınmıştır.

Geliştirilen risk modeli kullanılarak önce ortalama saldırılarına karşı savunmasız bir sistem risk değeri (0,28392) hesaplanmıştır. Daha sonra sırasıyla bu saldırılara karşı kullanılacak yöntemleri kullanan teknik savunma senaryosu ve ilave olarak kullanıcı farkındalık eğitiminin etkisini gösteren senaryolarda risk hesaplaması yapılmıştır. Son olarak bir ev kullanıcısının sahip olduğu temel savunma bileşenlerine bağlı risk hesaplaması yapılmıştır. Elde edilen risk değerlerinin sistem girdileri ile tutarlı olduğu gözlemlenmiştir. Literatür ve internette yaptığımız aramalar, siber risk hesaplamasında standart bir yöntemin olmadığını göstermiştir. Önerdiğimiz risk hesaplama modelinin alanda öncü olacağını öngörmekteyiz.

Ek olarak geliştirdiğimiz bu model bilişim sistemlerin bileşenlerinin sistemin başarılı bir şekilde çalışması için önemleri veya bir saldırıya karşı savunmasızlık düzeyleri açısından ve tehditlerin oluşturduğu tehlike ve olasılıkları açısından önceliklendirilmesine yardımcı olacaktır. Ayrıca, bilişim sistemlerinin yöneticilerine ve mühendislerine, yeterli güvenlik politikalarının geliştirilmesinde, güvenli sistemlerin tasarımında ve genellikle kıt kaynakların rasyonel dağılımında yardımcı olacaktır. Ayrıca güvenlik, iş ve bilişim uzmanları arasındaki iletişimi de kolaylaştıracaktır ve sigorta şirketleri tarafından siber risk sigorta primlerinin hesaplanmasında kullanılabilir.

KAYNAKLAR

- [1] Strupczewski G (2021) Defining cyber risk. *Safety science*, 135, 105143.
- [2] Aldasoro I, Gambacorta L, Giudici P, Leach T (2022) The drivers of cyber risk. *Journal of Financial Stability*, 60, 100989.
- [3] Jamilov R, Rey H, Tahoun A (2021) The anatomy of cyber risk (No. w28906). National Bureau of Economic Research.
- [4] Cremer F, Sheehan B, Fortmann M, Kia AN, Mullins M, Murphy F, Materne S (2022) Cyber risk and cybersecurity: a systematic review of data availability. *The Geneva Papers on risk and insurance-Issues and practice*, 47(3), 698-736.
- [5] Eling M, McShane M, Nguyen T (2021) Cyber risk management: History and future research directions. *Risk Management and Insurance Review*, 24(1), 93-125.
- [6] Sheyner O, Haines J, Jha S, Lippmann R, Wing JM (2002) Automated generation and analysis of attack graphs. In *Proceedings 2002 IEEE Symposium on Security and Privacy* (pp. 273-284). IEEE.
- [7] Nagaraju V, Fiondella L, Wandji T (2017) A survey of fault and attack tree modeling and analysis for cyber risk management. In *2017 IEEE International Symposium on Technologies for Homeland Security (HST)* (pp. 1-6). IEEE.
- [8] Haque MA, Haque S, Kumar K, Singh NK (2021) A comprehensive study of cyber security attacks, classification, and countermeasures in the internet of things. In *Handbook of research on digital transformation and challenges to data security and privacy* (pp. 63-90). IGI Global, Pennsylvania, USA.
- [9] Kordy B, Mauw S, Radomirović S, Schweitzer P (2014) Attack–defense trees. *Journal of Logic and Computation*, 24(1), 55-87.
- [10] Bagnato A, Bíró RK, Bonino D, vd. (2017) Designing swarms of cyber-physical systems: The H2020 CPSwarm project. In *Proceedings of the Computing Frontiers Conference* (pp. 305-312).
- [11] He S, Lei D, Shuang W, Liu C, Gu, Z (2020) Network Security Analysis of Industrial Control System Based on Attack-Defense Tree. In *2020 IEEE International Conference on Artificial Intelligence and Information Systems (ICAIS)* (pp. 651-655). IEEE.
- [12] Rios E, Rego A, Iturbe E, Higuero M, Larrucea X (2020) Continuous quantitative risk management in smart grids using attack defense trees. *Sensors*, 20(16), 4404.
- [13] Guo H, Ding L, Xu W (2022) Cybersecurity Risk Assessment of Industrial Control Systems Based on Order- α Divergence Measures Under an Interval-Valued Intuitionistic Fuzzy Environment. *IEEE Access*, 10, 43751-43765.
- [14] Hyder B, Majerus H, Sellars H, vd. (2022) CySec Game: A Framework and Tool for Cyber Risk Assessment and Security Investment Optimization in Critical Infrastructures. In *2022 Resilience Week (RWS)* (pp. 1-6). IEEE.
- [15] Mondal SK, Tan T, Khanam S, Kumar K, Kabir HMD, Ni K (2023) Security Quantification of Container-Technology-Driven E-Government Systems. *Electronics*, 12(5), 1238.
- [16] Bryans J, Liew LS, Nguyen HN, Sabaliauskaite G, Shaikh SA (2023) Formal Template-Based Generation of Attack–Defence Trees for Automated Security Analysis. *Information*, 14(9), 481.
- [17] Houmb SH, Franqueira VN, Engum EA (2010) Quantifying security risk level from CVSS estimates of frequency and impact. *Journal of Systems and Software*, 83(9), 1622-1634.
- [18] Wu W, Kang R, Li Z (2015) Risk assessment method for cyber security of cyber physical systems. In *2015 First International Conference On Reliability Systems Engineering (ICRSE)* (pp. 1-5). IEEE.
- [19] Jakobsson M, Myers S (Eds.) (2006) *Phishing and countermeasures: understanding the increasing problem of electronic identity theft*. John Wiley & Sons, New York, USA.
- [20] Proofpoint (2020) *State of the Phish An in-depth look at user awareness, vulnerability and resilience*. Web. <https://www.proofpoint.com/sites/default/files/gtd-pfpt-us-tr-state-of-the-phish-2020.pdf> Erişim: 23 Ekim 2023.
- [21] MITRE Corporation (2023) *MITRE ATT&CK*. Web. <https://attack.mitre.org/> Erişim: 23 Ekim 2023.

- [22] GARPUS Kaseya Company (2020) Verizon Says Phishing Still Drives 90% of Cybersecurity Breaches. Web. <https://www.graphus.ai/blog/verizon-says-phishing-still-drives-90-of-cybersecurity-breaches/> Erişim: 23 Ekim 2023.
- [23] GARPUS Kaseya Company (2023) Spear Phishing & Social Engineering. People are your weakest cybersecurity link. What are you going to do about it? Web. <https://www.graphus.ai/resources/spear-phishing-social-engineering/> Erişim: 23 Ekim 2023.
- [24] AntivirusGuide (2023) The Best Anti-Phishing Software Of 2023 Web. <https://bit.ly/TheBestAnti-PhishingSoftwareOf2023> Erişim: 23 Ekim 2023.
- [25] Shah, SAR, Issac B (2018) Performance comparison of intrusion detection systems and application of machine learning to Snort system. Future Generation Computer Systems, 80, 157-170.
- [26] Qiang W, Yang L, Jin H (2022) Efficient and robust malware detection based on control flow traces using deep neural networks. Computers & Security, 102871.
- [27] Choi H, Zhu BB, Lee H (2011) Detecting malicious web links and identifying their attack types. In 2nd USENIX Conference on Web Application Development (WebApps 11).
- [28] Vladislav Tushkanov (2023) What does ChatGPT know about phishing? Web. <https://securelist.com/chatgpt-anti-phishing/109590/> Erişim: 23 Ekim 2023.



Original Paper

**Journal of Innovative Engineering
and Natural Science**

(Yenilikçi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Dergisi)

journal homepage: <https://jiens.org>

Carbon nanotube reinforced LDPE/SAN blend-based binary thermoplastic nanocomposites: thermo-mechanical and electromagnetic interference shielding properties

Onur Divan^a, Ferhat Yıldırım^b, and Volkan Eskizeybek^{a,*}^aDepartment of Materials Science and Engineering, Çanakkale Onsekiz Mart University, Çanakkale 17020, Turkey.^bDepartment of Machinery and Metal Technologies, Biga Vocational School, Çanakkale Onsekiz Mart University, Çanakkale 17020, Turkey.

ARTICLE INFO

Article history:

Received 11 Oct 2023

Received in revised form 14 Dec 2023

Accepted 24 Dec 2023

Available online

Keywords:

Electromagnetic shielding

Multiwall carbon nanotube

Plastic injection

Polymer matrix composite

ABSTRACT

Electromagnetic interference (EMI) is electromagnetic wave pollution emitted from natural or artificial sources, causing damage to users, the mother device, and the surrounding electronic instruments. EMI shielding materials of electrically conductive and flexible thermoplastic nanocomposites are increasingly popular due to their low cost and recyclability. An ingenious material solution is two-phased nanocomposites with distinctive structural and electrical characteristics. This work proposes a binary thermoplastic blend nanocomposite system with better EMI shielding than comparable systems. The thermoplastic blend consists of styrene-acrylonitrile (SAN) and a low-density polyethylene (LDPE) masterbatch compatible with multi-walled carbon nanotubes. The injection molding method was used in the production of nanocomposites. Thermo-dynamic and electromagnetic shielding properties of the nanocomposites were investigated. As the LDPE/MWCNT ratio added to pure SAN increased, the storage modulus decreased as expected, and the storage modulus for the MB50 sample was determined as 1.24 GPa with a 50% decrease. The percolation threshold for the two-phase thermoplastic composite was obtained for the MB50 sample containing 10 wt.% carbon nanotubes. In addition, the MB75 sample containing 15 wt.% carbon nanotubes reached an EMSE value of 37 dB. The outcomes have the potential to be applied to produced materials as structural plate elements or shielding casings in commercial applications.

I. INTRODUCTION

The use of electronic devices with advancing technology, developments in the defense industry, and communication technologies have increased the need for electromagnetic shielding. Electromagnetic interference (EMI) is electromagnetic wave pollution emitted from natural or artificial sources, causing damage to living organisms' health in wide frequency ranges, reducing the operating performance of electronic devices adjacent to the electromagnetic wave source, or destroying stored electronic information. For example, people exposed to electromagnetic radiation for an extended period may suffer from several health problems, such as fatigue, memory loss, acceleration, or slowing of the heartbeat [1, 2]. Protection from electromagnetic waves is becoming more critical due to their adverse effects, and the studies on developing protective materials are increasing [3]. Electrical conductivity is necessary for the material to shield against electromagnetic radiation [4]. Therefore, due to their conductivity properties, metals are widely used to protect against electromagnetic waves. However, metals are heavy, have low environmental stability, tend to corrosion, need to be more convenient in the production phase regarding applicability and processability, and bring essential problems such as sustainability [5]. Researchers are studying next-generation materials for the increasing protection requirements, which can replace traditionally used

*Corresponding Author Tel.: +90-216-218-0018; e-mail: veskizeybek@comu.edu.tr

metals due to their limitations. Therefore, the focus is on low-density, light, robust, chemically resistive, and easily processable materials such as polymers or polymer matrix composites as alternative shielding material [6, 7].

Dielectric ceramics, magnetic oxides/ferrites, semiconductors, metal particles/foams, conductive polymers, conductive carbon black/fibers/nanotubes, and other carbon derivatives like graphene, have all been the subject of extensive research during the last decade [4, 8-10]. However, adding nanoparticles at the high rates required to satisfy the prerequisites for an effective magnetic shield often leads to high costs and poor mechanical properties [11]. On the other hand, the main challenge with low loading of conductive fillers is how to form highly effective conductivity pathways [8, 11]. In recent years, the focus has been on developing nanocomposites at low filler content by controlling the phase morphology and microstructure of the two-phase polymer matrix [8, 12]. The phenomenon of double percolation threshold provides advantages over single-phase polymer composites since it is possible to achieve conductivity improvements in electrical conductivity at low concentrations through selective localization of conductive particles in one of the phases or at the interface [8, 9, 11].

Liebscher et al. studied the dispersion of two types of graphite nanoplates, namely graphene nanoplates (GnPs) and expanded graphite (EG), in polycarbonate (PC)/SAN = 60/40 wt.% polymer blends. The blends were prepared with a two-stage melt-mixing approach, and the melt's rheological and electrical properties were investigated. They reported that, in contrast to expectations, the electrical conductivity values were low for both new mixes when better dispersion was achieved. On the other hand, a better dispersion increased the reinforcing effect, according to the melt rheological studies [13]. In the studies that carbon nanotube (CNT) used as conductive filler, Bizhani et al. prepared the PC/SAN binary blends (60/40) included with multi-walled carbon nanotubes (MWCNTs) using a melt-compounding process [11]. They revealed that the maximum DC electrical conductivity was 0.0834 S/cm, and the maximum shielding efficiency was 25–29 dB at X-band (8.2–12.4 GHz frequencies) for the 1 wt.% MWCNTs reinforcement ratios. In another study, Liebscher et al. studied the electrical and melt rheological properties of MWCNTs reinforced PC and co-continuous PC/SAN blends [14]. They used the melt-mixing process for mixing the polymers and obtained an increase in electrical resistivity near the percolation threshold of PC–CNT composites and (PC + CNT)/SAN blends at increasing CNT dispersion, proving that higher mixing energies required for better dispersion also result in a more severe reduction of the CNT aspect ratio. Darshan et al. studied the immiscible PBS/HDPE polymers by adding CNT as a nanofiller mixed by a melt-mixing process [15]. The rheological tests suggest that the size of dispersed high-density polyethylene (HDPE) droplets decreased by using malleated PE as a compatibilizer, leading to a double-percolated structure. At the same time, CNTs were preferentially distributed in the HDPE phase. Praveen et al. investigated the compositional parameters CoFe₂O₄ and MWCNT/Graphene nanoplatelets reinforced low-density polyethylene (LDPE) polymer given EMI shielding [10]. They declared that 50:5:40:5 ratios were optimal for achieving efficient dielectric, ohmic, and magnetic losses in the X-band for DPE:MWCNT:GNP:CoFe₂O₄ composites. Also, they obtained 49 dB as the maximum total shielding effectiveness at 10.3 GHz.

As mentioned in the literature, developing polymer composites with electrical conductivity is possible by applying conductive nanofillers to two-phase blends [10, 14-16]. However, obtaining stable and homogeneous continuous structures is challenging [6]. Additionally, fillers, such as CNTs, are difficult to disperse in the polymer matrix and are potentially harmful and toxic when used in powder form [16, 17]. To minimize the dispersion and toxicity problems in industrial applications, reactive polymer components known as masterbatches containing high

concentrations of fillers have been developed instead of powder reinforcement materials [17]. This method is called the melt dilution technique. At the same time, masterbatches facilitate nanofiller dispersion and increase homogeneity in a matrix, decreasing health risks due to dust and providing easy shipping and manufacturing processes on injection and extrusion machines [16, 17]. Perie et al. manufactured fine and better homogeneity polymer nanocomposite by mixing masterbatches of low molecular-weight amino-terminated polyamide-6 (PA6) containing ~10-17 wt.% of MWCNT with maleic anhydride functionalized PE at temperatures above melting of PA6 [17]. They also declared the resistivity of the nanocomposites effectively decreases by adding higher ratios of masterbatches. Clemente et al. studied the conductivity, rheology, and morphology properties of MWCNT/PA66/PA6 nanocomposites produced by the melt dilution technique [16]. According to their results, the nanocomposites processed from the PA6 masterbatch give higher stiffness values. The nanocomposites with 50/50 PA66/PA6 ratios provide the highest electrical conductivity results compared to the other ratios. They stated that this result was due to the nanotubes forming well-dispersed large agglomerates in a continuous mixture morphology, and it is emphasized that the lower viscosity of nanocomposites produced from PA6 masterbatch is another essential factor.

Considering the need for innovative and multi-purpose materials, using conductive nanoparticle-reinforced masterbatches can be an efficient and easy production strategy for obtaining electrically conductive polymers that offer a wide range of usage potential, such as EMI shielding. LDPE is a well-known engineering plastic due to its simple, cheap, abundant synthesis process and excellent environmental stability [10]. However, while it is widely used in many areas, using LDPE at conductivity-required applications such as EMI shielding is impossible because it is electrically insulated. Fortunately, as mentioned, conductive particle reinforcement, such as MWCNT, offers a solution to this issue. SAN has higher elastic modules, perfect tensile, rigidity, hardness properties, satisfactory thermal shock, and chemical resistance than LDPE [18]. SAN/LDPE/MWCNT blends have recently been the topic of inquiry, although various recent investigations have demonstrated that subjected the properties of two-phase nanocomposites. In addition, no study has been reported using melt-mixing and melt-dilution manufacturing methodology on SAN and LDPE polymers. This study aims to design, develop, and produce nanocomposites with a thermoplastic matrix with sensible EMI shielding properties by scalable engineering production methods. For this purpose, dual-phase nanocomposites were fabricated using MWCNT-reinforced low-density polyethylene (LDPE) and styrene acrylonitrile (SAN) with melt-mixing and melt-dilution techniques. A hierarchical and compositional parameters nanocomposite structure was produced to gain electromagnetic shielding capability.

II. EXPERIMENTAL METHOD

2.1 Materials

In this study, acrylonitrile SAN 300 (Kumho, South Korea) and LDPE (Plasticyl LPDE2001, Nanocyl, Belgium) masterbatch containing 20wt% multiwalled carbon nanotubes were used as the thermoplastic polymer matrix. The carbon nanotubes that reinforce the LPDE matrix have >90% purity, approximately 9.5 nm inner diameter and 1.5 μm length, and 250-300 m^2/g surface area (Nanocyl NC7000, Belgium).

2.2 Production of LDPE/MWCNT/SAN Nanocomposites

LDPE/MWCNT/SAN nanocomposites were obtained by mixing different ratios of LDPE/MWCNT masterbatch into the SAN matrix (Table 1). The MWCNTs ratio in the two-phase thermoplastic matrix was a maximum of 20 wt% and a minimum of 0 wt% by the plastic injection method. Engel Spex Victory 80 injection molding machine with 25 cm long co-directional twin screw and 800 kN injection molding force was used for plastic injection. In the production of the samples, a temperature profile of 200 °C was uniformly followed in all heating zones. The specimens were injected into stainless steel molds.

Table 1. Compositions and sample codes of the prepared composite samples

Sample	LDPE (%)	SAN (%)	MWCNT (%)
MB0	0	100	0
MB25	20	75	5
MB50	40	50	10
MB75	60	25	15
MB100	80	0	20

2.3 Characterization

Viscoelastic properties of nanocomposites were evaluated using dynamic mechanical analysis (DMA) under dynamic fatigue loading at varying frequencies and temperatures. DMA in three-point bending mode was performed on rectangular specimens ($80 \times 13 \times 3 \pm 0.3 \text{ mm}^3$) using a Mettler Toledo DMA/SDTA861e analyzer according to ASTM D7028-07. The DMA analyses were performed in temperature scan mode ranging from 30 to 130 °C at a constant oscillation frequency of 1.0 Hz with a heating rate of 5.0 °C/min and three repetitions for each specimen.

Using a Perkin-Elmer 8000 TGA instrument, thermogravimetric analysis (TGA) was used to examine the thermal degradation behavior of the nanocomposites with a heating rate of 10 °C/min in a nitrogen environment.

The two-probe method was utilized to measure the electrical conductivity using an OGSM 830B model multimeter according to ASTM D4496-13. Resistance, resistivity, and conductivity values were calculated using Eq. (1), Eq. (2), and Eq. (3), respectively [5].

$$R = \frac{V}{I} \quad (1)$$

$$\rho = \frac{(R \times A)}{l} \quad (2)$$

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad (3)$$

Here, ρ is resistivity, R is resistance (ohms), V is electric potential difference (voltage), A is cross-sectional area (cm^2), l is contact length (cm), and σ is electrical conductivity (S/cm) [5].

A vector network analyzer (ANRITSU VNA MS2028C) and two WR-90 waveguides were used for EMSE measurement at X-band (8.2-12.4 GHz) (Figure 1). Using a sample holder, samples of $10 \times 19 \times 3 \text{ mm}^3$ prepared according to IEEE declaration and ASTM-D 4935 were centralized between the waveguides. Scattering parameters, reflection coefficient (S_{11}), and transmission coefficient (S_{21}) were measured [5, 6, 19]. The total EMSE (SE_{Total}) can be found from the sum of SER (SE reflectance), SEA (SE absorbance), and SEM (SE multiple internal reflections) following Eq. (4) [19, 20]:

$$SE_{Total} (dB) = SE_R + SE_A + SE_M = 10 \log\left(\frac{P_t}{P_i}\right) \quad (4)$$

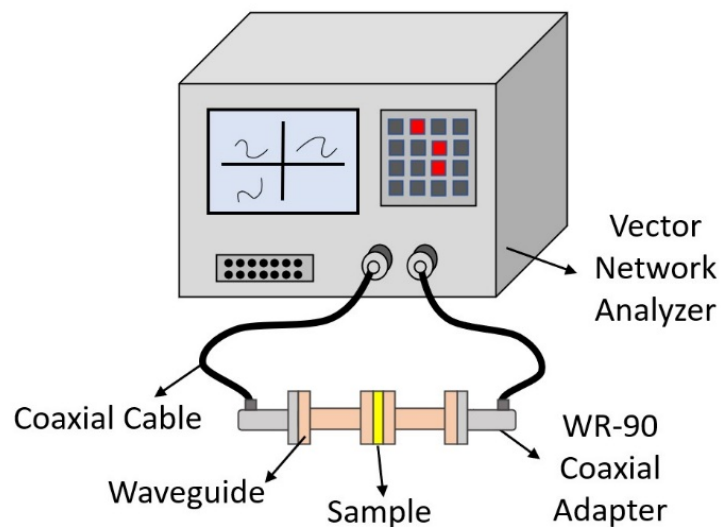


Figure 1. Electromagnetic Shielding (EMSE) Measurement Setup

Here, P_i is the power of the incident, and P_t is the power of the transmitted EM waves. When SE_{Total} is greater than ± 10 dB, SE_M can be neglected. In terms of S parameters, the SE_A (dB), SE_T (dB), and SE_R (dB) parameters can be obtained using the following equations Eq. (5), (6), and (7) [20]:

$$SE_A (dB) = 10 \log\left(\frac{1-S_{11}^2}{S_{12}^2}\right) = 10 \log\left(\frac{1-S_{22}^2}{S_{21}^2}\right) = 10 \log\left(\frac{1-R}{T}\right) \quad (5)$$

$$SE_T (dB) = 10 \log\left(\frac{1}{S_{12}^2}\right) = 10 \log\left(\frac{1}{S_{21}^2}\right) = 10 \log\left(\frac{1}{T}\right) \quad (6)$$

$$SE_R (dB) = 10 \log\left(\frac{1}{1-S_{11}^2}\right) = 10 \log\left(\frac{1}{1-S_{22}^2}\right) = 10 \log\left(\frac{1}{1-R}\right) \quad (7)$$

Here, A is absorbance, T is transmittance, and R is reflectance. The sum of reflectance (R), transmittance (T), and absorbance (A) is always equal to 1 [21, 22].

III. RESULTS AND DISCUSSIONS

3.1 DMA Analysis

DMA analyses were performed to investigate the viscoelastic behavior of MWCNTs-reinforced SAN/LDPE nanocomposites. The maximum energy stored in a material for one oscillation cycle is the storage modulus (E'). It also provides information about the stiffness-temperature relationship and the load-bearing capacity of the material. The storage modulus–temperature curve of SAN/LDPE/MWCNT composites at different frequency levels is presented in Figure 2. As the temperature rises, the modulus values drop. The reduction in E' is associated with softening of the thermoplastic matrix at higher temperatures [19]. Pure SAN (MB0) polymer exhibited the highest storage modulus at room temperature with 2.54 GPa. The storage modulus of the MB25 nanocomposite exhibited a 22.4% decrease compared to the pure SAN sample and was determined to be 1.97 GPa. The storage modulus decreased as the LDPE/MWCNT ratio added to the pure SAN increased. The storage modulus of the MB50 sample was measured as 1.24 GPa with a 50% decrease, and the storage modulus of the MB75 sample was measured as 0.67 GPa with a 73.6% decrease. The storage modulus of the MB100 sample is 0.43 GPa. According to the mixing rule, the storage modulus values obtained coincide with the theoretical calculations.

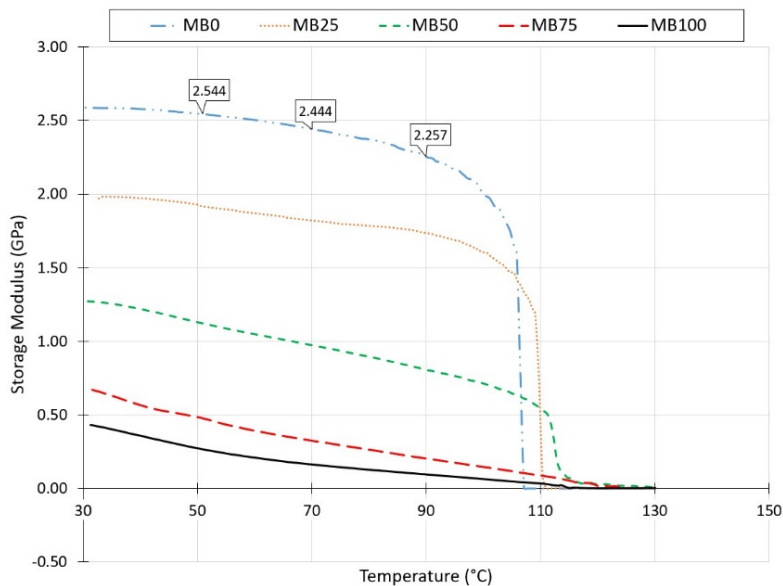


Figure 2. Storage modulus obtained from DMA analysis

DMA analysis results are given comparatively in Table 2. When the glass transition temperatures are compared, the glass transition temperature of the pure SAN sample was determined to be 107 °C. As the amount of LDPE/MWCNT nanocomposite added to the MB0 sample increased, the glass transition temperature increased and reached 130 °C for the MB50 sample. The interaction between the polymer chains and the MWCNTs reinforcements restricted the polymer chains' mobility, which was the main reason for this phenomenon [3].

Interestingly, the glass transition temperatures of the MB75 and MB100 samples were similar to those of the MB50 sample, and it was determined that increasing the ratio of MWCNTs above 10 wt% did not increase the thermal stability.

Table 1. Comparison of storage modulus and glass transition temperature values obtained from DMA analysis

Sample	T _g (°C)	Difference (%)	S. Modulus (GPa)	Difference (%)
MB0	107	-	2.54	-
MB25	111	3.73	1.97	22.44
MB50	130	17.11	1.24	37.05
MB75	130	0	0.67	45.96
MB100	130	0	0.43	35.82

3.2 TGA Analysis

Figure 3 shows the results of the TGA analysis of MB0 and MB100 samples. The degradation of LDPE in sample MB100 started at 450 °C and ended at 530 °C. The mass remaining after thermal degradation in the MB100 sample, which contains 20% MWCNTs, proves the presence of carbon nanotubes (Figure 3a).

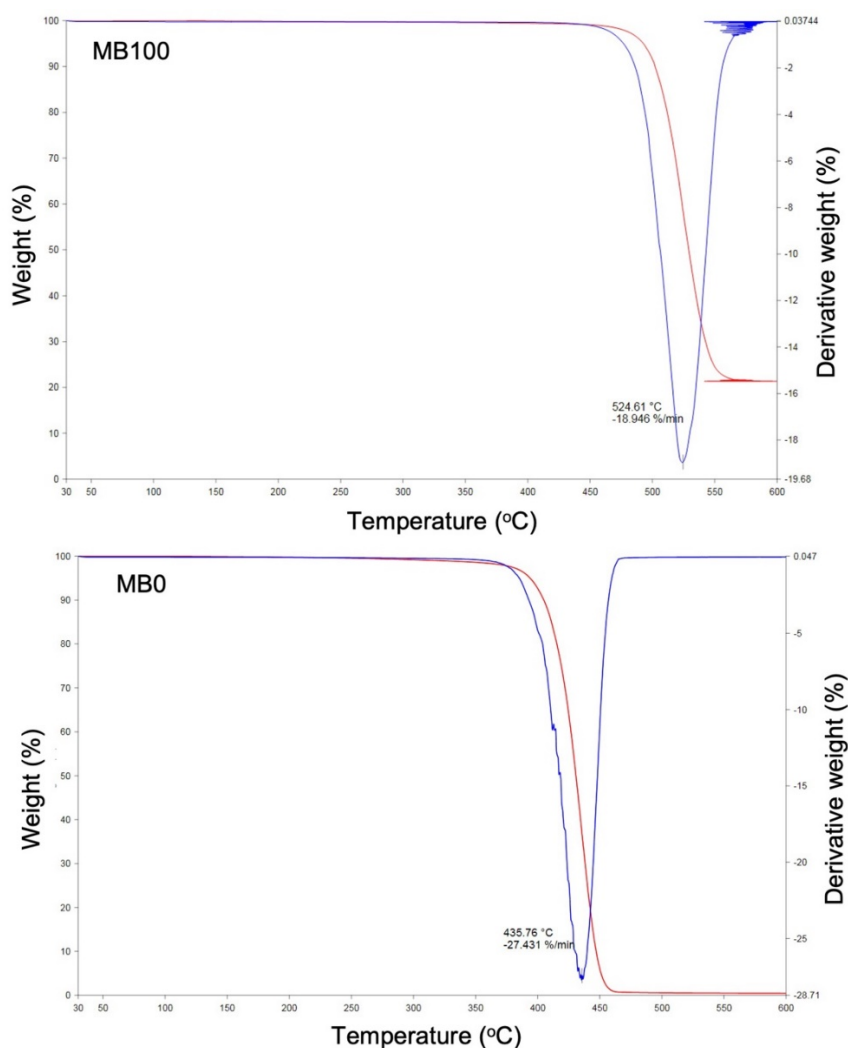


Figure 1. TGA analysis results (a) MB100, (b) MB0

The TGA curve of the MB0 (pure SAN) sample is shown in Figure 3b. Degradation started at 370 °C and ended at 530 °C. The conversion of aromatics starts at 370 °C and continues until monomeric acrylonitrile starts to appear at 405 °C. The C-H vibrations of aromatic species are much stronger than the nitrile vibration. Both aliphatic and aromatic -H vibrations are accompanied by weak nitrile absorption. This continues until the degradation is complete [23].

3.3 Electrical Conductivity and EMSE

Electrical conductivity and resistivity test results are given in Figure 5. The produced materials present various conductivity (and conversely resistivity) values according to the doping ratios and mixing parameters. As expected, the MB0 sample shows completely insulating properties with infinitely large resistivity and zero conductivity values. On the other hand, SAN/LDPE/MWCNT nanocomposites show a balanced property with varying amounts of carbon nanotubes. Accordingly, the resistance values of MB25, MB50, MB75, and MB100 samples are 3.48×10^5 , 858, 134, and 67 Ωcm , respectively. In addition, the conductivity values of MB25, MB50, MB75 and MB100 samples are 0.3×10^{-6} , 0.11×10^{-3} , 0.74×10^{-3} and 0.15×10^{-2} S/cm, respectively. The graphs show that increasing the MB ratio decreases resistivity and, conversely, increases conductivity due to the growing conductive particle chain [11, 19, 24].

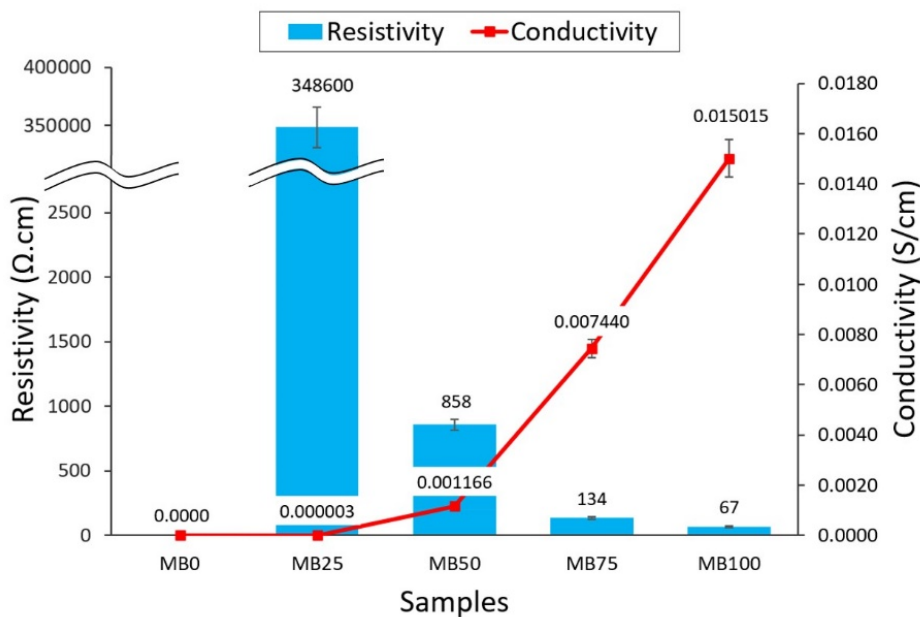


Figure 4. Electrical conductivity and resistivity results

As the MB content increases from 25 to 100 wt.%, the CNT content rises, and the SAN content decreases compared to the total sample percentage. Thus, the trend of reducing resistivity (increasing conductivity) is accelerated. Conductivity increases slightly between 0% and 50% ratio levels, while a significant increase occurs between MB50 and MB100 samples. Therefore, 50% ratio levels can be referred to as the percolation threshold level to change the conductivity characteristic of the composites [5, 25]. The rate of increase in conductivity was calculated

as 1000 times from MB25 to MB50 and 10 times from MB50 to MB100. Increasing the amount of CNT per unit volume promotes the improvement of electron charge transport in the material [19, 25, 26]. The obtained gain proves that electron charge transport occurs through the composite's extensive conductive network formed by CNTs. Thus, the required minimum conductivity level, a prerequisite for electromagnetic shielding, is achieved.

EMSE results as a function of frequency are presented in Figure 5. Sample MB0, i.e., pure SAN, gives an EMSE value of -6.08 dB. This value is normal as the material is intrinsically insulating, and the measurement detected no conductivity. The other samples show similar EMSE characteristics; all samples except sample MB25 reach the commercially required -30 dB EMSE values [19, 27, 28]. The calculated EMSE values of samples MB25, MB50, MB75, and MB100 are -26.44, -35.52, -37.17, and -36.99 dB, respectively. EMSE values increased with the addition of MB due to increased electrical conductivity. The improvement rates for MB25, MB50, MB75 and MB100 were 334%, 484%, 581% and 506% respectively compared to MB0. The material's electrical conductivity is crucial for attenuating EM radiation [19, 29].

Increasing the MB ratio promotes the formation of electrically conductive chains, and high conductivity improves the impedance mismatch between the material surface and air [3, 5, 29]. As mentioned in the conductivity results section, the electrical conductivity increases and the EMSE increases when the MB ratio approaches the threshold level of 50%. As stated in the literature, an electrical conductivity level of about 0.01 S/cm is sufficient as a potential application for EMI shielding [19]. This is supported by the fact that MB50, MB75, and MB100 samples exceed the commercially required EMI shielding level.

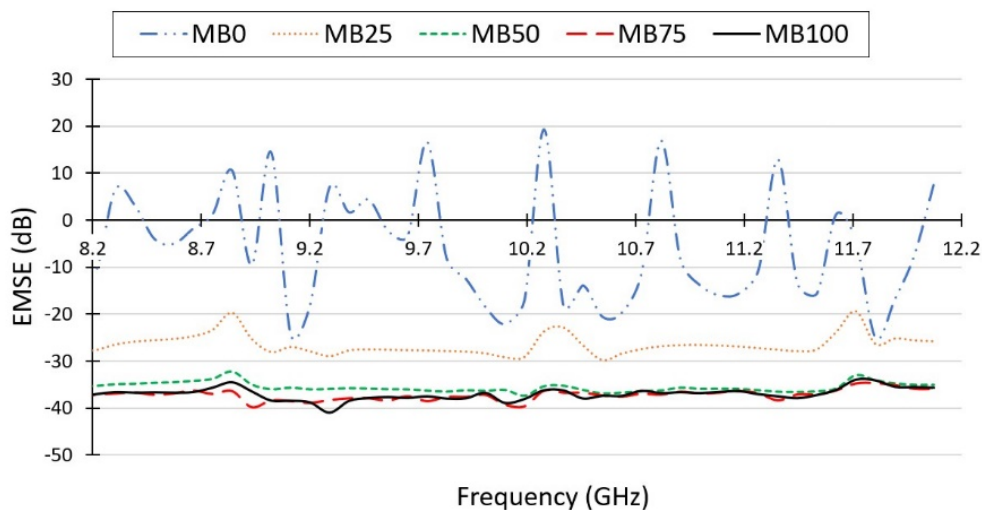


Figure 5. EMSE Results of SAN/LDPE/MWCNT nanocomposites

Figure 6 represents the obtained SEA and SER values of the samples, revealing the primary mechanism of the EM shielding of the produced material. The SEA curves show a similar trend with the obtained EMSE responses. While absorbance curves are clustered around -35 dB, reflectance curves are on the zero line. The SEA and SER curves of the MB0 sample were positioned around zero since the total EMSE value was calculated very low. The SEA and SER values of the MB0 sample were calculated as 0.19 and -6.28 dB, respectively. It is thought that the shiny outer surface of the material causes the reflection.

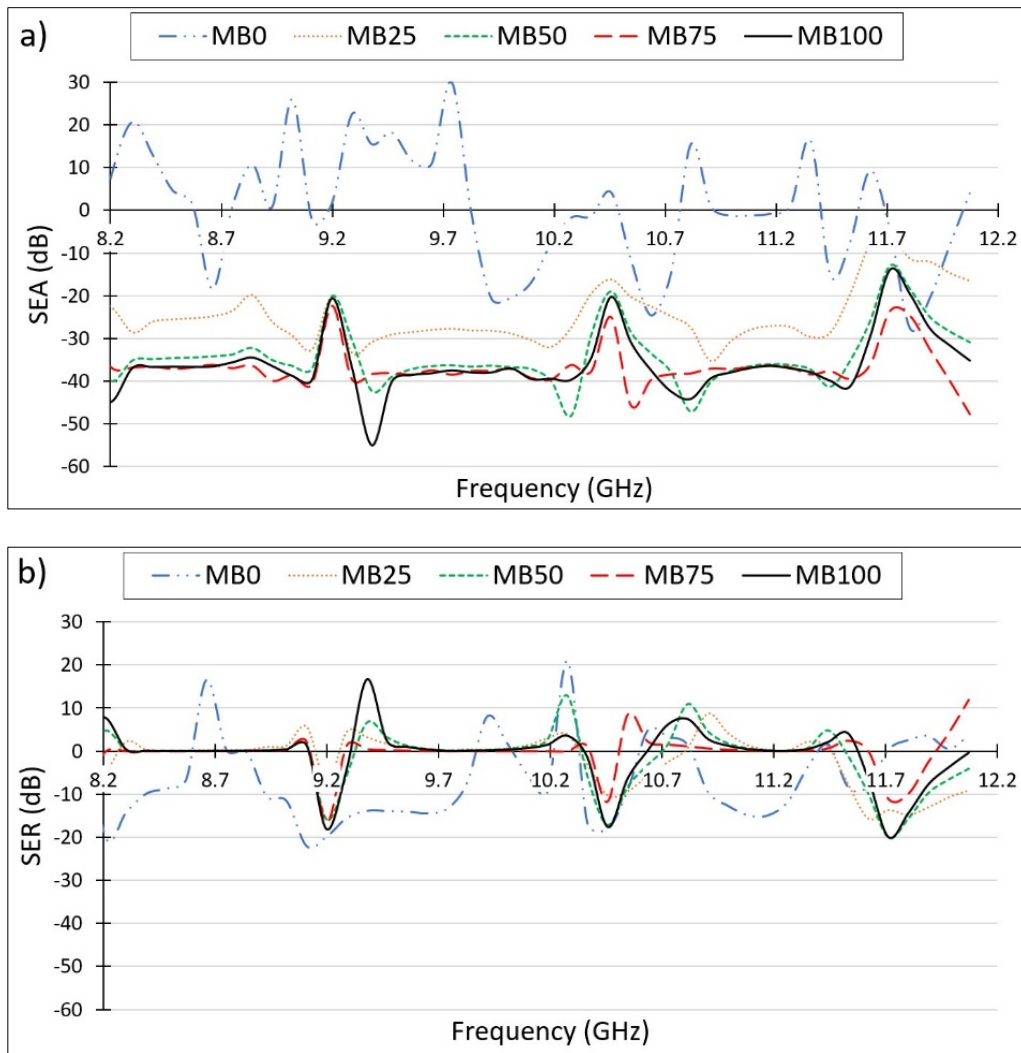


Figure 6.a) SEA, b) SER results of the samples

The SEA values were calculated as -24.48, -34.11, -36.75, and -36.23 dB for samples MB25, MB50, MB75, and MB100 respectively. According to the findings, the percentage of the SEA values compared to the total EMSE was calculated as 92.4, 95.9, 98.8, and 97.9% for samples MB25, MB50, MB75, and MB100, respectively. The SER values were found as -1.96, -1.41, -0.41, and -0.75 dB for samples MB25, MB50, MB75, and MB100, respectively. The calculated values reveal that more than 95% of the shielding performance is due to the absorption mechanism. While the electromagnetic waves are absorbed, they follow the conductive networks inside the material, disappearing into low-value heat [19, 20, 24]. The structure's conductive network size directly affects the absorption capacity. Findings show the manufactured composite can be an excellent alternative to absorbance-dominated EMI materials, primarily required in some sectors such as aviation, defense, etc.

The study aims to add an EMI shielding ability to a permeable structural thermoplastic polymer without complicating its production process. The mixing of MWCNT/LDPE masterbatch with SAN leads to obtaining a structural thermoplastic blend with an excellent EMI shielding performance without drastic changes in its processability, according to the DMA analysis [11, 17, 19].

IV. CONCLUSION

In this study, carbon nanotube-reinforced composites containing two different thermoplastic matrix phases (SAN and LDPE) were fabricated using product engineering processes. The thermo-mechanical and electromagnetic shielding properties of the nanocomposites were investigated. As the LDPE/MWCNT ratio added to pure SAN increased, the storage modulus decreased as expected, and the storage modulus for the MB50 sample was determined as 1.24 GPa with a 50% decrease. The percolation threshold for the two-phase thermoplastic composite was obtained for the MB50 sample containing 10 wt.% carbon nanotubes. In addition, the MB75 sample reaches an EMSE value of 37 dB, offering the potential to be used in commercial applications as shielding cases or structural plate elements. Finally, the primary strategy of the study, combining dilution and mixing production methods, was successfully implemented according to the findings. MWCNT added to LDPE in large amounts could be dispersed in the SAN phase, enabling the material to gain electromagnetic shielding ability, primarily by increasing electrical conductivity.

ACKNOWLEDGE

This work was supported by Çanakkale Onsekiz Mart University the Scientific Research Coordination Unit, Project number: FYL-2022-3841.

REFERENCES

- [1] Park SH, Thielemann P, Asbeck P, Bandaru PR (2009) Enhanced dielectric constants and shielding effectiveness of, uniformly dispersed, functionalized carbon nanotube composites. *Appl Phys Lett* 94:243-111. <https://doi.org/10.1063/1.3156032>
- [2] Şahin Eİ, Emek M (2023) Properties of GdMnO₃/PANI/Ba(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O₃ Composites For Electromagnetic Shielding Applications. *Journal of the Institute of Science and Technology (JIST)* 13(3): 2143-2154. <https://doi.org/10.21597/jist.1268835>
- [3] Jia X, Li Y, Shen B, Zheng W (2022) Evaluation, fabrication and dynamic performance regulation of green EMI-shielding materials with low reflectivity: A review. *Composites, Part B* 233:109652. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2022.109652>
- [4] Zachariah SM, Grohens Y, Kalarikkal N, Thomas S, (2022) Hybrid materials for electromagnetic shielding: A review *Polym. Compos.* 43(5):2507. <https://doi.org/10.1002/pc.26595>
- [5] Ravindren R, Mondal S, Nath K, Das NC (2019) Investigation of electrical conductivity and electromagnetic interference shielding effectiveness of preferentially distributed conductive filler in highly flexible polymer blends nanocomposites. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 118:75–89. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2018.12.012>
- [6] Yıldırım F (2023) Effect of low-velocity impact damage on the electromagnetic interference shielding effectiveness of CFRP composites, *Konya journal of Engineering Science (KONJES)* 11(4):958–972. <https://doi.org/10.36306/konjes.1302313>
- [7] Chen Z, Yi D, Shen B, Zhang L, Ma X, Pang Y, Liu L, Wei X, Zheng W (2018) Semi-transparent biomass-derived macroscopic carbon grids for efficient and tunable electromagnetic shielding. *Carbon* 139:271-278. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2018.06.070>
- [8] Ravindren R, Mondal S, Nath K, Das NC (2019) Prediction of electrical conductivity, double percolation limit and electromagnetic interference shielding effectiveness of copper nanowire filled flexible polymer blend nanocomposites. *Compos B Eng* 16:559-569. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.01.066>
- [9] Morita J, Goto T, Kanehashi S, Shimomura T (2020) Electrical double percolation of polybutadiene/polyethylene glycol blends loaded with conducting polymer nanofibers. *Polymers* 12(11):2658. <https://doi.org/10.3390/polym12112658>
- [10] Praveen M, Karthikeya GS, Krishna RH, Mamatha GM, Manjunatha C, Khosla A, Nagabhushana BM (2022) The role of magnetic nano CoFe₂O₄ and conductive MWCNT/graphene in LDPE-based composites for electromagnetic interference shielding in X-band. *Diamond Relat. Mater.* 130:109501. <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2022.109501>

- [11] Bizhani H, Nayyeri V, Katbab AA, Arani AJ, Nazockdast H (2018) Double percolated MWCNTs loaded PC/SAN nanocomposites as an absorbing electromagnetic shield. *Eur. Polym. J.* 100:209-218. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2018.01.016>
- [12] Bhawal P, Ganguly S, Das TK, Mondal S, Choudhury S, Das NC (2018) Superior electromagnetic interference shielding effectiveness and electro-mechanical properties of EMA-IRGO nanocomposites through the in-situ reduction of GO from melt blended EMA-GO composites. *Composites, Part B* 134:46-60. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.09.046>
- [13] Liebscher M, Domurath J, Saphiannikova M, Müller MT, Heinrich G, Pötschke P (2020) Dispersion of graphite nanoplates in melt mixed PC/SAN polymer blends and its influence on rheological and electrical properties. *Polymer* 200:122577. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2020.122577>.
- [14] Liebscher, M, Domurath J, Krause B, Saphiannikova M, Heinrich G, Pötschke P (2018) Electrical and melt rheological characterization of PC and co-continuous PC/SAN blends filled with CNTs: Relationship between melt-mixing parameters, filler dispersion, and filler aspect ratio. *J. Polym. Sci. Part B: Polym. Phys.*, 56:79-88. <https://doi.org/10.1002/polb.24515>
- [15] Darshan TG, Veluri S, Kartik B, Hsiang CY, Chyou CF (2019) Poly(butylene succinate)/high density polyethylene blend-based nanocomposites with enhanced physical properties – Selectively localized carbon nanotube in pseudo-double percolated structure. *Polym. Degrad. Stab.* 163:185-194. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2019.03.009>.
- [16] Clemente LA, Pernas AA, García X, Dopico S, Abad MJ (2016) Influence of polyamide ratio on the CNT dispersion in polyamide 66/6 blends by dilution of PA66 or PA6-MWCNT masterbatches. *Synth. Met.* 221:134-141. <https://doi.org/10.1016/j.synthmet.2016.07.030>
- [17] Périé T, Brosse AC, Girault ST, Leibler L (2012) Co-continuous nanostructured nanocomposites by reactive blending of carbon nanotube masterbatches. *Polymer* 53 (4):984-992. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2012.01.007>.
- [18] Niknejad AS, Bazgir S, Sadeghzadeh A, Shirazi MMA (2020) Styrene-acrylonitrile (SAN) nanofibrous membranes with unique properties for desalination by direct contact membrane distillation (DCMD) Process. *Desalination* 488:114502. <https://doi.org/10.1016/j.desal.2020.114502>.
- [19] Yıldırım F, Kabakçı E, Şaş HS, Eskizeybek V (2022) Multi-walled carbon nanotube grafted 3D spacer multi-scale composites for electromagnetic interference shielding. *Polym Compos* 43:5690–703. <https://doi.org/10.1002/pc.26885>
- [20] Shukla V (2019) Review of electromagnetic interference shielding materials fabricated by iron ingredients. *Nanoscale Adv* 1:1640–71. <https://doi.org/10.1039/c9na00108e>
- [21] Oraby H, Naeem I, Darwish M, Senna MH, Tantawy HR (2021) Effective electromagnetic interference shielding using foamy polyurethane composites. *Polymer Compos* 42:3077–88. <https://doi.org/10.1002/pc.26040>
- [22] Saini P, Choudhary V, Singh BP, Mathur RB, Dhawan SK (2009) Polyaniline-MWCNT nanocomposites for microwave absorption and EMI shielding. *Mater Chem Phys* 113:919–26. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2008.08.065>
- [23] Suzuki M, Wilkie CA (1995) The thermal degradation of acrylonitrile-butadiene-styrene terpolymer as studied by TGA/FTIR. *Polym Degrad Stab* 47:217–21. [https://doi.org/10.1016/0141-3910\(94\)00122-O](https://doi.org/10.1016/0141-3910(94)00122-O)
- [24] Mutlu G, Yıldırım F, Ulus H, Eskizeybek V (2023) Coating graphene nanoplatelets onto carbon fabric with controlled thickness for improved mechanical performance and EMI shielding effectiveness of carbon/epoxy composites. *Eng. Fract. Mech.* 284:109271. <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2023.109271>
- [25] Chen Y, Pang L, Li Y, Luo H, Duan G, Mei C, Xu W, Zhou W, Liu K, Jiang S. (2020) Ultra-thin and highly flexible cellulose nanofiber/silver nanowire conductive paper for effective electromagnetic interference shielding. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 135:105960. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2020.105960>
- [26] Zeng Z, Chen M, Jin H, Li W, Xue X, Zhou L, Pei Y, Zhang H, Zhang Z (2016) Thin and flexible multi-walled carbon nanotube/waterborne polyurethane composites with high-performance electromagnetic interference shielding. *Carbon N Y* 96:768–77. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2015.10.004>
- [27] Munalli D, Dimitrakakis G, Chronopoulos D, Greedy S, Long A (2019) Electromagnetic shielding effectiveness of carbon fibre reinforced composites. *Compos B Eng* 173:106906. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.106906>
- [28] Peng T, Wang S, Xu Z, Tang T, Zhao Y (2022) Multifunctional MXene/Aramid Nanofiber Composite Films for Efficient Electromagnetic Interference Shielding and Repeatable Early Fire Detection. *ACS Omega* 7:29161–70. <https://doi.org/10.1021/acsomega.2c03219>
- [29] Liang C, Hamidinejad M, Ma L, Wang Z, Park CB (2020) Lightweight and flexible graphene/SiC-nanowires/poly(vinylidene fluoride) composites for electromagnetic interference shielding and thermal management. *Carbon N Y* 156:58–66. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2019.09.044>



Original Paper

**Journal of Innovative Engineering
and Natural Science**

(Yenilikçi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Dergisi)

journal homepage: <https://jiens.org>

Path planning of autonomous mobile robots based on Voronoi diagram and ant colony optimization

 Adem Tuncer **Department of Computer Engineering, Engineering Faculty, Yalova University, Yalova 77200, Türkiye.*

ARTICLE INFO

Article history:

Received 23 Sep 2023

Received in revised form 17 Nov 2023

Accepted 22 Dec 2023

Available online

Keywords:

Path Planning

Voronoi diagram

Ant colony optimization

Autonomous mobile robot

ABSTRACT

Path planning aims to enable autonomous robots to navigate safely and efficiently from a starting point to a target point in challenging and dynamic environments. Path planning in robotics is highly significant and still an ongoing subject of research. The increasing use of robots in various applications such as industrial automation, service robotics, and autonomous vehicles has brought forth the need for reliable and efficient path planning algorithms. The inherent capability of Voronoi diagrams to partition space based on proximity makes them an effective framework for research in path planning. Ant colony optimization, a bio-inspired optimization technique, is based on the foraging behavior of ants and is commonly employed to address the traveling salesman problem and various other combinatorial optimization problems. A hybrid method was adopted in this study by combining a Voronoi diagram and an ant colony algorithm. To create paths for the robot where it can stay as far away from obstacles as possible, a Voronoi diagram was utilized. Additionally, to find the shortest path from the starting point to the destination among these paths, ant colony optimization was employed. The main contribution of the study lies in the combination of the Voronoi diagram for obstacle avoidance and ant colony optimization for finding the optimal path. The combination of these techniques makes an effective contribution to robotic path planning by focusing on ensuring safety by avoiding obstacles while optimizing the shortest path. Experimental studies show that the hybrid method produces successful results for the desired purpose.

I. INTRODUCTION

An important component of autonomous navigation for mobile robots is the planning of a safe and convenient path from a starting point to a target point avoiding obstacles. For path planning, algorithms need to be designed to find the path from the current location of the robots to the destination point they want to go to. While designing the algorithms, information such as sensor data that enables the robot to receive information from the outside world and a map of the environment in which the robot is located are used. Path planning is usually analyzed in two main categories: global path planning and local path planning. Global path planning usually involves the creation of a map and aims to determine the general route from the robot's current location to the target. Local path planning, on the other hand, has the function of correcting and optimizing this global route using instantaneous environmental information. Since mobile robots play important roles in many areas ranging from defense to logistics, health to agriculture, studies on the development of autonomous path planning capabilities are still ongoing. In this context, the development of autonomous path planning systems aims to increase the capacity of mobile robots to adapt to the various challenges and variables they face. Advances in sensor technologies enable mobile robots to perceive their environment more precisely, allowing path planning algorithms to be more effective in complex environments.

*Corresponding author. Tel.: +90-226-815-5347; e-mail: adem.tuncer@yalova.edu.tr

In the literature, there are a number of developed algorithms for path planning of mobile robots. Traditional algorithms such as Dijkstra [1], A* [2] and Probabilistic Road Maps (PRM) [3] are the most fundamental algorithms used in path planning and are still used in certain studies. Additionally, algorithms such as Rapidly-Exploring Random Trees (RRT) [4] and its variants have enabled successful outcomes in path planning for high-dimensional and continuous state spaces. These algorithms excel in environments where information about the surroundings is available and computational cost is not a significant constraint. However, in large-scale or real-time scenarios, these algorithms can become computationally expensive. Heuristic algorithms, which are used as an alternative to traditional algorithms, can obtain effective results in a shorter time in larger and more complex search areas, usually by using heuristic information and working with population-based methods.

Heuristic algorithms also, such as Genetic Algorithms [5], Ant Colony Optimization (ACO) [6], Particle Swarm Optimization (PSO) [7], and Artificial Bee Colony (ABC) [8] have shown promising results in path planning, enhancing navigation performance. GA models the process of natural selection, ACO is inspired by the foraging behaviour of ants, PSO effectively explores search spaces by modelling the social behaviour of particles, and ABC simulates the foraging behaviour of honeybees. These heuristic approaches provide robust and adaptable solutions for challenging path planning problems across many domains. Despite advances in path planning for mobile robots, several challenges remain. Among these challenges, uncertainty and collision avoidance in dynamic environments remains an active area of research. The development of efficient and safe path planning algorithms plays an important role in unlocking the full potential of autonomous mobile robots in different applications and contributing to safer interactions between robots and their environments. Path planning has a bright future as robotics technology advances, including cutting-edge techniques like swarm intelligence and heuristic algorithms, and has a lot of potential to provide safe and effective navigation in challenging real-world situations. Besides, various strategies to mitigate these challenges, such as hybrid methods combining multiple algorithms, are also discussed in the literature.

One fundamental concept in path planning for mobile robots is the representation of the environment. Various techniques, such as occupancy grids, potential fields, and Voronoi diagrams, are employed to model the surroundings and create a digital map. These representations serve as the foundation for generating feasible paths while considering obstacles, restricted areas, and mission objectives. The choice of representation heavily influences the efficiency and accuracy of the path planning process. In this study, a hybrid approach was aimed by combining a Voronoi diagram and an ACO. Unlike grid-based mapping, the robot's continuous environment path planning was performed. Using the Voronoi diagram, paths that the robot can traverse were generated at a distance from obstacles whenever possible, thus minimizing the robot's contact with obstacles and ensuring a safe path planning. Although paths passing through adjacent obstacles were automatically generated by Voronoi, they were ignored and not used in the path planning. Then, the shortest path among all the paths obtained through Voronoi was determined using ACO.

The main contributions of the study are as follows:

- By using Voronoi diagrams, safe paths away from obstacles are created for robots. Thus, the risk of hitting obstacles during the movement of the robot is minimized.

- Thanks to the paths created with Voronoi, the need to control all cells in a cell-based environment is eliminated. Thus, the possible paths for the ant colony optimization are reduced and the computational cost is reduced.

The rest of the paper is organized as follows: the related studies, including both Voronoi diagrams and ACO were given in section 2. Section 3 presents material and methods. Experimental studies were presented in Section 4, and the Conclusions were presented in section 5.

II. RELATED STUDIES

Using Voronoi diagrams for path planning is a topic of interest in the field of robotics. There are many studies in the literature that utilize Voronoi diagrams to generate optimal or near-optimal paths for mobile robots. Candeloro et al. [9] introduced a rapid and dynamic path-planning system for 3-DOF marine surface vessels, particularly in shared environments with other marine vehicles. The method employs Voronoi diagrams to generate initial paths that consider clearance constraints, including land and shallow waters. Wei et al. [10] proposed a novel path planning algorithm based on Centroidal Voronoi Tessellation (CVT) for self-assembly of swarm robots. The algorithm enables swarm robots to autonomously move from initial virtual regions to target virtual regions using a collaborative scheduling approach. Combining Voronoi diagrams with the A* algorithm for path planning has also been presented in the literature [11, 12]. In addition to the A* algorithm, there is also a study in which safe path planning is achieved by combining the Voronoi diagram with the D* algorithm [13]. In another study [14] using Voronoi diagram and RRT as a hybrid, to improve RRT motion planning effectiveness, presented a heuristic path planning approach based on the Generalized Voronoi Diagram (GVD). These studies demonstrate the versatility of Voronoi-based path planning algorithms for autonomous navigation. Researchers are continually looking into and developing new techniques and advancements to increase the efficacy and applicability of Voronoi-based path planning to actual situations.

There are also path planning studies that employ ACO [6, 15]. In both of these studies, a grid-based approach was utilized. However, in this particular case, the algorithm considers all grids when planning the path. There are also studies in which improvements have been made in the ACO to achieve better performance in path planning. Some studies propose to overcome the shortcomings of traditional ACO for solving path planning problems. Liu et al. [16] proposed firstly an adaptive pheromone concentration setting to improve guidance and prevent excessive deviation in the early stages. Secondly, they proposed a novel heuristic mechanism with directional judgment to enhance search efficiency and the smoothness of the planned path. Wu et al. [17] proposed firstly, it incorporates a new heuristic mechanism with orientation information to guide the algorithm more effectively, improving convergence speed. Secondly, an enhanced heuristic function is introduced to optimize path planning. Lastly, a method for unevenly distributing initial pheromone concentration is proposed to prevent blind searching. Miao et al. [6] introduces an improved adaptive ant colony algorithm (IAACO) to address the limitations of the traditional ACO in indoor mobile robot path planning. In another study proposed by Zong et al. [18], the traditional ACO was combined with GA and thus it was stated that the developed algorithm converged faster.

In this study, the computation cost has been reduced by performing path planning solely through the paths identified by the Voronoi diagram, without the need to examine all grids in the workspace. In addition, safe path

planning is aimed at ensuring that the paths on which the robot will move are as far away from obstacles as possible, thanks to the Voronoi diagram. This approach provides a safer path by reducing the potential risks around the robot. Furthermore, it is known that heuristic approaches used in path planning can generate solutions more quickly compared to traditional methods and have lower computational costs. Due to these characteristics, the utilization of ant colony optimization, one of the heuristic approaches, in path planning along with Voronoi diagrams has played a significant role not only in finding the most suitable path but also in further reducing computation costs.

III. MATERIALS AND METHODS

3.1 Voronoi Diagrams

The Voronoi diagram is a powerful geometric tool that partitions the geometric space in a manner that ensures the boundaries of the regions are as far away as possible from all obstacles in the crowded environment [19]. Voronoi diagrams, with their inherent capability to partition space based on proximity, offer a robust framework for path planning studies [9]. Voronoi diagrams excel in path planning by virtue of their boundary characteristics. They are a geometric concept that is mathematically easy to calculate and implement. Therefore, it can be preferred in robotic applications that require fast calculations in real-time systems. The Voronoi cell boundaries constitute optimal routes for path planning purposes. These boundaries serve as navigational paths that maximize distances from obstacles, making them ideal for route optimization and collision avoidance. The Voronoi diagram consists of lines equidistant from points. An example Voronoi diagram for 8 points is shown in Figure 1.

Given a set of points $P = \{P_1, P_2, \dots, P_n\}$, on the plane \mathbb{R}^2 , the Voronoi region of the point P_i is the set of points, which is given in Eq. 1.

$$V_i = \{P \in \mathbb{R}^2 \mid d(P, P_i) \leq d(P, P_j) \forall j \neq i\} \quad (1)$$

where, d denotes the Euclidean distance.

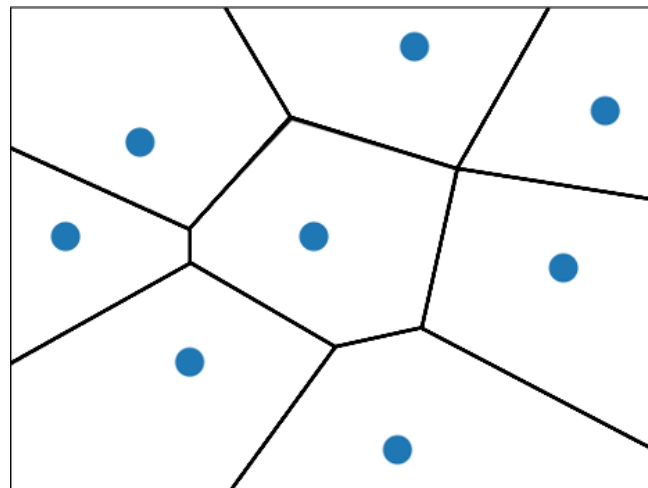


Figure 1. Voronoi diagram example for 8 points

3.2 Ant Colony Optimization

ACO is a bio-inspired meta-heuristic optimization algorithm based on the foraging behavior of ants [20]. Its inspiration from the collective intelligence behavior of real ants renders it an effective approach for a wide range of optimization problems. ACO is commonly utilized to solve combinatorial optimization problems, such as the traveling salesman problem (TSP) or the vehicle routing problem (VRP), as well as for path planning. The algorithm mimics the way real ants search for the shortest path between their nest and a food source, communicating by leaving pheromone trails on the routes they traverse. The strength of the pheromone trail is directly proportional to the path's quality; in other words, the shorter the path, the stronger the pheromone trail. As more ants follow the same path, the pheromone trail becomes more concentrated, making it increasingly likely for other ants to favor it.

In the ACO algorithm for path planning, a colony of artificial ants is generated to study different paths. Each ant builds a solution by probabilistically choosing the next step based on a combination of pheromone information and heuristic information, which represents the desirability of the next step. Heuristic knowledge is often derived from problem-specific information in the TSP, such as the distance between cities. As the ants complete their rounds, their pheromone trails are updated according to the quality of the solutions found. Better solutions contribute more to the pheromone trails and poorer solutions are lost due to evaporation. This process of pheromone updating, and evaporation allows to effectively guide the search process towards better solutions. ACO works iteratively and after several iterations, it is expected to converge towards an optimal or near-optimal solution. The key advantage of ACO is its ability to handle complex, large-scale problems, as well as its robustness to changes in problem instances. It is a powerful algorithm for path planning, especially for optimization problems where finding the optimal solution through exhaustive search is computationally infeasible. However, ACO may require fine-tuning of parameters and can be computationally intensive for large problem sizes.

The process steps of the ACO are briefly as follows: an artificial ant population is initialized to represent potential paths from a start to a target location. Pheromone values are initially assigned equally to all possible paths. The algorithm operates through iterations until a termination condition is met (e.g., a fixed number of iterations or a convergence criterion). During each iteration, ants explore the space guided by both the amount of pheromone and a heuristic function, which provides problem-specific knowledge. Eq. 2 [20] represents the probability of ant k moving from point i to point j .

$$P_{i,j}^k = \begin{cases} \frac{[\tau_{ij}]^\alpha [\eta_{ij}]^\beta}{\sum_{m \in N_i^k} [\tau_{im}]^\alpha [\eta_{im}]^\beta}, & \text{if } j \in N_i^k \\ 0, & \text{otherwise} \end{cases} \quad (2)$$

where τ_{ij} is the amount of pheromone between i and j , η_{ij} is $1/d_{ij}$, where d_{ij} is the distance between i and j . N_i^k corresponds the neighborhood of ant k in node i . α and β are parameters that control the relative relevance of two factors when an ant chooses which path to follow while looking for a solution. α represents how important a pheromone trail is to an ant's decision-making process. When the α value is higher, ants are more likely to focus on using the information in the pheromone trail when making decisions. β denotes the importance of heuristic

information in an ant's decision-making process. A higher β value gives the heuristic information more weight, encouraging ants to explore potential paths based on the problem's structure.

After ants complete their tours, pheromone levels on paths are updated, favoring better paths. All the paths traversed have a certain amount of pheromone added to them. However, just like in the real world where the pheromones released by ants evaporate over time, the algorithm gradually evaporates the amount of pheromone as well. Pheromone updating is given in Eq. 3 and 4.

$$\tau_{ij}(t+1) = (1 - \rho)\tau_{ij}(t) + \sum_{k=1}^m \Delta\tau_{ij}^k(t+1) \quad (3)$$

$$\Delta\tau_{ij}^k(t+1) = \begin{cases} \frac{1}{L^k(t+1)}, & \text{if } k \text{ ant used path } ij \\ 0, & \text{otherwise} \end{cases} \quad (4)$$

where, $\rho \in [0,1]$ is the evaporation coefficient, $\Delta\tau_{ij}$ is the pheromone update amount, m is the number of ants, and L is the path distance between i and j .

Finally, the best path among the solutions found by the ants is selected when the algorithm terminates, typically representing the shortest or optimal solution. Ants are known for their collective intelligence and ability to find the most effective solution through their interactions, using a natural optimization process as they explore the path around their environment. In this way, the behavior of ants has inspired effective algorithms that can be used in various problem domains.

IV. EXPERIMENTAL STUDIES

The proposed hybrid approach by combining the Voronoi diagram and ACO was tested in a workspace with 32 obstacles. Figure 2a depicts the workspace, while Figure 2b illustrates the Voronoi diagram applied to the same workspace. All codes of the proposed hybrid approach are written in Python programming language. The parameters of ACO used in the experimental studies are given in Table 1.

Table 1. The parameters of ant colony optimization

Parameter	Value
Number of ants	20
Number of iterations	50
Evaporation coefficient (ρ)	0.3
Initial Pheromone (τ)	0.5
Alpha (α)	0.5
Beta (β)	0.5

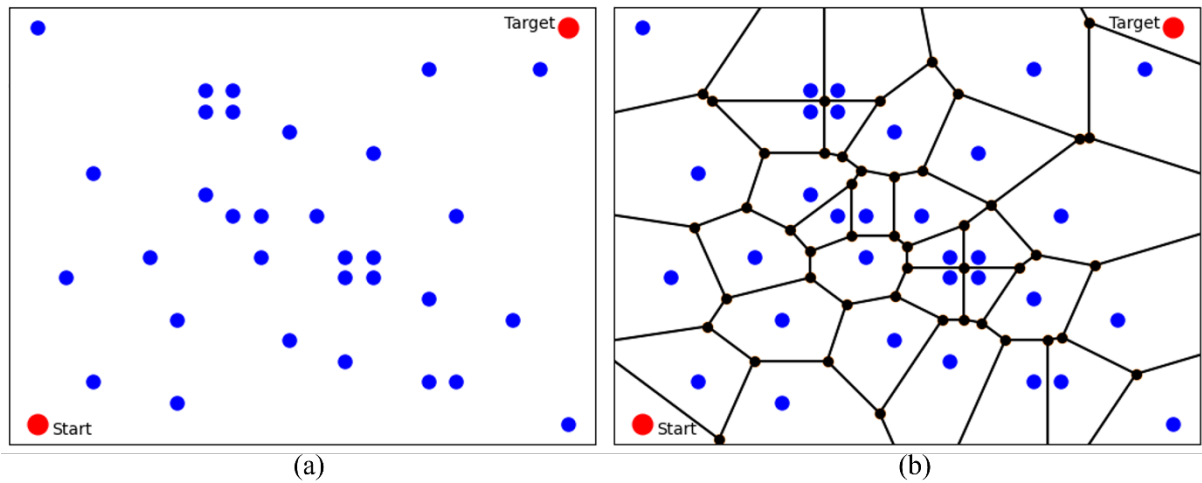


Figure 2. (a) Environment with starting point, target point and obstacles (b) Voronoi diagram of the environment

A safe and shortest path, avoiding obstacles as much as possible found by ACO is shown in Figure 3. The mobile robot moves from the nearest vertex to the starting point to the closest vertex to the target. Voronoi lines passing between adjacent obstacles were ignored during path planning since there was no distance for the mobile robot to traverse. These lines are represented by dashed lines in the figure.

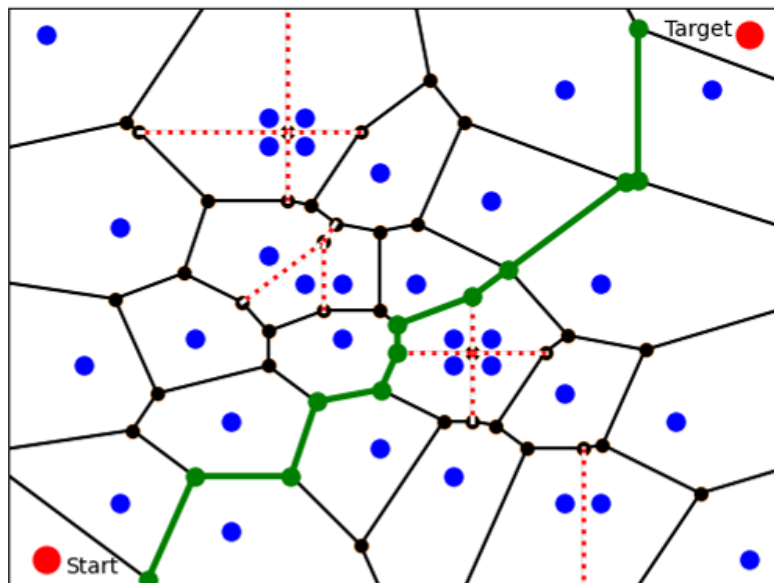


Figure 3. The shortest path using Voronoi diagram and ant colony optimization

The convergence graph of the ant colony optimization is given in Figure 4. As can be seen from the figure, it is understood that the algorithm converges quickly and is effective in solving the problem.

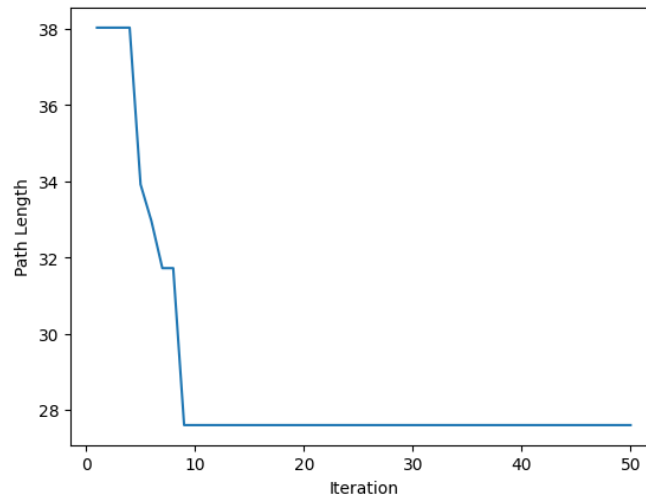


Figure 4. The convergence ant colony optimization

V. CONCLUSIONS

For mobile robots to navigate safely and effectively in a variety of contexts, path planning is a crucial component of autonomous navigation. Effective path planning algorithms are needed to ensure task completion and improve their trajectories. Numerous algorithms are discussed in the literature to address these challenges. Despite improvements, path planning for mobile robots still faces issues, including collision avoidance and handling uncertainty in dynamic situations, which remain active research areas. While these advances are promising, more study has to be done to improve the design of the algorithms in this area, especially with regard to their fast computation speed and robustness in real-world circumstances. As a result, path planning for mobile robots is the cornerstone of autonomous navigation, and therefore path planning for mobile robots continues to be studied to improve the safety and effectiveness of autonomous systems operating in the future.

In this study, a hybrid approach was pursued by combining a Voronoi diagram and an ant colony algorithm. The robot's continuous environment path planning was carried out, as opposed to grid-based mapping. The robot's interaction with obstacles was minimized, and a safe path was planned by using the Voronoi diagram to generate paths that keep the robot as far away from obstacles as possible. Although the Voronoi diagram automatically generated paths that crossed nearby obstacles, these paths were disregarded and not used in the path design. ACO was then employed to find the shortest path among all the paths generated using the Voronoi diagram. According to an experimental study, ACO can be utilized to find the shortest path among the paths generated by the Voronoi diagram that are sufficiently far from obstacles.

REFERENCES

- [1] Dijkstra E W (1959) A note on two problems in connexion with graphs. *Numerische Mathematik*, 1(1): 269-271.
- [2] Tuncer A (2015) Performance Comparison of Genetic Algorithm and A* in Path Planning for Mobile Robots. *International Journal of Advanced Computational Engineering and Networking*, 3: 15-18.
- [3] Kavraki L E, Kolountzakis M N, & Latombe J C (1998) Analysis of probabilistic roadmaps for path planning. *IEEE Transactions on Robotics and automation*, 14(1): 166-171.

- [4] Kothari M & Postlethwaite I (2013) A probabilistically robust path planning algorithm for UAVs using rapidly-exploring random trees. *Journal of Intelligent & Robotic Systems*: 71, 231-253.
- [5] Tuncer A., Yildirim M (2016) Design and implementation of a genetic algorithm IP core on an FPGA for path planning of mobile robots. *Turkish Journal of Electrical Engineering and Computer Sciences* 24(6): 5055-5067.
- [6] Miao C, Chen G, Yan C, & Wu Y (2021) Path planning optimization of indoor mobile robot based on adaptive ant colony algorithm. *Computers & Industrial Engineering*, 156: 107230.
- [7] Zhang Y, Gong D W, & Zhang J H (2013) Robot path planning in uncertain environment using multi-objective particle swarm optimization. *Neurocomputing*, 103: 172-185.
- [8] Çavuş V, Tuncer A (2017) İnsansız Hava Araçları İçin Yapay Arı Kolonisi Algoritması Kullanarak Rota Planlama. *Karaelmas Fen ve Mühendislik Dergisi* 7(1): 259-265.
- [9] Candeloro M, Lekkas A M, Sørensen A J, & Fossen T I (2013) Continuous curvature path planning using voronoi diagrams and fermat's spirals. *IFAC Proceedings Volumes*, 46(33): 132-137.
- [10] Wei H X, Mao Q, Guan Y, & Li Y D (2017) A centroidal Voronoi tessellation based intelligent control algorithm for the self-assembly path planning of swarm robots. *Expert Systems with Applications*, 85: 261-269.
- [11] Liu Z, Gao L, Liu F, Liu D, & Han W (2022, July) Fusion of weighted Voronoi diagram and A* algorithm for mobile robot path planning. In *2022 2nd International Conference on Electrical Engineering and Mechatronics Technology (ICEEMT)*, IEEE, 403-406.
- [12] Ho S L, Lin J K, Chou K Y, & Chen Y P (2022, July) Voronoi Diagram based Collision-free A* Algorithm for Mobile Vehicle in Complex Dynamic Environment. In *2022 IEEE International Conference on Consumer Electronics-Taiwan*, IEEE, 429-430.
- [13] Jiang L, Wang S, Meng J, Zhang X, Li G, & Xie Y (2019, July) A Fast Path Planning Method for Mobile Robot Based on Voronoi Diagram and Improved D Algorithm. In *2019 IEEE/ASME International Conference on Advanced Intelligent Mechatronics (AIM)*, IEEE, 784-789.
- [14] Chi W, Ding Z, Wang J, Chen G, & Sun L (2021) A generalized Voronoi diagram-based efficient heuristic path planning method for RRTs in mobile robots. *IEEE Transactions on Industrial Electronics*, 69(5): 4926-4937.
- [15] Luo Q, Wang H, Zheng Y, & He J (2020) Research on path planning of mobile robot based on improved ant colony algorithm. *Neural Computing and Applications*, 32: 1555-1566.
- [16] Liu C, Wu L, Xiao W, Li G, Xu D, Guo J, & Li W (2023) An improved heuristic mechanism ant colony optimization algorithm for solving path planning. *Knowledge-Based Systems*, 271: 110540.
- [17] Wu L, Huang X, Cui J, Liu C, & Xiao W (2023) Modified adaptive ant colony optimization algorithm and its application for solving path planning of mobile robot. *Expert Systems with Applications*, 215: 119410.
- [18] Zong C, Yao X, & Fu X (2022) Path Planning of Mobile Robot based on Improved Ant Colony Algorithm, *2022 IEEE 10th Joint International Information Technology and Artificial Intelligence Conference (ITAIC)*, Chongqing, China, 1106-1110.
- [19] Aurenhammer F (1991) Voronoi diagrams—a survey of a fundamental geometric data structure. *ACM Computing Surveys (CSUR)*, 23(3): 345-405.
- [20] Dorigo M, Birattari M, & Stutzle T (2006) Ant colony optimization. *IEEE computational intelligence magazine*, 1(4): 28-39.



Araştırma Makalesi

**Journal of Innovative Engineering
and Natural Science**

(Yenilikçi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Dergisi)

journal homepage: <https://jiens.org>

Tarımsal mekanizasyonda kullanılan 30MnB5 bor çeliğinin kaynak sonrası soğutma rejiminin mekanik ve mikroyapı özelliklerine etkisi

Bekir Çevik*

^aBiyosistem Mühendisliği Bölümü, Ziraat Fakültesi, Düzce Üniversitesi, Düzce, 81620, Türkiye.**MAKELE BİLGİSİ***Makale Geçmişi:*

Geliş 3 Ekim 2023

Düzeltilme 24 Kasım 2023

Kabul 28 Aralık 2023

Çevrimiçi mevcut

Anahtar Kelimeler:

30MnB5 çeliği

MAG kaynağı

Soğutma rejimi

Mikroyapı

Mekanik özellikler

ÖZET

30MnB5 çeliği tarımsal mekanizasyon endüstrisinde sertlik, mukavemet, darbe ve aşınma direnci istenen uygulamalarda kullanılabilen bir çelik türüdür. Günümüz endüstrisinde ekonomik faktörlerin giderek önem kazanması tarımsal mekanizasyonda daha uzun ömürlü tarım makinelerinin üretilmesini gerektirmektedir. Bu nedenle tarımsal mekanizasyonda kullanılan söz konusu çeliğin kullanımı ve kaynaklı birleştirilmesi önem arz etmektedir. Bu çalışmada, 30MnB5 çelikleri MAG kaynak yöntemiyle birleştirilmiş ve üç farklı (havada, suda ve yağda) soğutma rejiminde soğutulmuştur. Soğutma rejimine bağlı olarak kaynaklı 30MnB5 çeliğinin mekanik ve makro/mikroyapı özelliklerindeki değişimi tespit etmek için tahribatsız (görsel muayene, sıvı penetrant testi), tahribatlı (darbe, eğme, sertlik testleri) ve metalografik testler yapılmıştır. Görsel muayene ve sıvı penetrant testi sonucunda kaynak dikişlerinde herhangi bir makro ve mikro hataya rastlanmamıştır. Kaynaklı numunelerde soğutma rejimine bağlı olarak mekanik ve mikroyapı özelliklerindeki değişimler gözlemlenmiştir.

Effect of post-welding cooling regime on mechanical and microstructure properties of 30MnB5 boron steel used in agricultural mechanisation

ARTICLE INFO*Article history:*

Received 3 Oct 2023

Received in revised form 24 Nov 2023

Accepted 28 Dec 2023

Available online

Keywords:

30MnB5 steel

MAG welding

Cooling regime

Microstructure

Mechanical properties

ABSTRACT

30MnB5 steel is a type of steel that can be used in the agricultural mechanization industry, where hardness, strength, impact resistance, and wear resistance are required. The increasing importance of economic factors in today's industry requires the production of longer-lasting agricultural machines for agricultural mechanization. For this reason, it is important to use the steel in question in agricultural mechanization and to combine it with welding. In this study, 30MnB5 steels were combined with the MAG welding method and cooled in three different (air, water, and oil) cooling regimes. Non-destructive (visual inspection, liquid penetrant test), destructive (impact, bending, and hardness tests), and metallographic tests were performed to determine the change in the mechanical and macro/microstructure properties of the welded 30MnB5 steel depending on the cooling regime. As a result of the visual inspection and liquid penetrant test, no macro or micro defects were found in the weld seams. Changes in mechanical and microstructural properties were observed in welded samples depending on the cooling regime.

I. GİRİŞ

Malzeme bilimindeki hızlı gelişmeler, tarımsal mekanizasyonda kullanılan malzemelerin çeşitlenmesine yol açmıştır. Bu durum da, tarımsal mekanizasyonda çok farklı tür malzemelerin birbiri ile uyumlu bir şekilde

*Sorumlu yazar. Tel.: +90-380-451-2294; e-mail: bekircelik@duzce.edu.tr

montajlanmasını gerektirmektedir. Tarımsal mekanizasyonda uygun teknik özelliklere sahip malzemelerin seçimi ve bu malzemelerin uygun montaj yöntemleri ile birleştirilmesi tarım makinelerinin daha uzun ömürlü olmasına neden olmaktadır [1, 2]. Ancak, farklı özelliklerde metal malzemeler kullanılarak imal edilen ve tarımsal üretimde önemli rol oynayan makine sistemlerinde veya bu sistemleri oluşturan makine elemanlarında, iyi bir tasarım planlaması yapılması ve en ideal özelliklere sahip malzemeler seçilmesine rağmen, makinenin kullanım sürecinde önceden öngörülemeyen hasarlar ortaya çıkabilmektedir [3, 4]. Çünkü ilerleme hızı, toprak cinsi, yükleme durumu gibi faktörler nedeniyle toprak işleme alet ve makineleri toprakta çalışma sırasında farklı gerilmelere (çekme, basma, eğme, darbe v.s.) maruz kalmaktadır. Özellikle çalışma sırasında toprak işleyici parçaların maruz kaldığı ani darbeler tarım makinesinde kullanılan malzemelerin hasara uğramasına neden olabilmektedir [2, 5].

30MnB5 çeliği tarımsal mekanizasyon endüstrisinde yaygın kullanılan popüler bor alaşımlı bir çelik türüdür [6]. Bor alaşımlı çelikler, çeliğe bor elementinin katılması ile elde edilen üstün özellikli çeliklerdir. Bor elementi çeliklerin sertleşebilirliğine etki etmektedir. Bu nedenle söz konusu çelikler yüksek sertlik ve yüksek aşınma dayanımına sahiptir [7, 8]. Bu tip çeliklerin en temel özellikleri kolay işlenebilirlik ile beraber uygulanan ısı işlemler sonrasında yüksek mekanik özellikler sergilemeleridir. Östenit tane sınırlarındaki bor kalıntıları nedeniyle tane sınırlarında azalan ara yüzey enerjisi çeliklerde sertleşebilirliği arttırmakta, ferrit ve perlitin çekirdeklenmesini geciktirmektedir. Bu durum da, bor alaşımlı çeliklerde hızlı soğuma sonucunda martenzit yapının oluşmasına imkân sağlamaktadır [9, 10]. Bor hızlı soğutulduğunda ve tane içinde çökelti olarak tutulduğu zaman sertleşebilirlik üzerine en büyük etkiyi sağlamış olur [3, 11]. Sergiledikleri üstün özellikler nedeniyle 30MnB5 çeliği, pulluk uç demiri, tırmık diskleri, çizel bıçağı, kültivatör bıçağı, yem karma makinesi bıçağı, silaj bıçağı, rotovator bıçağı, tamburlu çayır biçme makinesi bıçağı gibi tarım makinelerinde ve toprak işleme alet ve makinelerinde zorlu koşullar altında çalışan yapısal parçaların üretimi için yaygın olarak kullanılmaktadır. Ayrıca, madencilik endüstrisindeki aşınmaya dayanıklı kapak plakaları, bıçaklar, tırtıl rayları, astar ve elek plakaları, kırma üniteleri, çeşitli tekerlekli ve tırtıl tekerlekli araçlarının imalatında geniş bir kullanım alanına sahiptir [1, 6, 12]. Bunlara ek olarak, otomotiv üreticileri daha hafif araç yapmak ve darbelere maruz kalabilecek kısımlarda sürücü ve yolcu güvenliğini arttırmak için kullandıkları yapısal parçalarda bor çeliklerini tercih etmektedirler [9, 13].

Tarımsal mekanizasyon uygulamalarında kullanılan yapısal parçalar ve makine elemanları farklı üretim yöntemleri ile üretildikten sonra farklı sökülebilir (cıvata, pim v.s.) ve sökülemeyen montaj yöntemleri (kaynak, lehim, perçin v.s.) kullanılarak bir araya getirilmektedir [3]. Tarım makineleri, kullanımları sırasında birçok farklı yükleme ve zorlanma kuvvetlerine maruz kalmaktadır. Bu kuvvetler altında çalışan tarım makinesinin yapısal bütünlüğünü koruması ve kendisinden beklenen işlevi yerine getirebilmesi için montaj işleminin iyi bir şekilde planlanarak yapılması önem arz etmektedir [1, 4, 5]. Daha yüksek çeki kuvvetleri ile çalışma imkanlarının artması ve ekonomik faktörlerin giderek önem kazanması tarımsal mekanizasyonda da daha uzun ömürlü tarım makinelerin üretilmesini gerekli kılmaktadır. Yüksek mukavemetli malzemelerin tarımsal mekanizasyonda kullanımının artması ile montaj yöntemleri konusundaki çalışmalarda önemini sürdürmektedir [2, 5]. Tarımsal mekanizasyon üretiminde en yaygın kullanılan montaj yöntemlerinden birisi de kaynaklı birleştirmedir. Tarımsal mekanizasyon uygulamalarında farklı kaynak yöntemleri bir arada kullanılabilir [3, 14, 15]. Endüstride paslanmaz çelikler ve yapı çeliklerinin birleştirme işlemlerinde en fazla kullanılanların başında gaz metal ark kaynağı (GMAK) olarak adlandırılan metal inert gaz (MIG) ve metal aktif gaz (MAG) ile gaz tungsten ark (GTAK) diye de adlandırılan tungsten inert gaz (TIG) yöntemleri gelmektedir [16-23]. Bu yöntemler makine donanımı bakımından aynı olmasına karşın kullanılan koruyucu gaz türüne göre farklı isimlerle tanımlanmaktadır. MIG kaynak yönteminde

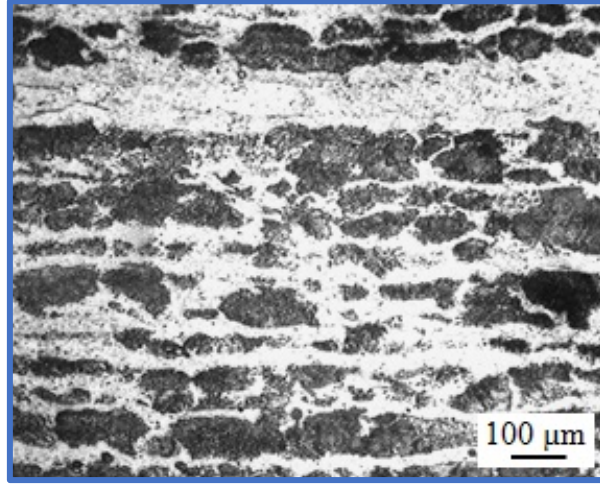
argon (Ar), helyum (He) gazları ve farklı oranlarda karışım gazlar (Ar-He, Ar-CO₂-O₂, Ar-O₂ v.s) kullanılabilir. MAG kaynağında ise aktif bir gaz olan CO₂ gazı kullanılmaktadır [24-31].

Tarımsal mekanizasyon endüstrisinde kullanılan malzeme çeşitlerinin artması ve özellikle günümüzde ekonomik faktörlerin giderek önem kazanması nedeniyle kaynaklı birleştirmede malzeme özelliklerinin maksimum ölçüde korunarak ve ekstra bir işlem (ısı işlem v.s.) uygulamadan üretim yapılması önem arz etmektedir [18-20]. Dolayısıyla kaynaklı birleştirmelerde ilk aranan özellik birleştirmenin dayanımının ana metal ile aynı veya ona yakın olmasıdır [3, 15, 24-27]. Ancak kaynak işlemi sadece kaynak dikişinin kimyasal bileşimini değiştirmekle kalmaz, aynı zamanda termal döngüye maruz kalan ısıdan etkileyen bölgede bazı metalürjik değişiklikler meydana getirir [28-32]. Bu nedenle kaynak işlemi sonrası kaynak bölgesinin soğuma hızı bağlantıların mekanik ve metalürjik özelliklerini etkileyebilmektedir [26, 27, 33, 34]. Kaynaklı birleştirmelerden oluşan tarımsal makine sistemlerinde dinamik ve statik yük etkileri mekanik ve metalürjik özellikleri etkilenen kaynaklı bağlantı bölgelerinde kalıcı iç gerilmelerle beraber bazı zorlamalar meydana getirebilmektedir [1-3]. Farklı gerilmelerin etkisindeki kaynaklı bölgelerde çalışma esnasında çatlama, deformasyonlar hatta hasarlar meydana gelebilmektedir. Kaynaklı birleştirme bölgesinde bu sebeplerden dolayı meydana gelebilecek sorunları telafi edebilecek mekanik özelliklerin araştırılarak ana metal ve kaynaklı bölgelerinin yük altındaki davranışlarının incelenmesi önem arz etmektedir. 30MnB5 çeliğinin ısı işlem, aşınma özellikleri ve darbe dayanımı üzerine birçok araştırma yapılmıştır. Yazıcı vd. [6], yaptığı bir çalışmada, 30MnB5 çeliğini karbonitrasyon işlemi sonrası farklı asitik ortamda korozyon direncini araştırmışlardır. Karbonitrleme işleminin 30MnB5 çeliğinin farklı asitik ortamda korozyon hızını etkilediğini ifade etmişlerdir. Güler vd. [7], yaptıkları bir çalışmada ısı işlemi 30MnB5 bor çeliğinin mikroyapısı ve mekanik davranışı üzerindeki etkisini araştırmışlardır. Bazı ısı işlem parametrelerinin 30MnB5 çeliğinin mekanik özelliklerini önemli ölçüde geliştirebileceğini ifade etmişlerdir. Queirós vd. [8], yaptıkları bir çalışmada 30MnB5 çeliğine uygulanan subkritik tavlama ve su verme işleminin aşınma özelliklerine etkisini araştırmışlardır. Subkritik tavlama ve su verme işleminin 30MnB5 çeliğinin aşınma özelliklerini arttırdığını belirtmişlerdir. Yazıcı [10], yaptığı bir çalışmada, gaz karbonitrleme işlemlerinin 30MnB5 çeliğinin aşınma karakteristiklerine etkilerini araştırmıştır. Karbonitrasyon işlemi uygulanan 30MnB5 çeliği numunelerin toplam aşınma ağırlığı kaybının ve toplam aşınma boyutu kaybının geleneksel ısı işleme kıyasla azaldığını rapor etmiştir. Yaakob vd. [35], yaptıkları bir çalışmada gaz metal ark kaynağı ile birleştirilen bor çeliğinin mikroyapı ve mekanik özelliklerine ısı işleminin etkisini araştırmışlardır. Isıl işlem görmüş numunenin mikroyapısının tamamen martenzite dönüştüğünü ve tane sınırlarında mikro boşluklar nedeniyle ısıdan etkilenen bölgede taneler arası kırılmalar olduğunu rapor etmişlerdir.

Yapılan literatür taramasında 30MnB5 çeliği ile ilgili çalışmaların genellikle ısı işleme bağlı olarak aşınma ve mekanik özellikleri konusunda olduğu görülmüştür. Bu çeliğin kaynak işlemi sonrası soğutma rejimine bağlı kaynak bölgesinin mekanik ve metalürjik özellikleri konusunda araştırmaların yetersiz olduğu değerlendirilmiştir [1, 3, 7, 9, 10, 36-39]. Bu amaçla özellikle tarımsal mekanizasyon endüstrisinde sıkça kullanılan 30MnB5 çeliği malzemeler MAG kaynak yöntemi ile birleştirilmiş ve kaynak işlemi sonrası farklı soğutma rejimleri ile soğutulmuştur. Farklı soğutma rejimlerinin kaynaklı bağlantılara etkisini belirlemek amacıyla eğme, darbe ve sertlik testleri uygulanmıştır. Ayrıca, farklı soğutma rejimlerine bağlı olarak kaynak metali ile ısıdan etkilenen bölgede (IEB) meydana gelen mikroyapıları ve tane morfolojisi değerlendirilmiştir.

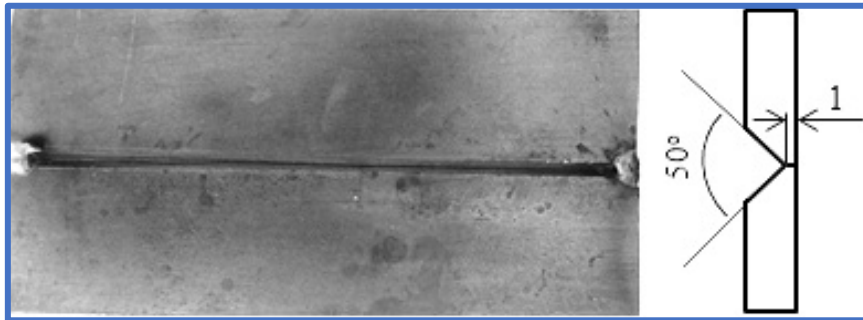
II. DENEYSEL METOT

Bu çalışmada, 30MnB5 çeliği (EN 10083-3:2006) malzemeler 200×50×5 mm ebatlarında hazırlanmıştır. 30MnB5 çeliğinin optik mikroskop ile çekilmiş mikroyapısı ferrit + perlit olup, optik mikroskop fotoğrafı Şekil 1’de verilmiştir. Açık renkli mikro tanelerin ferrit, koyu renkli mikro tanelerin ise perlit olduğu görülmektedir. Mikro tanelerin haddeleme doğrultusu yönünde uzamış oldukları görülmektedir.



Şekil 1. 30MnB5 çeliği mikroyapısı

Kaynak işlemi için kullanılacak olan kaynak teli çapı ve ark boyu göz önünde bulundurularak her bir çelik levhaya 25° ve birleştirilecek levhalar yan yana konulduğunda 50° olacak şekilde V kaynak ağı açılmıştır. Birleştirilecek levhalar uç noktalarından puntalanmıştır. Şekil 2’de 30MnB5 çeliği levhaların hazırlanış ölçüleri (şematik) ve punta ile sabitlenmiş durumları verilmiştir. Kaynağa hazır hale getirilen levhalar MAG kaynak yöntemi ile birleştirilmiştir. 30MnB5 çeliği ve kaynak telinin kimyasal bileşimleri ve mekanik özellikleri Tablo 1’de verilmiştir.



Şekil 2. Kaynak ağızı makro görüntüsü

Kaynak işlemlerinde, su soğutmalı gazaltı kaynak makinesi (GKM 420-2W) kullanılmıştır. Kaynaklı birleştirmeler % 100 CO₂ koruyucu gaz atmosferinde 1.2 mm çapında SG2 kaynak teli (EN ISO 14341-A) kullanılarak

yapılmıştır. Tablo 2’teki kaynak parametreleri kullanılarak kaynak işlemleri yatay pozisyonda yapılmıştır. Kaynak parametre değerleri yapılan ön çalışmalar sonucu belirlenmiştir. Kaynak işlemi biten numunelere havada (HS), suda (SS) ve endüstriyel yağ (EYS) su verme işlemi uygulanmıştır. Kaynak sonrası kaynaklı numunelerinin makro görüntüleri Şekil 3’de verilmiştir. Kaynak işlemleri biten numuneler, yüzey kusurlarının belirlenmesi için öncelikle TS EN ISO 17637 standardına göre gözle muayene ve TS EN ISO 23277 standardına göre sıvı penetrant testi yapılmıştır.

Tablo 1. Ana malzeme ve kaynak telinin kimyasal bileşimi ve mekanik özellikleri (wt. %)

30MnB5 çeliği							
C	Mn	Si	P	S	Cr	Ti	B
0.27-0.33	01.15-1.45	0.4	0.025	0.035	0.05-0.3	0.015-0.06	0.0008-0.005
SG2 kaynak teli							
C	Mn	Si					
0.08	1.5	0.85					
Ana malzeme ve kaynak telinin mekanik özellikleri							
	Akma Dayanımı (MPa)	Çekme Dayanımı (MPa)	% Uzama				
30MnB5 çeliği	360	560	24				
SG2 kaynak teli	440	540	30				

Tablo 2. Kaynak parametreleri

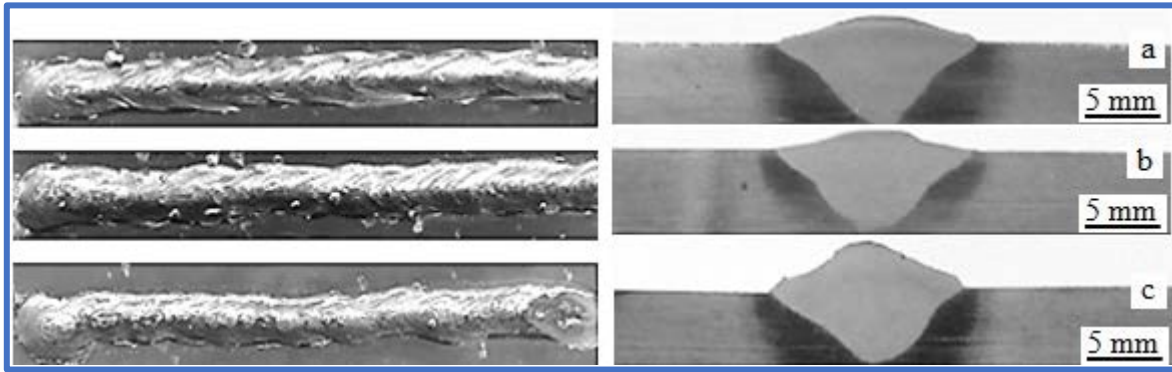
Kaynak akımı	165 A	
Kaynak voltajı	25 V	
Tel hızı	5 m/dk	
Kaynak hızı	5 mm/s	
Gaz debisi	12 l/dk	
Kaynak teli kalınlığı	1.2 mm	
Soğuma rejimi	Havada Soğutma (HS)	(20±2 °C)
	Suda Soğutma (SS)	(20±2 °C)
	Endüstriyel Yağda Soğutma (EYS)	(20±2 °C)

Kaynaklı numunelere metalografik testlerin yanı sıra, eğme, darbe ve sertlik testi gibi mekanik testler yapılmıştır. Üretilen kaynaklı levhalardan 3'er adet eğme, 3'er adet darbe, 1'er adet mikroyapı ve sertlik numunesi hazırlanmıştır. Eğme test numuneleri ise TS 282 (EN 910) standardına göre üretilmiştir. Darbe test numuneleri TS EN ISO 9016 standardına göre hazırlanmış ve 2 mm derinliğinde U çentik açılmıştır. Çentik yapı çapı 1 mm'dir. Eğme testlerinde Instron 3369 model eğme test cihazı kullanılmıştır. Eğme testleri 60 mm destek açıklığında ve 5 mm/dk test hızında yapılmıştır. Darbe testleri için Time ticari markalı JB-W300 serisi test makinesi kullanılmıştır. Mikroyapı ve sertlik numunelerine zımparalama ve parlatma işlemleri uygulanmıştır. Hazırlanan numuneler % 2'lik nital çözeltisi ile dağlanmış. Metalografik incelemeler Metkon Inverted Tip metal mikroskobu kullanılarak yapılmıştır. Kaynaklı numunelerin kaynak dikiş merkezi ve geçiş bölgeleri mikroyapısal olarak incelenmiştir. Sertlik testleri kaynak yönüne dik kesitten alınan numuneler üzerinde (yatay doğrultuda) Time TH 300 marka sertlik test cihazı ile 1/16" çelik bilye ile 100 kgf yük 10 s süre ile uygulanarak yapılmıştır. Sertlik ölçümleri kaynak merkezinden başlamak üzere malzeme kesit kalınlığının merkezi boyunca her iki tarafa 2 mm aralıklarla toplam 15 noktadan alınmıştır.

III. BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1 Gözle Muayene

Üretilen kaynaklı numunelerde kaynak fazlalığı, yanma oluşu, distorsiyon ve makro çatlak v.s olup olmadığı TS EN ISO 17637 standardına (gözle muayene) göre incelenmiştir. Şekil 3'te gözle muayenesi yapılan 30MnB5 çeliği kaynaklı numunelerin kaynak yüzeylerinin görüntüleri ve nüfuziyetleri verilmiştir. CO₂ gazı ile yapılan kaynak işlemlerinde bir miktar sıçrantıların olduğu gözlenmiş olmasına rağmen tüm kaynak dikişleri düzgün bir görünümde oluşmuştur. Gazaltı kaynak işlemlerinde koruyucu gazın cinsi kaynak dikişinin mekanik ve metalürjik özellikleri üzerine etki eden en önemli faktörlerden birisidir. Ancak, koruyucu gazlar kaynak işlemi sırasında sıçramalar nedeniyle meydana gelen kayıplar üzerinde de etkilidir [1, 28, 30, 31]. Sıçramalar nedeniyle kaynak bölgesi mekanik yöntemlerle temizlemesi gerektiğinden zaman, enerji ve maddi kayıplara neden olmaktadır [38]. Kaynaklı dikiş yüzeylerine yapılan gözle muayene işlemi sonucunda makro enine ve boyuna çatlak, yanma oluşu, gözenek, krater çatlağı v.b makro kaynak hatası görülmemiştir. Kaynaklı parçalarda enine veya boyuna doğrultuda açılmal distorsiyon oluşmamıştır. Görsel muayene sonucunda kaynak işlemleri sonrasında uygulanan soğutma rejimlerinin 30MnB5 çeliği malzemelerin kaynak dikişlerinde herhangi bir makro hataya neden olmadığı belirlenmiştir.



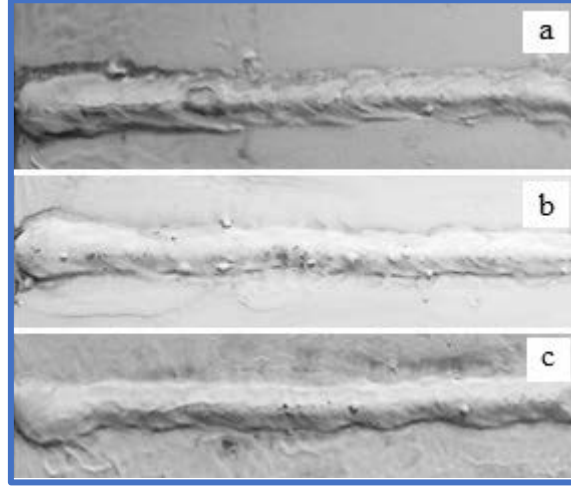
Şekil 3. Kaynaklı dikişlerinin makro görüntüleri, a) HS b) SS, c) EYS

3.2 Sıvı Penetrant Testi

Sıvı penetrant testi ile kaynak dikişlerinde görsel muayene tespit edilemeyen yüzeye açık mikro çatlak, mikro gözenek v.s. gibi kaynak hatalarının olup olmadığı TS EN ISO 23277 standardına göre incelenmiştir. Şekil 4'te sıvı penetrant testi yapılan 30MnB5 çeliği kaynaklı numunelerin kaynak yüzeylerinin görüntüleri verilmiştir. Sıvı penetrant testi uygulanan kaynaklı numunelerin detaylı incelenmesi sonucunda yüzeye açık kılcal çatlak, makro ve mikro gözenek gibi kaynak hatalarına rastlanmamıştır.

Endüstriyel uygulamalarda kaynak dikişlerinin kalite kontrolü en önemli aşamalardan birisidir. Tarım makinelerinin kullanımları sırasında özellikle montaj bölgeleri (kaynak, cıvata v.s.) birçok farklı yüklemeye ve zorlanma kuvvetlerine maruz kalmaktadır [1, 2]. Bu kuvvetler altında çalışan tarım makinelerinin kaynaklı birleştirmeleri makine sisteminin yapısal bütünlüğünü koruması ve kendisinden beklenen işlevi sorunsuz bir şekilde yerine getirebilmesi için kaynak dikişlerinin kalite kontrol süreçlerinden geçmesi önem arz etmektedir [1,

4, 5]. Bu nedenle tarım makinelerinde kullanılan çeliklerin ark kaynak işlemlerinde ilk aranan şart kaynak dikişlerinde mekanik bir zorlanma karşısında hasara neden olabilecek kaynak hatalarının olmamasıdır [3, 38]. Yapılan sıvı penetrant testi sonucunda kaynak işlemleri sonrasında uygulanan soğutma rejimlerinin 30MnB5 çeliği malzemelerin kaynak dikişlerinde herhangi bir mikro çatlak, mikro gözenek veya başka bir mikro hataya sebep olmadığı belirlenmiştir.



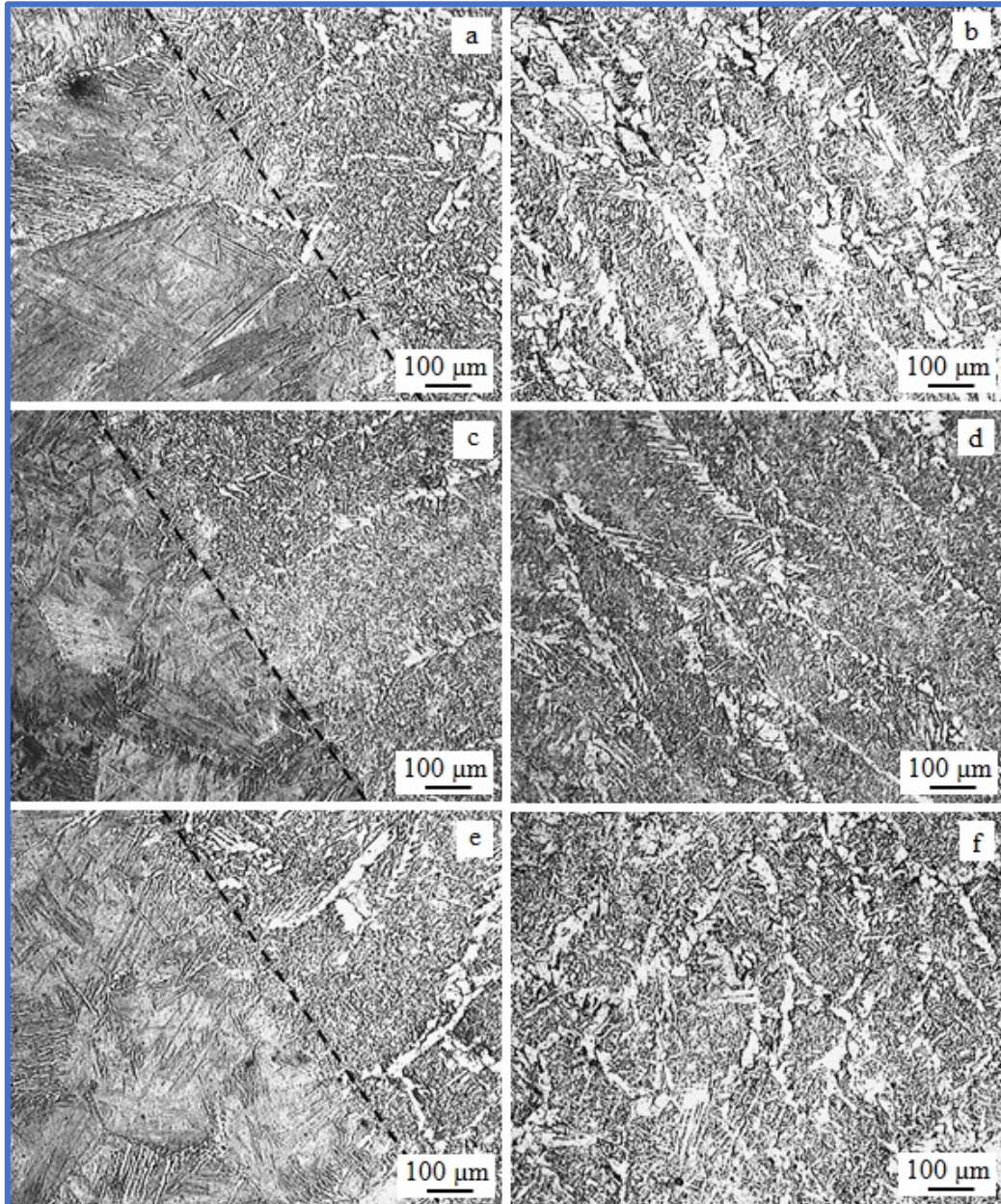
Şekil 4. Sıvı penetrant testi uygulanmış kaynaklı numuneler, a) HS, b) SS, c) EYS

3.3 Mikroyapı

Çalışmada kullanılan 30MnB5 çeliğinin mikroyapısı ferrit ve perlit fazlarından oluşmaktadır. Aynı kaynak parametreleri kullanılarak yapılan kaynak işlemleri sonrasında soğutma rejimine bağlı oluşan ısıdan etkilenen bölge (IEB) ve kaynak metaline ait mikroyapılar Şekil 5’te görülmektedir. Her üç soğutma rejiminde de IEB ve kaynak ergime sınırına bitişik bölgelerde birbirlerinden farklı görüntüler oluşmuştur. Öncelikle kaynak işlemi sırasında ortaya çıkan ark sıcaklığı esas metalin ferrit + perlitten oluşan yapısını kısmi olarak ergiterek kaynak teli ile birlikte kaynak metalini oluşturmuştur. Kaynak işlemi sırasında ergimeyen ancak yüksek sıcaklığa maruz kalan kaynak metaline komşu bölgede (IEB) esas metalin ferrit + perlitten oluşan yapısı yüksek ısı girdisi nedeniyle çözülmüştür. Ancak farklı soğuma rejimleri uygulanarak soğuma hızına bağlı olarak kaynak bölgesindeki bu çözünme ve dönüşümler sınırlandırılmıştır. Isı girdisinin etkisiyle birlikte karbonun difüzyonu ve soğuma farklılıkları birbirine göre farklılık içeren mikroyapı değişimlerine neden olmaktadır [39-41]. Soğutma rejimine bağlı olarak havada soğutulan kaynaklı numunenin IEB tane boyutu soğuma hızının etkisiyle suda ve endüstriyel yağda soğutulan numunelere nazaran daha kaba ve kolonsal tanelerden oluşmuştur. Suda soğutulan kaynaklı numunenin IEB tane boyutu soğuma hızı daha fazla olması nedeniyle diğer soğutma rejimlerine nazaran daha ince olduğu belirlenmiştir. IEB’lerdeki mikro taneler incelendiğinde soğuma hızına bağlı olarak yoğun olarak poligonal ferrit, levhalı ferrit, tane sınırı ferriti, Widmanstatten ferrit, az miktarda ise asiküler ferrit, beynit ve perlit gibi farklı yapıların olduğu gözlemlenmiştir. Suda soğutulan kaynaklı numunenin IEB tanelerinde iğne şeklinde martanzite benzer yapılarında olduğu gözlemlenmiştir (Şekil 5 c). IEB’lerde bölgesel olarak farklı yapıların oluşması ısı girdisine ve soğuma hızına bağlıdır. Literatürde [1, 3, 25-28, 38-43], çeliklerin kaynak metalinde ve

IEB'de soğuma hızına bağlı olarak oluşan yapılar, tane sınırı ferriti, Widmanstatten ferrit, asiküler ferrit, beynit ve perlit olabileceği ifade edilmektedir.

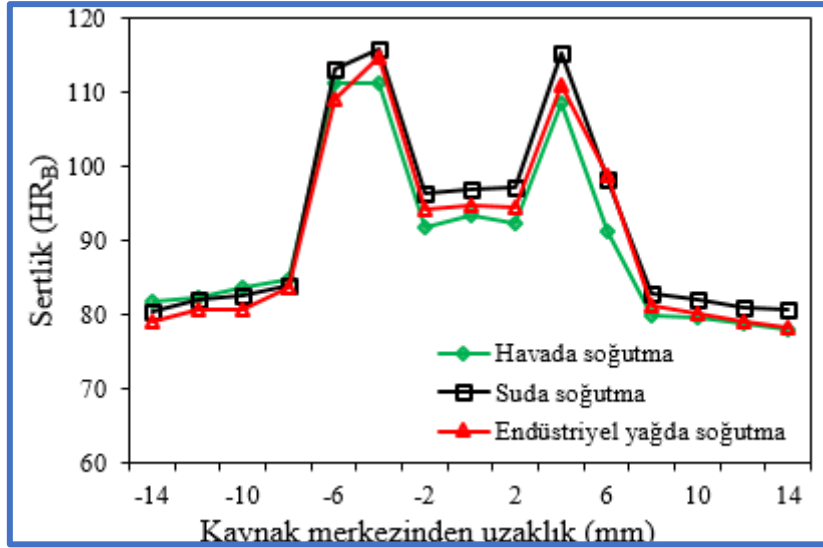
Her üç soğutma rejiminde oluşan kaynak metali mikroyapıları incelendiğinde ağırlıklı olarak tane sınırı ferriti, Widmanstatten ferrit ve asiküler ferrit ve beynit yapılarının oluştuğu gözlemlenmiştir (Şekil 5 b, d ve f). Ancak soğutma rejimine bağlı olarak kaynak metalinde oluşan bu yapıların miktarı ve boyutları belirgin bir şekilde farklılık göstermiştir. Havada soğutulan kaynaklı numunenin kaynak metalinde yavaş soğuma hızı nedeniyle tane sınırı ferriti, Widmanstatten ferrit ve asiküler ferrit ve beynit taneleri daha kaba boyutta oluşmuştur. Endüstriyel yağda soğutma da ise soğuma hızı havada soğutmaya göre artığından dolayı kaynak metalinde oluşan bu yapıların boyutları biraz daha küçülmüştür. Suda soğutmada ise en yüksek soğuma hızı nedeniyle kaynak metalinde oluşan bu yapılar daha da ince boyutlarda oluşmuştur. Dolayısıyla da suda soğutma kaynaklı numunenin soğuma hızını arttırmış ve mikro tanelerin kabalaşmasına fırsat vermemiştir.



Şekil 5. IEB ve kaynak metali mikroyapıları, a ve b) HS, c ve d) SS, e ve f) EYS

3.4 Sertlik Sonuçları

Şekil 6'da 30MnB5 çelik levhaların MAG kaynak yöntemi ile birleştirilmesi sonrası farklı soğutma rejimlerinde soğutulan kaynaklı numunelerinin kaynak bölgesi (ana metal, IEB, kaynak metali) sertlik dağılımı verilmiştir. Her üç soğutma rejimi ile soğutulan kaynaklı birleştirmelerde kaynak bölgesi sertlik dağılımı M şeklinde olmuştur. 30MnB5 çeliğinin sertlik ortalaması ~80 HR_B olarak tespit edilmiştir. Kaynaklı birleştirmelerde en yüksek sertlik değerleri IEB'lerde ölçülmüş ve onu sırasıyla kaynak metalleri ve esas metaller takip etmiştir. Suda soğutulan kaynaklı numunenin kaynak merkezi sertlik değerlerinin havada ve yağda soğutulan numunelere nazaran daha yüksek olduğu belirlenmiştir. Havada soğutulan numunenin kaynak metali merkezinin sertlik değerleri 92.4 HR_B, suda soğutulan ve endüstriyel yağda soğutulan numunelerin ise sırasıyla 97.3 HR_B ve 94.3 HR_B olarak ölçülmüştür. Kaynaklı numunelerin IEB'lerinde sertlik değerleri kıyaslandığında, havada soğutulan kaynaklı numunede ortalama 109.9 HR_B, suda soğutulan kaynaklı numunede 115.6 HR_B, endüstriyel yağda soğutulan kaynaklı numune de ise 112.9 HR_B sertlik değeri belirlenmiştir. Bor, karbür yapıcı etkisinden dolayı kaynak bölgesinde yüksek sıcaklığa maruz kalan IEB'lerin tane sınırlarında soğuma hızına bağlı olarak çok ince tane sınırı bor karbürleri (Fe₂₃(B,C)₆) oluşturabilmektedir [2, 6, 10, 33, 44]. 30MnB5 çeliklerin bünyesinde bulunan bor elementi, çok kuvvetli karbür yapıcı olması nedeniyle bu çeliklerin sertliğini arttırıcı etkisi bulunmaktadır [3, 37, 44, 45]. Borlu çeliklerin içyapısındaki dönüşüme etki eden diğer bir faktör, bu çeliklerin bünyesinde bulunan çözünebilir ve bileşik oluşturmamış bor miktarıdır [6, 11, 35]. Borlu çeliklerin içeriğindeki çözünebilir bor miktarı kaynak bölgesinin soğuması sırasında östenitin ferrite dönüşümünü geciktirici etki yapmaktadır [1, 35]. Bu durumda da kaynak bölgesinin soğuması sırasındaki dönüşümler daha düşük sıcaklıklarda gerçekleşmektedir. Dönüşümün daha düşük sıcaklıklarda gerçekleşmesi yapıda büyük oranda martenzit ve beynitten oluşan bir yapı ortaya çıkartmaktadır [33, 40, 44, 46]. Soğutma rejimine bağlı olarak soğuma hızındaki artış kaynak bölgesinde martenzit ve çok ince tane sınırı bor karbürlerin oluşmasına neden olduğu ve bu durumda 30MnB5 çeliğin IEB'lerindeki yüksek sertlik değerlerine etki ettiği ve arttırdığı düşünülmektedir. Yaakob vd. [35], gaz metal ark kaynak yöntemi ile birleştirdikleri 22MnB5 borlu çeliğin kaynak bölgesinde IEB'lerin sertliğinin kaynak metallerinin sertliğinden daha yüksek olduğunu ve bu duruma da kaynak işlemi sırasında oluşan ısı girdisinin mikroyapı dönüşümüne neden olduğunu ifade etmişlerdir. Çeliklerin kaynağında IEB'de çatlamaya karşı tedbir olarak kaynak bölgesinin sertliğinin 350 HV'yi (~109 HR_B) geçmemesi tavsiye edilmektedir [3, 24-28]. Tarım makineleri kullanımı sırasındaki ilerleme hızı, toprak cinsi, yükleme durumu gibi faktörler nedeniyle özellikle montaj bölgeleri aynı anda çok farklı gerilmelere maruz kalmaktadır. Uygun mekanik özelliklere sahip montaj bölgeleri tarım makinelerinin yapısal bütünlüğünü koruyarak daha uzun ömürlü olmasına neden olmaktadır. Aksi takdirde, tarım makinelerinin kullanım sürecinde önceden öngörülemeyen hasarlar ortaya çıkmaktadır [1, 4, 5]. Bu durum da hammadde zaman, iş gücü ve ekonomik kayıplara neden olmaktadır. Soğutma rejimine bağlı olarak kaynaklı numunelerin IEB'lerinin sertliği kritik sertlik değerini aştığından dolayı çatlama hassasiyetine dikkat etmek gerekir.



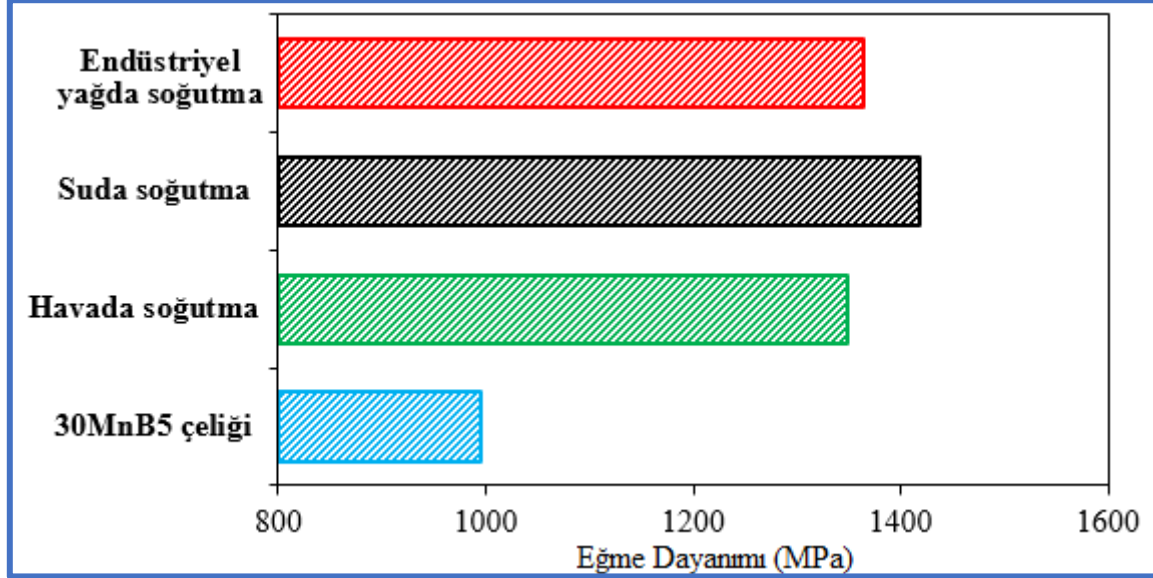
Şekil 6. Kaynaklı numunelerin sertlik dağılımı

3.5 Eğme Test Sonuçları

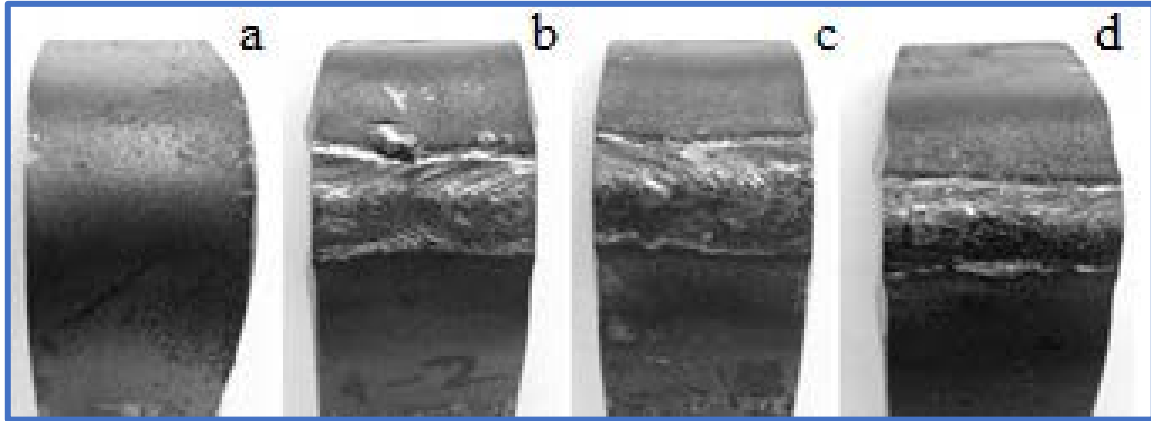
Şekil 7’de 30MnB5 çelik levhaların MAG kaynak yöntemi ile birleştirilmesi sonrası farklı soğutma rejimlerinde soğutulan kaynaklı numunelerinin eğme test sonuçları verilmiştir. Yapılan eğme testi sonucunda 30MnB5 çeliğinin maksimum eğme dayanımı 994.7 MPa olarak belirlenmiştir. Eğme testi sonucunda ana metallerin yüzeylerinde deformasyonun sebep olduğu herhangi bir çatlama, kırılma v.s gibi problemlere rastlanmamıştır. MAG yöntemi ile birleştirilmesi sonrası farklı soğutma rejimlerinde soğutulan kaynaklı numunelerin eğme dayanımları ana metalden daha yüksek çıkmıştır. Kaynak sonrası havada soğutulan kaynaklı numunenin eğme dayanımı 1349.3 MPa olarak belirlenmiştir. Bu numunenin eğme dayanımında ana metale göre % 35.6 oranında bir artış meydana gelmiştir. Kaynak sonrası suda soğutulan kaynaklı numunenin eğme dayanımı 1417.5 MPa olarak belirlenmiş ve ana metal ile kıyaslandığında eğme dayanımında % 42.5 oranında artış olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca, kaynak sonrası endüstriyel yağda soğutulan kaynaklı numunenin eğme dayanımı ise 1364.3 MPa olarak belirlenmiştir. Bu numunenin eğme dayanımı ana metal ile kıyaslandığında % 37.1 oranında bir artış meydana gelmiştir.

Kaynak dikişlerinin eğme dayanımına kaynak ağız konfigürasyonu, koruyucu gaz türü, elektrot örtü tipi, kaynak teli türü, ısı girdisi, birleştirilen malzemenin metalürjik özellikleri ve kimyasal kompozisyonu gibi birçok faktör etki etmektedir [1, 25, 26, 28]. MAG kaynak yöntemi ile birleştirilen 30MnB5 çeliğin kaynak bölgesinin soğuması sırasındaki dönüşümler sonucu oluşan yapılarının (martenzit, beynit v.s) varlığı ve IEB’lerin sertliğinin kaynak metallerinin sertliğinden daha yüksek olması farklı soğutma rejimlerinde soğutulan kaynaklı numunelerin eğme dayanımı artırmıştır. Eğme testi uygulanan kaynaklı numunelerin yüzeylerinde eksik metal yığılması, yanma oluşu kusuru, gözenek, makro ve mikro çatlak v.b kaynak kusurları ile kaynak dikişlerinde yetersiz nüfuziyet gibi kaynak kusurlarının olmaması, eğme testi sırasında kaynaklı numunelerin başarılı bir şekilde deforme edilmesine neden olmuştur (Şekil 8). Eğme dayanımını arttırıcı bir diğer etkende kaynak kepi nedeniyle kaynak dikişinin kesit kalınlığının ana metalden daha yüksek olmasıdır [25, 26, 30]. Çünkü kesit kalınlığının fazla olması birim alana etkiyen kuvvete etki etmiştir. Bu durumda kaynak dikişlerinin eğme dayanımının ana metalden daha yüksek olmasına neden olmuştur. Ark kaynaklarında ilk aranan özelliğin birleştirmenin mekanik özelliklerinin ana metal

ile aynı veya ona yakın olmasıdır [3, 24, 28]. Eğme testlerinde elde edilen sonuçlara göre kaynaklı numunelerin bu şartı yerine getirdiği ve kaynaklı numunelerde deformasyon nedeniyle herhangi hasarın (eğilme çatlakları v.s) oluşmadığı belirlenmiştir.



Şekil 7. Eğme test sonuçları



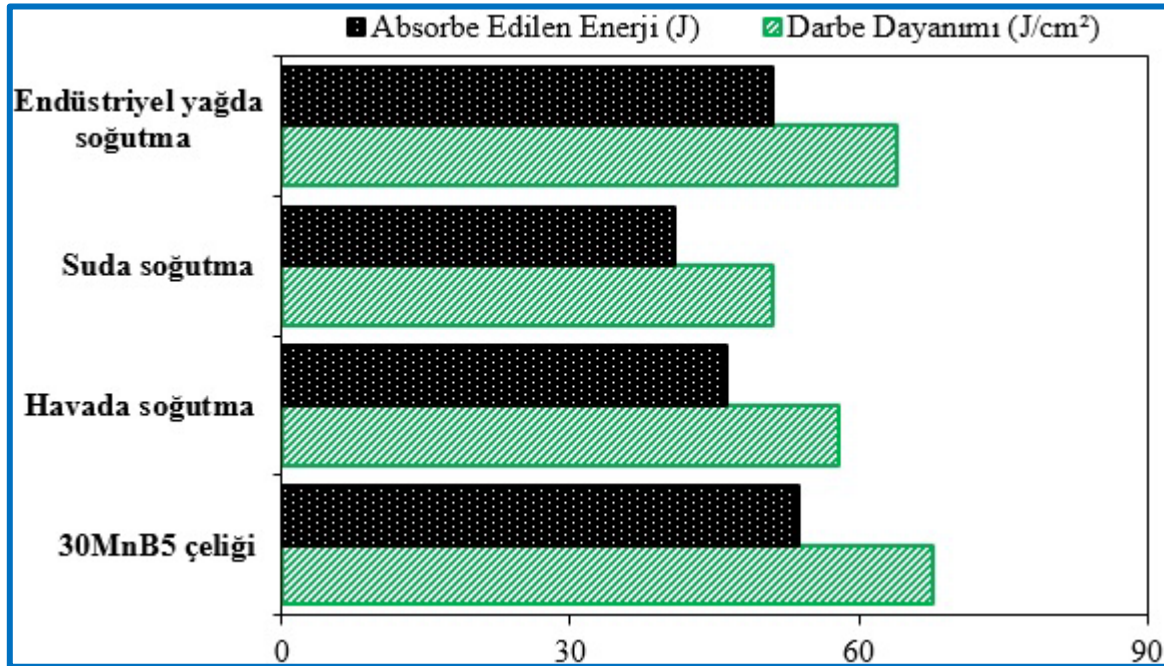
Şekil 8. Eğme test numuneleri, a) 30MnB5 çeliği, b) HS, c) SS, d) EYS

3.6 Darbe Test Sonuçları

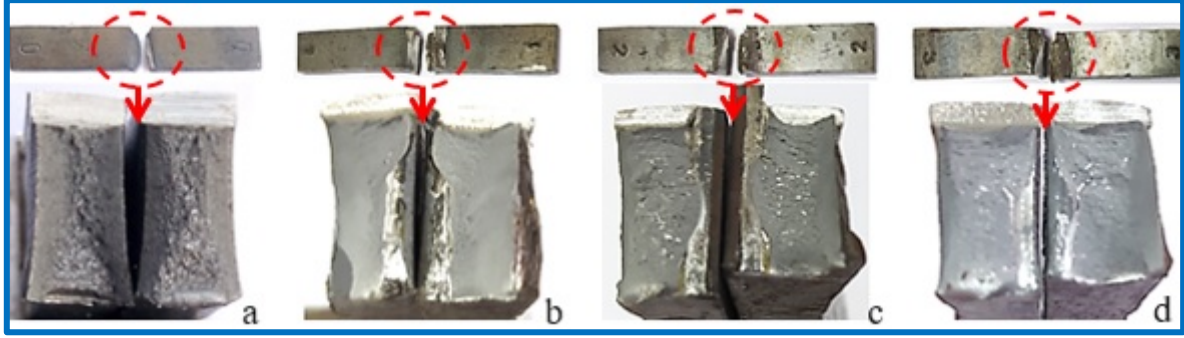
Şekil 9'da 30MnB5 çelik levhaların MAG kaynak yöntemi ile birleştirilmesi sonrası farklı soğutma rejimlerinde soğutulan kaynaklı numunelerinin darbe test sonuçları verilmiştir. Darbe test sonuçları incelendiğinde 30MnB5 çeliğinin darbe dayanımı 67.2 J/cm^2 , absorbe ettiği enerji ise 53.7 J olarak belirlenmiştir. Kaynaklı numunelerde en yüksek darbe dayanımı endüstriyel yağda soğutulan kaynaklı numunelerde elde edilmiştir. Endüstriyel yağda soğutulan kaynaklı numunelerin ortalama darbe dayanımı 64 J/cm^2 , absorbe ettiği enerji ise 51.1 J olarak ölçülmüştür. Endüstriyel yağda soğutulan kaynaklı numunelerin darbe dayanımı ve absorbe ettiği enerji ana metal

ile kıyaslandığında yaklaşık % 4.8 oranında azalmıştır. Suda soğutulan kaynaklı numunelerde darbe dayanımı 51 J/cm², absorbe ettiği enerji ise 40.8 J olarak belirlenmiştir. Suda soğutulan kaynaklı numunelerin darbe dayanımı ve absorbe ettiği enerji ana metal ile kıyaslandığında yaklaşık %24 oranında azalmıştır. Havada soğutulan kaynaklı numunelerde darbe dayanımı 57.9 J/cm², absorbe ettiği enerji ise 46.3 J olarak belirlenmiştir. Havada soğutulan kaynaklı numunelerin darbe dayanımı ve absorbe ettiği enerji ana metal ile kıyaslandığında sırasıyla yaklaşık %13.7 oranında azalmıştır.

Ark kaynakları ile birleştirilen çeliklerin darbe dayanımlarına kaynak dikişi içerisinde bulunan mikro hatalar, tane boyutu, ısı girdisi, soğuma hızı, elektrot türü gibi birçok faktör etki etmektedir [1, 3, 27, 38]. Elde edilen sonuçlar değerlendirildiğinde soğutma rejiminin kaynaklı birleştirmelerin darbe dayanımına etki ettiği görülmektedir. Daha hızlı soğutma rejimi olan suda soğutmada kaynaklı numunelerin IEB tanelerinde iğne şeklinde martanzite benzer yapıların oluşması bu numunelerin sertliğinde artışa ve buna bağlı olarak da darbe dayanımında düşüşe neden olmuştur. Darbe test sonuçları göz önüne alındığında endüstriyel yağda soğutma yapılan kaynaklı numunelerden ana metala en yakın darbe dayanımı elde edilmiştir. Şekil 10'da darbe test numunelerinin kırık yüzey görüntüleri verilmiştir. 30MnB5 çeliğinin kırık yüzeyleri incelendiğinde sünek karakterli bir kırılma formunun oluştuğu görülmektedir. Kaynaklı numunelerin kırık yüzeyleri incelendiğinde ise gevrek karakterli kırılma formu oluşmuştur. Bu duruma kaynak dikiş bölgelerinde meydana gelen sertlik artışının neden olduğu söylenebilir.



Şekil 9. Darbe testi sonuçları



Şekil 10. Darbe test numuneleri kırık yüzey görüntüleri, a) 30MnB5 çeliği, b) HS, c) SS, d) EYS

IV. SONUÇLAR

Tarımsal mekanizasyonda yaygın kullanılan 30MnB5 çeliği levhalar MAG kaynak yöntemi ile birleştirme sonrası farklı soğutma rejimlerinde soğutulmuş ve kaynaklı bağlantıların mikroyapı ve mekanik özellikleri incelenerek elde edilen sonuçlar aşağıda sunulmuştur;

1. 30MnB5 çeliği levhalar MAG kaynak yöntemi ile uygun kaynak parametreleri kullanılarak başarı bir şekilde birleştirilebilir.
2. Yapılan gözle muayene ve sıvı penetrant testleri sonucunda farklı soğutma rejimi uygulanan kaynaklı numunelerde kaynak yüzey hatalarının oluşmadığı belirlenmiştir.
3. Kaynak metali ve IEB'lerde tane sınırı ferriti, Widmanstatten ferrit ve asiküler ferrit, beynit ve martenzit gibi farklı yapılar oluşmuştur.
4. Farklı soğutma rejimleri uygulanan tüm birleştirmelerde kaynak bölgesi sertlik dağılımı M şeklinde olmuştur. Kaynaklı birleştirmelerde en yüksek sertlik değerleri IEB'lerde olduğu görülmüş, onu sırasıyla kaynak merkezi ve ana metal takip etmiştir.
5. Eğme testi sonucunda uygulanan tüm soğutma rejimlerinde kaynaklı birleştirmelerin eğme dayanımı esas metalden yüksek çıkmıştır. En yüksek eğme dayanımı suda soğutma uygulanan kaynaklı numunede elde edilmiştir.
6. Çentik darbe test sonuçlarına göre farklı soğutma rejimi uygulanan kaynaklı numunelerde en yüksek darbe dayanımı endüstriyel yağda soğutulan kaynaklı birleştirmede, en düşük darbe dayanımı ise suda soğutma işlemi uygulanan kaynaklı numunede elde edilmiştir. Yapılan çalışma sonucunda, 30MnB5 çeliklerine kaynak sonrası endüstriyel yağda soğutma işlemi uygulamanın özellikle darbe dayanımı aranan yerlerde uygulanabileceği önerilmektedir.

KAYNAKLAR

- [1] Çevik B, Şahin Ö, Gülenç B (2021) Flux cored arc welding on 30MnB5 steels used in agricultural mechanisation: microstructure evolutions and mechanical properties, Sadhana 46: 155. <https://doi.org/10.1007/s12046-021-01681-6>
- [2] Güleç U, Altuntaş E (2013) Farklı kültüratör uç demirlerinin malzeme özelliklerinin belirlenmesi, Journal of Agricultural Faculty of Gaziosmanpaşa University 2013(1): 13-24. <https://doi.org/10.13002/jafag181>

- [3] Çevik B, (2021) Manual metal arc welding of dissimilar 30MnB5 and S 235 low alloyed steels for agricultural applications, *Materials Testing* 63(11): 999-1006. <https://doi.org/10.1515/mt-2021-0033>
- [4] Şahin A, Altuntaş E, Güleç U (2018) Determination of the strength analysis of the cultivator duckfoot shares with finite element methods, *Selcuk Journal of Agriculture and Food Sciences* 32: 257-265. <https://doi.org/10.15316/SJAIFS.2018.92>
- [5] Metinoğlu F, Çakmak B, Balcı Y, Ulusoy ME (2006) Toprak işleme alet ve makinelerinde iş organlarının aşınmasının yakıt, güç ve zaman gereksinimi üzerindeki etkileri, *Tarım Makinaları Bilimi Dergisi* 2(2): 173-179.
- [6] Yazıcı A, Zeybek MS, Güler H, Koç M, Pekitka FG (2017) Effect of carbonitriding on corrosion resistance of steel 30MnB5 in two acidic environments, *Metal Science and Heat Treatment* 59: 190-193. <https://doi.org/10.1007/s11041-017-0127-8>
- [7] Güler H, Ertan R, Özcan R (2013) Characteristics of 30MnB5 boron steel at elevated temperatures, *Materials Science and Engineering A* 578: 417-421. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.04.116>
- [8] Queirós GW, Bermejo J, Garcia Sanchez L, Gómez Salazar JM, Criado AJ (2018) Improvement of the mechanical properties of 30MnB5 wear-resistant steel by subcritical annealing and water quenching, improving its life cycle analysis, *Journal of Material Science & Engineering* 7: 495. <https://doi.org/10.4172/2169-0022.1000495>
- [9] Kayral S (2014). Investigation of mechanical properties and transition temperature of tempered 30MnB5 steel, *Technological Applied Sciences* 9: 43-50. <https://doi.org/10.12739/NWSA.2014.9.4.2A0088>
- [10] Yazıcı A (2011) Wear behavior of carbonitride-treated ploughshares produced from 30MnB5 steel for soil tillage applications, *Metal Science and Heat Treatment* 53(5-6): 248-253. <https://doi.org/10.1007/s11041-011-9377-z>
- [11] Güler Özgül H, Ertan R, Özcan R (2014) Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of 30MnB5 boron steel, *Materials and Technology* 48(6): 971-976.
- [12] Bozkurt F, Çakır FH, Er Ü (2021) Investigation of the tribological and mechanical properties of boron steels in terms of potential usage in agricultural applications, *Politeknik Dergisi* 24(2): 431-438. <https://doi.org/10.2339/politeknik.706532>
- [13] Mejía I, Bedolla-Jacunde A, Maldonado C, Cabrera JM (2011) Hot ductility behaviour of a low carbon advanced high strength steel (AHSS) microalloyed with boron, *Materials Science and Engineering A* 528(13-14): 4468-4474. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.02.040>
- [14] Kolhe K, Dharaskar RM (2009) Welding science the need of farmers for repair of farm tools, *International Journal of Agricultural Engineering* 2: 186-190.
- [15] Uchihara M (2011) Joining technologies for automotive steel sheets, *Welding International* 25: 249-259. <https://doi.org/10.1080/09507111003655341>
- [16] Şenol M, Çam G, (2023) Investigation into microstructures and properties of AISI 430 ferritic steel butt joints fabricated by GMAW, *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 202: 104926. <https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2023.104926>
- [17] Serindağ HT, Çam G, (2023) Characterizations of microstructure and properties of dissimilar AISI 316L/9Ni low alloy cryogenic steel joints fabricated by GTAW, *Journal of Materials Engineering and Performance* 32: 7039-7049. <https://doi.org/10.1007/s11665-022-07601-x>
- [18] Serindağ HT, Çam G, (2022) Multi-pass butt welding of thick AISI 316L plates by gas tungsten arc welding: Microstructural and mechanical characterization, *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 200: 104842. <https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2022.104842>
- [19] Ezer M, Çam G, (2022) A Study on microstructure and mechanical performance of gas metal arc welded AISI 304L joints, *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* 53(9): 1043-1052. <https://doi.org/10.1002/mawe.202200050>
- [20] Serindağ HT, Tardu C, Kırçıçek İÖ, Çam G, (2022) A study on microstructural and mechanical properties of gas tungsten arc welded thick cryogenic 9% Ni alloy steel butt joint, *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology* 37: 1-10. <https://doi.org/10.1016/j.cirpj.2021.12.006>
- [21] Serindağ HT, Çam G, (2021) Microstructure and mechanical properties of gas metal arc welded AISI 430/AISI 304 dissimilar stainless steels butt joints, *Journal of Physics: Conference Series* 1777: 012047 <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1777/1/012047>
- [22] Serindağ HT, Çam G, (2022) Gaz tungsten ark kaynaklı 10 mm kalınlığındaki AISI 316L bağlantıların içyapı ve mekanik karakterizasyonu, *Düzce Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi* 10(4): 1873-1889. <https://doi.org/10.29130/dubited.1015580>
- [23] Serindağ HT, Kırçıçek İÖ, Tardu C, Çam G, (2022) Gaz tungsten ark kaynaklı 9Ni kriyojenik çelik bağlantının içyapı ve mekanik özelliklerinin belirlenmesi, *Mühendis ve Makine* 63(706): 117-137. <https://doi.org/10.46399/muhendismakina.1085742>
- [24] Açar İ, Gülenç B (2021) Effect of shielding gas combination on microstructure and mechanical properties of MIG welded stainless steel 316, *Materials Testing* 63: 97-101. <https://doi.org/10.1515/mt-2020-0014>

- [25] Çevik B (2017) Investigation of mechanical and microstructure properties of S275 structural steel joined by using different flux cored wire, *Journal of Polytechnic* 20: 675-680. <https://doi.org/10.2339/politeknik.339397>
- [26] Çevik B (2018) Effect of welding processes on mechanical and microstructural properties of S275 structural steel joints, *Materials Testing* 60: 863-868. <https://doi.org/10.3139/120.111225>
- [27] Kaya Y, Kahraman N, Durgutlu A, Gülenç B (2010) Tozaltı ark kaynağı ile birleştirilen farklı kalınlıktaki Grade A gemi saclarının mekanik özelliklerinin araştırılması, *e-Journal of New World Science Academy* 5(2): 348-352.
- [28] Kılınçer S, Kahraman N (2009) MIG welding of AISI 409 and Ç1010 steel using an austenitic electrode and investigation of their mechanical properties, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University* 24: 23-31.
- [29] Oğuz B (1989) Ark Kaynağı, İstanbul: Oerlikon-Erdini Basım ve Yayınevi.
- [30] Açar İ, Çevik B, Gülenç B (2023) Weldability of dissimilar stainless steels by MIG welding with different gas combinations, *Sadhana* 48: 69. <https://doi.org/10.1007/s12046-023-02129-9>
- [31] Çevik B, Koç M, (2019) The effects of welding speed on the microstructure and mechanical properties of marine-grade aluminium (AA5754) alloy joined using MIG welding, *Kovove Materialy* 57: 307-316. https://doi.org/10.4149/km_2019_5_307
- [32] Türkmen M, Katı N, Kejanlı H, Çalığülü U (2020) Properties of P460-S355 submerged arc welds, *Materials Testing* 62: 104-108. <https://doi.org/10.3139/120.111449>
- [33] Kim S, Kang Y, Lee C (2013) Variation in micro-structures and mechanical properties in the coarse-grained heat-affected zone of low-alloy steel with boron content, *Materials Science and Engineering A* 559: 178-186. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.08.072>
- [34] Morimoto T (2005) Developments in flux-cored wire for gas-shielded arc welding, *Kobelco Technology Review* 26: 49-54.
- [35] Yaakob KI, Ishak M, Idris SRA, Aiman HN, Quazi MM (2018) Characterization of heat-treated gas metal arc-welded boron steel sheets, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 94: 827-834. <https://doi.org/10.1007/s00170-017-0903-z>
- [36] Er Ü (2011) An investigation of the friction and wear behaviour of 15B35H boron steel under dry sliding conditions, *Journal of Science and Technology of Dumlupınar University* 25: 75-82.
- [37] Hardell J, Kassfeldt E, Prakash B (2008) Friction and wear behaviour of high strength boron steel at elevated temperatures of up to 800 °C, *Wear* 264: 788-799. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2006.12.077>
- [38] Çevik B (2018) The effect of pure argon and mixed gases on microstructural and mechanical properties of S275 structural steel joined by flux-cored arc welding, *Kovove Materialy* 56: 81-87. https://doi.org/10.4149/km_2018_2_81
- [39] Başyigit AB, Kurt A (2015) S32205 dubleks paslanmaz çeliğin TIG kaynağında soğuma hızının mikroyapısal özelliklere etkileri, *Uluslararası Mühendislik Araştırma ve Geliştirme Dergisi* 2: 28-36.
- [40] Khan AR, Yu S, Wang H, Jiang Y (2019) Effect of cooling rate on microstructure and mechanical properties in the CGHAZ of electroslag welded pearlitic rail steel, *Metals* 9(7): 742. <https://doi.org/10.3390/met9070742>
- [41] Wang M, Zhang F, Yang Z (2017) Effects of high-temperature deformation and cooling process on the microstructure and mechanical properties of an ultra-strength pearlite steel, *Materials & Design* 114: 102-110. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.10.049>
- [42] Küçükömeroğlu T, Aktarer SM, İpekoğlu G, Çam G, (2018) Mechanical properties of friction stir welded St 37 and St 44 steel joints, *Materials Testing* 60(12): 1163-1170 <https://doi.org/10.3139/120.111266>
- [43] Küçükömeroğlu T, Aktarer SM, İpekoğlu G, Çam G (2019) Investigation of mechanical and microstructural properties of friction stir welded dual phase (DP) steel, *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*. 629: 012010. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/629/1/012010>
- [44] Suh CH, Lee RG, Oh SK, Jung Y, Son J, Kim YS (2011) Effect of welding heat input on fatigue life of quenched boron steel and FB steel lap joint, *Journal of Mechanical Science and Technology* 25: 1727-1735. <https://doi.org/10.1007/s12206-011-0424-x>
- [45] Li F, Fu M, Lin J (2014) Effect of cooling path on phase transformation of boron steel 22MnB5, *Procedia Engineering* 81: 1707-1712. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2014.10.217>
- [46] Dagostini VDS, Moura AND, Luz TDS, Castro NA, Orlando MTD, Vieira EA (2021) Microstructural analysis and mechanical behavior of the HAZ in an API 5 L X70 steel welded by GMAW process, *Welding in the World* 65: 1051-1060. <https://doi.org/10.1007/s40194-021-01102-6>



Original Paper

**Journal of Innovative Engineering
and Natural Science**

(Yenilikçi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Dergisi)

journal homepage: <https://jiens.org>

Strategic Solvent System Tuning for the Development of PVDF and TPU Nanofibers

Ömer Faruk Ünsal^a and Ayşe Çelik Bedeloğlu^{a,*}^aDepartment of Polymer Materials Engineering, Bursa Technical University, Eflak Str. No: 177 Yıldırım, Bursa, 16310, Turkey.

ARTICLE INFO

Article history:

Received 9 Oct 2023

Received in revised form 7 Dec 2023

Accepted 25 Dec 2023

Available online

Keywords:

Electrospinning

Poly(vinylidene fluoride)

Thermoplastic polyurethane

Nanofibers

Morphological analysis

ABSTRACT

In this study, we have achieved the successful fabrication of polyvinylidene fluoride (PVDF) and thermoplastic polyurethane (TPU) nanofiber samples. The key element of our investigation revolved around the manipulation of solvent systems, specifically by varying the dimethyl formamide (DMF) to acetone ratio. Our primary objective was to explore the intricate interplay between the chosen solvent system and the resultant fiber morphology. To accomplish this, we employed a multifaceted approach, which encompassed the utilization of scanning electron microscopy (SEM) to provide a comprehensive visual representation of the nanofiber structures and dimensional measurements to quantify their physical attributes. Furthermore, fourier-transform infrared (FT-IR) spectroscopy was employed to delve into the molecular-level alterations induced by the solvent systems on the macromolecular morphology of the polymer nanofibers. This systematic examination not only contributes to a deeper understanding of the nanofiber fabrication process but also holds significant potential for various applications in the realm of materials science and nanotechnology.

I. INTRODUCTION

Polymer nanofibers stand out as a prominent category of polymeric nanomaterials, primarily due to their inherent advantages, notably simplicity and cost-effectiveness. These materials, characterized by their straightforward production processes and economical nature, also exhibit exceptional characteristics attributed to their nano-scale web-like structure, encompassing attributes such as a high surface area, porosity, and low density [1, 2]. These inherent features render nanofibers as highly viable candidates for a diverse range of research endeavors. Furthermore, polymeric nanofibers lend themselves to functionalization through appropriate physical and/or chemical techniques, allowing for the customization of their properties to meet specific requirements [3–5]. Researchers have harnessed these attributes in various domains, with prevalent applications encompassing gas and liquid phase filtration [6–8], drug-delivery systems [9–11], tissue engineering [12, 13], sensors [14–16], and energy-related applications (e.g., nanogenerators, capacitors) [17, 18].

While a wide array of fabrication methods is employed for nanofiber production, including techniques such as centrifugal spinning, melt blowing, phase separation, template synthesis, and self-assembly, electrospinning reigns as the most prevalent approach [19]. Electrospinning can be fundamentally described as the process through which a polymer, in either a molten or solution state, moves from a feeding nozzle to a collector substrate under the influence of an electrical field. The application of a specific voltage magnitude (typically up to 100 kV) between the nozzle and the collector generates the requisite electrical field [20]. In essence, the polymer is propelled from the nozzle to the collector by electrostatic forces. Initially, the fluidic polymer forms a conical droplet. In the

*Corresponding author. Tel.: +90-224-300-3491; e-mail: ayse.bedeloglu@btu.edu.tr

subsequent step, this conical droplet transforms into an elongated and thin jet [21]. Beyond the foundational electrospinning process, adjustments to the fabrication setup can be made to manipulate the resulting fiber morphology. These modifications can involve alterations to the geometry of various components, such as the nozzle or collector, as well as the introduction of additional physical forces, such as magnetic fields or gas pressure [22]. Furthermore, fine-tuning fabrication parameters, which represents a simpler approach than modifying the device itself, can also be considered as a means to achieve nanofibers with the desired morphology.

The electrospinning process involves several key parameters that play pivotal roles in obtaining nanofibers with the desired morphology. These critical factors include spinning distance, applied voltage, solution parameters (comprising viscosity, concentration, polymer molecular weight, and conductivity), feeding rate, and the solvent system [23]. Spinning distance assumes importance for two primary reasons. Firstly, it directly determines the magnitude of the electrical field, as it represents the applied voltage per unit distance. In other words, increasing the spinning distance reduces the electrical field magnitude, which in turn influences the formation of the polymer jet. Secondly, the spinning distance influences the vaporization of the solvent, a crucial step in solidifying the polymer into a fibrous geometry. Increasing the spinning distance allows for more extended solvent vaporization time as the polymer jet traverses the gap between the two electrodes [24]. Applied voltage, being directly linked to the magnitude of electrical field, represents another key parameter. The applied voltage profoundly impacts the magnitude of the electrical field, thereby affecting the formation of the polymer jet [23]. Solution parameters, including viscosity, concentration, and polymer molecular weight, are interconnected factors. Concentration and molecular weight significantly affect solution viscosity, with higher polymer concentrations or larger macromolecules resulting in elevated solution viscosity [23, 25]. Excessively high or low solution viscosities are undesirable, as very low viscosity can lead to bead formation in the nanofibrous structure, while highly viscous solutions tend to produce thicker fibers during electrospinning [21]. Solution conductivity is another property which alters the resulting nanofiber morphology. Increased electrical conductivity in a polymer solution amplifies charge transfer, making the effect of the electrical field force more pronounced during fiber formation [26]. As another key parameter, feeding an excessive amount of polymer solution, implying a higher load of solvent and polymer onto the collector, can lead to an increase in nanofiber diameter or, in extreme cases, hinder fiber formation due to inadequate solvent vaporization [27].

The solvent system, which is defined as a single solvent or mixture of different solvents, in the solution holds substantial significance for nanofiber production. Indeed, the solvent system employed in the electrospinning process exerts a comprehensive influence on all the solution properties previously discussed. Typically, polymer solutions in electrospinning are formulated using at least two solvents, with one of them being highly volatile to help in the rapid solidification of the polymer jet. On the other hand, the solubility of polymers can vary from one solvent to another, which in turn alters the viscosity of the polymer solution. Different solvents may have varying degrees of affinity for a particular polymer, resulting in differences in solubility and ultimately affecting the solution's viscosity. Moreover, the electrical conductivity of the polymer solution can be modulated by the selection of different solvent systems. This variability in electrical conductivity is an important parameter in the electrospinning process, as it directly influences the response of the solution to the applied electrical field. The judicious selection of solvents is, therefore, a fundamental aspect of optimizing the electrospinning process for specific applications [28–30].

Dimethylformamide (DMF), dimethylsulfoxide (DMSO), dimethylacetamide (DMAc), and N-methyl-2-pyrrolidone (NMP) are petroleum-derived, polar, and low-volatile solvents. These solvents exhibit high dissolving power owing to their polarity, making them effective for dissolving most traditional synthetic polymers, including polyvinylidene fluoride (PVDF), polyacrylonitrile (PAN), thermoplastic polyurethane (TPU), acrylonitrile-butadiene-styrene (ABS), polystyrene (PS), among others [31–35]. As discussed in the preceding paragraph, the electrospinning process employing a solvent mixture is a well-established method for producing high-quality nanofibers. In this context, this group of solvents serves as a common low-volatile component in electrospinning processes. Notably, they are frequently identified as primary solvents for synthetic polymers in the literature. Essentially, the low-volatile constituents of solvent systems possess the capability to fully dissolve polymers. Conversely, a group of high-volatile solvents, such as tetrahydrofuran (THF), acetone, methyl-ethyl ketone (MEK), and dichloromethane (DCM), are commonly used as volatile components in electrospinning solutions [36–41]. Within this classification of high-volatile and low-volatile solvents, the DMF-acetone mixture stands out as one of the most commonly employed solvent systems for the fabrication of TPU and PVDF nanofibers. This preference is attributed to its low cost and excellent solvability properties [42–47].

In a study focused on solvent system optimization [32], the influence of the DMF/acetone ratio on nanofiber morphology was investigated. The findings indicate that an increasing acetone ratio leads to lower viscosity, a factor primarily contributing to bead formation. While this may be considered a defect, the rapid solidification of polymer jets during the electrospinning process at a high acetone ratio enhances the β -crystalline phase fraction. A similar work [48], employed a formic acid/chloroform mixture to explore its impact on the morphology of nanofibrous mats. Due to the low molecular weight of the polymer (26 kDa), electrospun nanofibers could not achieve a polymer concentration below 30% by weight in pure chloroform. The addition of the low-volatile component (formic acid) into the solvent system facilitated the production of nanofibers at concentrations below 30% polymer, with an observed trend of thinner fibers as the formic acid amount increased. Notably, a study in 2007 by Tang et al. [49], revealed a relationship between fiber thickness and solidification time. The study elucidated that polymer jets are stretched between the tip and collector until they lose their solvent completely during electrospinning. The presence of a high-volatile solvent reduces the solidification time, preventing further thinning of the jets through stretching. Conversely, an increased ratio of low-volatile solvent results in fused fibers due to prolonged evaporation time on the collector surface [50]. In summary, during the solution optimization phase, achieving a balance between high-volatile and low-volatile solvents is crucial for each polymer, even for different grades of a specific polymer.

PVDF and TPU are commonly paired polymers in advanced materials research due to their complementary characteristics. For instance, PVDF is a ferroelectric material in its beta crystalline phase but possesses limited mechanical properties, such as low elongation at the breaking point. In contrast, TPU exhibits unique elastomeric properties attributed to the presence of hard and soft segments in its molecular backbone. Therefore, the hybridization of PVDF and TPU polymers through various methods, such as blending [51–54] or hybrid electrospinning [55,56], presents a viable solution to address the mechanical limitations associated with PVDF. In this regard, the concept of nanofibrous mats based on PVDF and TPU has gained popularity. Hybridizing these two polymers in solution form can be achieved through the blending of TPU and PVDF solutions or by employing a simultaneous electrospinning process where TPU and PVDF polymers. Consequently, solvent system optimization of these PVDF and TPU polymers for electrospinning process plays a critical role to achieve the

desired material properties in hybridized nanofibrous mats. In this work, effect of the solvent system on nanofiber morphology have been investigated in detail. Specifically, the effect of the mixture ratio of acetone and dimethylformamide (DMF) mixture based solvent system, which serves as a mutual solvent for both PVDF and TPU, has been demonstrated.

II. EXPERIMENTAL METHOD

The polymers and solvents used in this study were procured as follows: TPU (130 kDa, Ravathane®, Ravago, Turkey), PVDF (350 kDa, Alfa Aesar, Germany), DMF (Merck, Saudi Arabia), and acetone (Sigma-Aldrich). The electrospinning process was carried out separately for TPU and PVDF solutions, with the following parameters: an applied voltage of 26 kV, a spinning distance of 175 mm, a solution feeding rate of 1 mL/h, and a solution concentration of 10.0% by weight. To demonstrate the influence of the solvent system on the electrospinning process, the DMF:Acetone ratio was varied. Specifically, solvent systems with different compositions were prepared, containing 35.0%, 37.5%, 40.0%, 42.5%, 45.0%, and 50.0% by weight of DMF, as outlined in Table 1.

Table 1. Solvent system description of PVDF and TPU nanofiber samples

Polymer	DMF % (by weight)	Acetone % (by weight)	Sample Name
PVDF	35.0	65.0	P1
PVDF	37.5	62.5	P2
PVDF	40.0	60.0	P3
PVDF	42.5	57.5	P4
PVDF	45.0	55.0	P5
PVDF	50.0	50.0	P6
TPU	35.0	65.0	T1
TPU	37.5	62.5	T2
TPU	40.0	60.0	T3
TPU	42.5	57.5	T4
TPU	45.0	55.0	T5
TPU	50.0	50.0	T6

Nanofibrous mats were imaged by scanning electron microscopy (SEM, Carl Zeiss Gemini 300) and both nanofiber diameters and number of formed beads were measured by IMAGEJ software. Fourier-Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) measurements were performed to show the change in macromolecular conformation of nanofibers by varying solvent systems.

III. RESULTS AND DISCUSSIONS

3.1. SEM Results

Scanning Electron Microscopy (SEM) was employed to analyze TPU and PVDF nanofibers, focusing on the quantification of bead occurrences within the nanofibrous mats and the diameters of the nanofibers. The summary of these results is presented in Figure 1. Figure 1a depicts the mean diameters of samples T1-T6 and P1-P6. It is evident that TPU nanofibers, under constant electrospinning parameters and solvent systems, exhibited notably thinner characteristics compared to PVDF nanofibers. Furthermore, the error bars displayed a higher degree of diameter uniformity in TPU nanofibers, as they remained confined within a narrower range. Additionally, both mean diameter and error bars exhibited a decreasing trend as the DMF (Dimethylformamide) concentration in the

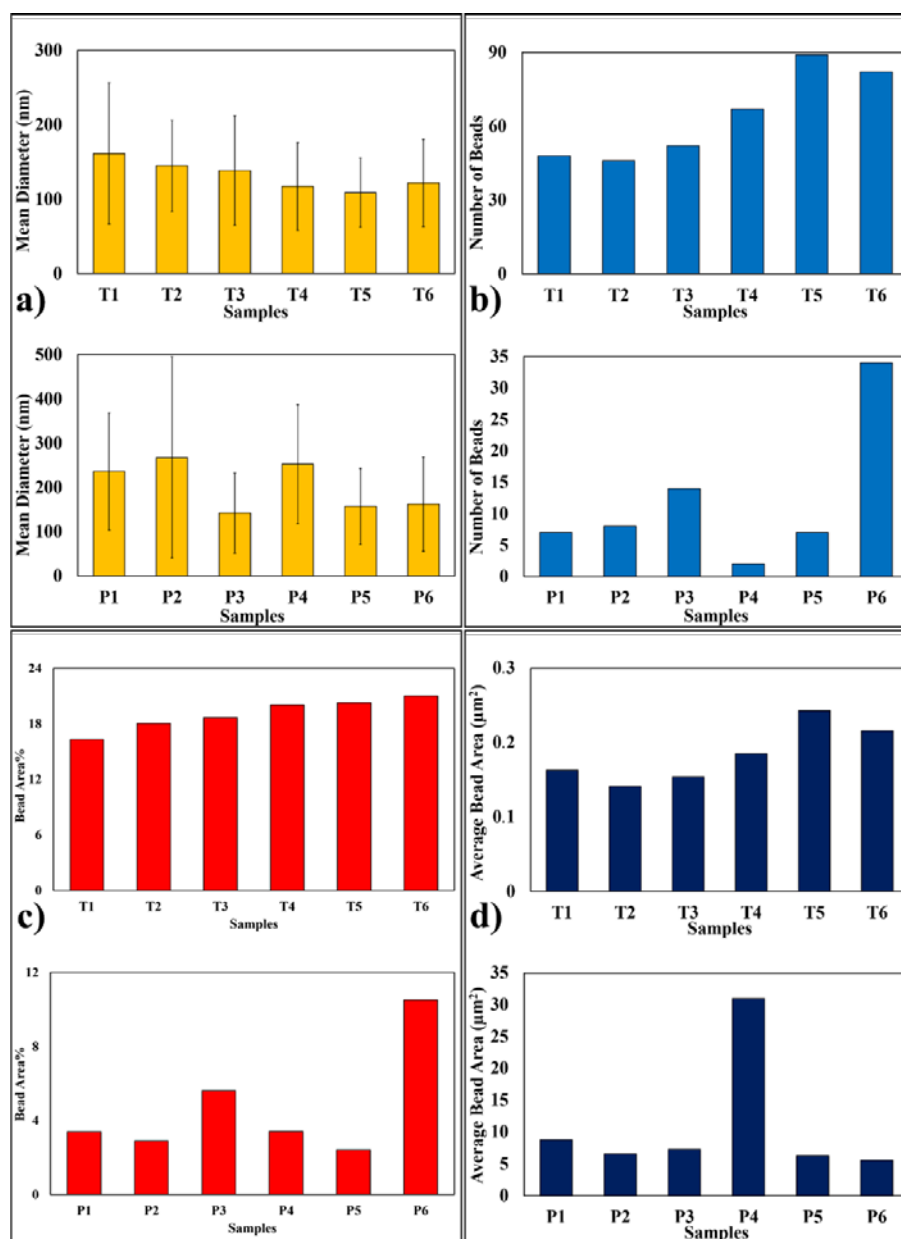


Figure 1. SEM study summarization of TPU and PVDF nanofibers; a) nanofiber diameter measurements of T1-T6 and P1-P6 samples, b) bead numbers results of T1-T6 and P1-P6 samples, c) bead area percentage of T1-T6 and P1-P6 samples, and d) average bead area results of T1-T6 and P1-P6 samples

solvent system increased, up to T5. Examining Figure 1b, it becomes apparent that the diameter sizes and standard deviation ranges of PVDF nanofibers remained independent of the solvent system. On the other hand, bead formation emerged as another critical parameter for assessing the quality of nanofiber mats. Figure 1b presents the quantified number of beads in TPU and PVDF nanofibrous mats. Notably, while the number of bead formation in PVDF based nanofiber samples ranged from 2 to 34, this range expanded to 46 to 89 for TPU nanofibrous mats. This significant difference in bead formation can be directly attributed to the polymer's molecular weight and the formation of polymer atoms. Furthermore, it was observed that an increased DMF ratio led to a substantial enhancement in bead formation, a consequence of its direct influence on both viscosity and solvent volatility. Moreover, an inversely proportional relationship between fiber diameter and bead formation was particularly

notable in T5, T6, P3, and P6 samples. These four samples exhibited the highest bead counts, along with thinner diameters compared to other samples within their respective polymer groups. Conversely, P2 sample in Figure 1b appeared to be the least uniform, as it displayed only seven beads, as per SEM images.

The bead area ratio in the samples was determined to demonstrate the bead formation characteristics of TPU and PVDF polymers (Figure 1c). Total bead area in SEM images was measured using IMAGEJ software. Analysis of bead ratios in nanofibrous samples revealed that beads occupied an area ranging from 16% to 21% along TPU nanofibrous samples. In contrast, the area covered by formed beads in PVDF samples ranged from 2% to 10%. Moreover, consistent with the observation that the fiber diameter of PVDF nanofibers was bigger than that of TPU nanofibers, the average area of beads was significantly higher in PVDF samples compared to TPU samples. Besides that, average area of single beads ranged from $5 \mu^2$ to $30 \mu^2$ for PVDF mats, whereas it was between $0.14 \mu^2$ and $0.24 \mu^2$ for TPU samples. In summary, although TPU beads were smaller than PVDF beads, the presence of bead formation defects was a more pronounced issue for TPU nanofibrous mats due to a higher number of beads. Additionally, both molecular weight effect and increased DMF ratio effect on bead formation as mentioned in relevant literature [32,48] clearly seen as the result of SEM image based measurements. Similarly, reduction on fiber diameter by increasing low-volatile solvent ratio is a phenomena that matching the relevant literature [48,49].

Figure 2 and Figure 3 depict SEM images and the fiber diameter distribution graphs of TPU and PVDF-based nanofibers, respectively. The SEM images revealed that an increase in DMF concentration within the system resulted in the formation of a structure comprising half film and half fiber on the collector, impeding solvent vaporization. According to this theory, due to insufficient solvent loss during the jet's trajectory towards the collector, a buildup of the polymer solution layer occurred on the collector. Consequently, the jets reaching the collector lost their cylindrical shape, resulting in the formation of a filmic bottom side and fibrous top side structure (Figure 3f). This failed structure can also be seen as the “fused fiber problem” in the literature [50].

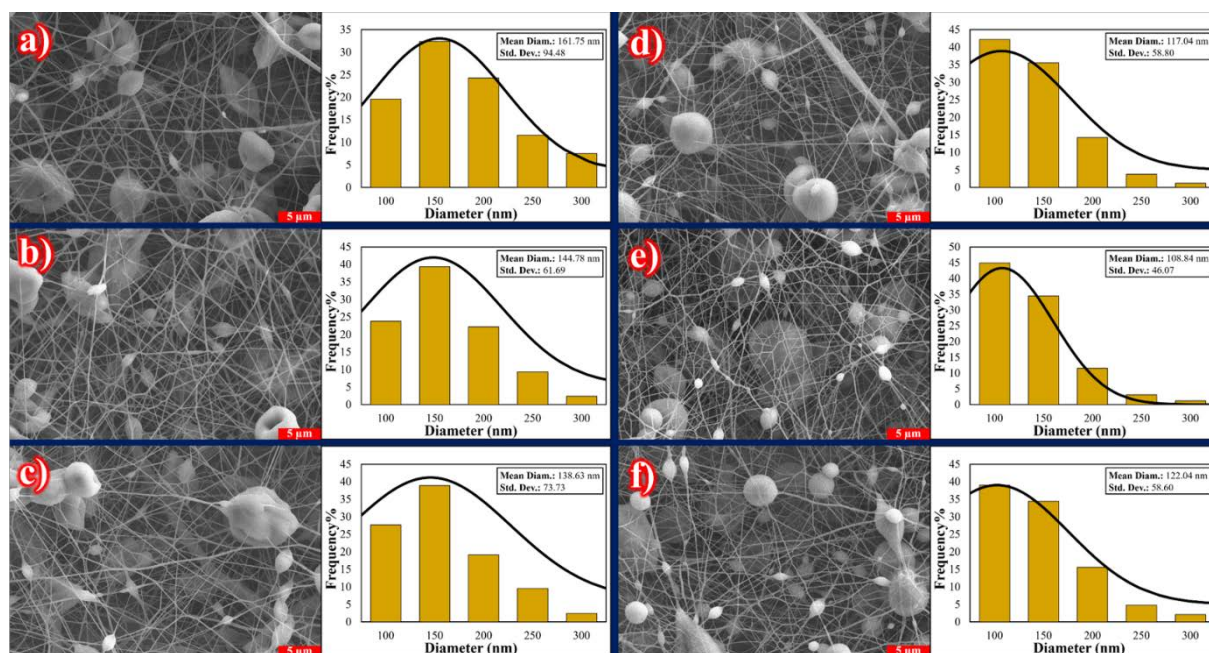


Figure 2. SEM images and diameter distribution graphs of a) T1, b) T2, c) T3, d) T4, e) T5, and f) T6

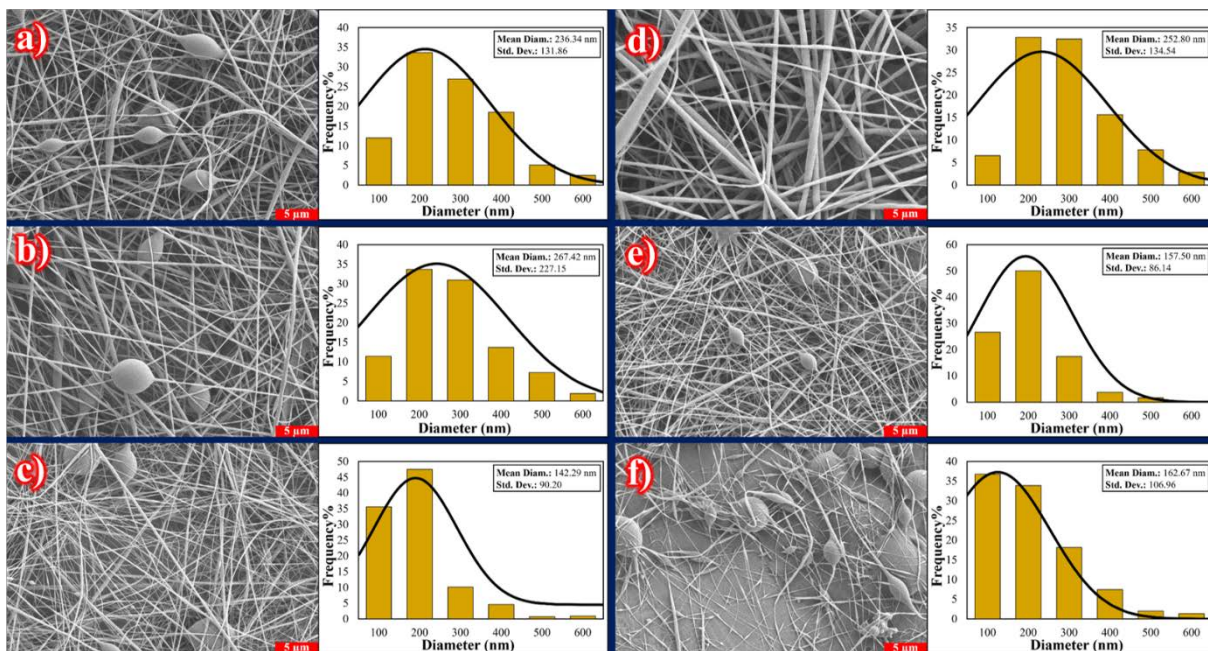


Figure 3. SEM images and diameter distribution graphs of a) P1, b) P2, c) P3, d) P4, e) P5, and f) P6

3.2. FT-IR Studies

The electrospinning process serves not only as a method for the production of nanomaterials, offering advantages of innovation, simplicity, and cost-effectiveness, but it also exerts a direct influence on macromolecular morphology, including crystallinity and crystalline phases [55,57–59]. Figure 4 presents the FT-IR results of TPU-based nanofibers. Characteristic vibrational peaks associated with TPU polymer were observed at 1219 cm^{-1} (C-N stretching), 1130-1190 cm^{-1} (C-O-C stretching), 1527 cm^{-1} (N-H bending), 1595 cm^{-1} (C=C aromatic vibration), and 1705 cm^{-1} (C=O stretching), in accordance with previous literature [60–62]. Interestingly, our findings indicate that neither the electrospinning process nor the solvent system induced significant changes in the chain morphology of TPU, a result consistent with the findings of Li's study [60].

In contrast, extensive results have been observed on the macromolecular conformation of PVDF polymer. The influence of the electrical field on PVDF chains is a well-documented phenomenon. For example, the spontaneous formation of the β -crystalline phase of PVDF during the electrospinning process enables the fabrication of electroactive nanofibrous mats. This phenomenon accounts for the prevalence of PVDF nanofiber-based piezoelectric nanogenerators [18,55]. Characteristic peaks associated with the α -crystalline phase of PVDF were

observed at 612 cm^{-1} , 762 cm^{-1} , 796 cm^{-1} , 974 cm^{-1} , 1148 cm^{-1} , and 1382 cm^{-1} (Figure 5a). Relationship between the solvent system and α -crystalline phase formation were demonstrated by zooming in on these points in Figure 5b-f. The peak intensities at these points decreased due to the electrospinning process, as the β -crystalline phase peaks increased. On the other hand, However, the intensity of the α -crystalline phase peak increased with an elevated DMF ratio in the solvent system. Similarly, the peaks associated with the formation of the β -crystalline phase (840 cm^{-1} and 1272 cm^{-1} [63,64]) during the electrospinning process at lower DMF ratios exhibited a decrease in peak intensity with increasing DMF ratio (Figure 5g-h). In other words, reducing the volatility of the solvent system results in the predominance of the α -crystalline phase in the nanofiber samples, in agreement with existing literature [65].

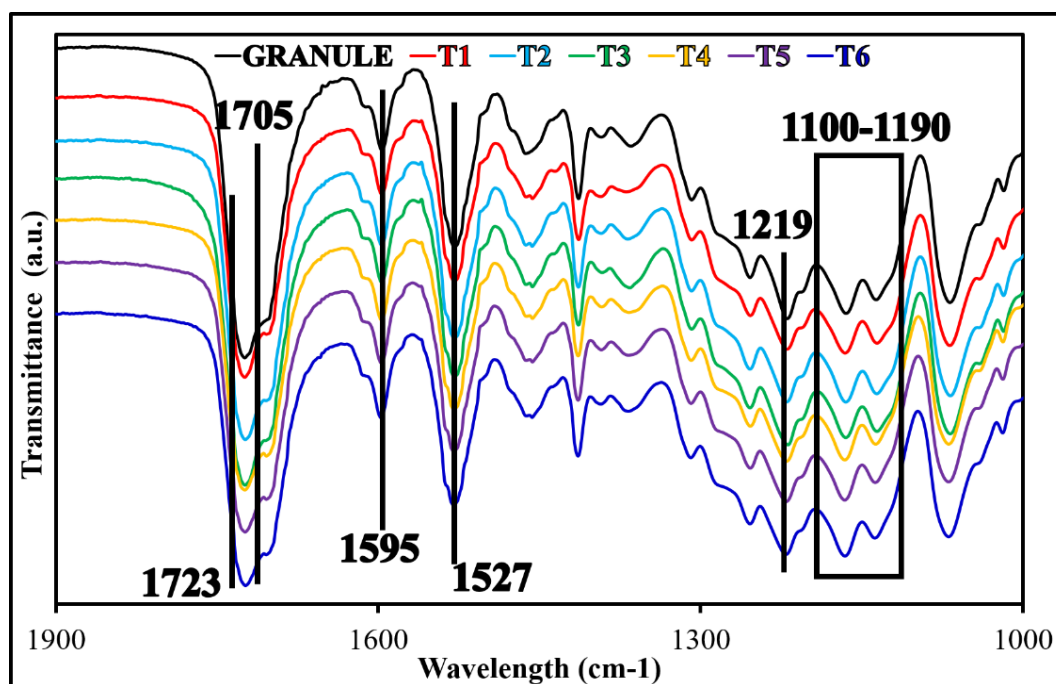


Figure 4. FT-IR spectra of TPU samples

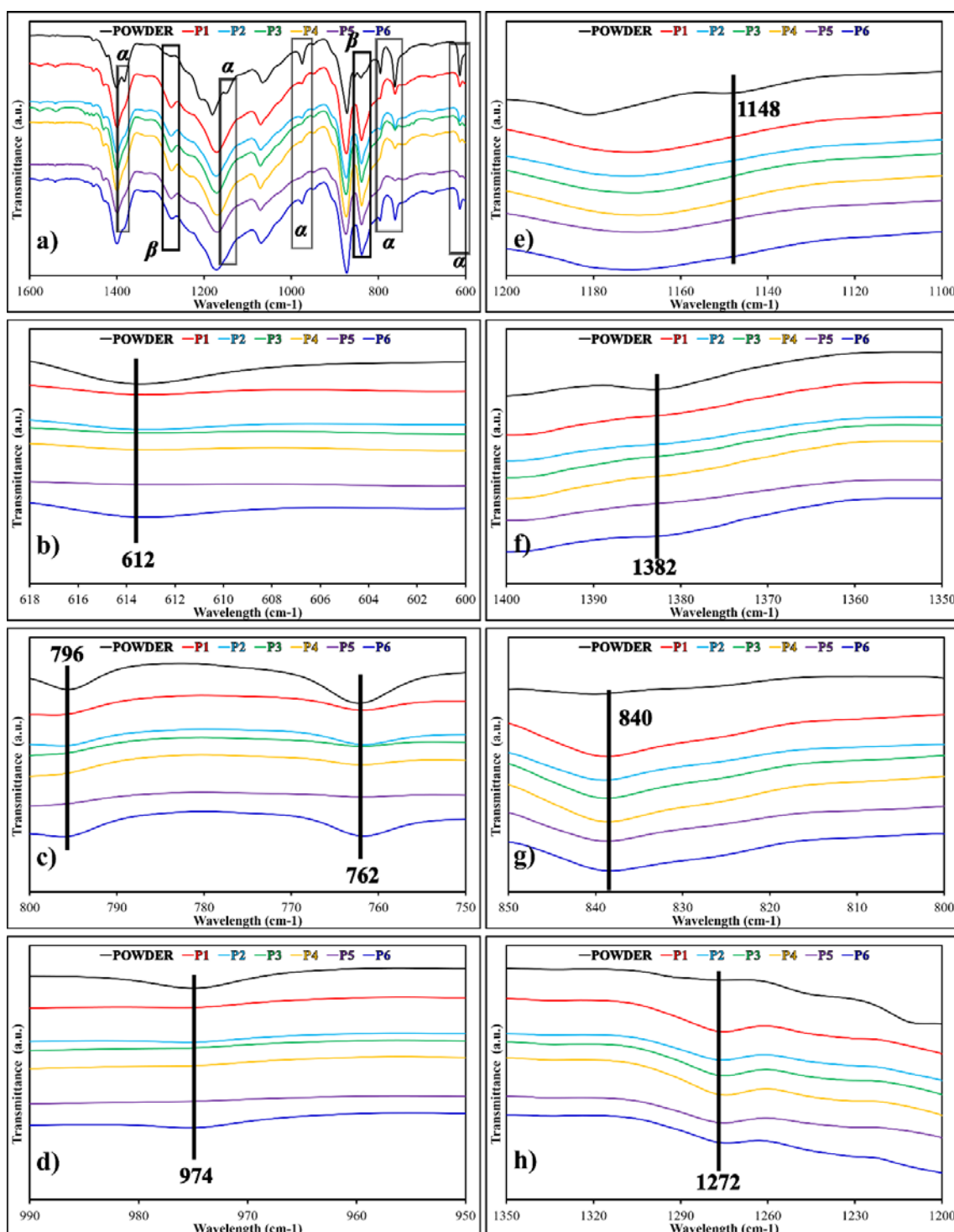


Figure 5. a) FT-IR spectra of PVDF samples; b), c), d), e), and f) Zoomed-in spectras focusing on specific points associated with the α -crystalline phase; g) and h) Zoomed-in spectra highlighting points related to the β -crystalline phase

IV. CONCLUSIONS

Our findings reveal a direct correlation between the solvent system and fiber diameter for TPU, whereby an increased DMF ratio resulted in thinner nanofibers. Intriguingly, an increase in DMF content also led to increased

bead formation in the nanofibrous mats. In contrast, the diameter values of PVDF nanofibers, which were thicker than those of TPU nanofibers, showed no significant dependence on the solvent system. Similar to TPU nanofibers, the elevation of DMF ratio resulted in increased bead formation. Furthermore, this increase in DMF ratio led to reduced solvent volatility, resulting in a half-filmic, half-fibrous structure observed in T5, T6, P5, and P6 samples. FT-IR analysis revealed that while the solvent system had no discernible influence on the macromolecular conformation of TPU polymer during the electrospinning process, it played a pivotal role in inducing crystalline phase transitions in PVDF polymer. This study provides valuable insights into the intricate interplay between solvent systems and the resulting morphological and structural characteristics of nanofibers, enhancing our understanding of the electrospinning process and its applications.

ACKNOWLEDGMENT

This study was supported by supported by Turkish Scientific and Technical Research Council, TUBITAK, project no: 219M103 and COST Action ‘High-performance Carbon-based composites with Smart properties for Advanced Sensing Applications’ (EsSENce Cost Action CA19118, <https://www.context-cost.eu>).

REFERENCES

- [1] Yun KM, Suryamas AB, Iskandar F, Bao L, Niinuma H, Okuyama K (2010) Morphology optimization of polymer nanofiber for applications in aerosol particle filtration. *Separation and Purification Technology*, 75, 340–345. <http://doi:10.1016/j.seppur.2010.09.002>
- [2] Kenry, Lim CT (2017) Nanofiber technology: current status and emerging developments. *Progress in Polymer Science*, 70, 1–17. <http://doi:10.1016/j.progpolymsci.2017.03.002>
- [3] Chen H, Huang M, Liu Y, Meng L, Ma M (2020) Functionalized electrospun nanofiber membranes for water treatment: A review. *Science of the Total Environment*, 739, 139944. <http://doi:10.1016/j.scitotenv.2020.139944>.
- [4] Wang P, Wang Y, Tong L (2013) Functionalized polymer nanofibers: A versatile platform for manipulating light at the nanoscale. *Light: Science and Applications*, 2. <http://doi:10.1038/lsa.2013.58>
- [5] Klein KL, Melechko AV, McKnight TE, Retterer ST, Rack PD, Fowlkes JD, Joy DC, Simpson ML (2008) Surface characterization and functionalization of carbon nanofibers. *Journal of Applied Physics*, 103 <http://doi:10.1063/1.2840049>
- [6] Qin XH, Wang SY (2006) Filtration properties of electrospinning nanofibers. *Journal of Applied Polymer Science*, 102, 1285–1290. <http://doi:10.1002/app.24361>
- [7] Zhang Q, Welch J, Park H, Wu CY, Sigmund W, Marijnissen JCM (2010) Improvement in nanofiber filtration by multiple thin layers of nanofiber mats. *Journal of Aerosol Science*, 41, 230–236. <http://doi:10.1016/J.JAEROSCI.2009.10.001>
- [8] Sundarrajan S, Tan KL, Lim SH, Ramakrishna S (2014) Electrospun nanofibers for air filtration applications. *Procedia Engineering*, 75, 159–163. <http://doi:10.1016/j.proeng.2013.11.034>
- [9] Zhu LF, Zheng Y, Fan J, Yao Y, Ahmad Z, Chang MW (2019) A novel core-shell nanofiber drug delivery system intended for the synergistic treatment of melanoma. *European Journal of Pharmaceutical Sciences*, 137, 105002. <http://doi:10.1016/j.ejps.2019.105002>
- [10] Deepak A, Goyal AK, Rath G (2018) Nanofiber in transmucosal drug delivery. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, 43, 379–387. <http://doi:10.1016/j.jddst.2017.11.008>
- [11] Goyal, R, Macri LK, Kaplan HM, Kohn J (2016) Nanoparticles and nanofibers for topical drug delivery. *Journal of Controlled Release*, 240, 77–92. <http://doi:10.1016/j.jconrel.2015.10.049>
- [12] Barnes CP, Sell SA, Boland ED, Simpson DG, Bowlin GL (2007) Nanofiber technology: Designing the next generation of tissue engineering scaffolds. *Advanced Drug Delivery Reviews*, 59, 1413–1433. <http://doi:10.1016/j.addr.2007.04.022>
- [13] Yoshimoto H, Shin YM, Terai H, Vacanti JP (2003) A biodegradable nanofiber scaffold by electrospinning and its potential for bone tissue engineering. *Biomaterials*, 24, 2077–2082. [http://doi:10.1016/S0142-9612\(02\)00635-X](http://doi:10.1016/S0142-9612(02)00635-X)
- [14] Zhang L, Lou J, Tong L (2011) Micro/nanofiber optical sensors. *Photonic Sensors*, 1, 31–42.

<http://doi:10.1007/s13320-010-0022-z>

- [15] Aussawasathien D, Dong JH, Dai L (2005) Electrospun polymer nanofiber sensors. *Synthetic Metals*, 154, 37–40. <http://doi:10.1016/j.synthmet.2005.07.018>
- [16] Virji S, Huang J, Kaner RB, Weiller BH (2004) Polyaniline nanofiber gas sensors: Examination of response mechanisms. *Nano Letters*, 4, 491–496. <http://doi:10.1021/nl035122e>
- [17] ALTIN Y, BEDELOĞLU A (2020) Polyacrylonitrile Nanofiber Optimization as Precursor of Carbon Nanofibers for Supercapacitors. *Journal of Innovative Science and Engineering (JISE)*, 4, 69–83. <http://doi:10.38088/jise.726792>
- [18] Ünsal ÖF, Altın Y, Çelik Bedeloğlu A (2020) Poly(vinylidene fluoride) nanofiber-based piezoelectric nanogenerators using reduced graphene oxide/polyaniline. *Journal of Applied Polymer Science*, 137, 1–14. <http://doi:10.1002/app.48517>
- [19] Zhang X, Lu Y (2014) Centrifugal spinning: An alternative approach to fabricate nanofibers at high speed and low cost. *Polymer Reviews*, 54, 677–701. <http://doi:10.1080/15583724.2014.935858>
- [20] Kiyak EY, Cakmak E (2014) Nanofiber Production Methods. *Electronic Journal of Textile Technologies Tekstil*, 8, 49–6049.
- [21] Ziabari M, Mottaghitalab V, Haghi AK (2010) A new approach for optimization of electrospun nanofiber formation process. *Korean Journal of Chemical Engineering*, 27, 340–354. <http://doi:10.1007/s11814-009-0309-1>.
- [22] Alghoraibi I, Alomari S (2018) Different Methods for Nanofiber Design and Fabrication. In: Barhoum A, Bechelany M, Makhlof A (eds) *Handbook of Nanofibers*. Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-319-42789-8_11-2
- [23] Ibrahim H M, Klingner A (2020) A review on electrospun polymeric nanofibers: Production parameters and potential applications. *Polymer Testing*, 90, 106647. <http://doi:10.1016/j.polymertesting.2020.106647>
- [24] Homayoni H, Ravandi SAH, Valizadeh M (2009) Electrospinning of chitosan nanofibers: Processing optimization. *Carbohydrate Polymers*, 77, 656–661. <http://doi:10.1016/j.carbpol.2009.02.008>
- [25] Katti DS, Robinson KW, Ko FK, Laurencin CT (2004) Bioresorbable nanofiber-based systems for wound healing and drug delivery: Optimization of fabrication parameters. *Journal of Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials*, 70, 286–296. <http://doi:10.1002/jbm.b.30041>
- [26] Angamma CJ, Jayaram SH (2011) Analysis of the effects of solution conductivity on electrospinning process and fiber morphology. *IEEE Transactions on Industry Applications*, 47, 1109–1117. <http://doi:10.1109/TIA.2011.2127431>
- [27] Abbas JA, Said IA, Mohamed MA, Yasin SA, Ali ZA, Ahmed IH (2018) Electrospinning of polyethylene terephthalate (PET) nanofibers: Optimization study using taguchi design of experiment. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 454. <http://doi:10.1088/1757-899X/454/1/012130>
- [28] Yao L, Lee C, Kim J (2010) Fabrication of electrospun meta-aramid nanofibers in different solvent systems. *Fibers and Polymers*, 11, 1032–1040. <http://doi:10.1007/s12221-010-1032-6>
- [29] Tan SH, Inai R, Kotaki M, Ramakrishna S (2005) Systematic parameter study for ultra-fine fiber fabrication via electrospinning process. *Polymer*, 46, 6128–6134. <http://doi:10.1016/j.polymer.2005.05.068>
- [30] Yang Z, Peng H, Wang W, Liu T (2010) Crystallization behavior of poly(ϵ -caprolactone)/layered double hydroxide nanocomposites. *Journal of Applied Polymer Science*, 116, 2658–2667. <http://doi:10.1002/app>
- [31] Dong X, Lu D, Harris TAL, Escobar IC (2021) Polymers and solvents used in membrane fabrication: A review focusing on sustainable membrane development. *Membranes*, 11. <http://doi:10.3390/membranes11050309>.
- [32] Lei T, Yu L, Wang L, Yang F, Sun D (2015) Predicting polymorphism of electrospun polyvinylidene fluoride membranes by their morphologies. *Journal of Macromolecular Science, Part B: Physics*, 54, 91–101. <http://doi:10.1080/00222348.2014.983853>
- [33] Lasprilla-Botero J, Álvarez-Láinez M, Lagaron JM (2018) The influence of electrospinning parameters and solvent selection on the morphology and diameter of polyimide nanofibers. *Materials Today Communications*, 14, 1–9. <http://doi:10.1016/j.mtcomm.2017.12.003>
- [34] Haloui R, Zussman E, Khalfin R, Semiat R, Cohen Y (2017) Polymeric microtubes for water filtration by co-axial electrospinning technique. *Polymers for Advanced Technologies*, 28, 570–582. <http://doi:10.1002/pat.3794>
- [35] Boaretti C, Roso M, Lorenzetti A, Modesti M (2015) Synthesis and process optimization of electrospun PEEK-sulfonated nanofibers by response surface methodology. *Materials*, 8, 4096–4117. <http://doi:10.3390/ma8074096>
- [36] Lei J, Yao G, Sun Z, Wang B, Yu C, Zheng S (2019) Fabrication of a novel antibacterial TPU nanofiber membrane containing Cu-loaded zeolite and its antibacterial activity toward *Escherichia coli*. *Journal of Materials Science*, 54, 11682–11693. <http://doi:10.1007/s10853-019-03727-x>
- [37] Cui Z, Lin J, Zhan C, Wu J, Shen S, Si J, Wang Q (2020) Biomimetic composite scaffolds based on surface modification of polydopamine on ultrasonication induced cellulose nanofibrils (CNF) adsorbing onto electrospun thermoplastic polyurethane (TPU) nanofibers. *Journal of Biomaterials Science, Polymer Edition*, 31, 561–577. <http://doi:10.1080/09205063.2019.1705534>

- [38] Lin L, Choi Y, Chen T, Kim H, Lee KS, Kang J, Lyu L, Gao J, Piao Y (2021) Superhydrophobic and wearable TPU based nanofiber strain sensor with outstanding sensitivity for high-quality body motion monitoring. *Chemical Engineering Journal*, 419, 129513. <http://doi:10.1016/j.cej.2021.129513>
- [39] Beniwal A, Sunny (2020) Novel TPU/Fe₂O₃ and TPU/Fe₂O₃/PPy nanocomposites synthesized using electrospun nanofibers investigated for analyte sensing applications at room temperature. *Sensors and Actuators, B: Chemical*, 304, 127384. <http://doi:10.1016/j.snb.2019.127384>
- [40] Avossa J, Herwig G, Toncelli C, Itef F, Rossi RM (2022) Electrospinning based on benign solvents: current definitions, implications and strategies. *Green Chemistry*, 24, 2347–2375. <http://doi:10.1039/d1gc04252a>
- [41] Barick AK, Tripathy DK (2010) Effect of nanofiber on material properties of vapor-grown carbon nanofiber reinforced thermoplastic polyurethane (TPU/CNF) nanocomposites prepared by melt compounding. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 41, 1471–1482. <http://doi:10.1016/j.compositesa.2010.06.009>
- [42] Chen C, Bai Z, Cao Y, Dong M, Jiang K, Zhou Y, Tao Y, Gu S, Xu J, Yin X, Xu W (2020) Enhanced piezoelectric performance of BiCl₃/PVDF nanofibers-based nanogenerators. *Composites Science and Technology*, 192, 108100. <http://doi:10.1016/j.compscitech.2020.108100>
- [43] Liao Y, Wang R, Tian M, Qiu C, Fane AG (2013) Fabrication of polyvinylidene fluoride (PVDF) nanofiber membranes by electro-spinning for direct contact membrane distillation. *Journal of Membrane Science*, 425–426, 30–39. <http://doi:10.1016/j.memsci.2012.09.023>
- [44] Pisarenko T, Papež N, Sobola D, Tálu Š, Částková K, Škarvada P, Macků R, Ščasnovič E, Kaštyl J (2022) Comprehensive Characterization of PVDF Nanofibers at Macro-and Nanolevel. *Polymers*, 14, 7–9. <http://doi:10.3390/polym14030593>
- [45] Poorvisha R, Suriyaraj SP, Thavamani P, Naidu R, Megharaj M, Bhattacharyya A, Selvakumar R (2015) Synthesis and characterisation of 3-dimensional hydroxyapatite nanostructures using a thermoplastic polyurethane nanofiber sacrificial template. *RSC Advances*, 5, 97773–97780. <http://doi:10.1039/c5ra18593a>
- [46] Si J, Deng Yi, Gong C, Cui Z, Wang Q (2023) Preparation and characterization of deacetylated cellulose acetate/thermoplastic polyurethane nanofiber membranes modified with graphene oxide for methylene blue and Cr (VI) adsorption. *Polymer Engineering and Science*, 63, 3891–3905. <http://doi:10.1002/pen.26494>
- [47] Li W, Lu L, Yan F, Palasantzas G, Loos K, Pei Y (2023) High-performance triboelectric nanogenerators based on TPU/mica nanofiber with enhanced tribo-positivity. *Nano Energy*, 114, 108629. <http://doi:10.1016/j.nanoen.2023.108629>
- [48] Pavezi KJP, Rocha A, Bonafé EG, Martins AF (2020) Electrospinning-electrospraying of poly(acid lactic) solutions in binary chloroform/formic acid and chloroform/acetic acid mixtures. *Journal of Molecular Liquids*, 320, 114448. <http://doi:10.1016/j.molliq.2020.114448>
- [49] Tang C, Ye S, Liu H (2007) Electrospinning of poly(styrene-co-maleic anhydride) (SMA) and water-swelling behavior of crosslinked/hydrolyzed SMA hydrogel nanofibers. *Polymer*, 48, 4482–4491. <http://doi:10.1016/j.polymer.2007.05.041>
- [50] Sharma D, Satapathy BK (2022) Optimization and physical performance evaluation of electrospun nanofibrous mats of PLA, PCL and their blends. *Journal of Industrial Textiles*, 51, 6640S-6665S. <http://doi:10.1177/1528083720944502>
- [51] Yang W, Li Y, Feng L, Hou Y, Wang S, Yang B, Hu X, Zhang W, Ramakrishna S (2020) GO/Bi₂S₃ doped PVDF/TPU nanofiber membrane with enhanced photothermal performance. *International Journal of Molecular Sciences*, 21, 1–13. <http://doi:10.3390/ijms21124224>
- [52] Le B, Omran N, Hassanin AH, Kandas I, Gamal M, Shehata N, Shyha I (2023) Flexible piezoelectric PVDF/TPU nanofibrous membranes produced by solution blow spinning. *Journal of Materials Research and Technology*, 24, 5032–5041. <http://doi:10.1016/j.jmrt.2023.04.051>
- [53] Elnabawy E, Hassanain AH, Shehata N, Popelka A, Nair R, Yousef S, Kandas I (2019) Piezoelastic PVDF/TPU nanofibrous composite membrane: Fabrication and characterization. *Polymers*, 11. <http://doi:10.3390/polym11101634>
- [54] Adeli B, Gharehaghaji AA, Jeddi AAA (2021) A feasibility study on production and optimization of PVDF/PU polyblend nanofiber layers using expert design analysis. *Iranian Polymer Journal (English Edition)*, 30, 535–545. <http://doi:10.1007/s13726-021-00910-3>
- [55] Ünsal ÖF, Çelik Bedeloğlu A (2023) Nanofiber mat-based highly compact piezoelectric-triboelectric hybrid nanogenerators. *Express Polymer Letters*, 17, 564–579.
- [56] Ünsal ÖF, Çelik Bedeloğlu A (2023) Three-Dimensional Piezoelectric-Triboelectric Hybrid Nanogenerators for Mechanical Energy Harvesting. *ACS Applied Nano Materials*, 6(16), 14656-14668. <http://doi:10.1021/acsanm.3c01973>
- [57] Nguyen NQ, Chen TF, Lo CT (2021) Confined crystallization and chain conformational change in electrospun poly(ethylene oxide) nanofibers. *Polymer Journal*, 53, 895–905. <http://doi:10.1038/s41428-021-00492-0>
- [58] El-Hadi AM, Mohan SD, Davis FJ, Mitchell GR (2014) Enhancing the crystallization and orientation of electrospinning poly (lactic acid) (PLLA) by combining with additives. *Journal of Polymer Research*, 21. <http://doi:10.1007/s10965-014-0605-2>

- [59] Stephens JS, Chase DB, Rabolt JF (2004) Effect of the electrospinning process on polymer crystallization chain conformation in nylon-6 and nylon-12. *Macromolecules*, 37, 877–881. <http://doi:10.1021/ma0351569>
- [60] Li B, Liu Y, Wei S, Huang Y, Yang S, Xue Y, Xuan H, Yuan H (2020) A solvent system involved fabricating electrospun polyurethane nanofibers for biomedical applications. *Polymers*, 12, 1–12. <http://doi:10.3390/polym12123038>
- [61] Arik N, Horzum N, Truong YB (2022) Development and Characterizations of Engineered Electrospun Bio-Based Polyurethane Containing Essential Oils. *Membranes*, 12, 1–16. <http://doi:10.3390/membranes12020209>
- [62] Jimenez GA, Jana SC (2009) Composites of Carbon Nanofibers and Thermoplastic Polyurethanes With Shape-Memory Properties Prepared by Chaotic Mixing. *Polymer Engineering And Science*, 49, 2020–2030. <http://doi:10.1002/pen>
- [63] Shepelin NA, Glushenkov AM, Lussini VC, Fox PJ, Dicoski GW, Shapter JG, Ellis AV (2019) New developments in composites, copolymer technologies and processing techniques for flexible fluoropolymer piezoelectric generators for efficient energy harvesting. *Energy and Environmental Science*, 12, 1143–1176. <http://doi:10.1039/c8ee03006e>
- [64] Li J, Meng Q, Li W, Zhang Z (2011) Influence of crystalline properties on the dielectric and energy storage properties of poly(vinylidene fluoride). *Journal of Applied Polymer Science*, 122, 1659–1668. <http://doi:10.1002/app.34020>
- [65] Gee S, Johnson B, Smith AL (2018) Optimizing electrospinning parameters for piezoelectric PVDF nanofiber membranes. *Journal of Membrane Science*, 563, 804–812. <http://doi:10.1016/j.memsci.2018.06.050>



Araştırma Makalesi

Journal of Innovative Engineering and Natural Science

(Yenilikçi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Dergisi)

journal homepage: <https://jiens.org>

SG2 düşük alaşımlı ilave metal kullanılarak tel ark eklemeli imalat yöntemi ile üretilen silindirik parçanın mekanik özelliklerinin araştırılması

Kürşat Uygur Altun^{a*}, Ercan Çağlar^a, Yusuf Ayan^b, Nizamettin Kahraman^a

^aKarabük Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, İmalat Mühendisliği Bölümü, Karabük, 78050, Türkiye.

^bKarabük Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Mekatronik Mühendisliği Bölümü, Karabük, 78050, Türkiye.

MAKELE BİLGİSİ

Makale Geçmişi:

Geliş 20 Eylül 2023

Düzeltilme 30 Kasım 2023

Kabul 28 Aralık 2023

Çevrimiçi mevcut

Anahtar Kelimeler:

Tel ark eklemeli imalat

Silindir

Düşük alaşımlı çelik

SG2

ÖZET

Bu çalışmada, son yıllarda kullanım alanları ve önemi giderek artan eklemeli imalat tekniklerinden tel ark eklemeli imalat yöntemi (TAEİ) kullanılmıştır. Çalışmada düşük alaşımlı çelik olan SG2 gazaltı kaynak teliyle silindirik şekilde parça üretimi yapılmıştır. Çalışmanın amacı standart olarak temin edilemeyen silindirik parçanın istenilen ölçülerde TAEİ yöntemiyle üretilmesidir. Üretim işlemlerinde MIG-MAG kaynak yöntemi kullanılmıştır. Üretilen parçadan alınan numunelere mekanik ve metalürjik testler uygulanmıştır. Mekanik özellikleri belirlemede çekme ve sertlik testleri, metalürjik özellikleri belirlemede ise makro/mikro yapı çalışmaları yapılmıştır. Çekme testi 3 farklı numune grubuna (direk alındığı haliyle, sadece frezelenmiş numune, frezelenmiş+standart çekme numunesi) uygulanmıştır. Çekme testinde numune türüne göre değişen sonuçlar elde edilmiştir. Numunelerin mikroyapılarında ağırlıklı olarak poligon ferrit yapısı gözlemlenmiştir. Üretilen numuneden ölçülen ortalama sertlik değerinin yaklaşık 166 HV olduğu belirlenmiştir.

Investigation of the mechanical properties of cylindrical part produced by wire arc additive manufacturing method using SG2 low alloy filler metal

ARTICLE INFO

Article history:

Received 20 Sep 2023

Received in revised form 30 Nov 2023

Accepted 28 Dec 2023

Available online

Keywords:

Wire arc additive manufacturing

Cylinder

Low alloy steel

SG2

ABSTRACT

In this study, wire arc additive manufacturing method (WAAM), which is one of the additive manufacturing techniques whose usage areas and importance have increased in recent years, was used. In the study, low alloy steel SG2 arc welding wire was produced in the form of a cylindrical part and in layers. The aim of this study is to produce the cylindrical part that cannot be supplied as a standard in the desired size by WAAM method. For this purpose, MIG-MAG welding was used in the study. Mechanical and metallurgical tests were applied to the samples taken from the produced part. Tensile and hardness tests were used to determine the mechanical properties, and macro/microstructure studies were performed to determine the metallurgical properties. Tensile test was applied to 3 different sample groups (as taken directly, milled sample only, milled + standard tensile sample). In the tensile test, results varying depending on the sample type were obtained. Polygonal ferrite was observed predominantly in the microstructures of the samples. It was observed that the average hardness value measured from the manufactured sample was approximately 166 HV.

I. GİRİŞ

Üç boyutlu baskı ve hızlı üretim olarak da bilinen Eklemeli imalat (Eİ), katman üzerine katman şeklinde malzemelerin üretimini ele alan bir tekniktir [1]. Eİ metal malzemelerin üretiminde, imalat yöntemleri arasında önemli bir konumdadır ve teknoloji ile beraber sürekli gelişen ve popüler hale gelen bir üretim yöntemidir. Bu teknolojinin en temel prensibi bilgisayar destekli tasarım ile oluşturulan katı modelin bir plaka üzerinde üst üste eklenerek katmanlar halinde üretilmesidir [2]. Eİ; geleneksel üretim yöntemlerinden biri olan talaş kaldırmanın aksine üretiminin yapılacağı parçanın katman üzeri katman şeklinde ve üretimi zor olan karmaşık geometriye parçaların üretilmesini sağlar [3]. Son yıllarda araştırmacılar tel ark eklemeli imalat (TAEİ) yöntemi üzerinde çeşitli kaynak yöntemleri ile farklı malzemeler kullanarak çalışmalar yapmakta ve geliştirmektedirler. Kaynak işlemi esasına dayanan bu yöntemle farklı kaynak çeşitleri ile üretim yapılabilmekte, malzeme birikimi diğer yöntemlerden fazla olduğu için büyük boyutlu metal parçaların üretimi yapılabilmektedir [4]. TAEİ yönteminde birçok kaynak yöntemi (MIG-MAG, TIG, plazma, lazer, elektron ışın) kullanılmaktadır. Bu çalışma kapsamında TAEİ alanında en çok kullanılan MIG-MAG kaynağı tercih edilmiştir. MIG-MAG kaynak yönteminde kaynağı başlatmak için gereken ısı, ergiyen ve sürekli beslenen tel elektrot ile birleştirilecek parça arasında oluşan ark ve elektrottan geçen kaynak akımının direnci ile oluşan ısıdan üretilir. Kaynak teli otomatik olarak ark bölgesine gönderilir, ergiyerek kaynak metalini oluşturur. Kaynak esnasında kaynak bölgesi koruyucu bir gaz ile korunmaktadır [5].

Yapılan literatür araştırmalarında MIG-MAG kaynak yöntemi kullanılarak çok sayıda demir ve demirdışı malzemeden oluşan duvar tipi parçalar üretilmiştir [6-15]. Huang ve arkadaşları [6] derleme makalelerinde Eİ yönteminde karşılaşılan zorlukları, malzeme seçimini, işleme yöntemini, katmanların kalitesini iyileştirme çalışmaları ve mikroyapı çalışmalarını, Turgut ve arkadaşları [7] SG2 düşük alaşımlı çelik malzemeyi TAEİ yöntemi ile üretirken katmanlar arası bekleme süresinin malzemenin mekanik özelliklerine ve mikroyapısına etkilerini araştırmışlardır. Reisgen ve arkadaşları [8] eklemeli imalat yöntemi ile SG2 gazaltı kaynak teli kullanarak soğuma hızı ve soğutma ortamları üzerinde araştırma yapıp su ve basınçlı hava ile soğutma yaparak soğuma sonucu numunelerin termal etkilerini, mikroyapılarını ve sertlik değerlerini incelemişlerdir. Hölscher ve arkadaşları [9] EN ISO 14341-A gazaltı kaynak teli kullanarak elektrot ve parça arasındaki ark boyu mesafesini araştırmışlardır. Taşdemir ve Nohut [10] derleme makalelerinde Eİ yönteminin gemi inşa endüstrisinde kullanımını araştırmış, gemi sektöründe oldukça yoğun olarak kullanılan karmaşık yapı ve büyük parçaların (yay, dümen, pervane) döküm yöntemi ve TAEİ yöntemi ile üretimini karşılaştırmışlardır. Prado ve arkadaşları [11] SG2 gazaltı kaynak teli kullanarak karmaşık şekilli parçaların TAEİ yöntemi ile daha düşük ısı girdisi ile daha düşük maliyet ve daha yüksek hızda üretimini araştırmışlardır. Sydow ve arkadaşları [12] SG3 gazaltı kaynak teli kullanarak ürettiği parçanın yeniden kristalleşme durumunu, mikrosertlik değerlerini ve mikroyapılarını incelemişlerdir. Dirisu ve arkadaşları [13] düşük alaşımlı çelik malzeme kullanarak duvar biçiminde parçalar üretmiş, ürettikleri parçaların kırılma direncini araştırmış, mekanik testler ve mikroyapı çalışmaları uygulamışlardır. Li ve arkadaşları [14] derleme makalelerinde TAEİ yöntemiyle üretilen duvar tipi çalışmaları analiz etmişlerdir. Jahns ve arkadaşları [15] düşük alaşımlı çelik malzeme kullanarak ve TAEİ ile ürettikleri düz duvar biçimindeki parçanın inşaat sektöründe kullanılabilirliğini araştırmışlar ve numunelere mekanik testler uygulamışlardır.

TAEİ yönteminde MIG-MAG kaynak tekniği kullanılarak silindirik malzeme üretilebilirliği konusunda bazı çalışmalar bulunmaktadır [16-19]. Rodrigues ve arkadaşları [16] ER110S-G düşük alaşımlı gazaltı kaynak teli

kullanarak TAEİ yöntemi ile ürettikleri parçaya üretim sırasında SiC eklemişler, mekanik özelliklerini ve mikroyapılarını araştırmışlardır. Nagasai ve arkadaşları [17] düşük alaşımlı çelik gazaltı kaynak teli ile ürettikleri silindirik parçanın mekanik ve mikroyapı özelliklerini, mikrosertlik özelliklerini incelemiş ve çekme testleri yapmışlardır. Yıldız ve arkadaşları [18] SG2 gazaltı kaynak teli kullanarak yaptıkları çalışmada tel besleme hızı ve ilerleme hızı gibi parametrelerin parçaya olan etkilerini araştırmışlar ve ürettikleri parçaları mekanik testler ve mikroyapı incelemeleri uygulamışlardır. He ve arkadaşları [19] TAEİ yöntemiyle EH700-1 malzeme kullanarak hem silindirik çevresel hem de silindirik aksenal besleme şeklinde üretim yapmışlar ve üretilen parçaların mikroyapı özelliklerini ve aynı bileşiğe sahip döküm parçaya göre farklılıklarını araştırmışlardır.

Verilen bilgiler doğrultusunda görüldüğü gibi TAEİ yöntemiyle silindirik parça üretimi üzerine çalışmalar mevcuttur. Bu çalışmanın benzerlerinden farklı yönü üretimin farklı şekilde gerçekleşmesi ve üretilen parçaya 3 farklı biçimde (direkt alındığı haliyle, sadece yüzey işlemine tutularak ve hem yüzey işlemine tutularak hem de standart çekme numunesi haline getirilmesiyle) çekme testi uygulanmasıdır. Bir başka ifade ile üretimi gerçekleştirilen numuneler; direkt alındığı haliyle, sadece frezelenmiş ve frezelenmiş+standart çekme numunesi haline getirilmiştir. Böylelikle TAEİ yöntemi ile üretilen numunelerin yüzey işlemlerine tabi tutularak veya tutulmadan servis şartlarında kullanımlarının mekanik özelliklere etkisi belirlenmiştir. Çalışmalar sonucunda üç farklı değişkenin kullanımından elde edilen verilerin benzerlik ve farklılıkları neden-sonuç ilişkisi ile değerlendirilmiştir. Ayrıca üretilen numunelere sertlik testleri ile mikroyapı çalışmaları yapılarak üretimlerin mekanik özellikler ile ilişkileri araştırılmıştır.

II. DENEYSEL METOT

Gazaltı kaynak yöntemi kullanılarak TAEİ yöntemiyle silindirik parça üretiminin amaçlandığı bu çalışmada MIG-MAG kaynak işlemlerinde en çok tercih edilen SG2 gazaltı kaynak teli kullanılmıştır. Kullanılan ilave telin (SG2) mekanik özellikleri (akma, çekme ve çentik darbe dayanımı) ve kimyasal bileşimi Tablo 1’de verilmiştir.

Tablo 1. Çalışmalarda kullanılan ilave metalin kimyasal bileşimi ve mekanik özellikleri

Kimyasal bileşimi (Ağırlıkça %)				Kaynak Metali Mekanik Özellikleri		
C	Mn	Si	Fe	Akma dayanımı (N/mm ²)	Çekme Dayanımı (N/mm ²)	Uzama (%)
0.07	1.45	0.90	Kalan	460	560	27

TAEİ yöntemi ile silindirik parça üretim işlemleri için çok sayıda ön çalışma yapılmış ve nihai üretim parametresi Tablo 2’de verilmiştir. Şekil 1’de üretimin yapıldığı makinenin resmi ve kaynak işlemi esnasında katmanların oluşturulduğu görüntüler verilmiştir.

Tablo 2. TAEİ işlem parametreleri

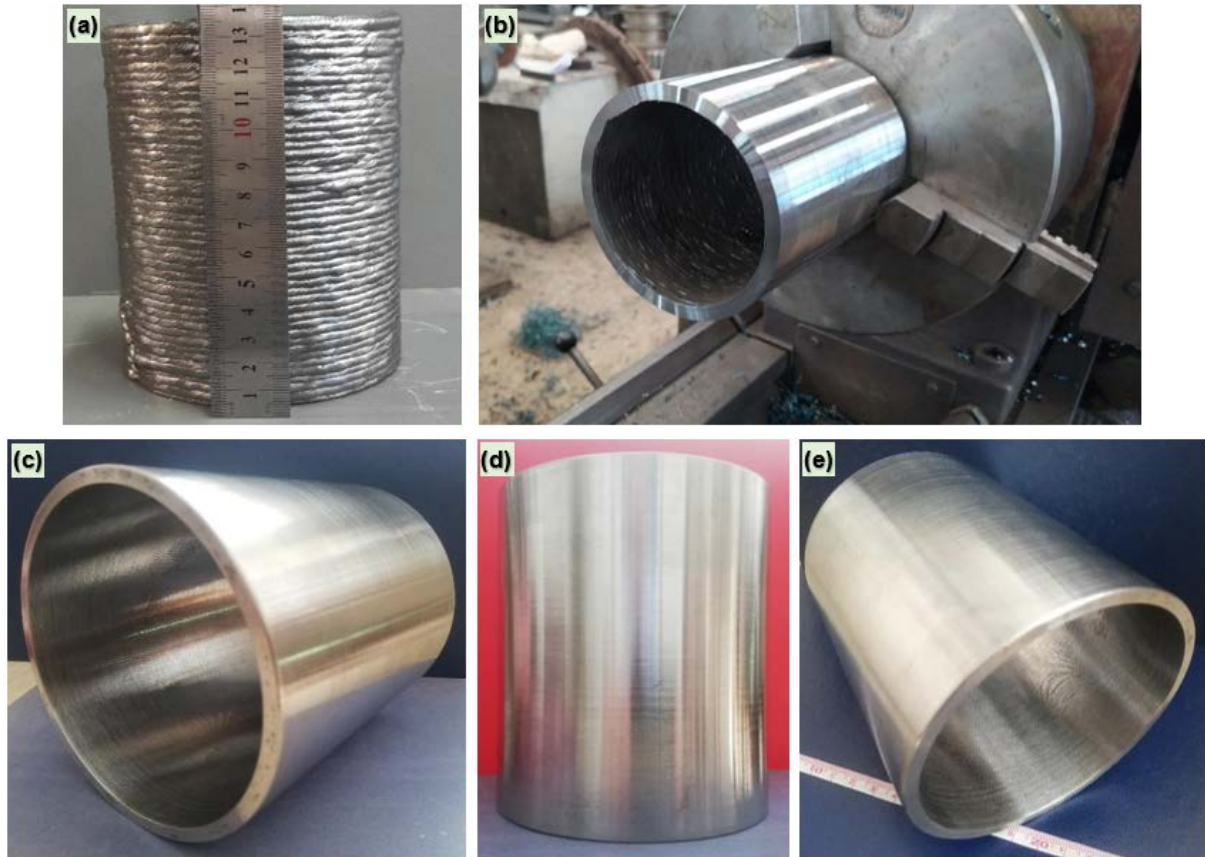
Kaynak Akımı (A)	Volt (V)	Tel ilerleme hızı (m/dk)	Torç İlerleme Hızı (m/dk)	Tel Çapı (mm)	Koruyucu gaz	Gaz debisi (l/dk)
105-120	20-22	3	2	1.2	%86 Ar, %12 CO ₂ , %2 O ₂	16



Şekil 1. TAEİ işlemlerinin gerçekleştirildiği makine ve üretim aşamalarından bazı görüntüler

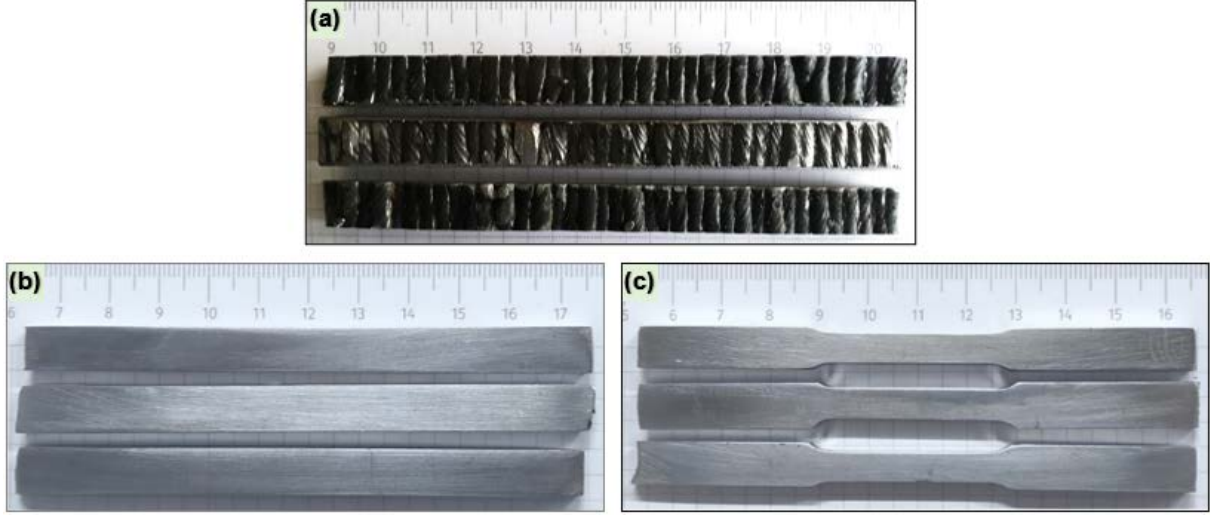
Belirlenen parametreler dahilinde üretim işlemine başlanarak Şekil 1’de gösterildiği gibi katmanlar oluşturmuştur. Katmanlar oluşturulur iken her bir katman tamamlandığında üretim otomatik olarak durdurulmuş ve kaynak dikiş sıcaklığının (katmanlar arası sıcaklık) 80-90 °C’ye soğuması sağlanacak şekilde beklenilmiştir.

Üretim tamamlandıktan sonra aynı yöntem ve parametreler kullanılarak aynı parçadan bir adet daha üretilmiş ve oksit tabakaları tel fırça ile temizlenmiştir. Parçaların birine Şekil 2’de görüldüğü gibi iç ve dış tornalama yapılırken, diğerinden kesme makinesiyle 10 mm genişliğinde 10 adet parça alınarak, mekanik testler için numuneler hazırlanmıştır.



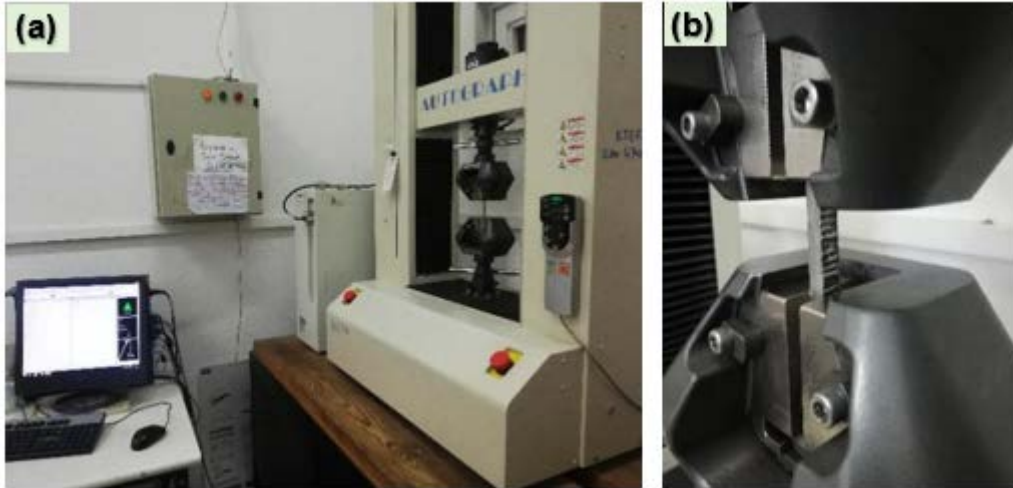
Şekil 2. Üretimi gerçekleştirilen parçalar (a) Üretildiği haliyle, (b) Dış yüzeyin tornalanması ve (c, d ve e) Tornalanmış numuneler

Test numuneleri Şekil 3'te de görüldüğü gibi bir kısmı pasolu halde kalırken (alındığı haliyle), diğer kısmı deney numunesi çıkarılabilmesi için ön ve arka kısımlarında yer alan geniş bölgeler frezeleme işlemine (sadece frezelenmiş) tabi tutulmuştur. Frezelenmiş numunelerin bir kısmı CNC freze ile çekme numunesi (frezeleme+standart çekme numunesi) haline getirilmiştir.



Şekil 3. Üretimi gerçekleştirilen parçalar (a) Üretildiği haliyle, (b) Dış yüzeyin tormalanması ve (c, d ve e) Tormalanmış numuneler

Şekil 3'te verilen 3 grup numuneye çekme testi yapılmış ve sonuçlar kendi aralarında kıyaslanmıştır. Çekme testleri oda sıcaklığında ve 2 mm/dk çekme hızında yapılmıştır. Şekil 4'te çekme test cihazı ile çekme testi esnasından (alındığı hali ile test yapılan numune) bir görüntü paylaşılmıştır.



Şekil 4. Çekme testi (a) Çekme cihazı ve (b) Test işlemi esnası

Mikroyapı ve sertlik numunesi direkt olarak üretilen silindirik parça boyunca kesilerek alınmış, metalografik işlemler için 3D yazıcı ile kalıp oluşturulmuş ve bakalit içine alınarak Şekil 5'te görüldüğü gibi numune sabitlenmiştir.



Şekil 5. Bakalit içine alınan mikroyapı numunesi

Mikroyapı incelemeleri için kullanılan numuneler zımparalama, parlatma ve dağlama işlemlerine tabi tutulmuştur. Numuneler sırasıyla 80, 180, 240, 400, 600, 800, 1000, 1200 sulu kum zımparalara kağıtlarıyla zımparalanmıştır. Daha sonra parlatma işlemi için parlatma keçesi ile sırasıyla 6 μ ve 1 μ boyutunda elmas pastalar kullanılarak parlatılmıştır. Hazırlanan numune %2 nital çözeltisiyle 10 sn boyunca dağlama işlemine tabi tutulmuş ve optik mikroskopla (Nikon Epiphot 200) mikroyapıları incelenmiştir. Sertlik ölçümleri tabandan başlayarak 100 μ m aralıklar ile 10 adet, devamında 4 mm aralıklar ile 28 adet ve üst kısımda ise yine 100 μ m aralıklar ile 10 adet olmak üzere toplamda 48 ölçüm yapılmıştır. Mikro sertlik ölçümleri Shimadzu marka Vickers sertlik ölçüm cihazında, 500 g yük altında ve 10 sn. bekleme süresinde gerçekleştirilmiştir.

III. BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1 Gözle Muayene

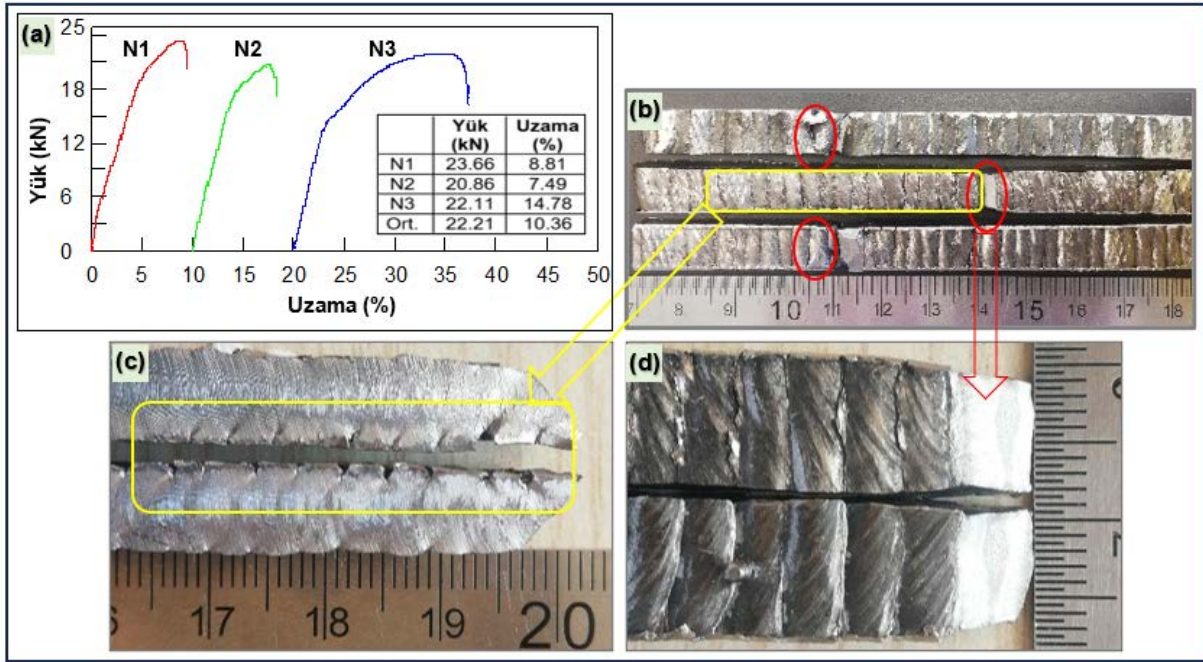
Üretim esnasında yapılan gözlemlerde TAEİ yöntemiyle üretilen parçanın başlama ve bitiş yerlerinde kısmi dikiş bozulmalarının (başlangıçta yüksek, bitişte ise düşük) olduğu ancak bir sonraki pasonun bu bozuklukları giderdiği görülmüştür. Ayrıca üretilen parçada TAEİ ile üretimde sık karşılaşılan parça duvarından sarkma, ark sapması ve merkezden kaçıklık hatalarının oluşmadığı tespit edilmiştir. Tüm bunların yanında Şekil 2 a'da görüldüğü gibi her bir pasonun yaklaşık aynı yüksekliğe sahip olması, pasolar arasında ani girinti ve çıkıntıların oluşmaması biriktirme işlemlerinin gayet başarılı olduğu sonucunu göstermiştir. Ayrıca üretimi gerçekleştirilen numunelerin iç ve dış yüzeylerinin işlenerek son şeklinin verildiği çalışmalar sonucunda üretilen numunelerde herhangi bir kaynak kusurunun (boşluk, gözenek, makro çatlak vb.) bulunmadığı belirlenmiştir (Şekil 2 c-e).

3.2 Çekme Testi

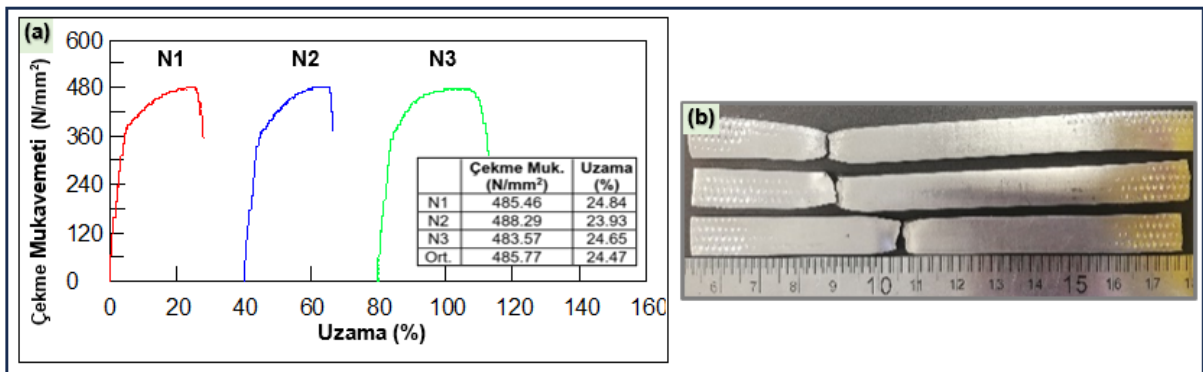
TAEİ yöntemi ile üretilen silindirik parçanın statik yük altındaki davranışlarının belirlenmesi için numunelere çekme testi yapılmıştır. Yapılan testler Şekil 6'da görüldüğü gibi direkt üretildiği haliyle olan kaynak pasolu numunelere, Şekil 7'de sadece yüzeyleri frezelenmiş numunelere ve Şekil 8'de görülen yüzeyleri frezelenmiş+standart çekme numunelerine olmak üzere 3 farklı grup halinde yapılmış ve çekme grafikleri Şekil 6, Şekil 7 ve Şekil 8'de verilmiştir.

Şekil 6'da gösterildiği gibi çekme testleri sonucunda kaynak pasolu numuneler (alındığı haliyle) çekme testi sonunda ortalama 22.21 kN yük etlisi altında ortalama 10.36 mm uzama göstermişlerdir. Şekil 7'de gösterildiği gibi çekme testleri sonucunda sadece frezelenmiş numunelerin dayanımları ortalama 485.77 N/mm², uzamaları ise %24.47 olarak ölçülmüştür. Son olarak Şekil 8'de gösterildiği gibi frezeleme+standart çekme numunelerine yapılan çekme testi sonucunda ortalama çekme dayanımı ortalamaları 495.96 N/mm², uzamaları ise %24.52 olarak

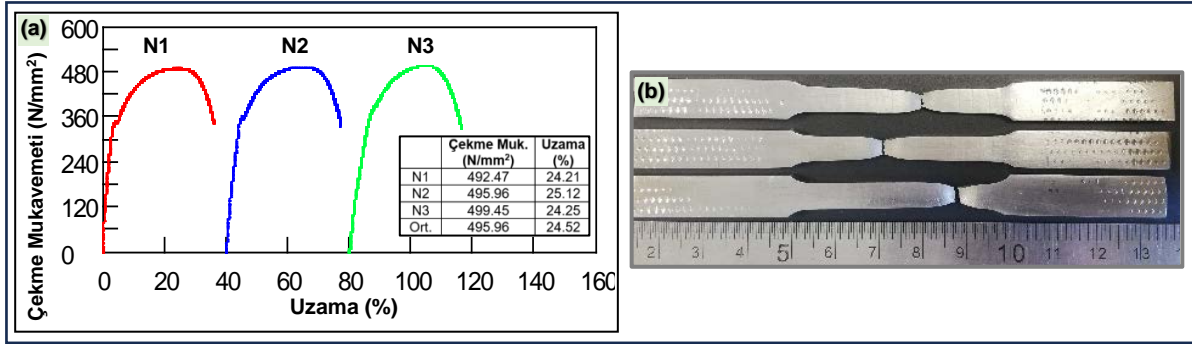
ölçülmüştür. Bilindiği gibi çekme testi esnasında test cihazına çekme testi yapılan numunenin genişliği ile kalınlığı girilerek test sonucunda birim alana düşen yük N/mm^2 cinsinden bulunmaktadır. Yapılan çalışmada elde edilen üç farklı yüzey özellikleri benzer olmadığından üretimden alındığı hali ile çekme testi yapılan numunelerde bu çekme test makinasına malzeme boyutlarını girmek mümkün olmamıştır. Çünkü üretimden çıkan numunede genişlik sabit olmasına karşın (9 mm) standart bir kalınlık yoktur. Burada her bir pasonun ortası en yüksek ölçüye sahipken (ortalama 7,4 mm) pasolar arası geçiş ölçüsü ise en düşük ölçüye (ortalama 6,1 mm) sahiptir. Ayrıca bu tür üretimlerde her bir paso ölçüsünün farklı olduğu düşünüldüğünde standart bir boyut girmek çok zordur. Bu numune için alınan en küçük ölçümler doğrultusunda çekme dayanımı ortalama $22.21 \times 1000 / 6.1 \times 9 = 404.6 N/mm^2$ hesaplanmıştır. Bu üretimdeki uzamanın da ortalama %10.36 olduğu belirlenmiştir.



Şekil 6. Alındığı haliyle kaynak pasolu numunelerin (a) Çekme grafikleri, (b-d) Test sonrası makro resimleri



Şekil 7. Frezelenmiş numunelerin (a) Çekme grafikleri ve (b) Test sonrası makro resimleri



Şekil 8. Frezelenmiş+standart çekme numunelerin (a) Çekme grafikleri ve (b) Test sonrası makro resimleri

Diğer iki işleme yöntemi ile üretilmiş (sadece frezelenmiş ve frezelenmiş+standart çekme numunesi) numunelerden elde edilen çekme mukavemetleri ile % uzamaların birbirlerine çok yakın olduğu ve bu da numunelerde çentik etkisi yapacak herhangi bir düzensizliğin olmadığı sonucunu çıkarmaktadır. Ham hali ile çekme testi yapılan numunede ise üretimin en dar bölgesi çekme testi esnasında deformasyona uğramakta dolayısıyla % uzama değerleri işlenmiş numunelere göre ciddi kayıplar verirken, çekme dayanımları % uzamalara göre daha yakın sonuçlar sergilemektedir. Ham hali ile yapılan çekme testinden elde edilen sonuçları diğer ikisinden ayıran bir diğer farkın da yapılan 3 adet çekme testinden elde edilen sonuçların birbirlerine uzaklığıdır. Bir başka ifade ile ham hali ile yapılan çekme testlerinde mukavemet değerlerinde %15'e yakın bir kayıp görülürken, diğer iki numune türünde bu değer %1'in bile altındadır. Benzer şekilde uzamalara bakıldığında ham hali ile yapılan testte %100'e yakın bir kayıp ölçülürken diğer iki numune türünde bu değer %1'in altında kalmaktadır.

TAEİ yöntemiyle üretilen numunelerin kopma morfolojileri incelendiğinde ham hali ile yapılan testlerdeki N1 ve N2 kodlu numunelerde (Şekil 6b) ani çentik etkisinden dolayı dik bir kırılma biçimi ve büzülme gözlenmez iken N3 kodlu numunede yaklaşık 45°'lik bir eğik kırılma yüzeyi ve belirgin bir büzülme (Şekil 6b,d) görülmektedir. Ayrıca N3 kodlu numunede (Şekil 6c) çekme testi esnasında numunenin deformasyona maruz kalan bölgesindeki pasolar arasında belirgin çatlakların oluştuğu görülmektedir. Çekme test numunesinde oluşan bu çok sayıda çatlak üretimin tekrarlanabilirliklerinin yüksek olduğunun bir göstergesi olarak değerlendirilebilir. Aksi durumda pasolardan herhangi birisinde hata olması durumunda bu çoklu çatlak oluşumu yerine sadece çentik etkisi yapacak olan kısımdan çatlak başlayıp çatlak oluşturabileceği ve bu kısımdan kopabileceği düşünülmektedir.

TAEİ yöntemi ile üretilen numunelerin kopma yüzeyleri gözle muayene edildiğinde tüm numunelerin sünek kopma gerçekleştikleri belirlenmiştir. Üretimlerde kullanılan SG2 kaynak telinin mekanik özelliklerine bakıldığında uzama miktarı minimum %22 olarak verilmiştir. Alındığı hali ile yapılan testler dışında üretilen numunelerin % uzama ortalamaları yaklaşık olarak sadece frezelenmiş numunelerde %24.4, frezelenmiş+çekme numunelerinde ise %24.5 olarak ölçülmüştür. Bu iki numuneden elde edilen değerlerin orijinal tel dayanımından yüksek çıkmasının sebebi üretim esnasından pasoların sürekli olarak ısı işleme maruz kalması dolayısıyla ısı işlem görmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Dağıykan ve arkadaşları [20] SG2 gazaltı kaynak teli kullanarak TAEİ yöntemi ile ürettikleri duvar şeklindeki parçadan numune olarak çekme testine tabi tutmuşlar, çekme dayanımını ortalama 504 ± 4 N/mm² ve uzama miktarını ortalama 27.6 ± 0.7 olarak bulmuşlardır. Shukla

ve arkadaşları [21] SG2 tel ile ürettikleri parçanın çekme testi sonuçlarında çekme dayanımını 482 N/mm^2 , uzama miktarını %24.5 olarak bulmuşlardır. Literatürde bulunan bu değerler çalışmada bulunan frezeleme+ standart numune değerleriyle kıyaslandığında (dayanım: 495.96 N/mm^2 , uzama: %24.52) birbirine yakın değerler elde edildiği görülmüştür. Bunun sebebinin kullanılan telin ve kullanılan kaynak yönteminin benzer olmasından kaynaklandığı söylenebilir. Bu tür üretimlerde benzer yöntem ve ilave tel kullanılarak farklı sonuçlar da elde edilebilir. Bu farklılığın üretimin yapıldığı ortamdan kaynaklanabileceği gibi pasolar arası geçiş sıcaklığı ve kaynak esnasındaki farklı ısı girdilerinden etkilenebileceği bir gerçektir.

SG2 telin kimyasal bileşimi piyasadan temin edilebilen St37 malzemesine oldukça benzerdir. St37 malzemesinin dayanımı, kalınlığı 3 mm-100 mm arasında değişen malzemeler için $340-470 \text{ N/mm}^2$ aralığında olduğu belirtilmiştir [22]. Üretilen SG2 malzemeli yapının frezelenmiş+standart numunesinde 495.96 N/mm^2 dayanıma sahip olduğu göz önüne alındığında üretilen yapıda St37 malzemesinin belirtilen referans değerinden daha yüksek dayanım elde edildiği söylenebilir.

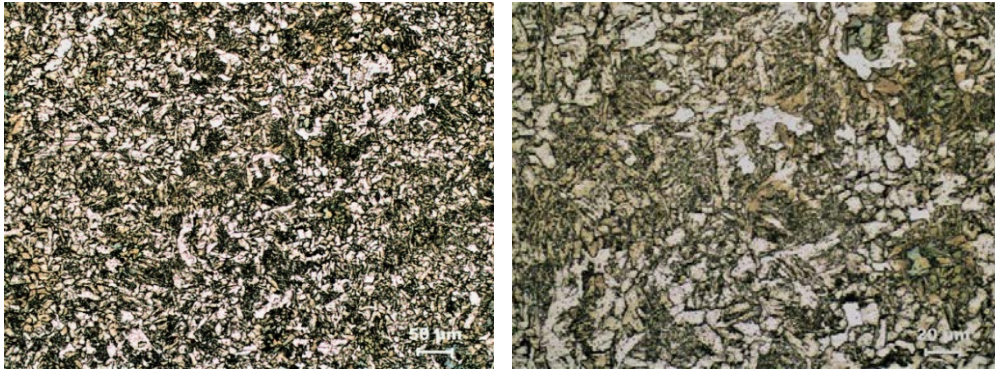
3.3. Mikroyapı Çalışmaları

Numunenin mikroyapı çalışmaları için inşa yönüne göre alt, orta ve üst kısımlarından mikroyapı örnekleri alınmıştır. Mikroyapı değerlendirmeleri Şekil 5'te gösterilen bölgelere göre yapılmıştır. Numunenin alt, orta ve üst kısmından farklı büyütme oranlarında alınan mikroyapı görüntüleri Şekil 9, Şekil 10 ve Şekil 11'de verilmiştir.

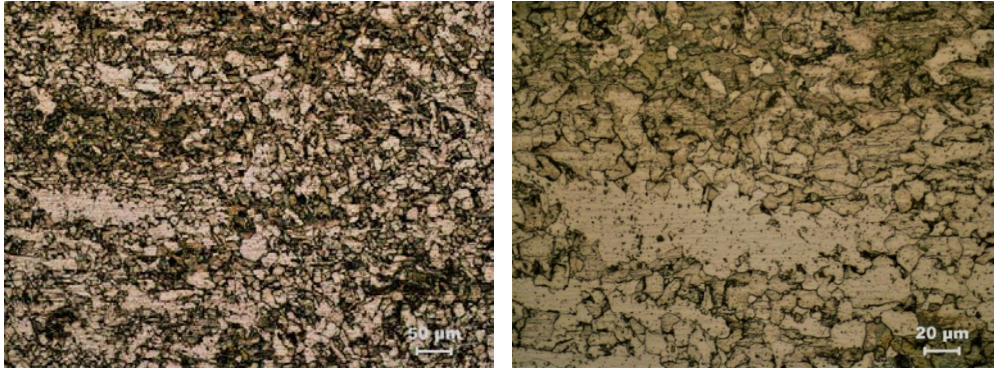
TAEİ yöntemi ile üretilmiş numuneden elde edilen mikroyapı görüntülerinde tane sınırlarında küçük perlit bölgelerinin olduğu tipik bir ferritik yapı görülmektedir. Şekil 9 ve Şekil 10 incelendiğinde yapıların ağırlıklı olarak poligonal ferritik olduğu bunların aksine Şekil 11'in ise daha çok Widmanstatten ferritik yapıda olduğu görülmektedir. SG2 telinden üretilen yapıda tekrarlı katmanların yeniden kristalleşmesinden dolayı yapıda tane sınırı ferrit bulunabilmektedir [20]. Tane sınırı ferritin çatlağın kolay ilerlemesine etkisi bulunmaktadır [13]. Burada ilk iki görüntünün üretimin alt ve orta kısmına ait olduğu düşünüldüğünde bir sonraki pasonun ve daha sonraki pasoların sıcaklığının etkisi ile tek pasolu kaynak işlemlerinde elde edilen asiküler ve Widmanstatten ferritik yapılarını ısı etkisi ile poligonal morfolojiye dönüştürdüğü belirlenmiştir. Bilindiği gibi ısı işlem süreçlerinde malzemeler farklı sıcaklıklarda farklı tane morfolojilerine sahip olmaktadır. Ayrıca çok pasolu kaynak ve biriktirme işlemlerinde her bir pasonun maruz kaldığı ısının homojen olmayışı mikroyapılarda farklılaşmaya neden olmaktadır. Hatta bu ısı girdisinin farklı olması aynı katman içerisinde tane büyüklüğünü bile etkilemektedir. Bir başka ifade ile bir katmanın yüksek sıcaklığa maruz kalan bölgesinde tane irileşmesi meydana gelirken daha düşük sıcaklık bölgesinde ince taneli eş eksenel ve poligonal yapılar oluşabilmektedir. Bu nedenle TAEİ yöntemi ile üretilen malzemelere homojen olmayan bir ısı dağılımı nedeniyle homojen bir mikroyapının olması beklenmemelidir.

Mikroyapı sonuçları genel olarak (alt, orta ve üst) değerlendirildiğinde bazı bölgelerde tane irileşmesi gözlemlendiği biriktirme işleminde üst üste uygulanan pasolarda ya da çok pasolu kaynak uygulamalarında her bir pasonun önceki paso üzerinde ısı işlem yaptığı dolayısıyla da biriktirme işlemi sırasında homojen olmayan ısı dağılımı sebebiyle farklı mikroyapısal dönüşümler olduğu tespit edilmiştir. Literatür araştırmalarına bakıldığında çalışmalar ağırlıklı olarak düz duvar biçiminde olup benzer sonuçların elde edildiği görülmüştür. Ayan [23] TAEİ yöntemiyle ve SG2 gazaltı kaynak teli ile yaptıkları çalışmanın mikroyapısında ağırlıklı olarak poligonal ferrit

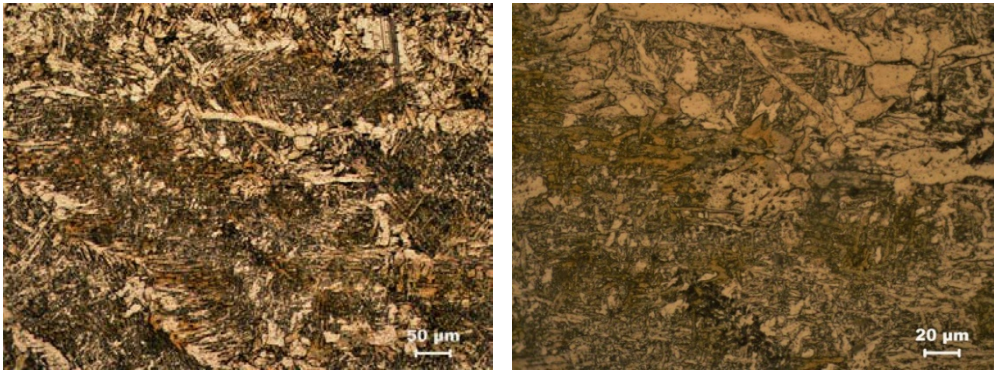
fazına rastlamışlardır. Benzer şekilde Dağyikan ve arkadaşları [20], ve Ayan ve Kahraman [24] da TAEİ yöntemi ile ürettikleri numunelerde benzer sonuçların yanında ilk üretilen alt katmanların orta ve üst kısımlara göre daha fazla sıcaklık çevrimlerine maruz kaldığı bu nedenle TAEİ yöntemi ile üretilen malzemelerde homojen bir mikroyapının olmadığını belirtmişlerdir. Fang ve arkadaşları [25] düşük alaşımlı çelik malzeme kullanarak düz duvar biçiminde üretim yapmışlar ve numunelerin mekanik özellikleri ile mikroyapılarını incelemişlerdir. Çalışmaları sonucunda alt, orta ve üst kısımlarda farklı mikroyapılara rastlamışlar ve bunun sebebinin artan ısı girdisi ile mikroyapının değiştiği olarak açıklamışlardır.



Şekil 9. Taban (alt) kısmı mikroyapı görüntüleri



Şekil 10. Orta kısım mikroyapısı görüntüleri

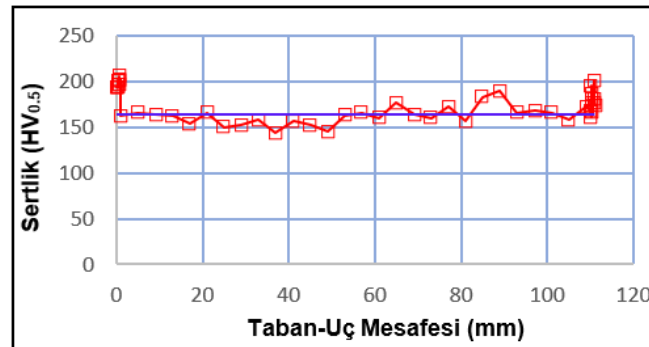


Şekil 11. Üst kısım mikroyapı görüntüleri

3.4. Mikrosertlik Çalışmaları

TAEİ yöntemi ile üretilen numune kesitinden kaynak inşa yönüne doğru kesit boyunca ölçümler alınmış ve sonuçlar grafik olarak Şekil 12’de verilmiştir.

Şekil 12’de verilen sertlik grafiği incelendiğinde grafiğin üç belirgin bölgeden oluştuğu görülmektedir. Bu bölgeler altlık malzemenin üretim işlemlerine dahil olduğu alt kısım, pasolar arası sıcaklığın sabit olduğu ve aynı ısıl işlemlere (temperleme) maruz kalan ve oldukça geniş bir alanı kapsayan orta kısım ve son olarak üzerine başka bir pasonun uygulanmadığı dolayısıyla ısıl işleme maruz kalmayan son pasodur. Burada başlangıç kısımdaki yüksek sertliğin sebebi genellikle altlık malzemeden üretim katmanlarına dahil olan altlık malzemedeki alaşım elementlerinin yüksekliği ve ayrıca ilk pasoda oda sıcaklığında olan altlık malzemenin kaynak soğuma hızını yükselterek sertliği arttırmasıdır. Benzer şekilde son pasoda sertliğin orta kısımlara göre bir miktar yüksek olmasının sebebi ise bu pasonun temperleme ısıl işlemine maruz kalmaması olarak gösterilebilir. Bir başka ifade ile son paso oda sıcaklığına normal atmosferik şartlarda soğumakta dolayısıyla bir sonraki paso bu pasoya temperleme ısıl işlemi yapamayacağından bu paso daha sert olabilmektedir. Bu iki kısımdaki sertlik bölgelerinin yükseklik farkı mikroyapılarının farklarından kaynaklanmaktadır. Orta bölgede ise az bir fark olmakla birlikte sertliğin kırılmalar göstererek değiştiği sabit ve geniş bir alan mevcuttur. TAEİ işlemi ile üretilen konstrüksiyonlarda genellikle ilk ve son pasolar tıraşlanarak kullanıldıklarından orta bölgedeki sertliğin birbirine yakın olması homojenlik açısından önemlidir. Ancak orta bölgedeki herhangi bir pasonun bir miktarı bir sonraki paso tarafından yeniden ergitilip katlaşırsa bu ergimiş katlanmış bölgeye bitişik olan kısım sadece ısı tesiri altına maruz kalmaktadır. Bir başka ifade ile orta kısımdaki her bir pasoda hem ergiyip katlanmış ve sonrasında temperlenmiş bir bölüm hem de bir ITAB mevcuttur. Dolayısıyla sertlikte meydana gelen bu kırılmaların başlıca sebebi ölçümün yapıldığı bölgenin mikroyapısıdır. Üretilen numunenin orta bölgesinden elde edilen ortalama sertlik değeri 166 HV olarak hesaplanmıştır. Benzer çalışmalara bakıldığında SG2 tel kullanarak bir duvar tipi parça üretilen çalışmada ortalama sertliğin 165 HV olduğu hesaplanmıştır [24]. Rafieazad ve arkadaşları [26] da düşük alaşımlı çelik ile ortalama 160 ± 7 HV değerini, Waqas ve arkadaşları [27], TAEİ yöntemi ile ürettikleri ve SG2 gazaltı kaynak teli kullandıkları çalışmalarında benzer şekilde sertlik değerini ortalama 170 HV olarak hesaplamışlardır. Ayan ve Kahraman [24] SG2 ilave tel kullanarak çok pasolu bir duvar tipi parça üretmişler ve mikroyapı çalışmaları sonucunda TAEİ işlemi sırasında üretilen katmanların, üst katmanın erimesi nedeniyle sürekli olarak ısıya maruz kaldığını bu nedenle ilk oluşturulan katmanların sıcaklık gradyanları orta ve üst bölgelere göre daha yüksek olduğunu belirtmişlerdir. Ayrıca ergiyik havuzunun dışındaki ısıdan etkilenen bölgenin altındaki alanların sürekli ısıl çevrimlere maruz kaldığını bu nedenle üretilen parçaların bölgesel olarak farklı mikro yapılar içermesinin kaçınılmaz olduğunu vurgulamışlardır.



Şekil 12. Sertlik grafiği

IV. SONUÇLAR

Bu çalışma TAEİ yöntemi kullanılarak piyasada hali hazırda standart boyutlarda üretimi olmayan istenilen boyutlarda silindirik parça üretimi yapabilmek amacı doğrultusunda gerçekleştirilmiştir. Çalışmalar neticesinde elde edilen genel sonuçlar aşağıda sıralanmıştır.

- TAEİ yöntemiyle üretilen silindirik parçaların gözle yapılan muayenelerinde bu tür üretimlerde sıklıkla meydana gelen hatalara (eksenel sapma, dikiş sarkması, yetersiz nüfuziyet vb.) rastlanmamıştır. Düzgün bir dikiş formu ve dikiş kalitesi ile düzenli katmanlı yapılar elde edilmiştir.
- Çekme testlerinde en yüksek çekme dayanımları sadece frezelenmiş ve frezelenmiş+ standart çekme numunesi haline getirilmiş numunelerden elde edilmiştir. Alındığı hali ile yapılan çekme testlerinden ise yaklaşık SG2 telin katalog verisindeki dayanıma göre %82 verim elde edilmiştir. Çekme testinden elde edilen % uzama değerlerinde ise uzama miktarı işlenmiş numunelere göre yaklaşık %42 azalmıştır. Sonuç olarak yüzeyi işlenmemiş numunede % uzama miktarının çekme mukavemetine göre daha fazla etkilendiği tespit edilmiştir.
- Yapılan mikroyapı çalışmalarında alt ve orta bölgelerde yoğun olarak poligonal ferrit fazı görülürken üst kısımlarda daha çok Widmanstatten ve asiküler ferrit fazına rastlanılmıştır. Ayrıca üretimlerin farklı bölgelerinin farklı sıcaklık çevrimlerine maruz kaldığı bu nedenle TAEİ yöntemi ile üretilen malzemelerde homojen bir mikroyapının oluşmadığı belirlenmiştir.
- İnşa yönünde kesit boyunca sertlik değerleri ölçülmüş ve üretimin üç bölgeden oluştuğu görülmüştür. Genel olarak en geniş bölge olan orta bölgeden birbirine yakın değerler ölçülürken, çok dar bir alana sahip alt ve üst bölgelerden daha yüksek sertlik değerleri ölçülmüştür.
- Çalışma sonucunda TAEİ yöntemi ile piyasada hali hazırda seri üretimi olmayan, standart ölçülerin dışında, istenilen çap ve et kalınlığında isteğe özel silindirik malzemeler ile makine parçalarının üretilebileceği görülmüştür.

KAYNAKLAR

- [1] Bakdemir S.A, Bozkurt Y, Salman S (2021) Metal dust explosion risk in additive manufacturing and prevention methods. J Innovative Eng Nat Sci 1(1):41-60. <http://dx.doi.org/10.29228/JIENS.51849>
- [2] Yıldız A (2020) Tel beslemeli ark ergitmeli eklemeli imalat yöntemiyle üretilen parçaların ısıl davranış geometrik mekanik ve metalürjik özelliklerinin araştırılması. Doktora tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- [3] Dedeakayoğulları H, Kaçal A (2020) Eklemeli imalat teknolojileri ve kullanılan talaşlı imalat yöntemleri üzerine yapılan çalışmaların değerlendirilmesi. İmalat teknolojileri ve uygulamaları 1(1):1-12.
- [4] Ayan Y, Sarı E, Kahraman, N (2018) 3B Metal Yazıcı Kullanarak MIG-MAG Kaynak Yöntemi İle Tamir-Onarım Kaynak Uygulamasına Bir Örnek, Düzce Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi 6:1190-1199
- [5] Kahraman N, Gülenç B (2020) Modern Kaynak Teknolojisi, 4. baskı. Epa-Mat Basım Yayın Ltd. Şti, Ankara, ss 102-119.
- [6] Huang L, Chen X, Konovalov S, Su C, Fan P, Wang Y, Xiaoming P, Panchenko I (2022) A review of challenges for wire and arc additive manufacturing (TAEI). Transactions of the Indian Institute of Metals <https://doi.org/10.1007/s12666-022-02823-y>
- [7] Turgut B, Gürol U, Önler R (2023) Düşük karbonlu düşük alaşımlı çelik bileşenlerin tel ark katkılı üretiminde katmanlar arası bekleme süresinin çıktı kalitesine etkisi. Uluslararası İleri Üretim Teknolojisi Dergisi (126):5277-5288. <https://doi.org/10.1007/s00170-023-11481-3>
- [8] Reisgen U, Sharma R, Mann S, Oster L (2020) Increasing the manufacturing efficiency of TAEİ by advanced cooling strategies. Welding in the World (64):1409–1416 <https://doi.org/10.1007/s40194-020-00930-2>.

- [9] Hölscher L V, Hassel T, Maier H J (2022) Detection of the contact tube to working distance in wire and arc additive manufacturing. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* (120):989–999. <https://doi.org/10.1007/s00170-022-08805-0>
- [10] Taşdemir A, Nohut S (2021) An overview of wire arc additive manufacturing (TAEİ) in shipbuilding industry. *Ships and Offshore Structures* (16)7: 797–814. <https://doi.org/10.1080/17445302.2020.1786232>
- [11] Prado J L, Dieguez J L, Camacho A M (2017) Preliminary development of a wire and arc additive manufacturing system (TAEİ). *Procedia Manufacturing* (13):895–902.
- [12] Sydow B, Jhanji A, Hälsig A, Buhl J, Härtel S (2022) The benefit of the process combination of wire arc additive manufacturing (TAEI) and forming-a numerical and experimental study. *Metals* (12):988. <https://doi.org/10.3390/met12060988>
- [13] Dirisu P, Ganguly S, Mehmanparast A, Martina F, Williams S (2019) Analysis of fracture toughness properties of wire + arc additive manufactured high strength low alloy structural steel components. *Materials Science & Engineering A* (765):138285. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138285>
- [14] Li Y, Dong Z, Miao J (2022) Forming accuracy improvement in wire arc additive manufacturing (TAEİ): a review. Emerald Publishing Limited 1355-2546. <https://doi.org/10.1108/RPJ-05-2022-0154>
- [15] Jahns H, Unglaub J, Müller J, Hensel J, Thiele K (2023) Material behavior of high-strength low-alloy steel (HSLA) WAAM walls in construction. *Metals* 13(3):589. <https://doi.org/10.3390/met13030589>
- [16] Rodrigues T A, Duarve V R, Tomas D, Avila J A, Escobar J D, Rossinyol E, Schell N, Santos T G, Oliveira J P (2020) In-situ strengthening of a high strength low alloy steel during Wire and Arc Additive Manufacturing (WAAM). *Additive Manufacturing* (34) 101200. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101200>
- [17] Nagasai B, Malarvizhi S, Balasubramanian V (2022) A study on tensile properties and microstructural characteristics of wire arc additive manufactured low carbon steel cylindrical components. *Welding International* (8)36:443–454. <https://doi.org/10.1080/09507116.2022.2097897>
- [18] Yıldız A S, Davut K, Koç B, Yılmaz O (2020) Wire arc additive manufacturing of high-strength low alloy steels: study of process parameters and their influence on the bead geometry and mechanical characteristics. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* (108):3391–3404. <https://doi.org/10.1007/s00170-020-05482-9>
- [19] He T, Yu S, Shi Y, Dai Y (2019) High-accuracy and high-performance TAEİ propeller manufacture by cylindrical surface slicing method. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* (105):4773–4782. <https://doi.org/10.1007/s00170-019-04558-5>
- [20] Dağyikan K, Gürol U, Koçak M (2023) Characterization and fracture toughness evaluation of the thick walled wire arc additively manufactured low alloy steels. *Welding in the World* 67:1009–1019. <https://doi.org/10.1007/s40194-022-01424-z>
- [21] Shukla V, Kumar V, Dixit A (2023) Microstructural characteristics and tensile properties of ER70S-6 manufactured by Robotic CMT wire-and-arc additive manufacturing. *Materials Today: Proceedings*. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2023.02.011> (Article in press).
- [22] The World Material (2023) 1.0037 Material St37-2 Steel Equivalent, Properties, Composition, DIN 17100. <https://www.theworldmaterial.com/1-0037-material-st37-steel-din-17100/>
- [23] Ayan Y, Kahraman N (2021) Wire arc additive manufacturing of low-carbon mild steel using two different 3D printers. *Physics Of Metals and Metallography* 122:1521-1529. <https://doi.org/10.1134/S0031918X21140039>
- [24] Ayan Y, Kahraman N (2022) Bending fatigue properties of structural steel fabricated through wire arc additive manufacturing (WAAM). *Engineering Science and Technology an International Journal* 35:101247. <https://doi.org/10.1016/j.jestch.2022.101247>
- [25] Fang Q, Zhao L, Chen C, Zhu Y, Peng Y, Yin F (2023) Effect of heat input on microstructural and mechanical properties of high strength low alloy steel block parts fabricated by wire arc additive manufacturing. *Materials Today Communications* (34):105146. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2022.105146>
- [26] Rafieezad M, Ghaffari M, Vahedi Nemani A, Nasiri A (2019) Microstructural evolution and mechanical properties of a low-carbon low-alloy steel produced by wire arc additive manufacturing. *The International Journal Of Advanced Manufacturing Technology* 105:2121–2134. <https://doi.org/10.1007/s00170-019-04393-8>
- [27] Waqas A, Qin X, Xiong J, Wang H, Zheng C (2019) Optimization of process parameters to improve the effective area of deposition in GMAW-based additive manufacturing and its mechanical and microstructural analysis. *Metals*, (9)7:775. <https://doi.org/10.3390/met9070775>



Original Paper

Journal of Innovative Engineering
and Natural Science

(Yenilikçi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Dergisi)

journal homepage: <https://jiens.org>

Piezoelectric performance analysis of co-axial electrospun PVDF/TPU nanofiber mats

 İsmail Borazan^{a,b,*}^aBartın University, Faculty of Engineering, Architecture and Design, Textile Engineering, Bartın, 74100, Türkiye.^bBursa Technical University, Faculty of Engineering and Natural Sciences, Polymer Materials Engineering, Bursa 16310, Türkiye.

ARTICLE INFO

Article history:

Received 29 Sep 2023

Received in revised form 30 Nov 2023

Accepted 25 Dec 2023

Available online

Keywords:

Piezoelectric

Nanofiber

Smart textile

Co-axial electrospinning

Flexible nanogenerator

ABSTRACT

Energy demand is increasing daily due to the improvement in technology and energy-dependent devices such as wearable electronics. Nanogenerators have been studied intensively by researchers for the last 20 years. Nanofiber and polymer-based devices are the most popular ones among the others. A core-shell nanofiber structure by electrospinning was proposed in this study for the first time in literature due to high elastic properties of TPU and good piezoelectric performance of PVDF. PVDF/TPU nanofiber mats with the ratio of the core to the shell structure were changed. The diameter of the nanofibers and piezoelectric performances were characterized and compared with each other. As a result, a maximum voltage of 2.1 V, maximum current of 28.28 μ A, a maximum power of 31.31 μ W, and a maximum power density of 184.17 μ W/g.cm⁻² were obtained from the maximum ratio of 3:1 Poly (vinylidene fluoride): Thermoplastic polyurethane (PVDF:TPU).

I. INTRODUCTION

Electrospinning technology has significant advantages in the preparation of nanofiber materials. Nanofibers have many effects such as small size, surface and interface, quantum size, and quantum tunneling effects. It has very desirable features. As is well known, electrospinning products are obtained as non-woven mats. Researchers have focused on methods to produce oriented nanofiber bundles and threads [1, 2]. Oriented nanofiber bundles and nanofiber thread have significant value in many application areas, including filters [3–7], sensors [8–10], biomedical materials [11–13], tissue engineering scaffolds [14–17], drug delivery [14, 18–21], and wound dressings [22–26], nanogenerators [8, 27–36]. Issues such as the simplicity of the mechanism to be used, the ability to easily change the process parameters, and the wide choice of polymers to be used have made this method a common practice today and enable multiaxial electrospinning [8, 37–39].

PVDF/TPU core-shell nanofiber electrospun piezoelectric mats have garnered significant attention in the field of flexible and wearable electronics due to their exceptional piezoelectric properties and mechanical flexibility. Polyvinylidene fluoride (PVDF) and thermoplastic polyurethane (TPU) are combined to form a unique core-shell structure, where the PVDF core provides excellent piezoelectric response, while the TPU shell enhances the mechanical robustness and flexibility of the nanofiber mat. The piezoelectric effect allows these mats to generate electrical charges in response to mechanical stress. It enables them to convert mechanical energy into electrical signals, making them ideal for diverse applications, such as energy harvesting from body movements and

*Corresponding author. e-mail: iborazan@itu.edu.tr

biomechanical sensing. The core-shell structure ensures efficient charge separation and transfer, leading to enhanced piezoelectric performance and stability. These nanofiber mats hold great promise for the development of next-generation flexible electronics, wearable sensors, and smart textiles [40]. Given the fact that most piezoelectric systems operate between microwatts and milliwatts, the most common application of piezoelectric energy conversion is to provide energy for low-power electronics, including integrated electronics, implantable biomedical devices, wireless sensor nodes, and portable electronics [41–44].

Due to its polar crystalline structure, PVDF can produce potential with motions, making it suitable for piezoelectric and sensor applications. TPU can potentially enhance mechanical properties in the case of a mixture of other polymers [45–48]. PVDF/TPU fibrous materials from solution mixture were studied for various applications such as triboelectric, energy harvesting [49, 50] and sensor applications [51, 52] piezoelectric [45, 47, 53, 54] nanogenerator [55] for lithium-ion batteries [56–59] oil-water separation [60]. The core-shell structure of PVDF:TPU nanofibrous as tactile sensors was studied by Zhou et al. [61] due to elasticity and piezoelectric effects.

In this study, core-shell nanofiber production by electrospinning from TPU (core)/PVDF (shell) with different thicknesses of the shell structure is proposed to use the advantage of the elasticity of TPU while piezoelectric behavior of PVDF has the possibility to generate electricity from mechanical movements. The proposed core-shell structure enables more interaction between PVDF nanofibers while the TPU contributes to the mechanical strength and elasticity and recovers during the piezoelectric stimuli. The resulting nanofiber mats were characterized in terms of piezoelectric performance and compared with each other. SEM analyses were carried out for further characterization.

II. EXPERIMENTAL METHOD

2.1 Materials and Preparation Techniques

Poly (vinylidene fluoride) (PVDF) (Kynar 761, from Huaian Ruanke Trade Co. Ltd.), thermoplastic polyurethane (TPU) (from Ravathane 130 A70), dimethyl formamide (DMF, Tekkim Kimya), and acetone (from Sigma-Aldrich) were purchased to prepare a polymer solution for nanofiber production.

The appropriate amount of polymers was dissolved in DMF:acetone (1:1) at room temperature to obtain a 15% polymer solution for electrospinning. Polymer solutions were left to stir overnight in an ambient atmosphere with a magnetic stirrer for a homogenous solution. The electrospinning process was carried out by dosing the polymer through a syringe by means of a micropump, nanofibers were spun from bottom to top on a grounded rotating collector (at 250 rpm) with a diameter of 10 cm and a width of 15 cm. For the core-shell nanofiber production, a coaxial nozzle was used. As depicted in Figure 1, the shell polymer (PVDF) from the outer side and the core polymer (TPU) were fed from the inner side. A high voltage of 16 kV was applied to the metal coaxial nozzle.

Three different feed ratios of the polymer solutions were carried out: (PVDF:TPU) 1:1, 2:1, 3:1. While TPU solution was fed at 2 ml/hour for all the situations, PVDF solution was fed at 2, 4, 6 ml/hour for 1:1, 2:1, 3:1, respectively.

A total polymer solution of 20g (approximately 3g polymer) was used for each process. Approximately 30 cm*10cm nanofiber mat was produced. The areal densities of the mats are calculated approximately as 0,17 g/cm².

Nanofiber mats were cut into 5cm*5cm pieces, and both sides of the nanofiber mats were silver coated by magnetron sputtering, and the aluminum tape was stuck to each side as an electrode. Contacts were taken by a cable soldered on copper tape stuck to aluminum tape.

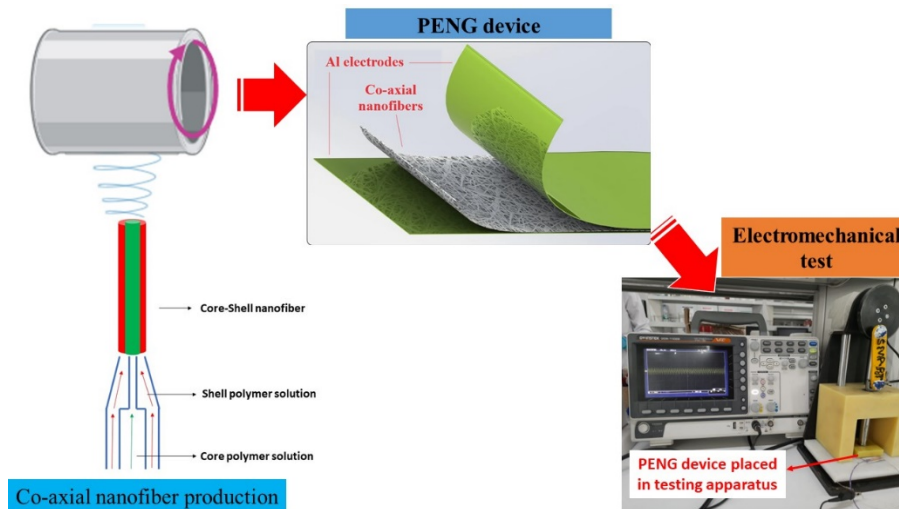


Figure 1. The depiction of core-shell nanofiber production, PENG device [10] produced thereof, and piezoelectric characterization set-up.

2.2 Characterization of materials

FTIR analyses of PVDF, TPU, and the three ratios of PVDF:TPU nanofibers are carried out. The core-shell structure was characterized using a scanning transmission electron microscope (STEM, Tescan MAIA3 XMU). A transmission electron microscope grid was placed on the collector during the electrospinning and a very thin nanofiber layer was collected on the grid prior to testing. Piezoelectric tests were carried out by a compression test device designed by Bedeloglu et al. that continuously applied 35 Pa pressure according to ANSYS simulation calculations [49, 62] and the electrical data was saved by an oscilloscope (GW-Instek 1102B) connected to the piezoelectric devices. A photograph of the characterization set-up is shown in Figure 2. Eight samples from each group were characterized, and the mean data was presented.

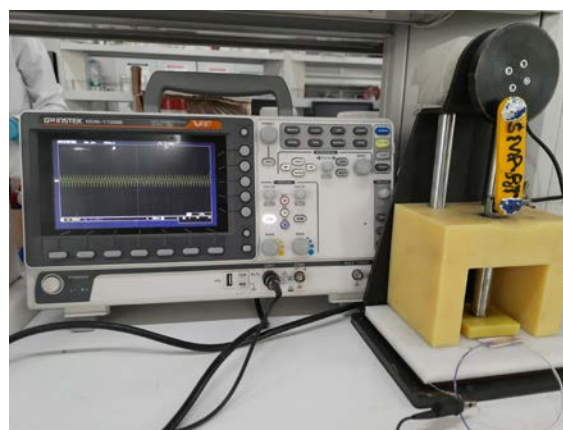


Figure 2. The photograph of piezoelectric characterization set-up.

III. RESULTS AND DISCUSSIONS

3.1 FTIR Analysis

Figure 3 shows the infrared spectrum of electrospun PVDF, TPU, and three PVDF/TPU nanofiber ratios. For TPU, the peak at 1704 cm^{-1} corresponds to the stretching vibration of C=O. 1108 cm^{-1} is attributed to C-O-C in the flexible chain in TPU. For PVDF nanofibers, 1400 cm^{-1} corresponds to C-F vibration. The peaks at 878 cm^{-1} and 840 cm^{-1} are related to the β phase in PVDF and the peak at 763 cm^{-1} is attributed to the bending vibration of the α phase [52, 63]. For the core-shell structures, characteristic peaks for both PVDF and TPU are shown evidencing the successful production of PVDF/TPU core-shell nanofibers.

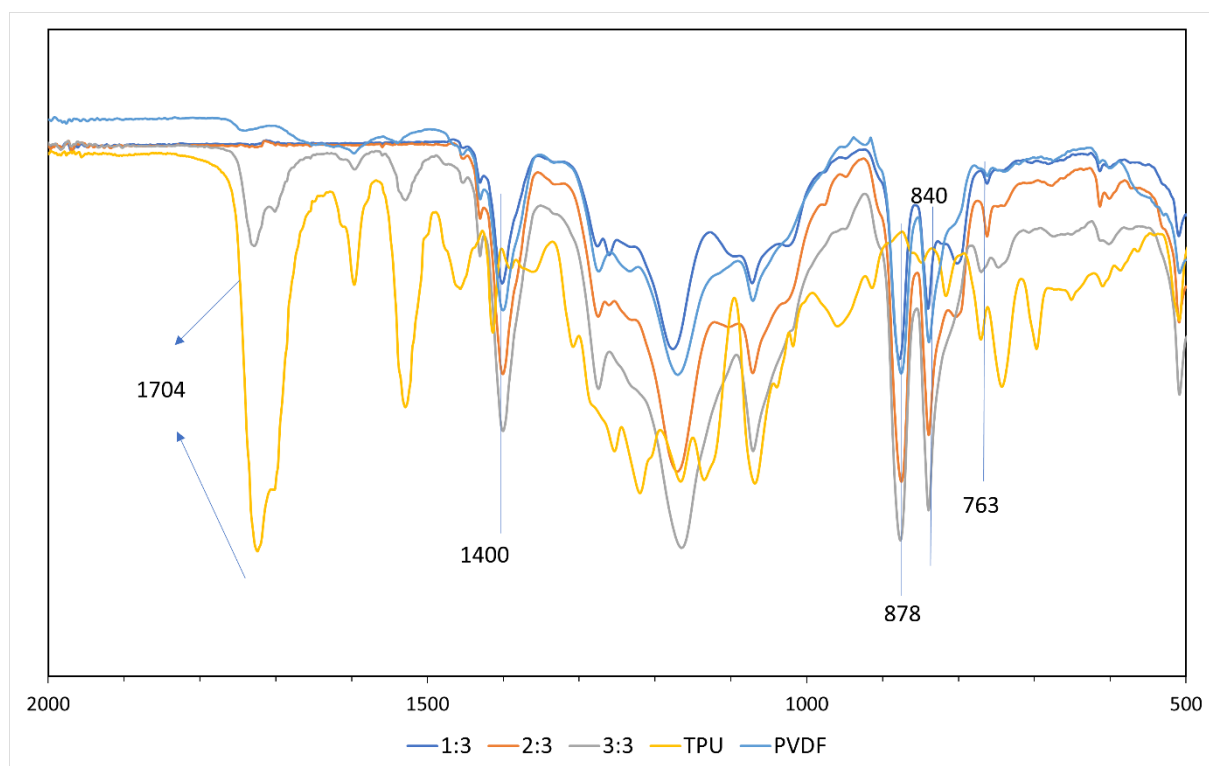


Figure 3. FTIR spectra of electrospun PVDF, TPU and TPU/PVDF nanofibers.

3.2 SEM Images

Scanning Transmission Electron Microscopy (S-TEM) images taken on copper grid by means of Scanning Electron Microscopy of single nanofibers produced by electrospinning are presented in Figure 4. STEM images were taken at 50 kX magnification with 30 kV voltage. The core-shell structure is clearly seen in the STEM images. Core (TPU) nanofiber diameter was 265 nm at 1:1 ratio, however increased by the increasing ratio. The rising ratio of PVDF drastically increased shell (PVDF) nanofibers. This can be explained as the applied voltage was constant. Since the applied voltage value remained the same with the increase in the polymer solution fed, the polymer solution was exposed to less electric field.

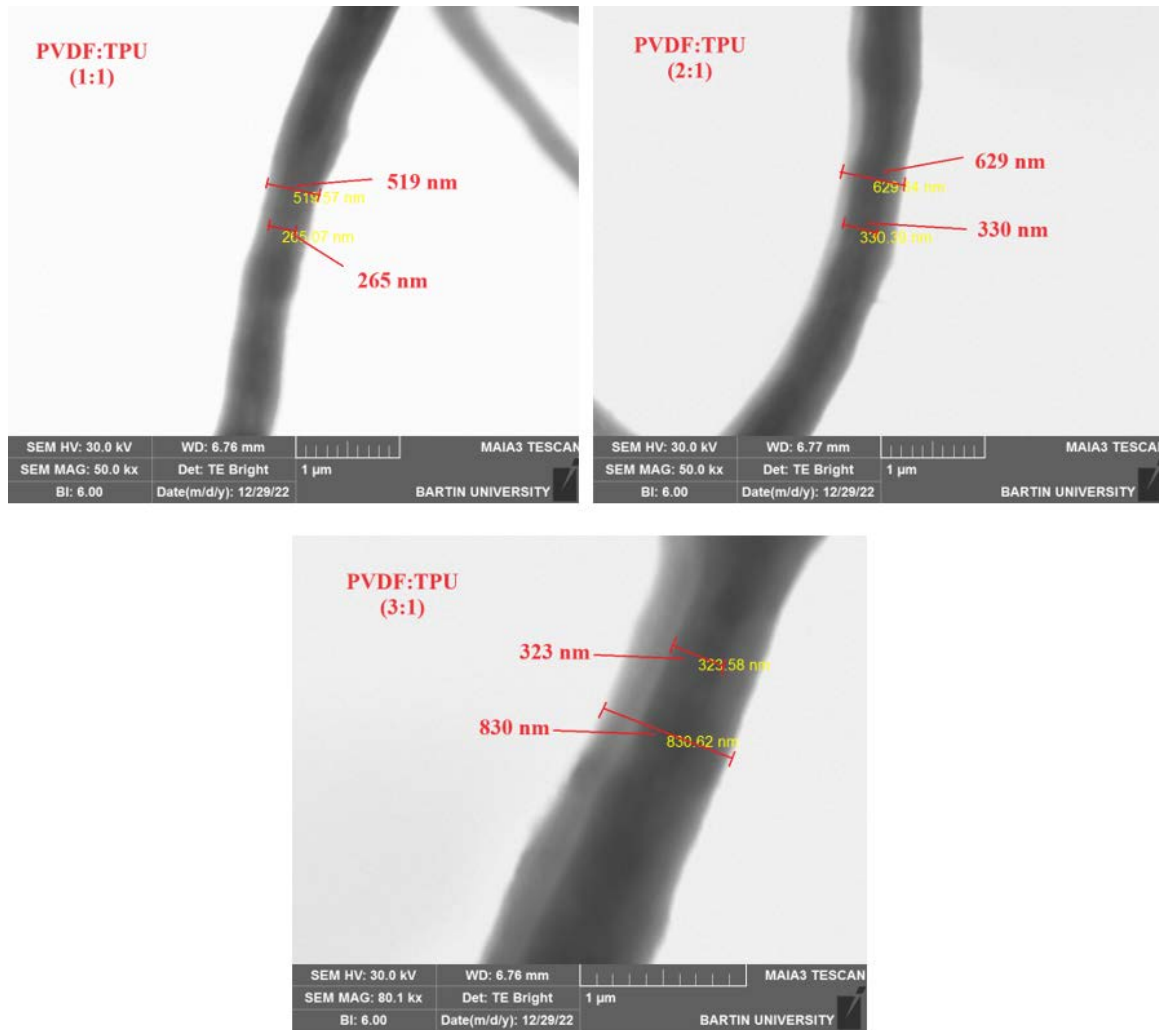


Figure 4. STEM image of the core-shell nanofibers.

3.3 Piezoelectric Characterization

The mean current values were 28.84, 25.76, 28.28 μA ; the mean voltage values were 1.43, 1.66, 2.10 V; the mean power values were 20.09, 21.84, 31.31 μW ; and power density values were 118.17, 128.47, 184.17 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$ for the PVDF:TPU ratios 1:1, 2:1, 3:1, respectively.as given in Table 1.

As seen from the graphs presented in Figure 3, increasing the PVDF to TPU ratio improved the voltage and power outputs however current values were the highest at 1:1 and lowest at 2:1. The voltage increased 50% from 1:1 to 3:1 ratio, thus the power value increased with a similar trend. The 3:1 ratio maximized voltage and power outputs, however, the current value was not the maximum at this rate.

Table 1. Piezoelectric values of the produced nanogenerators

Core-shell ratio	Current (μA)	Voltage (V)	Total Power (μW)	Power density ($\mu\text{W}/\text{cm}^2$)
1:3	28.84	1.43	20.09	118.17
2:1	25.76	1.66	21.84	128.47
3:1	28.28	2.10	31.31	184.17

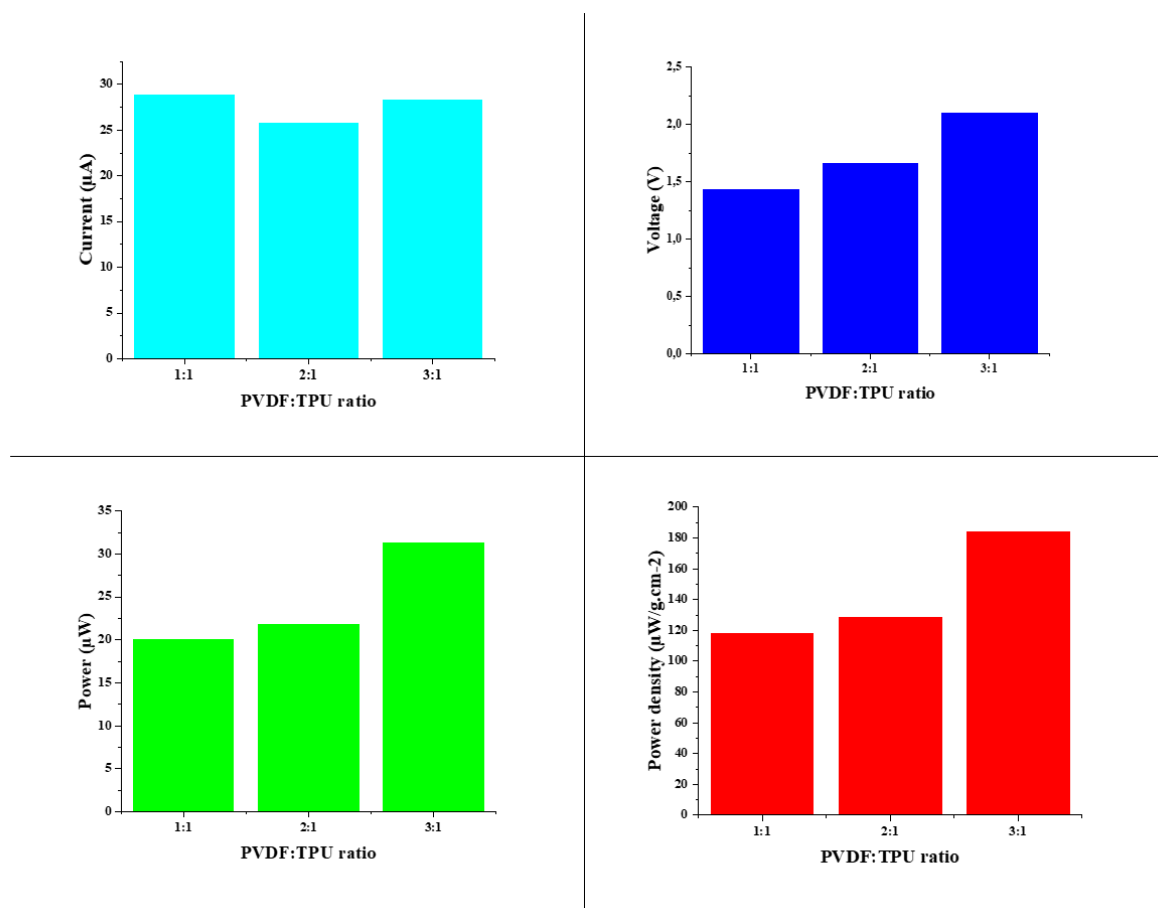


Figure 5. Current, Voltage, Power and Power density graphs of the core-shell nanofiber piezoelectric devices.

IV. CONCLUSIONS

This study investigated the effect of the changing core-shell nanofiber structure from PVDF as shell and TPU as core and the impact of the changing core-to-shell ratio on the piezoelectric performance. This exciting approach was enabled by the feeding ratio of the different polymers during the electrospinning process. Regarding piezoelectric performances, core-shell nanofiber diameters and the three types of PVDF:TPU (1:1, 2:1 and 3:1) ratios were compared to each other regarding piezoelectric performances. The highest voltage, power and power density values were gathered from the maximum PVDF to TPU ratio at 3:1 by the rise of 50% from the 1:1 ratio. It can be understood from this study that TPU nanofibers have a significant change in the piezoelectric performance of the nanogenerators produced. By the addition of nano-additives [10, 62, 64], the nanogenerator energy harvesting efficiency can be improved for further studies. The proposed core-shell structure approach may enable to provide power for the portable microelectronic devices with flexibility and lightweight property.

ACKNOWLEDGMENT

This study was supported by TUBITAK 2218 Post-Doctorate Project (118C489). The author also wants to acknowledge Prof. Dr. Ayşe Çelik Bedeloğlu for their support and recommendations.

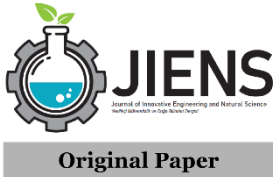
REFERENCES

1. Wei L, Qin X (2016) Nanofiber bundles and nanofiber yarn device and their mechanical properties: A review. *Textile Research Journal* 86:1885–1898. <https://doi.org/10.1177/0040517515617422>
2. Huang ZM, Zhang YZ, Kotaki M, Ramakrishna S (2003) A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites. *Compos Sci Technol* 63:2223–2253. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(03\)00178-7](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(03)00178-7)
3. Yang Y, Quan Z, Zhang H, Qin X, Wang R, Yu J (2022) Investigation on the processability, structure and properties of micro-/ nano-fiber composite yarns produced by trans-scale spinning. *51:5409–5426*. <https://doi.org/10.1177/1528083720941177>
4. Wu S, Zhou R, Zhou F, Streubel PN, Chen S, Duan B (2020) Electrospun thymosin Beta-4 loaded PLGA/PLA nanofiber/ microfiber hybrid yarns for tendon tissue engineering application. *Materials Science and Engineering: C* 106:110268. <https://doi.org/10.1016/J.MSEC.2019.110268>
5. Sabantina L, Klö Cker M, Wortmann M, Rodríguez Mirasol J, Cordero T, Moritzer E, Finsterbusch K, Ehrmann A (2020) Stabilization of polyacrylonitrile nanofiber mats obtained by needleless electrospinning using dimethyl sulfoxide as solvent. *50:224–239*. <https://doi.org/10.1177/1528083718825315>
6. Du L, Zhang Y, Li X, Wang J, Chen M, Zuo X, Yang W, Yousefzadeh M, Ramakrishna S, Li H (2020) High performance anti-smog window screens via electrospun nanofibers. *J Appl Polym Sci* 137:48657. <https://doi.org/10.1002/APP.48657>
7. Li X, Li Y, Li Y, He J (2020) Gecko-like adhesion in the electrospinning process. *Results Phys* 16:102899. <https://doi.org/10.1016/J.RINP.2019.102899>
8. Faruk Ünsal Ö, Çelik Bedeloğlu A (2018) Recent Trends in Flexible Nanogenerators: A review. *Material Science Research India*. <https://doi.org/10.13005/msri/150202>
9. Ünsal ÖF, Altın Y, Çelik Bedeloğlu A (2020) Poly(vinylidene fluoride) nanofiber-based piezoelectric nanogenerators using reduced graphene oxide/polyaniline. *J Appl Polym Sci* 137:. <https://doi.org/10.1002/APP.48517>
10. Ünsal ÖF, Altın Y, Çelik Bedeloğlu A (2023) Flexible Electrospun PVDF Piezoelectric Nanogenerators with Electrospray-Deposited Graphene Electrodes. *J Electron Mater* 52:2053–2061. <https://doi.org/10.1007/S11664-022-10169-W/FIGURES/7>
11. Wu J, Chu C-C (2012) Block copolymer of poly(ester amide) and polyesters: Synthesis, characterization, and in vitro cellular response. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2012.07.027>
12. Wu H, Fan J, Chu CC, Wu J (2010) Electrospinning of small diameter 3-D nanofibrous tubular scaffolds with controllable nanofiber orientations for vascular grafts. *J Mater Sci Mater Med* 21:3207–3215. <https://doi.org/10.1007/S10856-010-4164-8>
13. Lubasova D, Netravali A, Parker J, Ingel B (2014) Bacterial filtration efficiency of green soy protein based nanofiber air filter. *J Nanosci Nanotechnol* 14:4891–4898. <https://doi.org/10.1166/JNN.2014.8729>
14. Fathi-Karkan S, Banimohamad-Shotorbani B, Saghati S, Rahbarghazi R, Davaran S (2022) A critical review of fibrous polyurethane-based vascular tissue engineering scaffolds. *Journal of Biological Engineering* 2022 16:1 16:1–18. <https://doi.org/10.1186/S13036-022-00286-9>
15. Mohammadi Zerankeshi M, Bakhshi R, Alizadeh R (2022) Polymer/metal composite 3D porous bone tissue engineering scaffolds fabricated by additive manufacturing techniques: A review. *Bioprinting* 25:e00191. <https://doi.org/10.1016/J.BPRINT.2022.E00191>
16. Zhang Z, Feng Y, Wang L, Liu D, Qin C, Shi Y (2022) A review of preparation methods of porous skin tissue engineering scaffolds. *Mater Today Commun* 32:104109. <https://doi.org/10.1016/J.MTCOMM.2022.104109>
17. Gao J, Feng L, Chen B, Fu B, Zhu M (2022) The role of rare earth elements in bone tissue engineering scaffolds - A review. *Compos B Eng* 235:109758. <https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESB.2022.109758>
18. Abdul Hameed MM, Mohamed Khan SAP, Thamer BM, Rajkumar N, El-Hamshary H, El-Newehy M (2023) Electrospun nanofibers for drug delivery applications: Methods and mechanism. *Polym Adv Technol* 34:6–23. <https://doi.org/10.1002/PAT.5884>
19. Talebi N, Lopes D, Lopes J, Macário-Soares A, Dan AK, Ghanbari R, Kahkesh KH, Peixoto D, Giram PS, Raza F, Veiga F, Sharifi E, Hamishehkar H, Paiva-Santos AC (2023) Natural polymeric nanofibers in transdermal drug delivery. *Appl Mater Today* 30:101726. <https://doi.org/10.1016/J.APMT.2022.101726>
20. Jiang Z, Zheng Z, Yu S, Gao Y, Ma J, Huang L, Yang L (2023) Nanofiber Scaffolds as Drug Delivery Systems Promoting Wound Healing. *Pharmaceutics* 2023, Vol 15, Page 1829 15:1829. <https://doi.org/10.3390/PHARMACEUTICS15071829>
21. Jiffrin R, Razak SIA, Jamaludin MI, Hamzah ASA, Mazian MA, Jaya MAT, Nasrullah MZ, Majrashi M, Theyab A, Aldarmahi AA, Awan Z, Abdel-Daim MM, Azad AK (2022) Electrospun Nanofiber Composites for Drug Delivery: A Review on Current Progresses. *Polymers* 2022, Vol 14, Page 3725 14:3725. <https://doi.org/10.3390/POLYM14183725>

22. Yuan Z, Zhang J, Zhao X, Liu S, Yu S, Liu X, Zhang X, Yi X (2023) A multifunctional PAN/PVP nanofiber sponge wound dressing loaded with ZIF-8-derived carbon nanoparticles with adjustable wetness for rapid wound disinfection and exudate management. *J Mater Chem B* 11:8216–8227. <https://doi.org/10.1039/D3TB01119D>
23. Sadeghi-Aghbash M, Rahimnejad M, Adeli H, Feizi F (2022) Wound Healing: An Overview of Wound Dressings on Health Care. *Curr Pharm Biotechnol* 24:1079–1093. <https://doi.org/10.2174/1389201023666220913153725>
24. Chen K, Hu H, Zeng Y, Pan H, Wang S, Zhang Y, Shi L, Tan G, Pan W, Liu H (2022) Recent advances in electrospun nanofibers for wound dressing. *Eur Polym J* 178:111490. <https://doi.org/10.1016/J.EURPOLYMJ.2022.111490>
25. Rezvani Ghomi E, Khosravi F, Neisiany RE, Shakiba M, Zare M, Lakshminarayanan R, Chellappan V, Abdouss M, Ramakrishna S (2022) Advances in electrospinning of aligned nanofiber scaffolds used for wound dressings. *Curr Opin Biomed Eng* 22:100393. <https://doi.org/10.1016/J.COBME.2022.100393>
26. Huang C, Xu X, Fu J, Yu DG, Liu Y (2022) Recent Progress in Electrospun Polyacrylonitrile Nanofiber-Based Wound Dressing. *Polymers* 2022, Vol 14, Page 3266 14:3266. <https://doi.org/10.3390/POLYM14163266>
27. Zi Y, Wang ZL (2017) Nanogenerators: An emerging technology towards nanoenergy. *APL Mater* 5:074103. <https://doi.org/10.1063/1.4977208>
28. Zhang X (2019) Overview of Triboelectric Nanogenerators. *Flexible and Stretchable Triboelectric Nanogenerator Devices: Toward Self-powered Systems* 1–18. <https://doi.org/10.1002/9783527820153.CH1>
29. Ünsal ÖF, Çelik Bedeloğlu A (2018) Conducting Polymer Based Nanogenerators. *Afyon Kocatepe University Journal of Sciences and Engineering*. <https://doi.org/10.5578/fmbd.67348>
30. Bai S, Zhang L, Xu Q, Zheng Y, Qin Y, Wang ZL (2013) Two dimensional woven nanogenerator. *Nano Energy* 2:749–753. <https://doi.org/10.1016/J.NANOEN.2013.01.001>
31. Lu L, Ding W, Liu J, Yang B (2020) Flexible PVDF based piezoelectric nanogenerators. *Nano Energy* 78:105251. <https://doi.org/10.1016/J.NANOEN.2020.105251>
32. Liu Z, Li H, Shi B, Fan Y, Wang ZL, Li Z (2019) Wearable and Implantable Triboelectric Nanogenerators. *Adv Funct Mater* 29:1–19. <https://doi.org/10.1002/adfm.201808820>
33. Lee M, Chen C-Y, Wang S, Nam Cha S, Jun Park Y, Min Kim J, Chou L-J, Lin Wang Z, Lee M, Chen C, Wang S, Wang ZL, Chou L, Cha SN, Park YJ, Kim JM (2012) A Hybrid Piezoelectric Structure for Wearable Nanogenerators. *Advanced Materials* 24:1759–1764. <https://doi.org/10.1002/ADMA.201200150>
34. Ahmed A, Hassan I, Mosa IM, Elsanadidy E, Phadke GS, El-Kady MF, Rusling JF, Selvaganapathy PR, Kaner RB (2019) All printable snow-based triboelectric nanogenerator. *Nano Energy* 60:17–25. <https://doi.org/10.1016/j.nanoen.2019.03.032>
35. Zhou T, Zhang C, Han CB, Fan FR, Tang W, Wang ZL (2014) Woven structured triboelectric nanogenerator for wearable devices. *ACS Appl Mater Interfaces* 6:14695–14701. <https://doi.org/10.1021/am504110u>
36. Lee JH, Lee KY, Gupta MK, Kim TY, Lee DY, Oh J, Ryu C, Yoo WJ, Kang CY, Yoon SJ, Yoo JB, Kim SW (2014) Highly stretchable piezoelectric-pyroelectric hybrid nanogenerator. *Advanced Materials* 26:765–769. <https://doi.org/10.1002/adma.201303570>
37. Joy N, Venugopal D, Samavedi S (2022) Robust strategies to reduce burst and achieve tunable control over extended drug release from uniaxially electrospun composites. *Eur Polym J* 168:111102. <https://doi.org/10.1016/J.EURPOLYMJ.2022.111102>
38. Jiang K, Liu G, Cheng Z, Sun M, Liu Y, Jiao K, Jia W, Wang S, Dai Z, Yang Y, Liu L, Yang T, Jiang X, Luo Y, Liu Z (2023) Potential of uniaxial electrospun composite nanofibers based on polycaprolactone and polyvinyl alcohol in guided bone regeneration. *J Appl Polym Sci* 140:e54313. <https://doi.org/10.1002/APP.54313>
39. Li R, Cheng Z, Yu X, Wang S, Han Z, Kang L (2019) Preparation of antibacterial PCL/PVP-AgNP Janus nanofibers by uniaxial electrospinning. *Mater Lett* 254:206–209. <https://doi.org/10.1016/J.MATLET.2019.07.075>
40. Zhang M, Liu C, Li B, Shen Y, Wang H, Ji K, Mao X, Wei L, Sun R, Zhou F (2566) Electrospun PVDF-based piezoelectric nanofibers: materials, structures, and applications. *Nanoscale Adv* 5:1043–1059. <https://doi.org/10.1039/D2NA00773H>
41. Di Li, Wang C, Cui X, Chen D, Fei C, Yang Y (2022) Recent progress and development of interface integrated circuits for piezoelectric energy harvesting. *Nano Energy* 94:106938. <https://doi.org/10.1016/J.NANOEN.2022.106938>
42. Bae J, Song J, Jeong W, Nandanapalli KR, Son N, Zulkifli NAB, Gwon G, Kim M, Yoo S, Lee H, Choi H, Lee S, Cheng H, Kim C, Jang KI, Lee S (2022) Multi-deformable piezoelectric energy nano-generator with high conversion efficiency for subtle body movements. *Nano Energy* 97:107223. <https://doi.org/10.1016/J.NANOEN.2022.107223>
43. Sharma S, Kiran R, Azad P, Vaish R (2022) A review of piezoelectric energy harvesting tiles: Available designs and future perspective. *Energy Convers Manag* 254:115272. <https://doi.org/10.1016/J.ENCONMAN.2022.115272>

44. Khazaei M, Huber JE, Rosendahl L, Rezaei A (2023) Four-point bending piezoelectric energy harvester with uniform surface strain toward better energy conversion performance and material usage. *J Sound Vib* 548:117492. <https://doi.org/10.1016/J.JSV.2022.117492>
45. Shehata N, Nair R, Boualayan R, Kandas I, Masrani A, Elnabawy E, Omran N, Gamal M, Hassanin AH (2023) Stretchable nanofibers of poly(vinylidene fluoride) (PVDF)/ thermoplastic polyurethane (TPU) nanocomposite to support piezoelectric response via mechanical elasticity. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-11465-5>
46. Elnabawy E, Hassanain AH, Shehata N, Popelka A, Nair R, Yousef S, Kandas I (2019) Piezoelastic PVDF/TPU Nanofibrous Composite Membrane: Fabrication and Characterization. <https://doi.org/10.3390/polym11101634>
47. Adeli B, Gharehaghaji AA, Jeddi AAA (2021) A feasibility study on production and optimization of PVDF/PU polyblend nanofiber layers using expert design analysis. *Iranian Polymer Journal (English Edition)* 30:535–545. <https://doi.org/10.1007/S13726-021-00910-3/FIGURES/8>
48. Adeli B, Gharehaghaji AA, Jeddi AAA (2023) Energy Harvesting by Cyclic Tensile Loading and Buckling via an Electrospun Polyblend Elastic Layer of PVDF/PU. *Fibers and Polymers* 24:3839–3850. <https://doi.org/10.1007/S12221-023-00364-9/FIGURES/11>
49. Mer Faruk Ö, Nsal Ü, Çelik Bedeloğlu Lu AE (2023) Three-Dimensional Piezoelectric–Triboelectric Hybrid Nanogenerators for Mechanical Energy Harvesting. Cite This: *ACS Appl Nano Mater* 6:14656–14668. <https://doi.org/10.1021/acsanm.3c01973>
50. Ünsal ÖF, Bedeloğlu AÇ (2023) Nanofiber mat-based highly compact piezoelectric-triboelectric hybrid nanogenerators. *Express Polym Lett* 17:564–579. <https://doi.org/10.3144/EXPRESSPOLYMLET.2023.42>
51. Abir SSH, Sadaf MUK, Saha SK, Touhami A, Lozano K, Uddin MJ (2021) Nanofiber-Based Substrate for a Triboelectric Nanogenerator: High-Performance Flexible Energy Fiber Mats. *ACS Appl Mater Interfaces* 13:60401–60412. https://doi.org/10.1021/ACSAMI.1C17964/SUPPL_FILE/AM1C17964_SI_001.PDF
52. Wei C, Zhou H, Zheng B, Zheng H, Shu Q, Du H, Ma A, Liu H (2023) Fully flexible and mechanically robust tactile sensors containing core-shell structured fibrous piezoelectric mat as sensitive layer. *Chemical Engineering Journal* 476:146654. <https://doi.org/10.1016/J.CEJ.2023.146654>
53. Zhang M, Liu C, Li B, Shen Y, Wang H, Ji K, Mao X, Wei L, Sun R, Zhou F (2023) Electrospun PVDF-based piezoelectric nanofibers: materials, structures, and applications. *Nanoscale Adv* 5:1043–1059. <https://doi.org/10.1039/D2NA00773H>
54. Le B, Omran N, Hassanin AH, Kandas I, Gamal M, Shehata N, Shyha I (2023) Flexible piezoelectric PVDF/TPU nanofibrous membranes produced by solution blow spinning. *Journal of Materials Research and Technology* 24:5032–5041. <https://doi.org/10.1016/J.JMRT.2023.04.051>
55. Kumar M, Kumari P, Sahatiya P (2022) P(VDF-TrFE)/ZnO nanofiber composite based piezoelectric nanogenerator as self-powered sensor: fabrication and characterization. *Journal of Polymer Research* 29:.. <https://doi.org/10.1007/S10965-022-02890-1>
56. Xu J, Liu Y, Cao Q, Jing B, Wang X, Tan L (2019) A high-performance gel polymer electrolyte based on poly(vinylidene fluoride)/thermoplastic polyurethane/poly(propylene carbonate) for lithium-ion batteries. *Journal of Chemical Sciences* 131. <https://doi.org/10.1007/S12039-019-1627-4>
57. Jishnu NS, Vineeth SK, Das A, Balakrishnan NTM, Thomas AP, Jabeen Fatima MJ, Ahn JH, Prasanth R (2021) Electrospun PVdF and PVdF-co-HFP-Based Blend Polymer Electrolytes for Lithium Ion Batteries. *Materials Horizons: From Nature to Nanomaterials* 201–234. https://doi.org/10.1007/978-981-15-8844-0_8/COVER
58. Liu Y, Peng X, Cao Q, Jing B, Wang X, Deng Y (2017) Gel Polymer Electrolyte Based on Poly(vinylidene fluoride)/Thermoplastic Polyurethane/Polyacrylonitrile by the Electrospinning Technique. *Journal of Physical Chemistry C* 121:19140–19146. https://doi.org/10.1021/ACS.JPCC.7B03411/ASSET/IMAGES/MEDIUM/JP-2017-034113_0012.GIF
59. Tang X, Cao Q, Wang X, Peng X, Zeng J (2015) Study of the effect of a novel high-performance gel polymer electrolyte based on thermoplastic polyurethane/poly(vinylidene fluoride)/polystyrene and formed using an electrospinning technique. <https://doi.org/10.1039/c5ra08493h>
60. Cui Z, Wu J, Chen J, Wang X, Si J, Wang Q (2021) Preparation of 3-D porous PVDF/TPU composite foam with superoleophilic/hydrophobicity for the efficient separation of oils and organics from water. *J Mater Sci* 56:12506–12523. <https://doi.org/10.1007/S10853-021-05995-Y/FIGURES/11>
61. Wei C, Zhou H, Zheng B, Zheng H, Shu Q, Du H, Ma A, Liu H (2023) Fully flexible and mechanically robust tactile sensors containing core-shell structured fibrous piezoelectric mat as sensitive layer. *Chemical Engineering Journal* 476:146654. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2023.146654>
62. Ünsal ÖF, Altın Y, Çelik Bedeloğlu A (2020) Poly(vinylidene fluoride) nanofiber-based piezoelectric nanogenerators using reduced graphene oxide/polyaniline. *J Appl Polym Sci* 137:.. <https://doi.org/10.1002/APP.48517>

63. Shehata N, Nair R, Boualayan R, Kandas I, Masrani A, Elnabawy E, Omran N, Gamal M, Hassanin AH (2022) Stretchable nanofibers of polyvinylidene fluoride (PVDF)/thermoplastic polyurethane (TPU) nanocomposite to support piezoelectric response via mechanical elasticity. *Scientific Reports* 2022 12:1 12:1–11. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-11465-5>
64. Yang J, Zhang Y, Li Y, Wang Z, Wang W, An Q, Tong W (2021) Piezoelectric Nanogenerators based on Graphene Oxide/PVDF Electrospun Nanofiber with Enhanced Performances by In-Situ Reduction. *Mater Today Commun* 26:101629. <https://doi.org/10.1016/J.MTCOMM.2020.101629>



Determination of optimal cross-section dimensions of rectangular hollow sections under oblique bending: analytical and numerical study

Mirali Nuraliyev^a and Mehmet Akif Dundar^{a,*}

^a *Yozgat Bozok University, College of Engineering, Mechanical Engineering Department, 66100, Yozgat/Turkey.*

ARTICLE INFO

Article history:

Received 31 Oct 2023

Received in revised form 15 Dec 2023

Accepted 10 Jan 2024

Available online

Keywords:

Optimum Design

Rectangular Hollow Section (RHS)

Rectangular Solid Section

Oblique Bending

Finite Element Analysis

ABSTRACT

An insignificant number of rigorous studies have been devoted to the development of analytical procedures that determine the optimal cross-section dimensions of rectangular hollow section (RHS) members subjected to oblique bending, despite their ubiquity in numerous application fields. In response to this, an analytical procedure has been developed based on the concept of minimizing maximum effective stress in the RHS caused by an applied oblique bending moment, in order to reduce material costs without compromising strength requirements. The RHS members addressed in this study have been assumed to be produced by hollowing out rectangular solid sections at different cross-section area extraction ratios; therefore, only the wall thicknesses of the RHS members have been taken into consideration as design variables. The minimization of maximum effective stress has been achieved by establishing a functional correlation between the cross-section design variables. The proposed procedure allows specifying the optimal cross-sectional dimensions for given different cross-section area extraction ratios and bringing cost-effective use of materials. After the subtle mathematical calculations, the derived analytical expressions have been made available to practical engineering in simple math forms for use in real design applications. The analytical procedure has been validated against numerical results which have been extracted from finite element analyses carried out in Abaqus engineering software.

I. INTRODUCTION

Since the invention of steel, hollow section members have been widely used as structural components in numerous application fields including construction and aviation due to their special features [1, 2]. The hollow sections are generally recognized for their good mechanical performance against different types of loadings such as compression, torsion, and bending in all directions [3]. Nevertheless, one of the main drawbacks of hollow sections is their higher production costs compared to other sections [3]. Thus, the ubiquity of hollow sections in many industrial application fields as well as their higher manufacturing costs make their optimal design more important for the reduction of material cost. In a robust optimal design, significant design aspects, including strength and material type, need to be taken into consideration in a balanced way [3–7].

As with other types of hollow sections, the optimal cross-section dimensions of rectangular hollow sections (RHSs) subjected to any type of load can be determined based on either adequate-strength [8–12] or adequate-stiffness [10, 13, 14]. In those two approaches, a design objective is to achieve minimum weight by determining the optimal cross-section dimensions of RHSs that satisfy strength requirements since a type of material from which a structure is manufactured, as well as its associated mechanical properties are known prior to the design. In other words, the objective function which gives the optimal cross-section dimensions and therefore minimum mass is defined in both approaches based on the satisfaction of strength requirements. Different from them, an optimal design can

*Corresponding Author: Tel: +90-544-463-4075, e-mail: m.akif.dundar@yobu.edu.tr

occasionally be required to be conducted for some specific cases where a made of material of the structure is not known before the optimal design [3, 15]. The common approach to specify the optimal dimensions of RHSs in these cases is first to minimize the maximum effective stress on the cross-section induced by applied loads, and then to select one of the most suitable materials offering higher strength than the minimized maximum effective stress. This signifies that a cost-effective design can be accomplished based on the selection of suitable materials for the production of RHSs members.

Despite high material costs brought by the wide use of the RHS members in the industry, an insignificant number of rigorous research has been devoted to specifying their optimal cross-section dimensions for the loading configuration of oblique bending to reduce their material costs [15–18]. Comparatively speaking, analytical studies which determine the optimal cross-section dimensions of RHSs for oblique bending are relatively immature compared to other loading configurations like axial compression and pure bending [17–22]. In order to fill this noticed deficiency in literature, this analytical study has been dedicated to the identification of the optimal cross-section dimensions of RHS members subjected to oblique bending.

Analytical expressions derived for the determination of the optimal cross-section dimensions of RHSs have been presented clearly and made available to practical engineering for use in actual designs. The consideration of the reported analytical expressions for the optimal design allows the cost-effective use of materials. The analytical expressions have been derived based on the idea of minimizing the maximum effective stress on the cross-section of RHSs induced by oblique bending. Since it has been assumed that the RHSs taken into consideration for the optimal design are manufactured by hollowing out the rectangular solid sections at different cross-sectional area extraction ratios, the minimization of the maximum effective stress on the cross-section has been achieved by varying the wall thicknesses of the RHSs, taking into account that the reduction ratio of the cross-sectional area remains constant. In order to give a deeper insight into the understanding of a complicated analytical procedure developed for the optimal design of RHSs, it has been applied to two different optimization problems and thus the optimal dimensions of the RHSs have been determined quantitatively.

In the first optimization problem addressed, the optimal design has been achieved based on the assumption that the material of the RHS member and its associated properties required for strength analysis are given before the design. In this case, the limit values of the angles where the oblique bending load can be applied have been first determined, and then the optimal cross-sectional dimensions have been specified accordingly.

In the second optimization problem considered, the optimal design has been performed for a given constant oblique bending angle. In this case, the optimal cross-sectional dimensions leading to the minimization of the induced maximum effective stress have been first computed with respect to the given bending angle, and then one of the most suitable materials offering higher strength than the found minimum value of the maximum effective stress has been selected.

II. DESCRIPTION OF THE OPTIMAL DESIGN PROBLEM AND THEORETICAL APPROACH

Aiming to determine the optimal cross-section dimensions of RHS members subjected to oblique bending by means of the analytical procedure that has been developed based on the aspect of the minimization of the maximum effective stress, the optimization problem of RHSs addressed in the context of this study is as described in Fig.1.

As seen in Fig.1, the RHSs have been assumed to be attained by hollowing out the rectangular solid section with the cross-section dimensions of B x H at different cross-section area extraction ratios.

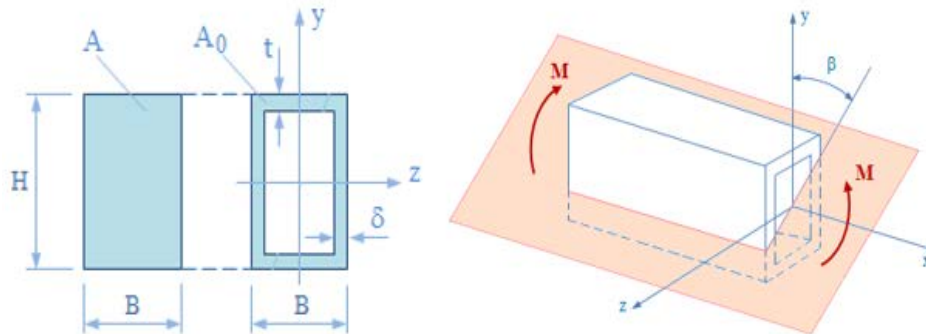


Figure 1. The optimization problem of the RHSs addressed for oblique bending

The analytical procedure has been formulated in terms of the cross-section parameters depicted in Fig.1; however, as can be understood from Fig.1, the height (H) and the width (B), of the RHS are constant and therefore not the variable design parameters. Thus, the present model consists in specifying the optimum values of the variable design parameters such as a thickness of the web (δ) and a thickness of the flange (t), as well as assessing the effect of the oblique bending moment (M) angle (β) on those two cross-section design variables.

In order to derive the analytical expressions, one of the most important conditions defined is that a reduction ratio in the cross-sectional area of the RHSs remains constant while varying the cross-section parameters of t and δ in an attempt to find their optimal values which minimize the maximum effective stress taking place on the cross-section as a result of the applied oblique bending.

The analytical approach is started with a definition of the reduction ratio for the cross-section area of the rectangular solid section, as follows:

$$\frac{\Delta A}{A} = \frac{A - A_0}{A} = c \text{ (constant)} \tag{1}$$

where A and A_0 represent the cross-section areas of the rectangular solid section and the rectangular hollow section, respectively. Note that the defined parameter of c characterizes the reduction in the cross-section area of the rectangular solid section after hollowing it out and this parameter is given before the optimal design in order to facilitate the derivation of the analytical expressions.

The associated cross-section areas above can readily be defined in terms of the cross-section parameters, as given below.

$$A = BH \quad (2)$$

$$A_0 = BH - (B - 2\delta)(H - 2t) \quad (3)$$

As illustrated in Fig.1, B and H herein are the width and height of both the rectangular solid and hollow sections, respectively. Additionally, t and δ denote the thickness of the flange and web segments of the RHS as seen in Fig.1.

As mentioned previously, the analytical procedure has been intended to be established based on the target of minimizing the maximum effective stress on the cross-section of the RHS caused by the applied oblique bending moment in order to specify the optimal values of the cross-section parameters of t and δ for a given desired values of c . In response to this, the objective function has been described as given below. The analytical expressions required to determine the optimal values of the cross-section design variables can be derived by finding the extremums of the defined function in Eq.4.

$$\sigma_{max} = \left[\left(\frac{M_z}{I_z} y_{max} + \frac{M_y}{I_y} z_{max} \right) = \left(\frac{M \cos \beta}{W_z} + \frac{M \sin \beta}{W_y} \right) \right] \rightarrow \min \quad (4)$$

Herein, σ_{max} is the maximum effective stress resulting from the applied oblique bending moment (M). M_z is the z-axis component of the applied bending moment (M) axis and defined as $M_z = M \cos \beta$. In the same manner, M_y denotes the y-axis component of the bending moment (M) and is described as $M_y = M \sin \beta$. Note that β is the oblique bending moment angle shown in Fig.1. Additionally, I_z and I_y are the moments of inertia about z and y axes, respectively. Furthermore, W_z and W_y are the section modulus of the RHS about the z and y axes, respectively. W_z and W_y have been derived and written as given below.

$$w_z = \frac{I_z}{y_{max}} = \frac{BH^2}{6} \left[1 - \left(1 - \frac{2\delta}{B} \right) \left(1 - \frac{2t}{H} \right)^3 \right] \quad (5)$$

$$w_y = \frac{I_y}{z_{max}} = \frac{HB^2}{6} \left[1 - \left(1 - \frac{2t}{H} \right) \left(1 - \frac{2\delta}{B} \right)^3 \right] \quad (6)$$

The cross-section area of the RHS(A_0) has been reformulated in terms of the section modulus, as written below.

$$A_0 = BH \left\{ 1 - \left[\left(1 - \frac{6w_z}{BH^2} \right) \left(1 - \frac{6w_y}{HB^2} \right) \right]^{1/4} \right\} \tag{7}$$

Taking into account Eq.7, the expression given in Eq.1 has been rearranged as given below.

$$\frac{A - A_0}{A} = \left(1 - \frac{6w_z}{BH^2} \right) \left(1 - \frac{6w_y}{HB^2} \right) - c^4 = 0 \tag{8}$$

After the subtle mathematical extractions and arrangements, the optimization problem has been brought to the determination of the optimum section modulus of the RHS with regard to the z and y axes, which meets the objective function requirement documented in Eq.4 as well as the additional design requirement described in Eq.8. Thus, the following Lagrangian objective function has been written with the help of Eq.4 and Eq.8.

$$\Phi = \left\{ \frac{M \cos \beta}{W_z} + \frac{M \sin \beta}{W_y} + \lambda \left[\left(1 - \frac{6w_z}{BH^2} \right) \left(1 - \frac{6w_y}{HB^2} \right) - c^4 \right] \right\} \rightarrow \min \tag{9}$$

where λ is the unknown Lagrange multiplier [23–25]. In order to find the minimums of the function given in Eq.9, the following constraints have been defined.

$$\frac{\partial \Phi}{\partial W_z} = 0, \frac{\partial \Phi}{\partial W_y} = 0, \frac{\partial \Phi}{\partial \lambda} = 0 \tag{10}$$

The above expressions have been represented by the set of equations given below.

$$\begin{cases} \frac{\partial \Phi}{\partial W_z} = -\frac{M \cos \beta}{w_z^2} + \lambda \left[\left(-\frac{6}{BH^2} \right) \left(1 - \frac{6w_y}{HB^2} \right) \right] = 0 \\ \frac{\partial \Phi}{\partial W_y} = -\frac{M \sin \beta}{w_y^2} + \lambda \left[\left(-\frac{6}{HB^2} \right) \left(1 - \frac{6w_z}{BH^2} \right) \right] = 0 \\ \frac{\partial \Phi}{\partial \lambda} = \left(1 - \frac{6w_z}{BH^2} \right) \left(1 - \frac{6w_y}{HB^2} \right) - c^4 = 0 \end{cases} \tag{11}$$

By solving the set of equations above together, the analytical expressions that give the optimum moment resistances of the RHS (W_z , W_y) have been derived as written below.

$$w_z = \frac{(1 - c^4)B^2H^2}{6(B + c^2\sqrt{BH \tan \beta})} \tag{12}$$

$$w_y = \frac{(1 - c^4)B^2H^2}{6(H + c^2\sqrt{BH \cot \beta})} \tag{13}$$

The analytical expressions to determine the variable cross-section parameters of δ and t which satisfy the optimum moment resistances of W_z and W_y have been finally obtained as written below after solving Eq.5 and Eq.12 together as well as solving Eq.6 and Eq.13 simultaneously.

$$t = \frac{H}{2} \left[1 - \sqrt[8]{\frac{(BH^2 - 6w_z)^3}{BH^5(HB^2 - 6w_y)}} \right] \tag{14}$$

$$\delta = \frac{B}{2} \left[1 - \sqrt[8]{\frac{(HB^2 - 6w_y)^3}{HB^5(BH^2 - 6w_z)}} \right] \tag{15}$$

For a given design problem example ($M = 25$ kN.m, $H = 200$ mm, $B = 100$ mm and $c = 0.8$), the effects of the oblique bending angle (β) on the important parameters of t , δ and σ_{max} have been assessed accounting for Eq.4 and Eqs.(12-15) in order to give a closer look at the proposed procedure. The calculated results are tabulated in Table.1.

Table 1. The effects of the various oblique bending moment angles on the parameters of t, δ and σ_{max}

β , Degree	W_z , mm ³	W_y , mm ³	t , mm	δ , mm	σ_{max} , MPa
0	393600	0	28.45	-5.90	63.50
10	285205	94719	15.43	2.70	132.20
20	254585	112449	12.10	4.49	168.30
30	233213	123340	9.85	5.63	194.20
40	215189	131724	8.00	6.52	211.00
45.75	205318	136037	7.00	7.00	216.60
50	197981	139126	6.26	7.33	218.80
53.50	191796	141655	5.64	7.61	219.40
60	179630	146444	4.44	8.14	217.40
70	157425	154593	2.28	9.10	206.30
80	124737	165374	-0.80	10.32	183.70
90	0	196800	-11.80	14.22	127.00

As clearly seen in Fig.2, the web thickness of the RHS (δ) becomes equal to the flange thickness of the RHS (t) at a unique oblique bending moment angle designated β_0 . As can be deduced from Fig.2, if the angle of the oblique bending moment with the vertical of the plane (β) on which the moment, M, is applied is less than β_0 , the flange thickness is larger than the web thickness ($t > \delta$). If the opposite is the case ($\beta > \beta_0$), the flange thickness is less than the web thickness ($t < \delta$).

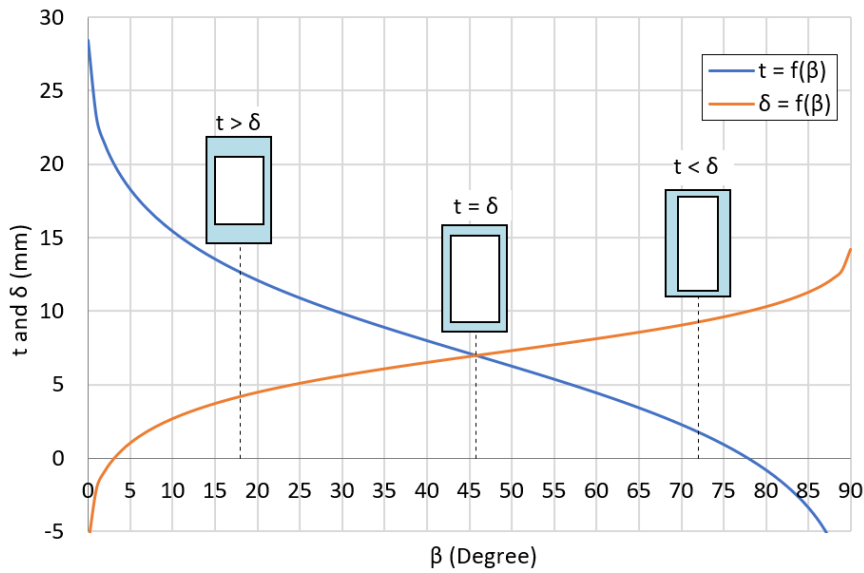


Figure 2. The effect of oblique bending moment angle on t and δ , ($t = f(\beta)$ and $\delta = f(\beta)$).

At this specific angle where the web thickness is identical to the flange thickness, the relevant segment thicknesses of the RHS, designated t_0 and δ_0 , corresponding to this unique angle can be obtained using the following derived expression.

$$t_0 = \delta_0 = \frac{1}{4} \left[(H + B) - \sqrt{(H + B)^2 - 4HB(1 - c)} \right] \tag{16}$$

The analytical expression giving the specific bending moment angle of β_0 which defines the wall thicknesses of the RHS has been derived by accounting for the equality of Eq.14 to Eq.15, as given below.

$$\beta_0 = \tan^{-1} \left[\frac{1}{c^4 H/B} \left(1 - \frac{1 - c^4}{1 - ck^2} \right)^2 \right] \tag{17}$$

where k is the notation and described as follows:

$$k = \frac{1}{2} \left[1 - \frac{B}{H} \left(1 - \sqrt{\left(1 + \frac{H}{B}\right)^2 - 4(1-c)\frac{H}{B}} \right) \right] \quad (18)$$

Taking into account Eq.12 and Eq.13, as well as accounting for Eq.14 and Eq.15, the objective function given in Eq.4 has been redefined for its extremum, as written below.

$$\sigma_{max} = \frac{6M}{(1-c^4)H^2B^2} (H \sin \beta + B \cos \beta + c^2 \sqrt{2HB \sin 2\beta}) \quad (19)$$

For the given design problem ($M = 25$ kNm, $H = 200$ mm, $B = 100$ mm, $c = 0.8$), the unknown parameters have been calculated to be $t_0 = \delta_0 = 7.0$ mm, $\beta_0 = 45.750$ and $\sigma_{max} = 216.6$ MPa. Note that these quantitatively obtained results with the exception of σ_{max} actually confirm the previously reported outcomes in Fig.2.

In the light of all the information presented above, the optimum design steps are summarized for the convenience of the designers, as follows;

In the first step, the optimum values of the design variables, t and δ , are extracted from Eq.14 and Eq.15, respectively.

In the second step, the extremum value of maximum effective stress, σ_{max} , is determined by using Eq.19.

In the third step, a cost-effective material selection for the production of the RHS is carried out based on the design requirement of $\sigma_y/S > \sigma_{max}$.

Herein, σ_y represents the yield strength of the selected material and S is regarded as the factor of safety. The material qualities of the selected materials need to satisfy the defined strength requirement of $\sigma_y/S > \sigma_{max}$ for robust design.

As seen in Table 1, increasing the oblique bending moment angle, β , from 0° to 50° leads to an improvement in the extremum value of the maximum normal stress. On the contrary, altering the angle of β from 50° to 90° results in a decrease in the extremum value of the maximum normal stress. This actually signifies that there is a transition point where the maximum normal stress goes from increasing to decreasing. The oblique bending moment angle designated β_k , corresponding to this transition point can be determined by means of the derived formula given below. Note that the following expression has been attained by taking into account Eq.19.

$$\left. \frac{\partial \sigma_{max}}{\partial \beta} \right|_{\beta=\beta_k} = 0 \Rightarrow H \cos \beta_k - B \sin \beta_k + c^2 \cos 2\beta_k \sqrt{\frac{2HB}{\sin 2\beta_k}} = 0 \quad (20)$$

For the addressed design problem, the transition point angle, β_k , has been found to be 53.5° , in addition, the corresponding maximum stress, σ_{max} , has been computed to be 219.4 MPa. Based on this finding, it has been concluded that it is recommended to avoid not only the angle of β_k but also its immediate vicinity to impose the oblique bending moment on the RHS unless there are no additional requirements specified (technological, structural, etc.). This suggestion is made based on the finding that the highest normal stress takes place on the RHS at β_k . Thus, a high-strength material selection is required for the production of the RHS, which cannot be considered the right choice from an economic point of view.

Table 2 shows the optimum quantitative results of the cross-section design variables computed for different cross-sectional area extraction ratios of c by using the expressions given in Eq.12-Eq.15 and Eq.19.

Table 2. The computed cross-section design variables for different values of c

Cross-sectional area extraction ratio, c	Optimum cross-section parameters				Maximum normal stress
	w_z, mm^3	w_y, mm^3	t, mm	δ, mm	σ_{max}, MPa
$M = 25.10^6 \text{ N.mm}, \beta = 30^\circ, H = 200 \text{ mm}, B = 100 \text{ mm}$					
0.40	554299	282706	35.10	19.19	83.28
0.50	492653	253519	27.75	15.40	93.25
0.60	418408	217325	21.22	11.92	109.26
0.70	331862	173970	15.30	8.68	137.10
0.80	233213	123340	9.85	5.63	194.18
0.90	122576	65363	4.77	2.74	367.87

In contrast to the previously addressed design problem, if a production material of the RHS and therefore its associated mechanical properties are known prior to optimal design, the cross-section variables of δ and t are defined after determining the limit values of the angle, β , to which the oblique bending moment, M , is applied. In this case, the determination of the limits of the bending moment angle, β , can be achieved by using the following expression, which has been obtained by redefining the objective function given in Eq.4 for the relation of $\sigma_{max} = \frac{\sigma_y}{S}$.

$$\sigma_{max} = \frac{\sigma_y}{S} \Rightarrow \frac{6M}{(1 - c^4)H^2B^2} (H \sin \beta + B \cos \beta + c^2 \sqrt{2HB \sin 2\beta}) = \frac{\sigma_y}{S} \tag{21}$$

To give a deeper understanding of what the extremums of the objective function, reported for the different values of c in Table 2, signify, the objective function (Eq.4) has been first rewritten as a function of t and δ , and then the graphical representation of the related extremums has been attained by using the newly defined functions given below.

$$\sigma_{max}(t) = \frac{6M \cos \beta}{BH^2[1 - c(1 - 2t/H)^2]} + \frac{6M \sin \beta(1 - 2t/H)^2}{HB^2[(1 - 2t/H)^2 - c^3]} \tag{22}$$

$$\sigma_{max}(\delta) = \frac{6M \sin \beta}{HB^2[1 - c(1 - 2\delta/B)^2]} + \frac{6M \cos \beta (1 - 2\delta/B)^2}{BH^2[(1 - 2\delta/B)^2 - c^3]} \tag{23}$$

Additionally, the expression defining the parameter of δ in terms of t has been obtained as given below.

$$\delta(t) = \frac{B}{2} \left(1 - \frac{c}{1 - 2t/H} \right) \tag{24}$$

In essence, graphical representations which provide a profound summary of the associated data tabulated in Table 2 have been obtained by accounting for Eq.22, Eq.23 and Eq.24 and presented for some of the various values of c in Fig.3.

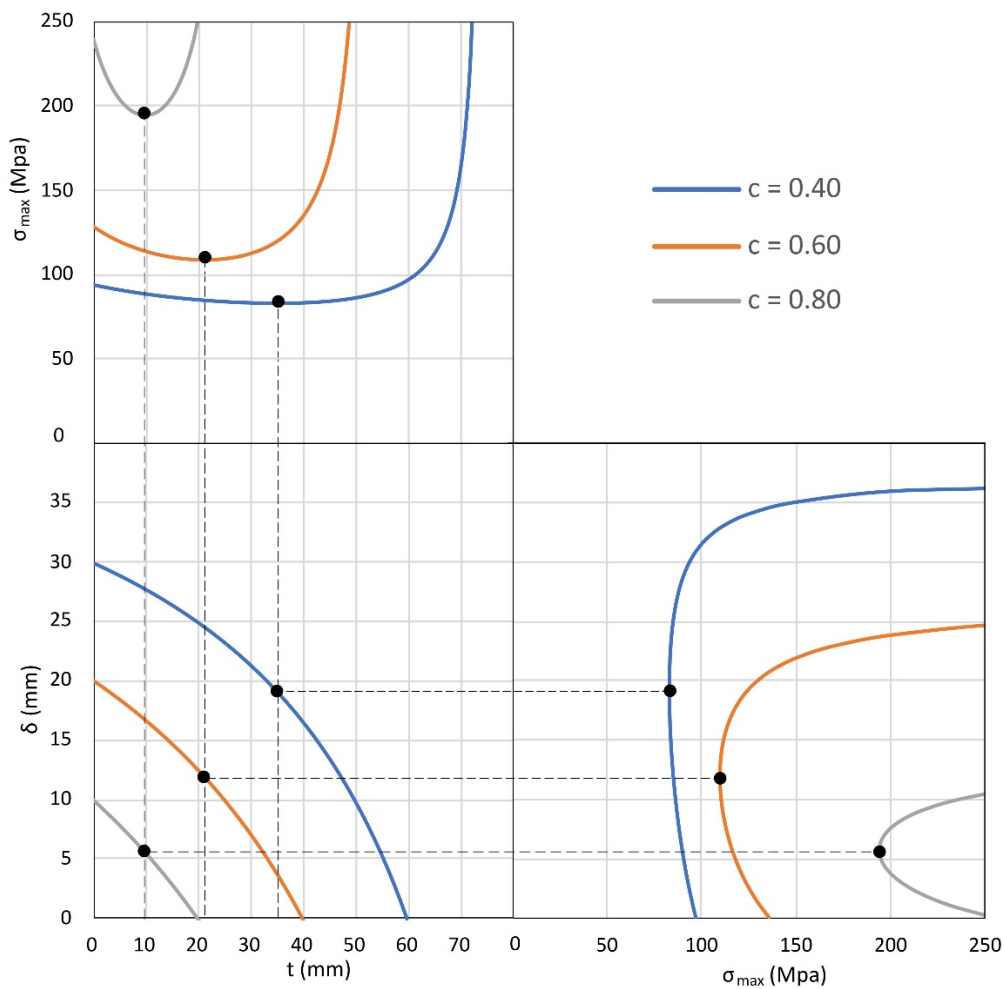


Figure 3. Graphs of $\delta = f(t)$, $\sigma_{max} = f(t)$ and $\sigma_{max} = f(\delta)$ attained for some of the different values of c

III. OPTIMUM DESIGN EXAMPLES WITH THE DEVELOPED ANALYTICAL PROCEDURE

This section presents the detailed solutions of the two distinct optimal design problems which shed light on the developed procedure for a better understating of its application steps. The first problem addressed is the design problem in which the production material of the RHS is obvious and the yield strength of this material is known before the optimal design. Opposite to the first problem, the second problem handled is the case where a lack of information on the manufacturing material of the RHS exists but the oblique bending moment angle is given.

The RHS taken into consideration in both optimal design problems has been assumed to be attained by hollowing out the rectangular solid section with a dimension of 200x100 mm ($h \times b = 200 \times 100$ mm) at the cross-section extraction ratio of 0.8 ($c=0.8$). Additionally, the RHS has been presumed to be subjected to the oblique bending moment of 25 kN.m ($M=25$ kN.m).

An application of the derived analytical expressions to the first addressed optimal design problem of finding the optimal dimensions of the RHSs is as follows:

In this case, allowable stress that can be taken in the RHS has been given as 162 MPa ($\sigma_y/S = 162$ MPa) prior to the optimal design. Additionally, the RHS taken into consideration for the optimum design is assumed to be produced from Grade-250 medium-strength steel that is widely utilized as load-carrying components in structural applications. The elastic and plastic material properties of Grade-250 steel are found in the literature as; mean elastic modulus $E = 209$ GPa, Poisson's ratio $\nu = 0.3$, and mean yield strength $\sigma_{yield} = 290$ MPa [26, 27].

Since the oblique bending moment angle (β) is not known, the calculations begin with the determination of the limit values that the oblique bending moment angle (β) can take. This has been achieved by substituting the applied moment of 25 kN.m and allowable stress of 162 MPa into Eq.20, as a result of this, the limit values of β have been found to be 18° and 86° . The variation of the maximum normal stress (σ_{max}) with the oblique bending moment angle (β) is graphically presented in Fig.4. The limit values for the oblique bending moment angle can also be readily extracted from Fig.4. The presented results in Fig.4 are actually a graphical representation of the results obtained by using Eq.17.

Of these two limit values, only the angle of 18° has been taken into account and accordingly, the section modulus (w_z, w_y) and cross-section design variables (t, δ) have been computed as follows:

$$w_z = \frac{(1 - c^4)B^2H^2}{6(B + c^2\sqrt{BH \tan \beta})} = \frac{(1 - 0.8^4)100^2 \cdot 200^2}{6(100 + 0.8^2\sqrt{100 \cdot 200 \cdot \tan 18^\circ})} = 259644 \text{ mm}^3$$

$$w_y = \frac{(1 - c^4)B^2H^2}{6(H + c^2\sqrt{BH \cot \beta})} = \frac{(1 - 0.8^4)100^2 \cdot 200^2}{6(200 + 0.8^2\sqrt{100 \cdot 200 \cdot \cot 18^\circ})} = 109704 \text{ mm}^3$$

$$t = \frac{H}{2} \left[1 - \sqrt[8]{\frac{(BH^2 - 6w_z)^3}{BH^5(HB^2 - 6w_y)}} \right] = \frac{200}{2} \left[1 - \sqrt[8]{\frac{(100 \cdot 200^2 - 6 \cdot 259644)^3}{100 \cdot 200^5(200 \cdot 100^2 - 6 \cdot 109704)}} \right] = 12.64 \text{ mm}$$

$$\delta = \frac{B}{2} \left[1 - \sqrt[8]{\frac{(HB^2 - 6w_y)^3}{HB^5(BH^2 - 6w_z)}} \right] = \frac{100}{2} \left[1 - \sqrt[8]{\frac{(200 \cdot 100^2 - 6 \cdot 109704)^3}{200 \cdot 100^5(100 \cdot 200^2 - 6 \cdot 259644)}} \right] = 4.21 \text{ mm}$$

Maximum normal stress taken place in the RHS has been found to be 162 MPa, as given below.

$$\sigma_{max} = \frac{M \cos \beta}{W_z} + \frac{M \sin \beta}{W_y} = \frac{25 \cdot 10^6 \cdot \cos 18^\circ}{259644} + \frac{25 \cdot 10^6 \cdot \sin 18^\circ}{109704} = 162 \text{ MPa} = \frac{\sigma_y}{S}$$

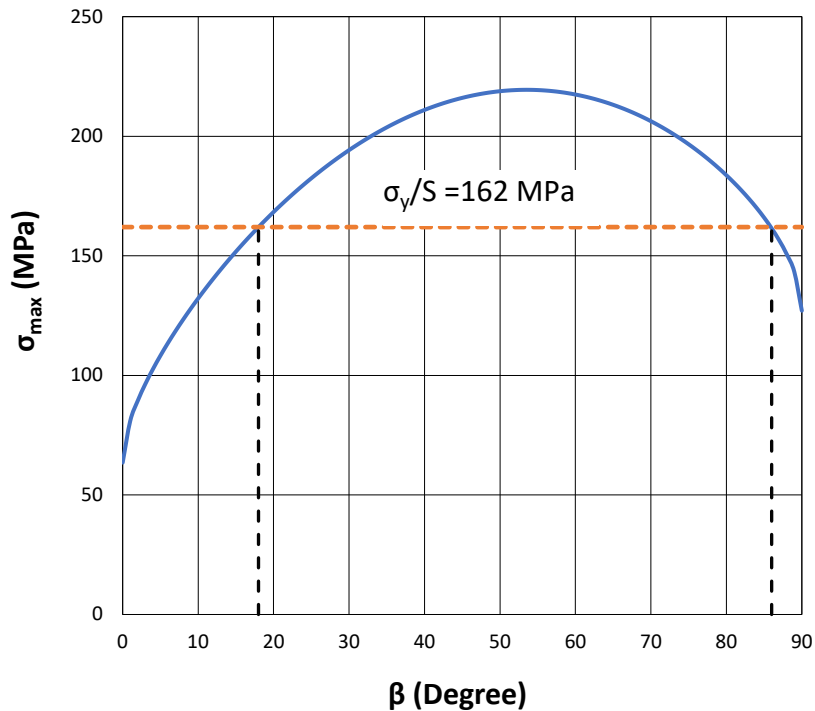


Figure 4. The variation of maximum normal stress with oblique bending moment angle of β

Note that the identical result for maximum normal stress above can also be obtained by using Eq.19 that has been previously derived to identify the extremums of maximum normal stress. By using Eq.19, maximum normal stress has been calculated as given below.

$$\sigma_{max} = \frac{6M}{(1-c^4)H^2B^2} (H \sin \beta + B \cos \beta + c^2 \sqrt{2HB \sin 2\beta}) = \frac{6 \cdot 25 \cdot 10^6}{(1-0.8^4) \cdot 200^2 \cdot 100^2} (200 \cdot \sin 18^\circ + 100 \cdot \cos 18^\circ + 0.8^2 \sqrt{2 \cdot 200 \cdot 100 \cdot \sin(2 \cdot 18^\circ)}) = 162 \text{ MPa.}$$

The second optimal design problem dealt with is the case in which the oblique bending moment angle is constant and equal to $\beta = 30^\circ$. Thus, the following calculations are associated with the solution of the referred problem.

First, the optimum section modulus of the RHS about z and y axes have been determined for $\beta = 30^\circ$ by using Eq.12 and Eq.13, respectively, as follows:

$$W_z = \frac{(1-c^4)B^2H^2}{6(B+c^2\sqrt{BH \tan \beta})} = \frac{(1-0.8^4)100^2 \cdot 200^2}{6(100+0.8^2\sqrt{100 \cdot 200 \cdot \tan 30^\circ})} = 233213 \text{ mm}^3$$

$$W_y = \frac{(1-c^4)B^2H^2}{6(H+c^2\sqrt{BH \cot \beta})} = \frac{(1-0.8^4)100^2 \cdot 200^2}{6(200+0.8^2\sqrt{100 \cdot 200 \cdot \cot 30^\circ})} = 123340 \text{ mm}^3$$

Second, the optimum design variables of t and δ have been specified by means of Eq.14 and Eq.15, respectively, as given below.

$$t = \frac{H}{2} \left[1 - \sqrt[8]{\frac{(BH^2 - 6W_z)^3}{BH^5(HB^2 - 6W_y)}} \right] = \frac{200}{2} \left[1 - \sqrt[8]{\frac{(100 \cdot 200^2 - 6 \cdot 233213)^3}{100 \cdot 200^5 (200 \cdot 100^2 - 6 \cdot 123340)}} \right] = 9.85 \text{ mm}$$

$$\delta = \frac{B}{2} \left[1 - \sqrt[8]{\frac{(HB^2 - 6W_y)^3}{HB^5(BH^2 - 6W_z)}} \right] = \frac{100}{2} \left[1 - \sqrt[8]{\frac{(200 \cdot 100^2 - 6 \cdot 123340)^3}{200 \cdot 100^5 (100 \cdot 200^2 - 6 \cdot 233213)}} \right] = 5.63 \text{ mm}$$

Third, in order to make sure of the section modulus-related calculations above, the determined optimum values of W_z and W_y have been verified using both Eq.5 and Eq.6 which have been previously derived for the determination of the section modulus of the RHS, as given below.

$$w_z = \frac{BH^2}{6} \left[1 - \left(1 - \frac{2\delta}{B}\right) \left(1 - \frac{2t}{H}\right)^3 \right] = \frac{100 \cdot 200^2}{6} \left[1 - \left(1 - \frac{2 \cdot 5.63}{100}\right) \left(1 - \frac{2 \cdot 9.85}{200}\right)^3 \right] = 233230 \text{ mm}^3$$

$$w_y = \frac{HB^2}{6} \left[1 - \left(1 - \frac{2t}{H}\right) \left(1 - \frac{2\delta}{B}\right)^3 \right] = \frac{200 \cdot 100^2}{6} \left[1 - \left(1 - \frac{2 \cdot 9.85}{200}\right) \left(1 - \frac{2 \cdot 5.63}{100}\right)^3 \right] = 123341 \text{ mm}^3$$

Finally, the maximum normal stress occurring in the cross-section of the RHS has been found as follows:

$$\sigma_{max} = \frac{M \cos \beta}{W_z} + \frac{M \sin \beta}{W_y} = \frac{25 \cdot 10^6 \cdot \cos 30^\circ}{233230} + \frac{25 \cdot 10^6 \cdot \sin 30^\circ}{123341} = 194.17 \text{ MPa}$$

The maximum normal stress has been further calculated by using Eq.19 to validate the above result, as given below.

$$\sigma_{max} = \frac{6M}{(1-c^4)H^2B^2} \left(H \sin \beta + B \cos \beta + c^2 \sqrt{2HB \sin 2\beta} \right) = \frac{6 \cdot 25 \cdot 10^6}{(1-0.8^4) \cdot 200^2 \cdot 100^2} \left(200 \cdot \sin 30^\circ + 100 \cdot \cos 30^\circ + 0.8^2 \sqrt{2 \cdot 200 \cdot 100 \cdot \sin(2 \cdot 30^\circ)} \right) = 194.18 \text{ MPa.}$$

Based on the determined maximum normal stress of 194.18 MPa, a designer is suggested to select one of the most suitable materials with a higher yield strength than 194.18 MPa for a robust and cost-effective design.

As a summary of this section, two distinct optimal design problems have been solved by applying the derived analytical expressions to the problems step by step. The analytical expressions, which have been derived and well-documented for use in the optimal design of the RHSs subjected to oblique bending, can be easily used by any designer who encounters similar design cases in industrial applications.

IV. FINITE ELEMENT MODELING

Aiming to validate the obtained analytical results, finite element analyses have been implemented on the RHS subjected to oblique bending using the finite element code of Abaqus. The grid geometries of the RHSs have been meshed using the incompatible mode eight-node brick elements, designated C3D8I [28]. Using this element type in such numerical implementations in which linear elements are subject to bending is highly recommended for high accuracy [28]. Particularly, the C3D8I element removes shear locking as well as significantly reducing volumetric locking [28]. The geometric nonlinearity option in Abaqus has been activated during the numerical analyses because of the nonlinear geometry of the RHSs. The finite element model of the RHS under oblique bending including the imposed boundary conditions and bending moments is depicted in Fig.5. The elastic and plastic mechanical properties of the RHS material given below [26, 27] have been successfully introduced to the finite element model to predict the deformation behavior of the RHS subject to the oblique bending moment.

$E=209000 \text{ MPa}$, $\nu = 0.3$, and $\sigma_{yield} = 290 \text{ MPa}$.

The boundary conditions and bending moments have been applied to the reference points defined at the geometric center of both ends, as shown in Fig.5. These imposed boundary conditions and loads have been transferred from the reference points to the RHS via the defined kinematic couplings [4, 29]. After studying a mesh convergence, an average number of elements of 55680 corresponding to a number of nodes of 70795 have been decided to use

in the numerical implementations. The result of the mesh convergence study obtained for the RHS with equal wall thicknesses ($\delta=t=7$ mm) subject to the oblique bending moment applied at $\beta = 45.75^\circ$ is illustrated in Fig. 9. As comprehended from the results presented in Fig.9, the numerical results start to converge when the finite element model comprises 52800 elements with an average size of 2.23. Therefore, this mesh convergence study has given a concrete idea of whether the solution converged or not [30, 31].

The numerical analyses have been first performed to verify the analytical results reported in Section 3. After the validation of the results given in Section 3, the finite element analysis has also been carried out to validate the analytical results for some of the oblique bending moment angles documented in Table 1, in order to be completely sure that the analytical results are validated.

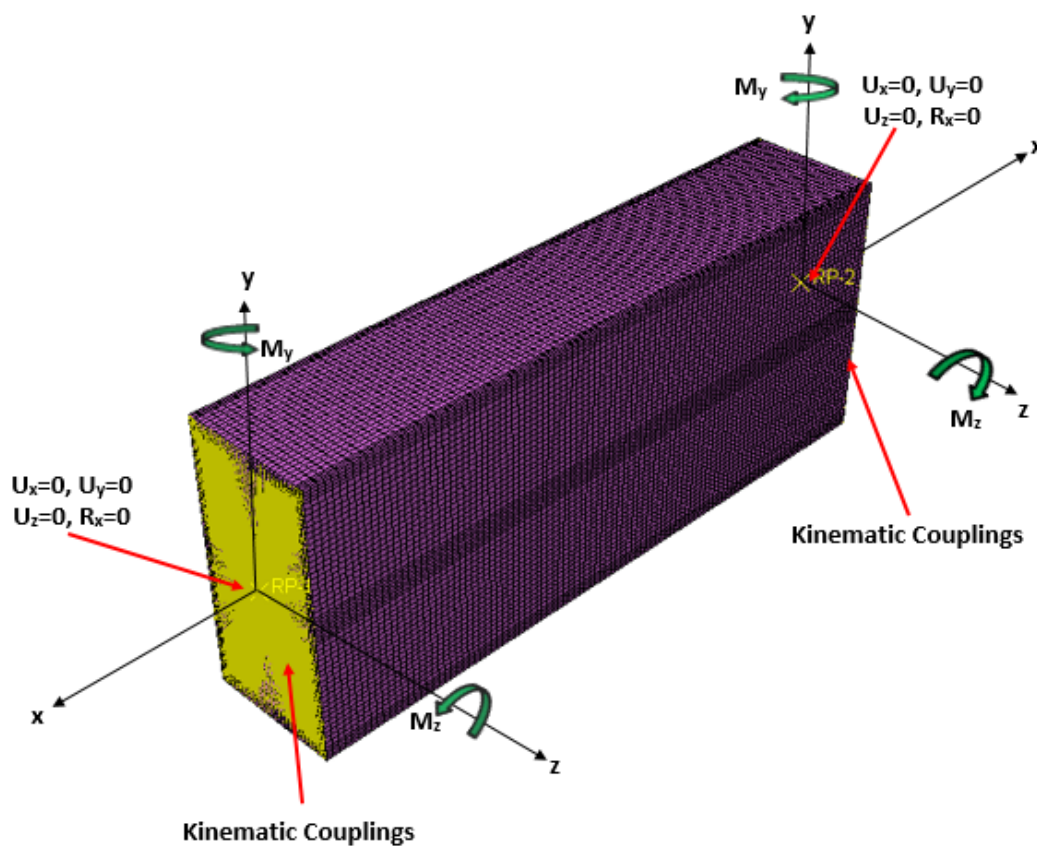


Figure 5. The finite element model of the RHS under oblique bending

V. RESULTS AND VALIDATION

The numerically obtained effective stress contour of the RHS subjected to an oblique bending moment at the angle of 18° is depicted in Fig. 6. Previously, the maximum effective stress for this case has been analytically found to be 162 MPa. As can be seen in Fig.6, the maximum effective stress extracted from the numerical analysis has also been found to be 162 MPa, implying that the analytical results are in an identical agreement with the numerical prediction.

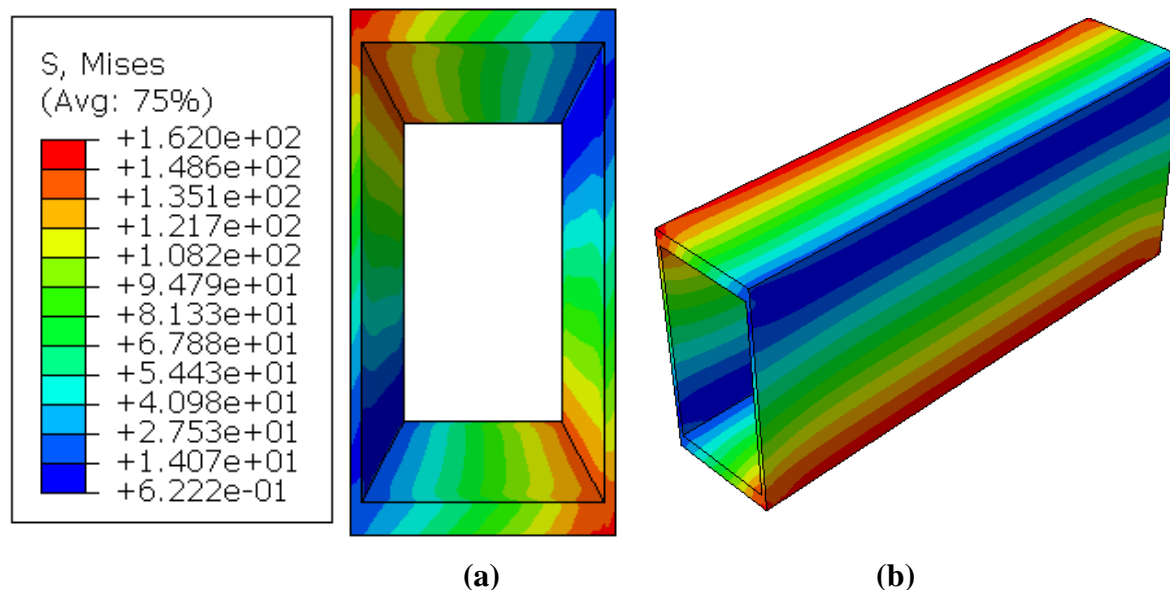


Figure 6. Maximum effective stress contour of the RHS under oblique bending ($t = 12.64 \text{ mm}$, $\delta = 4.21 \text{ mm}$, and $\beta = 18^\circ$). (a) Cross-sectional view, (b) Isometric view

Previously, the ranges of angles to which the oblique bending moment of M is allowed to be applied have been determined to be $(0^\circ - 18^\circ)$ and $(86^\circ - 90^\circ)$, as depicted in Fig.4. Nevertheless, the ranges of angles of $(0^\circ - 3^\circ)$ and $(78^\circ - 90^\circ)$ are not the viable ranges to which the oblique bending moment can be applied since the flange thickness takes a negative value in the range of $(0^\circ - 3^\circ)$ as well as the web thickness in the range of $(78^\circ - 90^\circ)$. Therefore, the oblique bending simulation has been performed for the angle of 18° . As seen in Fig.4, the RHS subjected to oblique bending in the interval of $18^\circ < \beta < 86^\circ$ does not meet the defined strength requirement of $\frac{\sigma_y}{S} = 162 \text{ MPa}$ since maximum bending stresses occurring in the RHS are higher than the allowable stress of 162 MPa in this interval.

Fig.7 shows the effective stress contour of the RHS imposed to an oblique bending moment at the angle of 30° . The maximum effective stress has been predicted to be 194.4 MPa, as seen in Fig.7. For this optimal design problem, the maximum effective stress has been calculated to be 194.17 MPa using the derived expressions earlier. Thus, a very insignificant error ratio of 0.14% has been found between the numerical predictions and analytical calculations.

By means of the above simulations, the analytical solutions of the optimum design problems documented under Section 3 have been verified. Additional simulations have been performed to predict the oblique bending response of the RHS for some of the different angles given in Table 1, in order to make sure of the verification of the developed analytical procedure.

As can be seen in Fig.7 and Fig.8, the maximum effective stress takes place in the upper left and lower right corners of the RHS. The stress distribution in the RHS resulting from the oblique bending moment has been determined by several researchers [32–34]. It has been seen that the stress distribution in the RHS (Fig.7, and Fig. 8) extracted from the numerical analyses is in good agreement with the results reported by those studies [32–34].

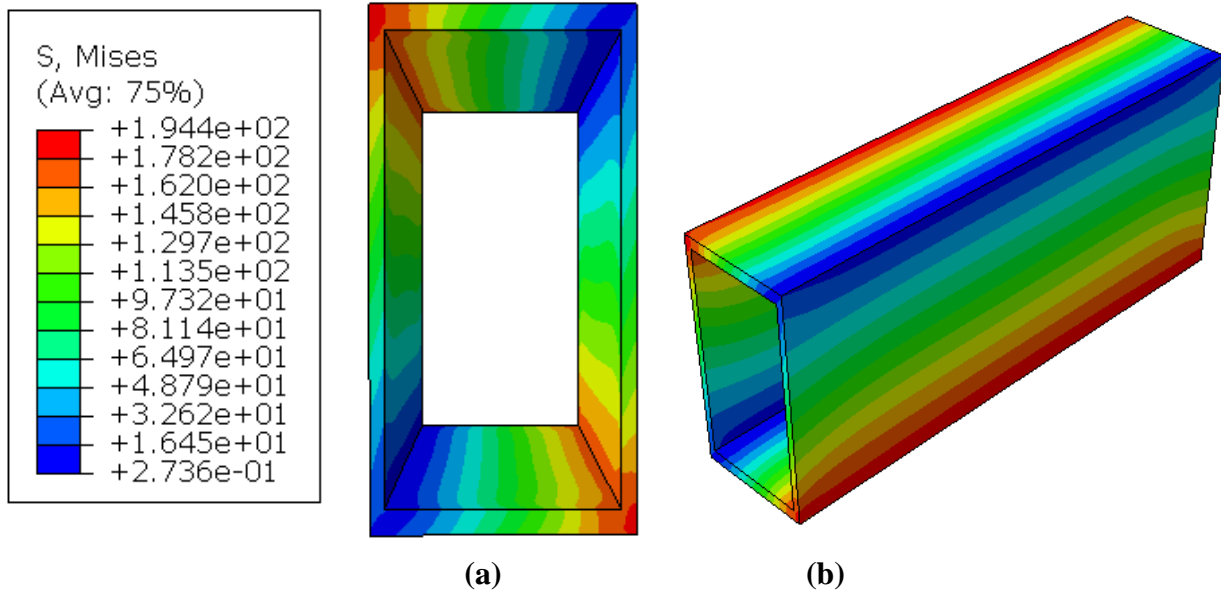


Figure 7. Maximum effective stress contour of the RHS under oblique bending ($t=9.85$ mm, $\delta=5.63$ mm, and $\beta=30^\circ$), (a) Cross-sectional view, (b) Isometric view

The effective stress contours of the RHS subjected to oblique bending at various moment angles ranging from 10° to 70° are illustrated in Fig.8. In terms of the maximum effective stress, the numerically predicted results are favorably compared to the analytical results as shown in Fig.10.

As deduced from both Fig.2 and Fig.8, increasing the oblique bending moment angle (β) leads to a decrease in the flange thickness of RHS (t) but an increase in the web thickness of RHS (δ). This can be mainly due to the following reasons.

According to the angle of the applied moment, the graphics presented in Fig.2 can be divided into four distinct regions including $0^\circ \leq \beta < 3^\circ$, $3^\circ \leq \beta \leq 45.75^\circ$, $45.75^\circ < \beta < 78^\circ$ and $78^\circ \leq \beta \leq 90^\circ$.

In the region where the angle ranges from 0° to 3° , the optimum cross-section parameter of δ takes negative values signifying that this angle range is not feasible to apply the oblique bending moment.

In the angle range from 3° to 45.75° , the optimum flange thickness of the RHS is always larger than the optimum web thickness ($t > \delta$). This is because, since $M_z > M_y$ in this range, the optimum resistance required for major and minor axis bending is mostly met by the flange segments [35]. In addition, it should be noted that the flange and web thicknesses are equal to 20 mm and 0 mm, respectively when $\beta = 3^\circ$. This actually implies that the RHS consists of only the flange segments at this angle $\beta = 3^\circ$. In this case, the optimum resistance required for major and minor axis bending is completely compensated by the flange segments since the moment of M_z is much larger than the moment of M_y ($M_z \gg M_y$) [32, 36, 37].

Furthermore, the flange thickness becomes equal to the web thickness ($\delta = t = 7$) when the β reaches its value of 45.75° ($M_z \cong M_y$). This suggests that the deformation mechanism of the RHS under oblique bending is equally controlled by both segments [32, 36, 37]

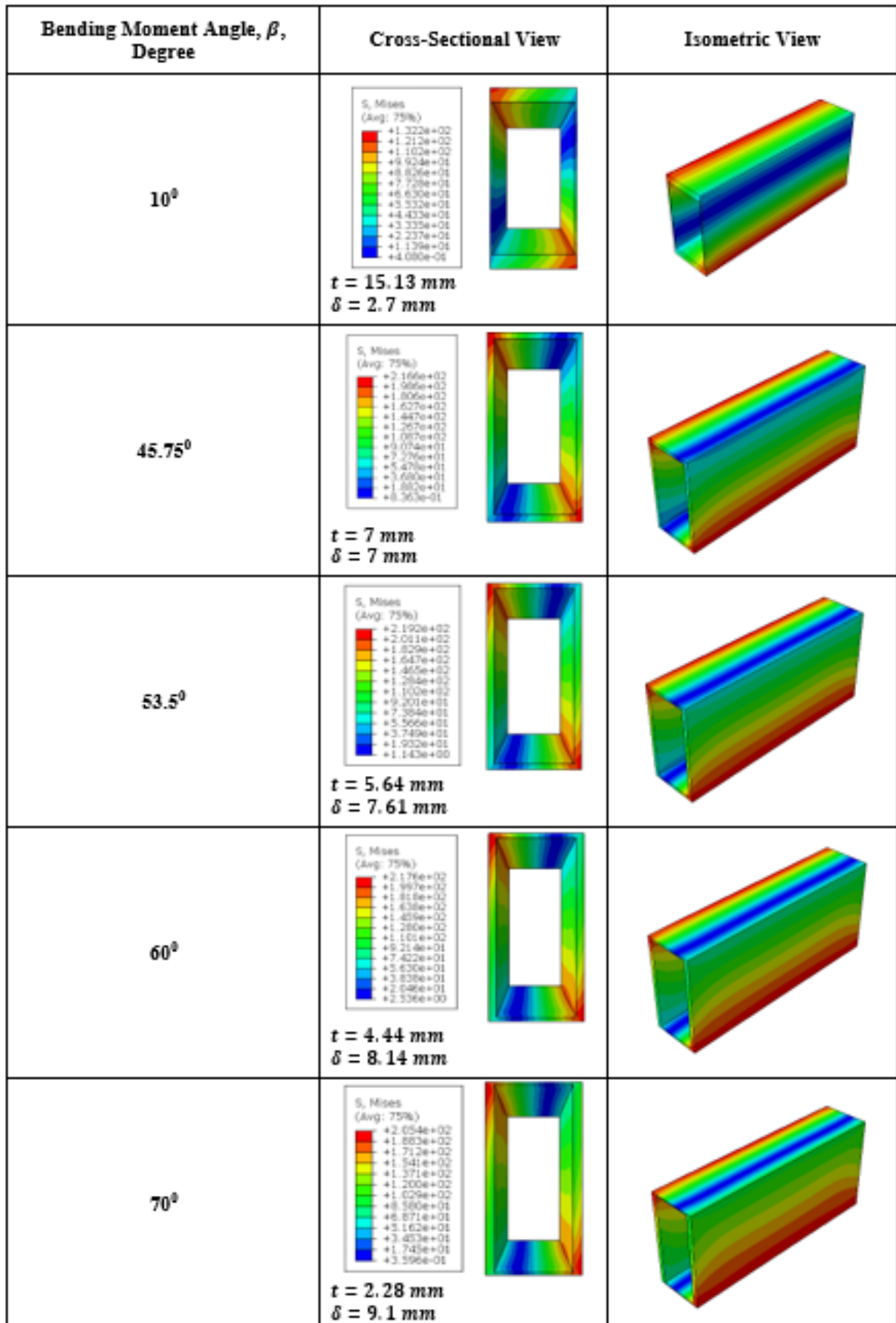


Figure 8. Effective stress contours of the RHS under oblique bending with different moment angles

In the angle range from 45.75° to 78° , the RHS is under M_y -dominated bending which results in a higher thickness in the web than the flange. In other words, the flange thickness is always less than the web thickness in this region. The web segments play a primary role in providing the optimum resistance to major and minor axis bending.

In the region where the angle ranges from 78° to 90° , the flange takes negative thickness values as illustrated in Fig.2, which indicates that applying the oblique bending moment in this angle range is not practicable for optimum design. Besides this, the flange and web thickness at $\beta = 78^\circ$ are equal to 0 and 10 mm, respectively ($t = 0$ and $\delta = 10\text{mm}$). At this angle of 78° , the flange segments of the RHS begin to vanish, pointing out that the RHS comprises only the web segments. In essence, the deformation mechanism of the RHS is totally controlled by the web segments when $M_y \gg M_z$ [32, 36, 37]

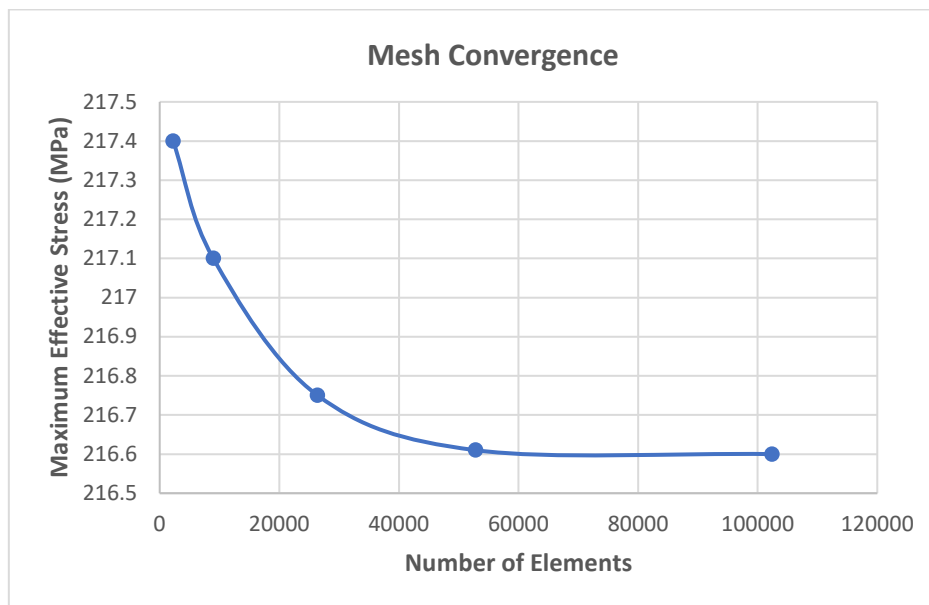


Figure 9. The result of the mesh convergence study obtained for the RHS with equal wall thicknesses ($\delta = t = 7\text{ mm}$) subject to the oblique bending moment applied at $\beta = 45.75^\circ$

The result of the mesh convergence study obtained for the RHS with an identical wall segment thickness ($\delta = t = 7\text{ mm}$) subjected to the oblique bending moment imposed at $\beta = 45.75^\circ$ is illustrated in Fig.9. It is clearly seen in Fig. 9 how the simulation results converge with the number of elements used in the numerical analysis. The number of elements used in finite elements plays an important role in calculation accuracy. Therefore, it is imperative to determine how many elements should be used in the simulations by performing a mesh convergence study.

As illustrated in Fig.10, accomplishing a very good agreement between the analytical and numerical results confirms the developed analytical procedure, and therefore the analytical expressions derived in the context of this study.

Nevertheless, the numerical results insignificantly deviate from the theoretical results as the oblique bending moment angle β increases, as seen in Fig.10. At the $\beta=70^\circ$, the discrepancy between the numerical and theoretical results becomes slightly obvious. As noted before, as the oblique bending moment angle β increases, the

component of the oblique bending moment of the y-axis (M_y) enhances, while its component about the z-axis (M_z) decreases. These two moment components are equal at $\beta=45^\circ$, in addition, M_y is always larger than M_z for the values of β larger than 45° . This signifies that the web segments of the RHS become more prone to bending with increasing oblique bending moment angle. The reason for the insignificant inconsistency found between the numerical and analytical results may be that the side walls become more susceptible to bending due to the increasing angle.

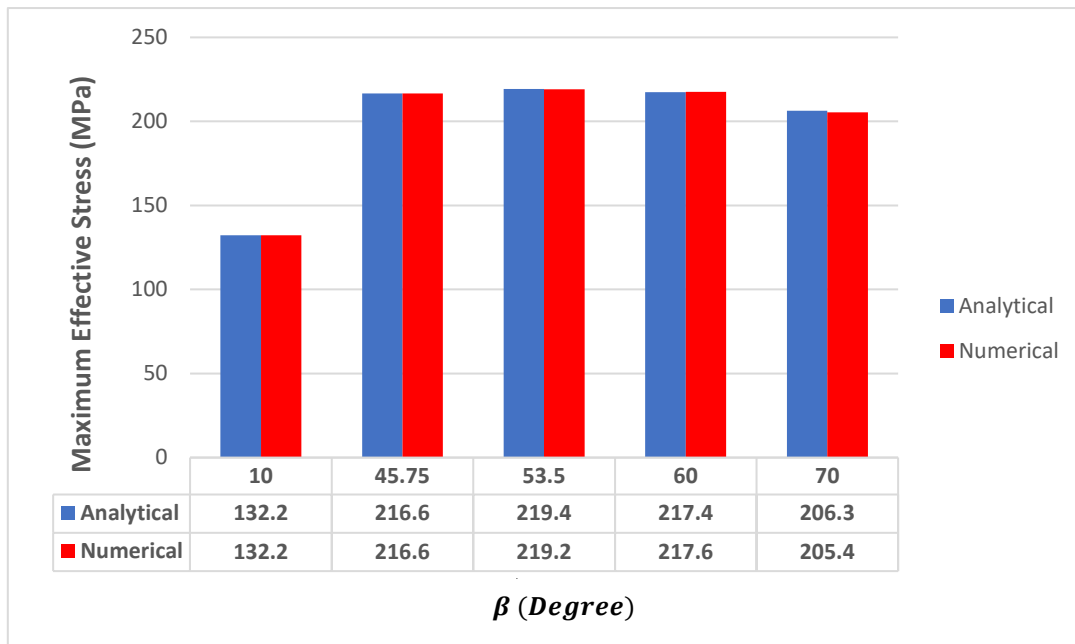


Figure 10. The comparison of the analytical maximum effective stress with the numerical predictions for different oblique bending moment angles

VI. CONCLUDING REMARKS

The following conclusions have been drawn from the findings of this study.

The analytical expressions which define the optimum cross-section dimensions of the RHS subjected to oblique bending moment have been derived and successfully applied to the two distinct optimal design problems. The analytical procedure has been developed based on the aspect of minimizing the maximum effective stress on the cross-section of RHS caused by the applied oblique bending moment. Since the RHSs addressed in this study have been assumed to be produced by hollowing out the rectangular solid sections at different cross-section area extraction ratios, the analytical procedure allows specifying the optimal cross-section dimensions for different cross-section area subtraction ratios.

After the subtle mathematical calculations, the derived analytical expressions have been made available to practical engineering in a simple and understandable math form for use in real design applications.

The cost-effective design can be achieved following the steps of the analytical procedure for two distinct optimal design cases.

If a manufacturing material of the RHS is known prior to the design, the analytical procedure first defines the limit values of the oblique bending moment angle and then, based on this, minimizes the maximum effective stress by finding the optimum values of the cross-section design variables.

If a production material of the RHS is not known but the oblique bending moment angle is given before the design, the analytical procedure optimizes the cross-section variables to minimize the maximum effective stress by taking into account the given bending moment angle. In this optimal design case, one of the most cost-effective materials offering a higher yield strength than the found maximum effective stress can be selected from a relevant table. The application steps of the derived analytical expressions to these two different design problems have been well documented under Section 3, in order to give a deep insight into the analytical procedure. By following the analytical procedure steps presented in Section 3, the optimal design can be achieved by any designer who encounters one of the two aforementioned problems.

The analytical procedure has been validated against the numerical results that have been extracted from the finite element analysis carried out in Abaqus engineering software.

In essence, the analytical procedure developed within the scope of this study has helped paved the way to meet the need for analytical procedures related to this field.

REFERENCES

- [1] Chavan V, Nimbalkar V, Jaiswal A (2007) Economic Evaluation of Open and Hollow Structural Sections in Industrial Trusses. *Int J Innov Res Sci Eng Technol* 3297:2319–8753
- [2] Mendoza JMG, Montes SA, Lomelí JJ, Campos JAF (2017) Size optimization of rectangular cross section members subject to fatigue constraints. *J Theor Appl Mech* 55:547–557
- [3] Wardenier J, Packer JA, Zhao X-L, Van der Vegte GJ (2002) Hollow sections in structural applications. *Bouwen met staal Rotterdam*, The Netherlands
- [4] Dunder MA, Nuraliyev M, Sahin DE (2022) Determination of Optimal Dimensions of Polymer-Based Rectangular Hollow Sections Based on Both Adequate-Strength and Local Buckling Criteria: Analytical and Numerical Study. *Mech Based Des Struct Mach*. <https://doi.org/10.1080/15397734.2022.2139720>
- [5] Shigley JE, Mitchell LD, Saunders H (1985) *Mechanical engineering design*
- [6] Wardenier J, Dutta D, Yeomans N (1995) *Design guide for structural hollow sections in mechanical applications*. Verlag TÜV Rheinland
- [7] Weaver PM, Ashby MF (1996) The Optimal Selection of Material and Section-shape. *J Eng Des* 7(2):129–150. <https://doi.org/10.1080/09544829608907932>
- [8] Deshpande VS, Fleck NA (2001) Collapse of truss core sandwich beams in 3-point bending. *Int J Solids Struct* 38(36):6275–6305. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0020-7683\(01\)00103-2](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0020-7683(01)00103-2)
- [9] Wicks N, Hutchinson JW (2001) Optimal truss plates. *Int J Solids Struct* 38(30):5165–5183. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0020-7683\(00\)00315-2](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0020-7683(00)00315-2)
- [10] Ashby M, Evans A, Fleck N, Gibson L, Hutchinson J, Wadley HNG (2002) *Metal Foams: a Design Guide*. *Mater Des* 23:119. [https://doi.org/10.1016/S0261-3069\(01\)00049-8](https://doi.org/10.1016/S0261-3069(01)00049-8)
- [11] Zok FW, Rathbun HJ, Wei Z, Evans AG (2003) Design of metallic textile core sandwich panels. *Int J Solids Struct* 40(21):5707–5722. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0020-7683\(03\)00375-5](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0020-7683(03)00375-5)
- [12] Wadley HNG, Fleck NA, Evans AG (2003) Fabrication and structural performance of periodic cellular metal sandwich structures. *Compos Sci Technol* 63(16):2331–2343. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(03\)00266-5](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0266-3538(03)00266-5)
- [13] Zenkert D (1995) *An Introduction to Sandwich Construction*. Engineering Materials Advisory Services
- [14] Gibson LJ (2003) Cellular Solids. *MRS Bull* 28(4):270–274. <https://doi.org/DOI: 10.1557/mrs2003.79>
- [15] Ivanovich SA (2016) Оптимальные размеры прямоугольного сечения бруса при косом изгибе. *Вестник евразийской науки* 8(2 (33)):134
- [16] Wang W, Qiu X (2018) Analysis of the Carrying Capacity for Tubes Under Oblique Loading. *J Appl Mech* 85(3). <https://doi.org/10.1115/1.4038921>
- [17] Chen DH, Masuda K (2015) Estimation of Collapse Load for Thin-Walled Rectangular Tubes Under Bending.

J Appl Mech 83(3). <https://doi.org/10.1115/1.4032159>

- [18] Paulsen F, Welo T (2001) Cross-sectional deformations of rectangular hollow sections in bending: Part II — analytical models. *Int J Mech Sci* 43(1):131–152. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0020-7403\(99\)00107-1](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0020-7403(99)00107-1)
- [19] Su R, Tangaramvong S, Van TH (2023) An BESO Approach for Optimal Retrofit Design of Steel Rectangular-Hollow-Section Columns Supporting Crane Loads. *Buildings* 13(2):328
- [20] Kuhn J, Packer JA, Fan Y (2019) Rectangular hollow section webs under transverse compression. *Can J Civ Eng* 46(9):810–827
- [21] Bedair O (2015) Novel design procedures for rectangular hollow steel sections subject to compression and major and minor axis bending. *Pract Period Struct Des Constr* 20(4):4014051
- [22] Rincón-Dávila D, Alcalá E, Martín Á (2022) Theoretical–experimental study of the bending behavior of thin-walled rectangular tubes. *Thin-Walled Struct* 173:109009. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.tws.2022.109009>
- [23] Bertsekas DP (2014) *Constrained optimization and Lagrange multiplier methods*. Academic press
- [24] Kannan BK, Kramer SN (1994) An augmented Lagrange multiplier based method for mixed integer discrete continuous optimization and its applications to mechanical design
- [25] Ito K, Kunisch K (2008) *Lagrange multiplier approach to variational problems and applications*. SIAM
- [26] Erasmus LA, Smaill JS (1990) The Mechanical Properties of BHP Structural Sections. *Trans Inst Prof Eng New Zeal Civ Eng Sect* 17(1):19–25
- [27] Mahendran M (1996) The modulus of elasticity of steel-is it 200 gpa?
- [28] Dassault Systèmes (2012) *Abaqus Analysis User's Manual 6.12. Documentation*
- [29] Sellitto A, Borrelli R, Caputo F, Riccio A, Scaramuzzino F (2011) Methodological approaches for kinematic coupling of non-matching finite element meshes. *Procedia Eng* 10:421–426
- [30] Zhao W, Ji S (2019) Mesh convergence behavior and the effect of element integration of a human head injury model. *Ann Biomed Eng* 47:475–486
- [31] Tso C-F, Molitoris DP, Snow S (2012) Propped cantilever mesh convergence study using hexahedral elements. *Packag Transp Storage Secur Radioact Mater* 23(10–2):30–35
- [32] Gardner L, Fieber A, Macorini L (2019) Formulae for Calculating Elastic Local Buckling Stresses of Full Structural Cross-sections. *Structures* 17:2–20. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.istruc.2019.01.012>
- [33] Vieira L (2018) On the local buckling of RHS members under axial force and biaxial bending. *Thin-Walled Struct* 129:10–19. <https://doi.org/10.1016/j.tws.2018.03.022>
- [34] Shen H-X (2019) A new simple method for the strength of high-strength steel thin-walled box columns subjected to axial force and biaxial end moments. *Adv Civ Eng* 2019
- [35] Razzaq Z, McVinnie WW (1982) Rectangular tubular steel columns loaded biaxially. *J Struct Mech* 10(4):475–493
- [36] Bock M, Theofanous M, Dirar S, Lipitkas N (2021) Aluminium SHS and RHS subjected to biaxial bending: Experimental testing, modelling and design recommendations. *Eng Struct* 227:111468
- [37] Zhao O, Rossi B, Gardner L, Young B (2015) Behaviour of structural stainless steel cross-sections under combined loading—Part II: Numerical modelling and design approach. *Eng Struct* 89:247–259



Original Paper

**Journal of Innovative Engineering
and Natural Science**

(Yenilikçi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Dergisi)

journal homepage: <https://jiens.org>

Enhancing filtration performance with layered and bimodal nanofiber structures

Ali Toptaş^{a,b,c,*}, Ali Kılıç^{a,c} and Ali Demir^{a,c}

^aFaculty of Textile Technologies and Design, Istanbul Technical University, 34437, Istanbul, Türkiye.

^bSafranbolu Vocational School, Karabuk University, 78600, Karabuk, Türkiye.

^cTEMAG Labs, Faculty of Textile Technologies and Design, Istanbul Technical University, 34437, Istanbul, Türkiye

ARTICLE INFO

Article history:

Received 7 Nov 2023

Received in revised form 19 Dec 2023

Accepted 10 Jan 2024

Available online

Keywords:

Bimodal

Air Filter

Meltblown

Electro-Blowing

Corona Discharge

ABSTRACT

Particulate matter (PM) must be removed from the air because it is a serious threat to human health. Micro and/or nanoporous nonwoven fabrics are commonly used to filter these particles. In our study, the filtration performances of nanofibrous mats, which were obtained by combining fibers produced by two different production methods in a layered and bimodal manner, were evaluated. Fibrous layers produced by the meltblown (MB) method were obtained with similar fiber diameters and different thicknesses by different feeding speeds. Bimodal structures obtained by adding fibers with an average diameter of 225 nm produced by the solution blowing (SB) method into fibers with an average diameter of around 800 nm obtained at 1, 5 and 10 rpm screw rotating/feeding speeds had higher filtration performance than the samples without SB nanofibers. Then, among the four samples with an average basis weight of 15 gsm, the sample MB only without (electro-blown nanofiber); the EB sample contains only EB nanofibers; the sample (L) containing 4 gsm EB nanofibers and the 4-layer sample (4L) containing 4 gsm EB nanofibers (138 nm) were compared. The 4L sample had the highest quality factor (0.0353) with a filtration efficiency of 96.01% and a pressure drop of 135 Pa. Although the filtration efficiency increased in all samples with the subsequent corona treatment, the highest value (99.34%) was obtained from the 4L sample.

I. INTRODUCTION

Air pollution is a major global problem that has serious impacts on health, environment, and quality of life [1]. Increasing industrial activities, vehicle exhausts, energy production and other human activities negatively affect the air quality [2]. Pollutants, especially those containing fine particulate matter (PM), are among the factors that increase the risk of respiratory diseases, cardiovascular diseases and even death [3].

In this context, the air filtration systems stand out as an important way to provide clean air at indoors and outdoors [4]. Traditional air filters are effective at circulating clean air by capturing and trapping the airborne pollutants [5]. However, the need for higher performance filtering technologies is increasing to improve air quality and protect our health [6].

Meltblowing (MB) and electro-blowing (EB) methods are two basic methods that are effective in the production of micron and nanometer sized fibers [7, 8]. The MB method involves melting thermoplastic polymers and blowing them at high speed to obtain thin fibers. On the other hand, the EB method involves the formation of nanofibers by diluting the polymer solution under the influence of electrostatic and compressed air forces [9]. While either method alone can produce effective fibers, the potential of the combination of these two methods to achieve more effective results in air filtration has recently been investigated.

*Corresponding author. Tel.: +90-541-286-7827; e-mail: alitoptas@karabuk.edu.tr

The quality factor that determines the effectiveness of a filter mat gives high results with high filtration efficiency and low pressure drop values [10]. Due to the large pore sizes in the filter mats made of microfibers, filtration efficiency is low, and the pressure drop is also low. In a nanofibrous filter mat, high filtration efficiency is accompanied by high pressure drop. To improve this situation, filter mats obtained from microfibers are charged with an electrostatic charge, resulting in an improvement in filtration efficiency with an additional capture mechanism [11].

A bimodal approach is being studied to obtain low pressure drop values by increasing the filtration efficiency of filter mats. The nanofibers mixed between the microfibers on the surfaces formed by combining micro and nanofibers with bimodal filter mats increase the filtration efficiency by creating new air channels and prevent the pressure drop from increasing [12, 13]. In the study conducted by Lin et al., it was revealed that a bimodal filter showed a high filtration performance (98.43%) when the average fiber diameters were 2.44 and 0.13 μm , reducing the pressure drop up to 56.47 Pa [14]. In another study, Mei et al. prepared polyacrylonitrile (PAN) nanofiber mats consisting of fibers with unimodal and bimodal diameter distributions by electrospinning method and analyzed their quality factors (QFs). Bimodal nanofiber mats exhibited higher QFs than unimodal fiber mats with the same weight average fiber diameter [15].

The aim of this study is to examine the effectiveness of the layered combination of fibers produced by MB and EB methods in air filtration. How the layered fiber combination improves filtration performance, how it helps capture airborne particulate matter and pollutants more effectively, and the advantages this new approach can bring to existing air filtration technologies are the focus of this study.

II. EXPERIMENTAL METHOD / THEORETICAL METHOD

2.1 Materials and Preparation Techniques

Polyvinylidene fluoride (PVDF) powders with a molecular weight of 477,000 g/mol were acquired from Arkema Chemicals under the product name Kynar Flex 2801-00. Polypropylene (PP) granules, featuring a melt flow index (MFI) of 1800 g/10 min, were sourced from TEKNOMELT Co, Turkey. Dimethyl sulfoxide (DMSO) with a purity of 99.8% (Merck) and acetone with a purity of 99.5% (ISOlabs) were employed as solvents.

In the initial stage, PVDF solutions with a concentration of 12wt.% were prepared using a mixture of acetone and DMSO in a weight ratio of 30/70. These solutions were subjected to magnetic stirring at a temperature of 70 °C for 8 hours.

To examine the impact of screw speed on the basis weight of the produced meltblown (MB) fibers, we employed dried polypropylene (PP) and conducted the meltblown fiber production at varying screw speeds: 1, 5, and 10 rpm. Throughout the production process, we maintained a die-to-collector distance of 25 cm, a mold temperature of 275 °C, a hot air pressure of 3 bar, and a compressed air temperature of 350 °C.

An electro-blowing (EB) system, specifically the Aerospinner from Areka Ltd., was used to produce the nanofibrous mats. This EB system, shown in Figure 1, comprised several components: a pressurized air tank linked to a regulator, a high-voltage power supply, a syringe pump, a co-axial spinning nozzle positioned on a homogenizing shaft to ensure even fiber accumulation, and an injector. To collect the nanofibers, a vacuum-

assisted rotating collector with a surface area of 30×20 cm was employed. The all-EB samples were generated with a feed rate of 10 mL/h, an air pressure of 1 bar, and an electric voltage of 30 kV, maintaining 30 cm between the collector nozzle and the source.

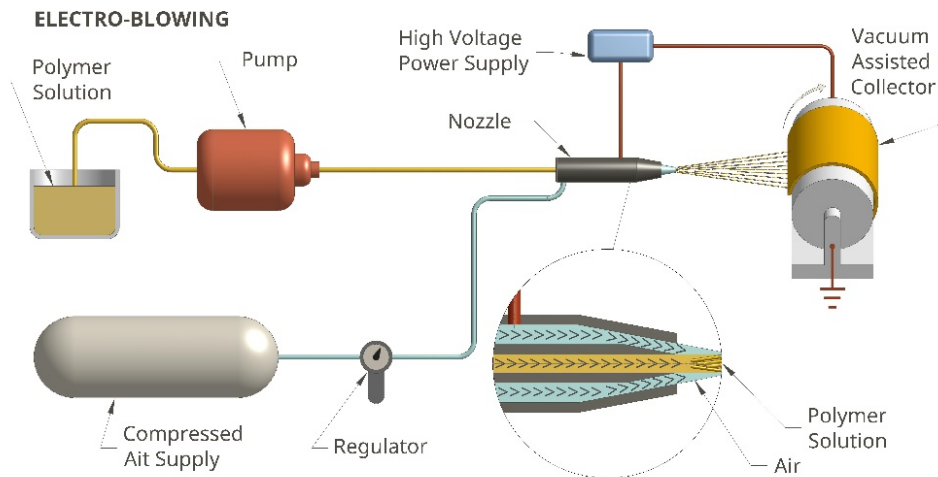


Figure 1. Electro-blowing system [1]

In the case of solution-blowing (SB), a similar system as depicted in Figure 1 was used, without the need for a power supply. SB nanofibers were produced from 12 wt.% PVDF solution with a solution feed rate of 10 mL/h at 2-bar air pressure. To determine the production times for both EB and SB nanofiber mats, accounting for their basis weight, the following Equation 1 was employed:

$$t = \frac{60 \cdot BW \cdot A}{FR \cdot C} \quad (1)$$

Where, BW is basis weight, A is area of the collector, FR is feeding rate and C is concentration of the polymer solution.

2.2. Preparation of Bimodal Filter Samples

The schematization of four different samples explanations produced within the scope of the study was given in Figure 2. The black lines in the image represent the fibers produced by the MB method, the yellow lines represent the fibers obtained by the SB method, and the red lines represent the fibers produced by the EB method. The weights of all samples were adjusted to an average of 15 gsm (grams per square meter). The 4L sample contains approximately 11 gsm bimodal MB-SB layer and 4 gsm layer of EB nanofibers. However, this MB-SB mat and EB mat were brought together in 4 layers, allowing the EB nanofibers to be dispersed into the structure. In sample L, 4 gsm EB nanofibers were collected as a single layer on the 10.34 gsm MB-SB layer. The

MB sample was produced from 15.32 gsm MB fibers, and EB sample was produced from only EB nanofibers with a weight of 15 gsm.

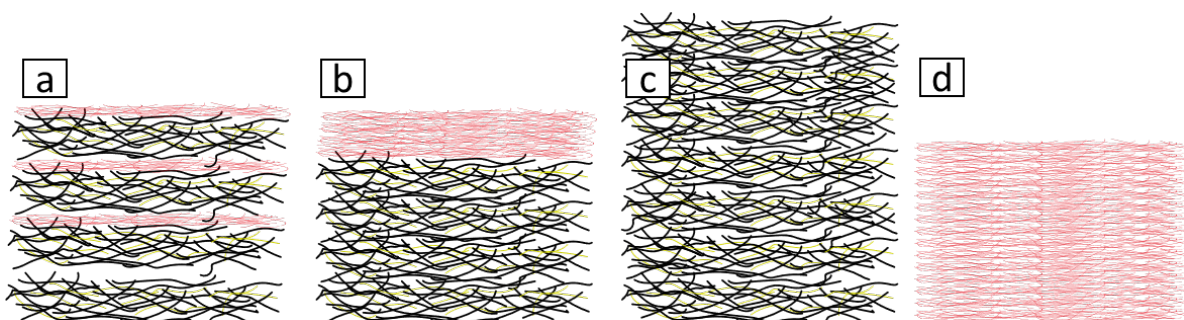


Figure 2. Schematic representation of the produced samples a) 4L, b) L, c) MB and d) EB

To produce MB-SB bimodal layers, the system schematized in Figure 3 was used. In this system, two SB nozzles were used, which produce simultaneously with the MB production method and were placed on both sides of the MB device. Therefore, MB and SB fibers were collected homogeneously on the same surface.

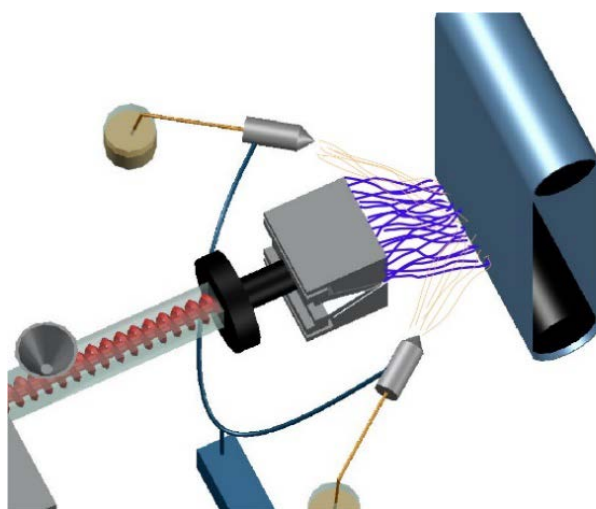


Figure 3. MB-SB bimodal production system

The fibrous structures' appearances were assessed via scanning electron microscopy (SEM), specifically using the TESCAN VEGA 3 model. To facilitate the conductivity, a thin layer of gold/palladium, with 10 nm in thickness was applied to the samples prior to SEM analysis. Average fiber diameters (AFD) and their standard deviations were determined from SEM images, magnified at 5kx times, utilizing the ImageJ software. To gauge the filtration performance of the samples in terms of pressure drop (ΔP) and filtration efficiency (η), an automatic filter test device (model 8130A, TSI Inc.) was employed. For this evaluation, solid salt particles, with an approximate diameter of $0.26 \pm 0.07 \mu\text{m}$, were generated from a 2 wt.% NaCl solution. The nanofiber mats, featuring an effective area of 100 cm^2 , were subjected to testing against NaCl aerosols at a surface velocity of

15.83 cm/s. The results obtained according to ISO 16890 standards provide ePM1 level (>95% against 0.3–1 μm dust). The filtration efficiency (η) was calculated using Equation 2.

$$\eta = 1 - C_{down}/C_{up} \quad (2)$$

In this context, where " C_{down} " represents downstream particle concentration and " C_{up} " represents upstream particle concentration, the mathematical expression for the quality factor (QF), designed to evaluate the filter sample's quality by taking into account both filtration efficiency and ΔP , is defined by Equation 3:

$$QF = -\frac{\ln(1-\eta)}{\Delta P} \quad (3)$$

III. RESULTS AND DISCUSSIONS

3.1. Morphology

In the MB process, screw speed controls the amount of melt fed, and higher screw speeds result in a greater amount of fiber produced per unit time. In this study, MB fibers were produced using PP at different screw speeds of 1, 5 and 10 rpm. The thickness and basis weight values of these samples are presented in Figure 4. The thinnest and lightest sample was obtained with a basis weight of 2.53 gm and a screw speed of 1 rpm. As the screw speed increased, both the thickness and weight of the fibrous mats increased.

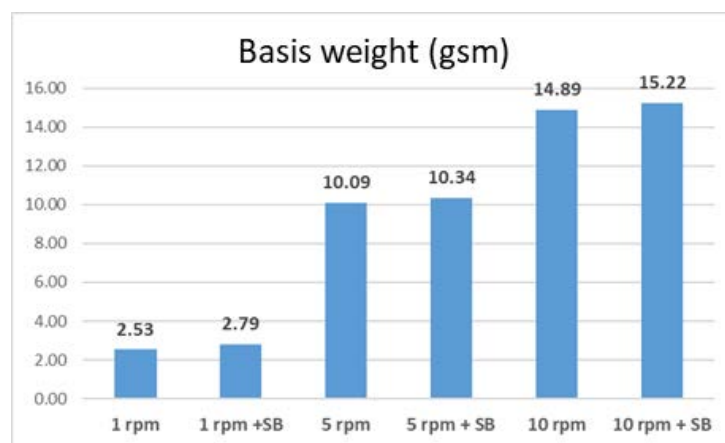


Figure 4. Basis weights of the MB and MB-SB samples

Figure 4 shows the proportions of nanofibers produced with the SB nozzles added to the MB system. While this ratio is highest at 1 rpm, as the MB production rate increases, the amount of SB nanofibers in the structure decreases.

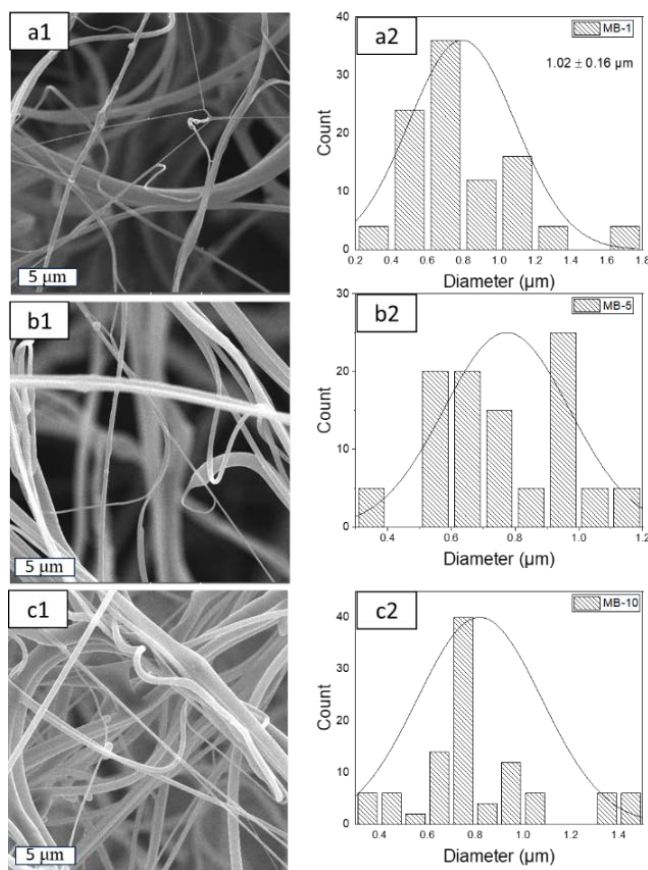


Figure 5. SEM images and AFD diagrams of the samples

SEM images of MB-SB samples and EB samples were given in Figure 5. According to Figure 5a2-c2, the average diameters of the fibers obtained by the MB method were measured as 775 ± 245 nm, 799 ± 274 nm and 838 ± 286 nm, and no significant change was observed in terms of fiber diameters between the samples. The diameter of the nanofibers produced using the SB method was measured as 225 nm. The dromedary fiber diameter diagram given in Figure 6 shows that MB and SB nanofibers have bimodal distribution in the same structure.

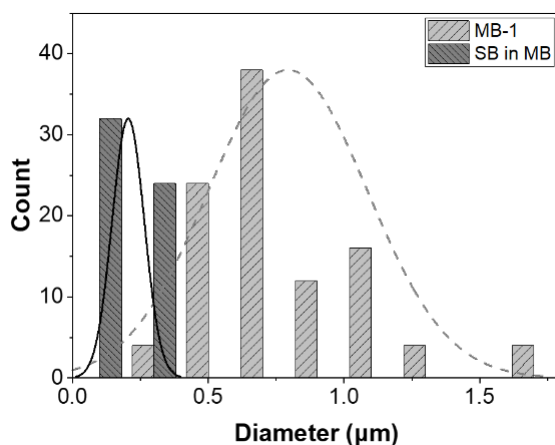


Figure 6. AFD diagram of the MB-SB bimodal sample

The MB method had the ability to produce a larger amount of fiber per unit time as it ensures that the molten polymer completely turned into fiber. On the other hand, the advantage of solution-based methods was that the fiber diameters are thinner than the fibers obtained by the MB method. In this study, the AFD_MB/AFD_EB ratio was approximately 5 times. In addition, reducing the solution concentration and adding electric field in solution-based productions are very important factors in thinning the fiber diameter. The 39% thinning (225 to 138 nm) of fibers obtained with the EB method compared to the fibers obtained with the SB method proves this.

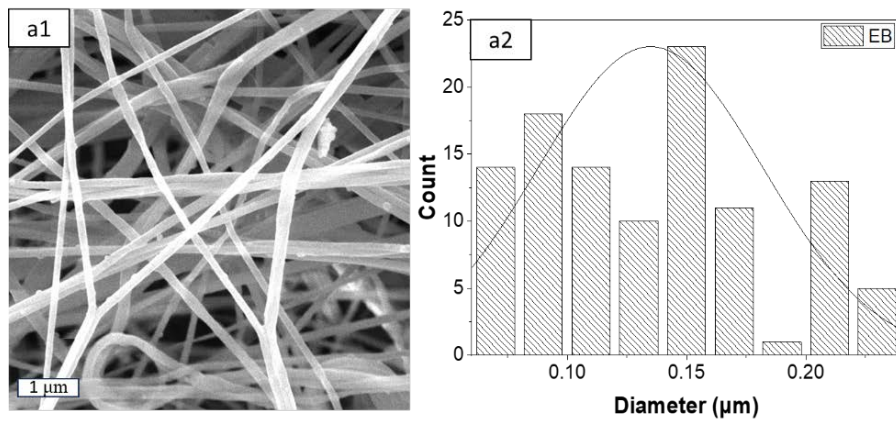


Figure 7. Sem image and AFD diagram of the EB sample

Figure 7 shows SEM images and fiber diameter diagrams of EB nanofibers. The average diameter of the fibers of this sample, produced in the presence of electric field and compressed air, was 138 ± 43 nm. The absence of droplets in the sample indicates that the selected production parameters were in optimum conditions.

3.2. Filtration Performance

The filtration efficiency and pressure drop values of six samples produced only with the MB method and with the addition of SB nozzles in addition to the MB method were given in Table 1. It was observed that the filtration efficiency of bimodal nanofibrous mats obtained by adding SB nanofibers into MB samples increased. Depending on the increase in weight of MB-SB samples, the highest filtration efficiency values were obtained in the 10 rpm sample. In addition to increased filtration efficiency, the highest quality factor was obtained in the 10 rpm sample, although there was also an increase in pressure drop. In addition, when each sample was evaluated according to whether or not the addition of SB nanofibers was present, there was a significant improvement in filtration efficiency and pressure drop with the addition of SB nanofibers.

Table 1. Filtration efficiencies and pressure drop values of the MB samples

Samples	Efficiency (%)	Pressure Drop (Pa)
1 rpm MB	31.65	45
1 rpm MB + SB	39.54	47
5 rpm MB	45.97	71
5 rpm MB + SB	63.32	73
10 rpm MB	75.56	85
10 rpm MB + SB	83.74	88

The filtration efficiency and pressure drop values of 4L, L and MB-SB and EB samples are given in Figure 6. When the filtration efficiency and pressure drop graphs of MB samples with a weight of 4L, L and 15 gsm are examined in Figure 6a, it is seen that the EB nanofibers included in the structure significantly improve the filtration efficiency. 4L and L samples showed better performance than MB-SB sample with higher filtration efficiency and quality factor values. On the other hand, when samples 4L and L were examined separately, it was seen that these two samples contain the same amount of both MB and EB fibers in their structures. In the 4L sample, the distribution of EB nanofibers in 4 layers within the structure caused a significant improvement in pressure drop while providing a low improvement in filtration efficiency. This was due to the small pore sizes created by thin nanofibers. While these pores provided high filtration efficiency by capturing particles, they also quickly became clogged due to the captured particles, causing an increase in pressure drop. However, the inclusion of EB nanofibers in the structure in 4 layers rather than a single layer caused the particles to be retained throughout the structure by surface filtration and to show high filtration performance by providing a lower pressure drop. In addition, the filtration efficiency value was highest in the sample consisting only of EB nanofibers, thanks to the small pore sizes created by the thin fibers. However, due to the decrease in pore sizes and rapidly filling pores, the pressure drop value was accordingly highest. This showed that filtration efficiency and pressure drop were low in the MB sample, which consisted only of thick fibers. The filtration efficiency value and pressure drop values were highest in the EB sample, which consisted only of thin nanofibers. However, in the 4L sample obtained within the scope of the study and brought together with an appropriate configuration, the filtration efficiency was high while the pressure drop value decreased. This is the most important criterion expected from an effective filter.

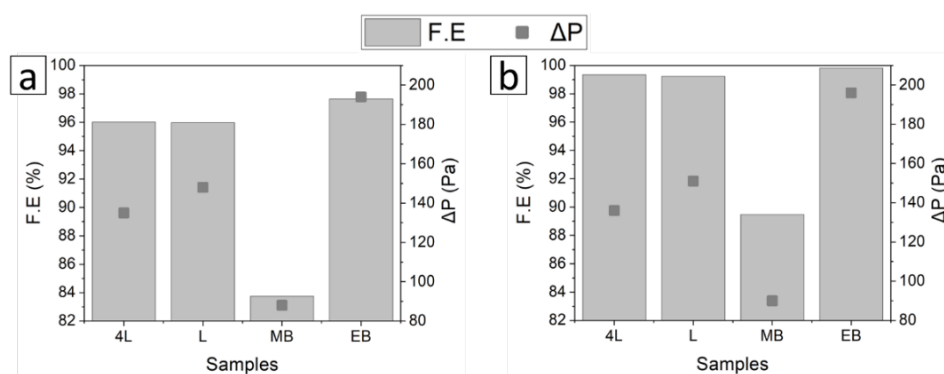


Figure 8. Filtration efficiencies and Pressure drop values of the 4L, L and MB, and EB samples

Figure 8b shows the graph of filtration efficiency and pressure drop after the corona discharge process applied to the samples. An improvement in filtration efficiency was observed in all samples with corona treatment. The sample with the highest filtration efficiency, the 4L sample, was the best sample with a filtration efficiency of 99.18% and a pressure drop of 136 Pa.

Table 2 shows the filtration efficiency and pressure drop values of all samples produced, after corona and after 1 month. Although a decrease in filtration efficiency was observed in all samples after 1 month, the decrease in the 4L sample was the least. The 4L sample showed the highest value with 98.16% filtration efficiency even after 1 month.

Table 2. Filtration efficiencies and pressure drop values of the samples

Sample	As Produced		After Corona		1 M Aged	
	F.E (%)	ΔP (Pa)	F.E (%)	ΔP (Pa)	F.E (%)	ΔP (Pa)
4L	96.01	135	99.34	136	98.16	135
L	95.96	148	99.23	151	97.29	151
MB	83.74	88	89.47	90	85.07	88
EB	97.63	194	99.81	196	98.28	196

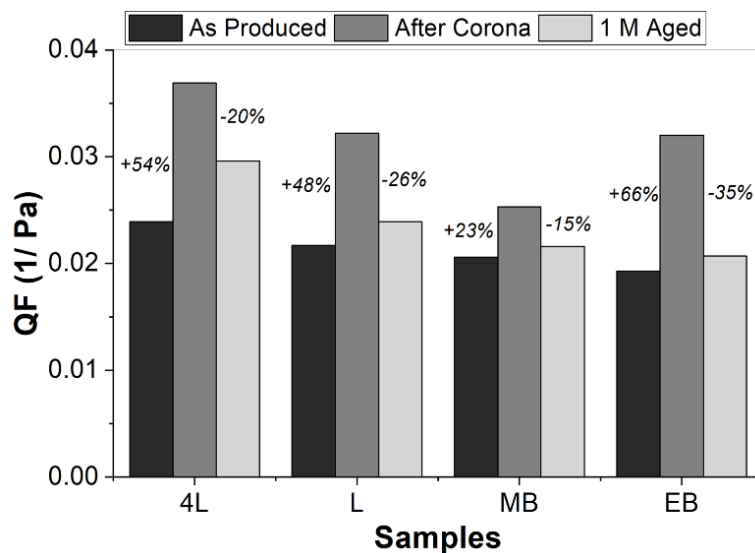


Figure 9. Quality factors of the 4L, L and MB-SB samples

In Figure 9, the values and change rates of quality factors of all samples after production, after corona and after 1 month were given. When the values were examined, the sample that best preserved the efficiency increased by the corona treatment even after 1 month was the 4L sample. This can be explained by the fact that PVDF nanofibers remain in the layered structure and maintain their electrostatic charge because of not interacting with the moisture in the air.

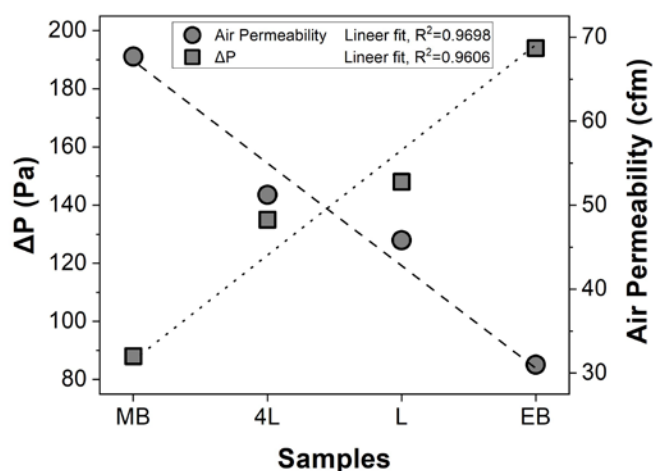


Figure 10. Pressure drop values - Air permeability diagram of the samples

Air permeability is a measure of porosity/space size in fibrous mats, with higher values indicating greater porosity/larger pore sizes. In filtration tests, higher air permeability in samples means lower ΔP . Our samples exhibited a fairly consistent linear behavior in terms of both air permeability and ΔP . When the 4L and L samples are examined, although the total basis weight of the samples does not change according to the number of layers, the multilayer structure consisting of fibers of different sizes distributed throughout the cross-section of the filter creates interlayer channels for air passage. As a result, as the number of layers increases in the dual-mode multilayer structure, air permeability increases and accordingly the pressure drop (ΔP) decreases. The air permeability value was lowest in the EB sample consisting of the thinnest nanofibers, which can be explained by the small pore sizes created by the thin nanofibers making it difficult for air to pass through. The excellent agreement between air permeability and ΔP confirmed that the approach of using layers of different thicknesses composed of fibers of different sizes was an effective strategy to increase filtration performance.

Table 3: Comparison of filter samples obtained from bimodal fibers

Materials	Production method	Filtration efficiency (%)	Pressure Drop (Pa)	References
PP-PVDF	Meltblowing and Electro-blowing	99.340	136	This study
		99.230	151	This study
Zein	Electrospinning	97.010	38	[14]
PAN	Electrospinning	99.936	220	[15]
PLA	Electrospinning	99.440	163	[16]
PA6	Solution blowing	99.891	168	[12]

When we investigate the table where information about filter samples obtained from bimodal fibers is examined, we can see samples obtained from different polymers and different production methods. High filtration efficiencies were obtained in studies using different polymers and different production methods. Increasing filtration efficiency was generally followed by increased pressure drop. When studies in the literature are examined, the 4L sample obtained from PP and PVDF polymers has an outstanding value with 99.34% filtration efficiency and 136 PA pressure drop.

Bimodal filter structures, showcasing impressive practical results, have drawn attention in a variety of potential real-world applications. These structures, known for their ability to capture a wide spectrum of particles by combining fibers of different sizes, can be particularly effective in air filtration, ranging from harmful nanoparticles to micrometer-sized particles. Thanks to these features, bimodal filters have the potential to address a range of applications, such as improving urban air quality, controlling particulate matter emissions from industrial waste, and reducing respiratory diseases.

Furthermore, bimodal filter structures have broad potential in various sectors, from the energy industry to the automotive sector. These filters, with their different-sized fibers, can better respond to specific needs in certain applications. For example, in energy production facilities, they might effectively filter harmful particles in combustion byproducts. In the automotive industry, bimodal filters could play an effective role in reducing emissions of nano-sized particles in exhaust gases.

Therefore, bimodal filter structures represent a wide potential for addressing practical issues such as improving environmental quality and controlling harmful emissions in industrial processes. Future studies could focus on

further optimizing the characteristics of these filters to tailor them for specific applications, contributing to a healthier environment and sustainable industrial practices.

Bimodal filter structures represent an area with significant potential for future research. These structures offer the potential to increase efficiency, especially in air filtration and similar applications, with the combination of materials with different fiber sizes. Future studies may focus on exploring optimized designs, material combinations, and fabrication methods of bimodal filters. This can be critical for improving the effectiveness of filters against a wider particle size distribution, optimizing energy efficiency, and ensuring long-lasting performance. Additionally, advances in nanotechnology and materials science may offer new opportunities to further improve the properties of bimodal filters. Future research in this direction may have the potential to provide more effective and sustainable solutions in air quality management and industrial applications.

IV. CONCLUSIONS

In our study, where we aimed to show the improvement in filtration efficiency and pressure drop values provided by bimodal structures, it was observed that filtration efficiency improved by adding SB nanofibers to the structure of MB filter mats. In addition, in 4 different samples (L, 4L, MB and EB) with the same basis weight (15 gsm), the addition of nanofibers to the structure and the distribution of nanofibers into the structure by layered work both increased the filtration efficiency (99.34%) and caused an improvement in pressure drop (136 Pa). The results show that bimodal structures can be structures with high quality factor and long life in the filtering process.

ACKNOWLEDGMENT

The authors would like to thank Areka Filtration Technologies LLC, provider of the electroblowing system AeroSpinner E1.0.

REFERENCES

- [1] Kaur R, Pandey P (2021) Air Pollution, Climate Change, and Human Health in Indian Cities: A Brief Review. *Front in Sustainable Cities* 705131-3. <https://doi.org/10.3389/frsc.2021.705131>
- [2] Khajavi R, Bahadoran MMS, Bahador A (2012) Removal of microbes and air pollutants passing through nonwoven polypropylene filters by activated carbon and nanosilver colloidal layers. *J Ind Text* 42:219-230. <https://doi.org/10.1177/1528083711434653>
- [3] Schwartz J, Laden F, Zanobetti A (2002) The concentration-response relation between PM(2.5) and daily deaths. *Environ Health Perspect* 110:1025–1029. <https://doi.org/10.1289/ehp.021101025>
- [4] Shoeib M, Harner T, Wilford BH, Jones KC, Zhu J (2005) Perfluorinated Sulfonamides in Indoor and Outdoor Air and Indoor Dust: Occurrence, Partitioning, and Human Exposure. *Environ Sci Technol* 39:6599–6606. <https://doi.org/10.1021/es048340y>
- [5] Hyttinen M, Pasanen P, Kalliokoski P (2001) Adsorption and desorption of selected VOCs in dust collected on air filters. *Atmos Environ* 35:5709-5716. [https://doi.org/10.1016/S1352-2310\(01\)00376-4](https://doi.org/10.1016/S1352-2310(01)00376-4)
- [6] Kilic A, Shim E, Pourdeyhimi B (2015) Electrostatic Capture Efficiency Enhancement of Polypropylene Electret Filters with Barium Titanate. *Aerosol Sci Technol* 49:666–673. <https://doi.org/10.1080/02786826.2015.1061649>
- [7] Erben J, Jencova V, Chvojka J, Blazkova L, Strnadova K, Modrak M, et al. (2016). The combination of meltblown technology and electrospinning – The influence of the ratio of micro and nanofibers on cell viability. *Mater Lett* 173:153–157. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2016.02.147>

- [8] Eticha A, Toptaş A, Akgül Y, Kılıç A (2023) Electrically assisted solution blow spinning of PVDF/TPU nanofibrous mats for air filtration applications. *Turk J Chem* 47:47–53. <https://doi.org/10.55730/1300-0527.3515>
- [9] Wang X, Um IC, Fang D, Okamoto A, Hsiao BS, Chu B (2005) Formation of water-resistant hyaluronic acid nanofibers by blowing-assisted electro-spinning and non-toxic post treatments. *Polym* 46:4853-4867. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2005.03.058>
- [10] Choi HJ, Kumita M, Hayashi S, Yuasa H, Kamiyama M, Seto T, et al. (2017) Filtration Properties of Nanofiber/Microfiber Mixed Filter and Prediction of its Performance. *Aerosol Air Qual Res* 17:1052–1062. doi: 10.4209/aaqr.2016.06.0256
- [11] Kilic A, Russell S, Shim E, Pourdeyhimi B (2017) 4- The charging and stability of electret filters. in: P.J. Brown, C.L. Cox (Eds.), *Fibrous Filter Media*, Woodhead Publishing, pp. 95–121. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100573-6.00025-3>
- [12] Gungor M, Selcuk S, Toptas A, Kilic A (2022) Aerosol Filtration Performance of Solution Blown PA6 Webs with Bimodal Fiber Distribution. *ACS Omega* 7:46602–46612. <https://doi.org/10.1021/acsomega.2c05449>
- [13] Toptas A, Calisir DM, Kilic A (2023) Production of Ultrafine PVDF Nanofiber-/Nanonet-Based Air Filters via the Electroblowing Technique by Employing PEG as a Pore-Forming Agent. *ACS Omega* 41:38557–38565. <https://doi.org/10.1021/acsomega.3c05509>
- [14] Lin S, Fu X, Luo M, Zhong WH (2022) Tailoring bimodal protein fabrics for enhanced air filtration performance. *Sep Purif Technol* 290:120913. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2022.120913>
- [15] Mei Y, Wang Z, Li X (2013) Improving filtration performance of electrospun nanofiber mats by a bimodal method. *J Appl Polym Sci* 128:1089–1094. <https://doi.org/10.1002/app.38296>
- [16] Lin M, Shen J, Wang B, Chen Y, Zhang C, Qi H (2023) Preparation of fluffy bimodal conjugated electrospun poly(lactic acid) air filters with low pressure drop. *RSC Adv* 13:30680–30689. <https://doi.org/10.1039/D3RA05969C>



Original Paper

**Journal of Innovative Engineering
and Natural Science**

(Yenilikçi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Dergisi)

journal homepage: <https://jiens.org>

Examination and improvement of direction-dependent surface properties in composite structures produced by the fused deposition modeling method

ID Ozlem Dogru^a, ID Alperen Dogru^{b,*} and ID M. Ozgur Seydibeyoglu^{a,c}^a İzmir Katip Çelebi University, Material Sciences, and Engineering, İzmir 35620 Türkiye.^b University of Alberta, Mechanical Engineering, Edmonton T6G 2H5, Canada.^c İzmir Katip Çelebi University, Metallurgical and Materials Engineering, İzmir 35620 Türkiye

ARTICLE INFO

Article history:

Received 14 Nov 2023

Received in revised form 26 Dec 2023

Accepted 18 Jan 2024

Available online

Keywords:

Surface Roughness

Additive Manufacturing

Composite Materials

Polymeric composites

FFF

ABSTRACT

Additive manufacturing methods, which have begun to be used in final product production beyond producing prototypes, are popular research topics today. The Fused Deposition Modeling (FDM) method, which has a wider usage area and user base, is the most well-known among these methods. The method in which the polymer is extruded in layers has advantages such as design freedom and topology optimization, as well as disadvantages such as surface roughness and low production speed. The number of materials that can be used in the FDM method is diversifying day by day, and polymeric composites can also be produced beyond pure polymers. Using engineering polymers such as polyamide in this production method creates many new opportunities. In addition, the start of production of short fiber reinforced polymeric composites has paved the way to produce high-performance final products. In this study, the effects of parameters such as layer thickness and printing orientation on the surface roughness of samples produced using polyamide and short carbon fiber reinforced polymer matrix composite materials were examined. Chemical surface treatment was applied to the surfaces of 3D-printed samples to improve surface roughness. It was concluded that the increase in layer thickness increases the surface roughness, the $-/+45$ filling orientation creates higher roughness than the 0 and 90 orientations, and the surface quality can be increased by chemical surface modification.

I. INTRODUCTION

The Fused Deposition Modeling (FDM) method is the additive manufacturing method with the most users in the world [1]. The method, which produces using polymers as raw materials, carries out material extrusion-based production [2]. With the developing material science, it has become possible to go beyond pure polymer production in the FDM method and produce composite structures and even metal products. The mechanical properties of the materials produced by the FDM method vary depending on the production direction, and anisotropic material is produced with this method [3,4]. In addition to the material used, parameters such as fill rate, infill pattern, print speed, layer height, etc. have a great impact on the mechanical properties of the final product produced in the FDM method [5–7]. One of the most important disadvantages of parts produced by additive manufacturing is that the surface quality of the part is not good after production. This requires post-processing in many applications. Many post-processing processes, which can be categorized as mechanical or chemical, have been researched and applied to improve the surface quality of parts produced with FDM [8,9].

Various surface treatments such as chemical treatment, painting, or coating have been tried in the literature to improve surface roughness. Acetone solvents are the most used chemical solvents [10]. Jo et al. and Pestano et al. examined the surface properties of acrylonitrile butadiene styrene (ABS) materials produced by the FDM method post-processed with acetone chemical. It has been determined that surface roughness is reduced by 90% and helps

*Corresponding author. e-mail: alperendogru@gmail.com

to improve the surface quality of ABS-printed parts [11,12]. Rajan et al. examined the effect of Tetra Hydro Fluoride (HF) solution on the surface properties of polylactic acid (PLA) samples produced by the FDM method. It has been observed that the applied coating has a reducing effect on surface roughness [13].

When the mechanical finishing methods for surface quality are examined, it is seen that machining, abrasive, heat cutting, barrel finishing or sanding processes are performed. Boschetto et al. improved the surface quality of parts produced by the FDM method by using computer numerical control (CNC) milling machines [14]. In another study, Moradi et al. examined the surface quality of low-power CO₂ laser finishing applied at different parameters on PLA samples produced by the FDM method. In the study, the parts were cut with a laser to bring them to the final dimensions, and high-quality surfaces were obtained [15]. Additive manufacturing, by its nature, aims to produce final products in one piece, no matter how complex their geometry, without the need for assembly. Mechanically performed post-processing processes have long processing times and create disadvantages in terms of measurement tolerances. Studies carried out in the literature have shown that chemical surface treatments are carried out with general polymer materials such as ABS and PLA, which are the most used in the FDM method. The production of engineering polymers with higher mechanical properties, and even fiber-reinforced polymer matrix composites, with the FDM method is the topic of today's experimental studies[16].

Polyamide6 (PA6) was determined as the matrix material because it is resistant to chemicals and has high mechanical properties. Polyamides are crystalline polymers typically produced by condensation of a diacid and a diamine[17]. Polyamide (PA) is an important thermoplastic with an amide bond ($-NH-C=O$) in the polymer backbone. PA as a fiber-forming material was invented by Wallace Carothers at DuPont in 1935 and patented the world's first fully synthetic fiber, nylon 6.6.[18]. Polyamide is a material that is included in the thermoplastic polymer types and is used in many engineering applications.

In this study, neat Polyamide6 (PA6) and short carbon fiber-reinforced PA6 matrix composite samples were produced using the FDM method. The effects of production parameters in the FDM method on surface quality and the effects of chemical surface treatments on surface roughness and surface contact angle were examined. The effect of layer thickness on surface roughness and the effect of infill pattern on surface quality were measured. In addition, the effects of carbon fiber reinforcement and reinforcement ratio on the surface quality and the effects of chemical surface treatments applied to all samples after production on the surface quality were investigated.

II. EXPERIMENTAL METHOD

2.1 Materials

In this study, neat PA6 (PA6) material and two different PA6 matrix composites that are reinforced with different ratios by weight of short carbon fiber were used. These composites were shaped as a filament by a twin-screw extruder and since all samples are produced by the FDM method, these materials are in filament form. The matrix material used in neat polyamide and composite structures is the same. The matrix material and neat one of the filaments used in the study is the Ultramid B40LN product of BASF company. The density of the polyamide product is 1.13g/cm³ and the relative viscosity value is 4. Neat polyamide was used as the control group[19].

The materials used in the study include AC4102 chopped carbon fibers of Dowaksa company. Polyamide matrix filaments containing 10% (PA6CF10) and 20% (PA6CF20) by weight of short carbon fiber were used. Chopped

carbon fibers have a density of 1.73g/cm^3 , with a tensile strength of 4200MPa and a tensile modulus of 240GPa . The diameters of carbon fibers are $7\mu\text{m}$ and their length is 6mm [20].

In this study, formic acid was used to improve surface properties. Formic acid, CH_2O_2 (98%+ pure), was obtained from ACROS Organics and used in liquid form. Many studies have reported that formic acid has a corrosive effect on polyamide [21]. For this reason, it is preferred for surface modification.

2.2 Filament Production

All compounds with 2 different fiber ratios were produced with a twin-screw extruder. These compounds were produced by Eurotec Company with a twin-screw extruder in pellet form. An extruder with a counter-rotating screw configuration was used to obtain a homogeneous mixture and fibers and matrix were mixed in time extrusion. A twin-screw extruder unit with a diameter of 18mm was used in the production of the compound. Pre-drying was carried out at 80°C for 24 hours, and barrel temperatures were between $190\text{-}225^\circ\text{C}$.

All filaments were produced at EG plastic company with a single-screw extruder that brand is SJ. Since the filament diameter of the device used in specimen production with FDM is 2.85mm , all products were produced in these dimensions. Barrel temperatures were between $190\text{-}225^\circ\text{C}$ at the single-screw extruder, screw RPM was about 6, and puller RPM was set depending on adjusting the diameter of the filament.

2.3 Production of Test Samples

By using PA6, PA6CF10, and PA6CF20 filaments, sample production for surface contact angle and surface roughness measurement was carried out by the FDM method. As seen in Figure 1, the sample dimensions are 3mm thick and have a width of $12*120\text{mm}$. The samples were drawn with the Autodesk Fusion 360 CAD program.

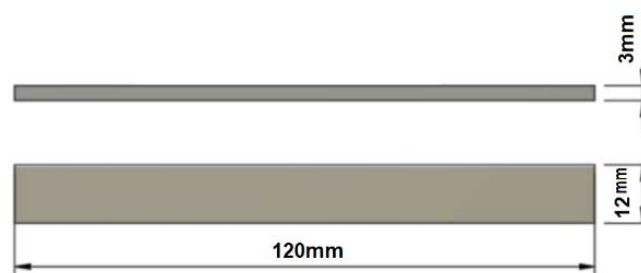


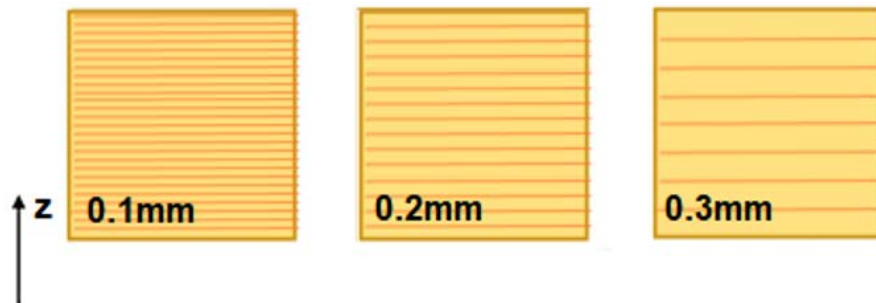
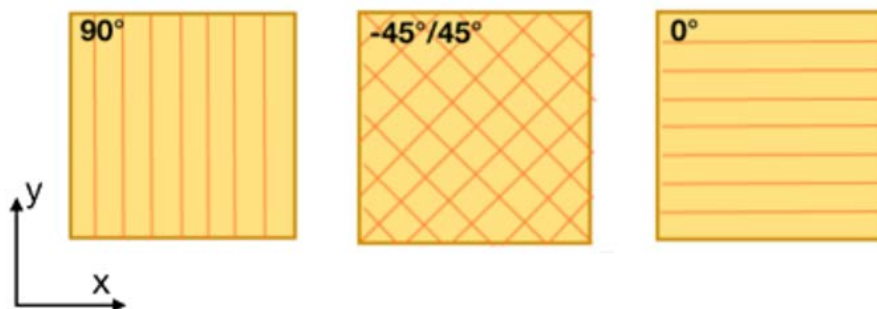
Figure 1. Samples geometry

The production of all samples was carried out at the University of Alberta Multi-Functional Laboratory with the Ultimaker S5 model device [22] and the Ultimaker printcore CC nozzle [23] was used for extrusion head. This special nozzle with a sapphire tip and 0.6mm diameter was used as samples were produced using carbon fiber-reinforced filaments. It is a nozzle specially developed by Ultimaker due to the abrasive effect of carbon fibers. The production parameters of FDM devices are adjusted with CAM programs as shown in Table 1. CAD data created in stl format were converted to gcode files using the CAM program called CURA which is version 4.0.

Table 1. 3D Printing Parameters

Parameters	Values
Print fill	100%
Nozzle Temperature	275 °C
Buildplate Temperature	80 °C
Flow Rate	100%
Print Speed	40mm/s

As a variable parameter for samples, the effect of 3 different layer thicknesses on the surface properties in the Z axis was investigated. Samples with layer thicknesses of 0.1, 0.2, and 0.3 mm were produced as shown in Figure 2. At the X-Y plane, samples were produced in 3 different infill patterns. These are 0, 90, and +/-45 degrees as shown in Figure 3.

**Figure 2.** Layer height**Figure 3.** Infill pattern

FDM method sample production was carried out using 3 different filaments shown in Figure 4 with the dimensions shown in Figure 1. For each material type, samples were produced with the same dimensions but in two different build orientations and these are called on-edge and flat as shown in Figure 5.

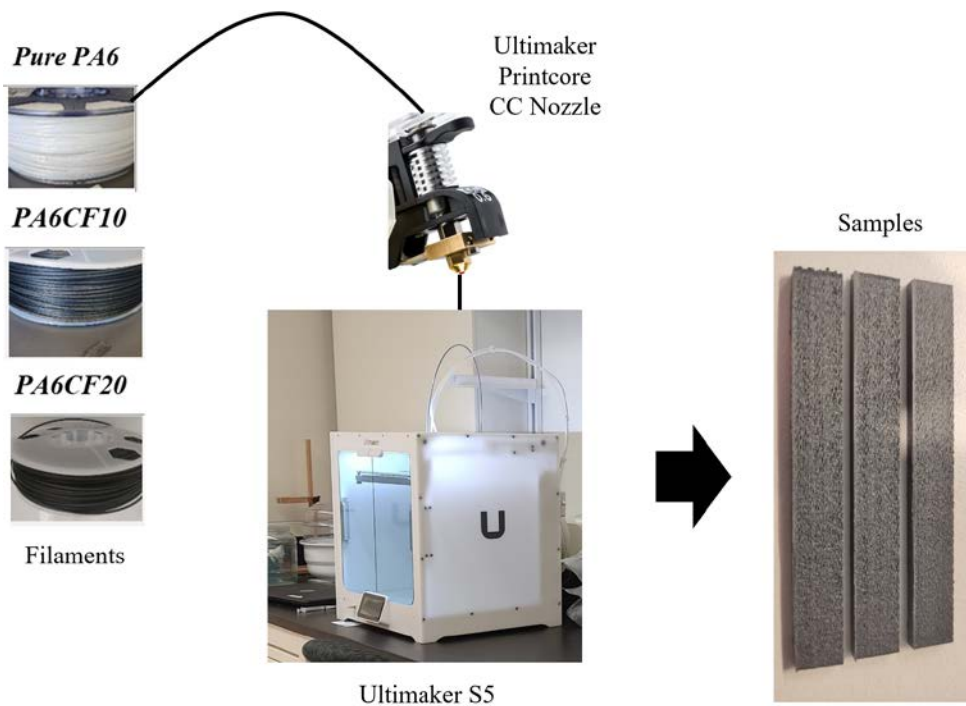


Figure 4. Samples production

The samples were produced with 3 different material groups, they have 6 different variables, and these variables are 3 different layer thicknesses and 3 different filling patterns. A total of 5 different samples were produced from each material group.

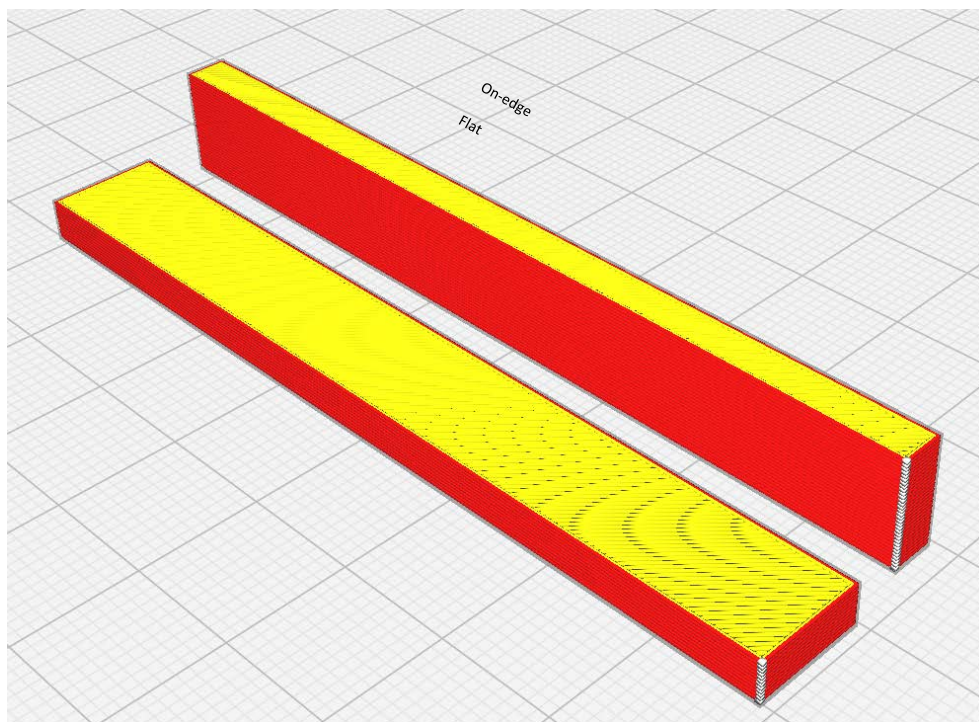


Figure 5. Production build orientations

The effect of the printing direction on the surface roughness for flat samples was examined on the X-Y plane, and for on-edge samples, the effect of layer thickness was examined on the Z-axis.



Figure 6. PA6 samples



Figure 7. PA6CF10 samples



Figure 8. PA6CF20 samples

2.4 Surface Treatment

The chemical treatments applied to the produced samples aimed to improve the surface properties and formic acid was used because it can interact with polyamide with high chemical resistance. To examine the effect of the produced samples on the surface properties, all samples were kept in formic acid. All samples were placed in bottles, sealed with parafilm M PM999 tape, and heated to 68 °C. The samples were stirred in formic acid on a corning pc-420d stirring hot plate at 100 rpm for 30 minutes.

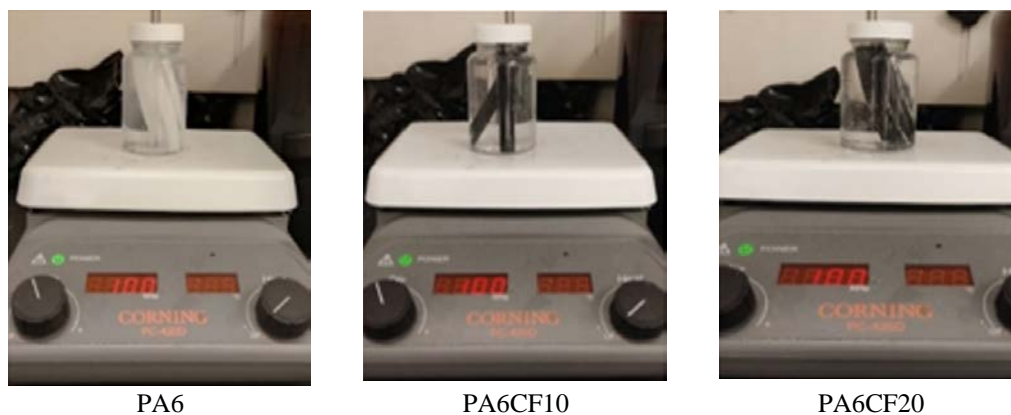


Figure 9. Surface modification in formic acid

To improve the surface properties of all samples produced with a 3D printer, surface treatment was applied with formic acid to examine its effect on the surface properties on both the X-Y plane and Z axis. According to the

literature knowledge literature [24–27], formic acid was preferred, and these stated processing values were selected in this study because it was observed to have a corrosive effect on polyamide material.

2.5 Surface Roughness

Surface roughness measurements were made with the Mitutoyo brand SurfTest SJ-301 surface roughness measuring device located in the Mechanical Engineering Department of Ege University Faculty of Engineering. Surface roughness measurements were made on all samples with 0, 45, and 90-degree infill patterns and 3 different layer thicknesses (0.1, 0.2, 0.3 mm), without surface modification and with surface modifications applied.

Surface roughness measurements were carried out according to ISO 1997. In surface roughness measurements, Ra, which is the numerical average value of all peaks and valleys measured along the tested line, and Rz, which is the average value of the consecutive highest peaks and lowest valleys measured, were measured. For each sample, 5 measurements were taken in 5 repetitions at 0.8 cut-offs.

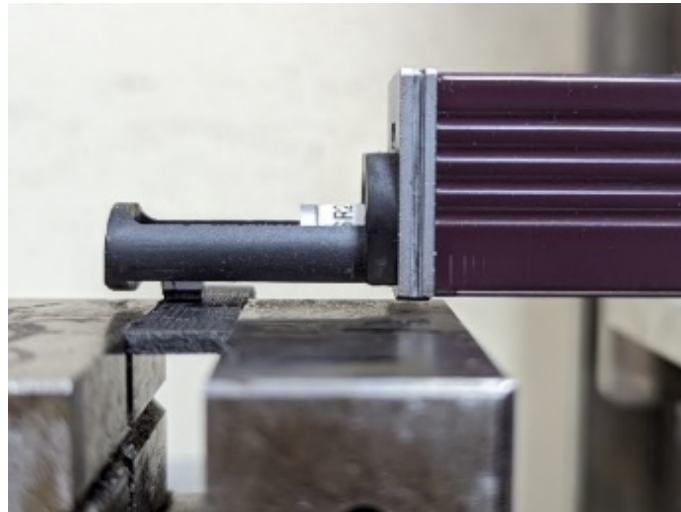


Figure 10. Surface roughness measurement

2.6. Contact Angle Measurement

The wettability changes of the surfaces of the samples produced in the study were investigated by a contact angle test. To determine the change in wettability, contact angle measurements were made on the modified and unmodified surfaces at room temperature. The samples were dried in a vacuum oven at 100°C for 12 hours before testing. Finally, the samples were kept in the desiccator for 90 minutes before contact angle measurements. Measurements were performed using the VCA Optima Contact Angle Surface Analysis System (AST Products, Inc., Billerica, MA, USA) located at the University of Alberta NINT facility. During the contact angle analysis, images were taken in dynamic mode for a 1 μ L water droplet on the sample surface and then analyzed with software (AST Products, Inc., Billerica, MA, USA) examining the waterdrop shape profile on the sample surface. For each sample, seven consecutive measurements were taken, and mean values were reported as representative measurements.

III. RESULTS AND DISCUSSIONS

The results of roughness values Ra, and Rz against the samples with varied layer thicknesses are tabulated below (Table 2 and Table 3). Analysis of the results: Based on the surface finish results, as shown above, it is evident that as the layer thickness increases, surface roughness values (Ra & Rz) increase. In the table, samples with surface modification applied are expressed as M XXX, and samples without surface modification are expressed as non-M XXX.

Table 2. Surface roughness of X-Y plane (μm)

		M 0 Deg	non-M 0 Deg	M 45 Deg	non-M 45 Deg	M 90 Deg	non-M 90 Deg
PA6	Ra	4.21	16.54	4.83	20.96	1.96	4.00
	Rz	28.51	74.16	42.03	91.53	10.97	19.81
PA6CF10	Ra	7.54	10.22	9.19	11.54	3.90	6.66
	Rz	47.96	58.11	60.09	78.03	22.87	37.24
PA6CF20	Ra	7.84	11.75	10.15	14.73	4.73	7.80
	Rz	48.02	73.40	71.31	103.1	28.34	40.23

Table 3. Surface roughness of Z axis (μm)

		M 0.1mm	Non-M 0.1mm	M 0.2mm	Non-M 0.2mm	M 0.3mm	Non-M 0.3mm
PA6	Ra	16.26	21.49	19.68	23.91	21.21	25.57
	Rz	75.73	122.4	98.6	114.4	94.96	111.9
PA6CF10	Ra	19.59	21.09	20.68	23.0	21.14	26.24
	Rz	110.8	100.2	98.21	122.1	111.1	137.1
PA6CF20	Ra	20.2	24.47	21.34	25.55	22.58	28.13
	Rz	96.49	129.4	114.8	135.2	109.5	145.2

The lowest surface roughness in all samples was observed in samples produced with a 90° infill pattern. Since the 90° infill pattern orientation and the movement pattern of the surface roughness measurement probe were parallel to each other, the lowest values were obtained in these parameters. Increasing the carbon fiber ratio increased the surface roughness in all samples with different infill patterns. The hard structure of carbon fiber and its increased ratio in the matrix has resulted in the formation of rougher surfaces.

The highest surface roughness values were observed in the samples produced with the 45° infill pattern. Producing layers in the $\pm 45^\circ$ orientation resulted in rougher surfaces at the moving points that intersected in the coordinate plane. In PA6 unmodified samples, the Ra value increases 5 times when the samples produced with a 90° infill pattern are compared with the samples produced with a 45° infill pattern, while the Ra value increases approximately 4 times when compared to the samples produced with a 0° infill pattern.

A greater improvement in surface roughness was observed in PA6 samples after chemical modification. Since formic acid did not affect the fibers in carbon fiber-reinforced samples, the improvement in surface quality was not as high as PA6. The highest surface roughness values were measured in samples containing 20 percent carbon fiber by weight and produced with a 45° infill pattern. After chemical surface treatment, the surface quality has been increased by 30%. The highest surface quality improvement was observed in the samples produced with 0°

infill pattern. The reason for this is that formic acid creates more contact surfaces at the peaks and the reaction occurs in a larger area.

There was a warping problem during production in the samples produced from PA6 material in on-edge built orientation, but this was not observed in the fiber-reinforced ones. Fiber reinforcement also provides an advantage in shape stability. Since surface roughness measurements were made from the middle parts of all samples, the effect of warping on roughness was tried to be minimized.

When the effects of layer thickness on surface roughness and surface modification in this direction were examined, the highest surface roughness value was measured in PA6CF20 samples produced with 0.3mm layer thickness. Chemical surface treatments showed an improvement of 20%.

Higher surface quality was obtained on the surfaces in the X-Y plane compared to the Z axis. Although more detailed samples were produced with a layer thickness of 0.1mm in the Z axis, surface roughness values in the X-Y plane were not obtained. This is because the nozzle contributes to the smoothing of the surface while moving in the X-Y plane in sample production, while there is no support or corrective mechanism in the Z axis. Selvam et al. examined the surface roughness values at different layer thicknesses on the samples produced from ABS material by the FDM method and measured that the increase in the layer thickness increased the surface roughness [28]. There is a similar situation for PA6 material.

Even if chemical surface treatment was applied on all produced samples, the surface quality X-Y plane values could not be reached in the Z axis. Surface roughness values were measured higher in all parameters and fiber ratios in the Z axis compared to the X-Y plane.

Many surface modifications and coating technologies are applied to optimize wetting and adhesion properties. The surface contact angle is affected by both surface chemistry and roughness. For this reason, the effects of parameter variables and chemical surface modification on surface contact angle were examined within the scope of the study.

The contact angle values of the samples produced with 0° and 90° infill patterns on the X-Y plane were not performed because they would not provide an effective comparison. The contact angle values of the samples produced with only 45° infill pattern on the X-Y plane were examined.

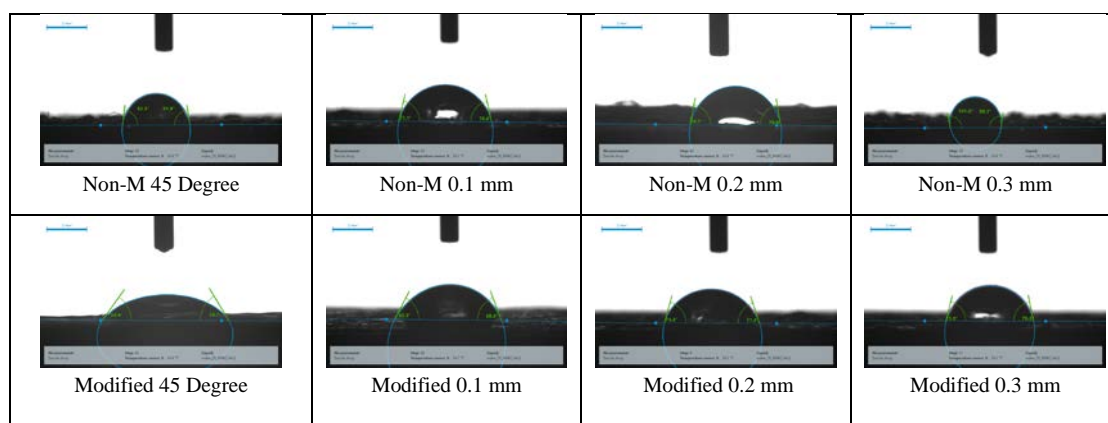


Figure 11. PA6 contact angles

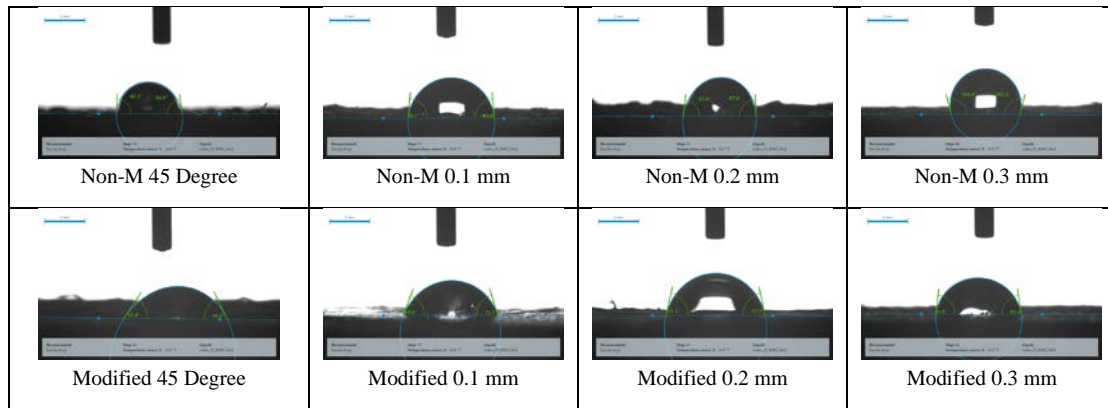


Figure 12. PA6CF10 contact angles

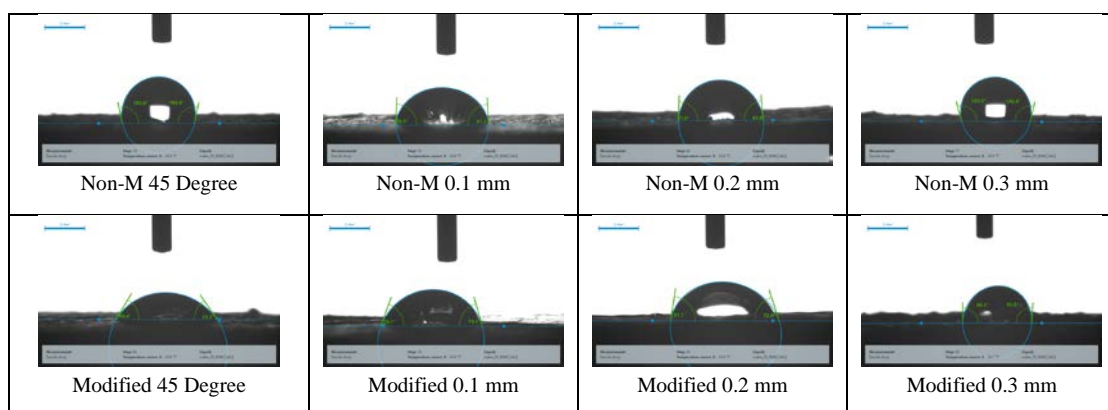


Figure 13. PA6CF20 contact angles

The lowest contact angle value was found on the X-Y plane surface produced with a 45° infill pattern. The contact angle values in the Z axes are higher. Chemical surface treatment decreased the surface roughness and contact angle values in all samples.

The contact angle values of all PA6 samples were lower than the samples containing carbon fiber. This is because polyamide is polar and hydrophilic due to the amide (-CONH) functional group it contains [29]. Carbon fiber reinforcement caused an increase in contact angle values. The increase in surface roughness because of carbon fiber is the reason for this.

As the roughness increased in all samples, the contact angle also increased. The inability of the liquid dripped during the test to penetrate the rough surfaces well and the gas molecules trapped in the roughness because this increase in the contact angle. The roughness on the surface causes discontinuities to form at the liquid-solid interface. Therefore, there is the formation of gas-liquid interfaces in addition to solid-liquid regions. This creates a barrier effect, preventing the liquid from spreading freely on the material surface and reducing wetting [30].

IV. CONCLUSIONS

In this study, the effects of different carbon ratios, production parameters, and chemical surface treatment on the surface properties of composite samples produced by additive manufacturing were investigated. The surface

roughness has a linear relationship to the layer thickness. Layer height is the fundamental parameter that influences print quality as it sets the thickness of each layer being printed. The thinner the layer thickness, the surface roughness quality of the 3-D printed object will be better. As the roughness increased in all samples, also the contact angle increased. The contact angle is directly proportional to the roughness. Chemical surface treatment decreased the surface roughness and contact angle values in all samples. The contact angle values on the Z-axis are higher than on the X-Y plane. Chemical surface treatments can be used to reduce the contact angle on samples produced by additive manufacturing. The effects of different chemicals on the surface contact angle of the polyamide matrix can be investigated in future studies.

REFERENCES

- [1] Ryan J, Dizon C, Espera AH, Chen Q (2018) Advincola RC. Mechanical characterization of 3D-printed polymers. *Addit Manuf* 20:44–67. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2017.12.002>
- [2] Turner BN, Strong R, Gold SA (2014) A review of melt extrusion additive manufacturing processes: I. Process design and modeling. *Rapid Prototyp J* 20:192–204. <https://doi.org/10.1108/RPJ-01-2013-0012>
- [3] Ning F, Cong W, Hu Y, Wang H (2017) Additive manufacturing of carbon fiber-reinforced plastic composites using fused deposition modeling: Effects of process parameters on tensile properties. *J Compos Mater* 51:451–62. <https://doi.org/10.1177/0021998316646169>
- [4] Yasa E (2019) Anisotropic Impact Toughness of Chopped Carbon Fiber Reinforced Nylon Fabricated By Material-Extrusion-Based Additive Manufacturing. *Anadolu University Journal of Science and Technology-A Applied Sciences and Engineering* 20:195–203. <https://doi.org/10.18038/aubtda.498606>
- [5] Dođru A, Yilancioglu S, Ulku G, Turan BŞ, Seydibeyoglu MÖ (2022) Comparison of wood fiber reinforced PLA matrix bio-composites produced by Injection Molding and Fused Filament Fabrication (FFF) methods. *Hacettepe Journal of Biology and Chemistry* 50:215–26. <https://doi.org/10.15671/HJBC.1053764>
- [6] Mazzanti V, Malagutti L, Mollica F (2019) FDM 3D printing of polymers containing natural fillers: A review of their mechanical properties. *Polymers* 11:1094. <https://doi.org/10.3390/polym11071094>
- [7] Gibson I, Rosen D, Stucker B (2015) *Additive Manufacturing Technologies 3D Printing, Rapid Prototyping, and Direct Digital Manufacturing*. New York
- [8] Boparai KS, Singh R, Singh H (2016) Development of rapid tooling using fused deposition modeling: A review. *Rapid Prototyp J* 22:281–99. <https://doi.org/10.1108/RPJ-04-2014-0048/FULL/PDF>
- [9] Kamer MS, Temiz Ş, Yaykaşlı H, Kaya A, Akay OE (2022) 3B yazıcıda farklı yazdırma hızlarında ABS ve PLA malzeme ile üretilen çekme test numunelerinin mekanik özelliklerinin karşılaştırılması. *Gazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi* 37:1197–212. <https://doi.org/10.17341/GAZIMMFD.961981>
- [10] Nguyen TK, Lee BK (2018) Post-processing of FDM parts to improve surface and thermal properties. *Rapid Prototyp J* 24:1091–100. <https://doi.org/10.1108/RPJ-12-2016-0207/FULL/PDF>
- [11] Jo KH, Jeong YS, Lee JH, Lee SH (2016) A study of post-processing methods for improving the tightness of a part fabricated by fused deposition modeling. *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing* 17:1541–1546. <https://doi.org/10.1007/S12541-016-0180-Z>
- [12] Pestano V, Pohlmann M, Silva FP da, Pestano V, Pohlmann M, Silva FP (2022) Effect of Acetone Vapor Smoothing Process on Surface Finish and Geometric Accuracy of Fused Deposition Modeling ABS Parts. *Journal of Materials Science and Chemical Engineering* 10:1–9. <https://doi.org/10.4236/MSCE.2022.1010001>
- [13] John Rajan A, Sugavaneswaran M, Prashanthi B, Deshmukh S, Jose S (2020) Influence of Vapour Smoothing Process Parameters on Fused Deposition Modelling Parts Surface Roughness at Different Build Orientation. *Mater Today Proc* 22:2772–2788. <https://doi.org/10.1016/J.MATPR.2020.03.408>
- [14] Boschetto A, Bottini L, Veniali F (2016) Finishing of Fused Deposition Modeling parts by CNC machining. *Robot Comput Integr Manuf* 41:92–101. <https://doi.org/10.1016/J.RCIM.2016.03.004>
- [15] Moradi M, Moghadam MK, Shamsborhan M, Bodaghi M, Falavandi H (2020) Post-Processing of FDM 3D-Printed Polylactic Acid Parts by Laser Beam Cutting. *Polymers* 12:550-568. <https://doi.org/10.3390/POLYM12030550>
- [16] Caran R, Nur A, Yılmaz Y, Ercan N, Yunus DE, Çelik Bedelođlu A (2024) The flexural and compressive properties of sandwich composites with different 3D-printed core structures. *J Innovative Eng Nat Sci* 4:98–112. <https://doi.org/10.61112/jiens.1355323>
- [17] Ali MA, Kaneko T (2015) Polyamide Syntheses. *Encyclopedia of Polymeric Nanomaterials* 15:1750–62. https://doi.org/10.1007/978-3-642-29648-2_418

- [18] Kricheldorf H, Wallace H (2013) Carothers: Life and Work. *Polycondensation* 13:27–34. https://doi.org/10.1007/978-3-642-39429-4_3
- [19] BASF Ultramid® B40LN 01 PA6 (Dry) (accessed December 13, 2023). <https://www.matweb.com/search/datasheet.aspx?matguid=7fcf749eb91a4720acbb375dd59a3422&ckck=1>
- [20] AC 4102 CHOPPED FIBER Technical Data Sheet - DowAksa – Knowde (accessed December 12, 2023). <https://www.knowde.com/stores/dowaksa/documents/242700>
- [21] Benkaddour A, Demir EC, Jankovic N, Kim C, McDermott M, Ayranci C (2022) A hydrophobic coating on cellulose nanocrystals improves the mechanical properties of polyamide-6 nanocomposites, *Journal of Composite Materials*, 56:11. <https://doi.org/10.1177/00219983221075>
- [22] UltiMaker S5: Expand your 3D printing ambitions (accessed December 13, 2023). <https://ultimaker.com/3d-printers/s-series/ultimaker-s5/>
- [23] Introducing the new Ultimaker print core CC - UltiMaker (accessed December 13, 2023). <https://ultimaker.com/learn/introducing-the-new-ultimaker-print-core-cc/>
- [24] Corrêa AC, de Morais Teixeira E, Carmona VB, Teodoro KBR, Ribeiro C, Mattoso LHC, et al (2014) Obtaining nanocomposites of polyamide 6 and cellulose whiskers via extrusion and injection molding. *Cellulose* 21:311–22. <https://doi.org/10.1007/S10570-013-0132-Z/TABLES/3>
- [25] Benkaddour A, Rusin C, Demir EC, Ayranci C, McDermott M (2023) Cationic surface functionalization of cellulose nanocrystals and its effect on the mechanical properties of polyamide 6 thin films, *Cellulose* 30:7653–7665. <https://doi.org/10.1007/S10570-023-05313-6/TABLES/2>
- [26] Wang Y, Hou DF, Ke K, Huang YH, Yan Y, Yang W, et al (2021) Chemical-resistant polyamide 6/polyketone composites with gradient encapsulation structure: An insight into the formation mechanism. *Polymer* 212:123173. <https://doi.org/10.1016/J.POLYMER.2020.123173>
- [27] Lehmann G, Neunhoefer O, Roselius W, Vitzthum O (1971) Treatment of polyamide granules with formic acid, US Patent
- [28] Selvam A, Mayilswamy S, Whenish R, Naresh K, Shanmugam V, Das O (2022) Multi-objective optimization and prediction of surface roughness and printing time in FFF printed ABS polymer. *Scientific Reports* 2022 12:1–12. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-20782-8>
- [29] Mittal K (2015) *Advances in Contact Angle, Wettability and Adhesion*, Wiley Blackwell. <https://doi.org/10.1002/9781119117018>
- [30] Gao Z (2011) Modification of surface properties of polyamide 6 films with atmospheric pressure plasma. *Appl Surf Sci* 257:6068–72. <https://doi.org/10.1016/J.APSUSC.2011.01.132>



Original Paper

**Journal of Innovative Engineering
and Natural Science**

(Yenilikçi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Dergisi)

journal homepage: <https://jiens.org>

Optimal defense strategies against intelligent cyber attacks

 Mehmet Ertem^{a,*} and Vicki M. Bier^b
^aDepartment of Industrial Engineering, Eskişehir Osmangazi University, Eskişehir26040, Turkey.^bDepartment of Industrial and Systems Engineering, University of Wisconsin-Madison, Madison, WI 53705, USA.

ARTICLE INFO

Article history:

Received 16 Nov 2023

Received in revised form 22 Dec 2023

Accepted 21 Jan 2024

Available online

Keywords:

cybersecurity
stochastic programming
defender attacker model
bilevel optimization
network interdiction
integer L-shaped method

ABSTRACT

We propose a comprehensive game-theoretic model pertaining to the security of computer networks, specifically addressing the interaction between defenders and attackers. The model incorporates attack graphs to outline potential attacker strategies and defender responses. To account for the attacker's capacity to execute multiple attempts, we introduce a probabilistic element, wherein the success or failure at any arc of the attack graph is treated as stochastic. This characterization gives rise to a multi-stage stochastic network-interdiction problem. In this problem formulation, the defender strategically interdicts a set of arcs in anticipation of the likely actions of the attacker, who, in turn, can make multiple attempts to traverse the network. We mathematically articulate this scenario as a stochastic bilevel mixed-integer program with a "min-max" objective. The defender's aim is to minimize the probability of the attacker's success, while the attacker seeks to maximize the probability of successfully traversing the network across multiple attempts. The defender's stochastic bilevel optimization model is solved using the integer L-shaped method. Upon analyzing the defender's perspective, we observe the anticipated trend that the overall success probability of the attacker diminishes with an increasing level of defense. Notably, in the sensitivity analysis involving relatively small attack graphs, we discover that the optimal defense strategy against a myopic attacker often aligns with that against a non-myopic attacker. Furthermore, in instances where deviations exist, the disparity in performance is generally marginal. However, our findings demonstrate a potential divergence in optimal defense strategies when the available attack paths share numerous common arcs.

I. INTRODUCTION

In an era dominated by technology and connectivity, the safeguarding of cyber networks against intelligent and persistent attacks has become paramount. Cybersecurity threats, driven by sophisticated attackers employing advanced techniques, demand innovative and robust defense strategies. The significance of cybersecurity cannot be overstated, given the escalating frequency and complexity of cyber-attacks. According to the Cybersecurity & Infrastructure Security Agency (CISA), there was a 33% increase in reported cyber incidents in 2022 compared to the previous year [1]. This surge highlights the pressing need for effective defense mechanisms against evolving threats.

Computer security has been studied extensively in literature. The main tools for protecting networked systems include cryptography, "demilitarized zones" (designated places on a computer network where public services are located), virtual private networks (VPN), honey pots, vulnerability scanners, firewalls, and intrusion detection systems (IDSs) [2]. Encryption is a strong tool for securing data packets, but it is not always realistic to encrypt every packet in a network, and in any case encryption keys can often be stolen or acquired through "social engineering" even if the encryption code cannot be "cracked" by brute computational force. A VPN is a way to connect securely with the network a private network from outside; however, this connection can also provide a

*Corresponding author. Tel.: +90-544-367-3441; e-mail: mertem@ogu.edu.tr

way for attackers to get inside the network, if they are able to obtain the privileges of an authorized user. Honey pots are decoys designed to attract the interest of attackers; however, if an attacker can identify the honey pots, this could provide knowledge of the network structure. Vulnerability scanners are used to scan a given network for potential weaknesses, but their findings are not always reliable. Finally, firewalls are designed to protect networks from malicious activities, and IDSs identify attack signatures and detect anomalous system behavior. However, if cyber attackers know their general capabilities, they may be able to take advantage of security holes or gaps. Attackers can also exploit the complexity of computer networks by finding a multiplicity of ways to attack them [3].

When computer networks were first introduced, they were not designed to protect against potential attacks [2]. Moreover, with the exponential growth of computer and internet usage, computer networks became extremely complex. Therefore, it is difficult if not impossible to secure computer networks completely, and intelligent attackers can always take advantage of new weaknesses or combinations of existing vulnerabilities. Moreover, operational decisions about updating network security often involve patching newly discovered security holes after an attack. In other words, once a new virus or cyber-attack has been detected, firewalls, intrusion-detection algorithms, and other defense tools are updated accordingly. However, game-theoretic defense approaches could in principle facilitate a more proactive approach to computer security, by anticipating the responses of potential attackers [4].

Given the intricate nature of cyber networks, attack graphs have emerged as a method for comprehensively representing all potential attack scenarios within a specific network context [5]. These graphs serve as concise visualizations, illustrating the vulnerabilities inherent in each cyber network. Consequently, numerous scholars have incorporated attack graphs into their research, employing them as foundational elements to construct intricate security models for cyber networks [6].

An attack graph serves as a comprehensive representation of all conceivable attack scenarios within a computer network [5]. By utilizing attack graphs, one can construct defender-attacker models aimed at assisting defenders in identifying optimal or nearly optimal defense strategies. Additionally, these models can be tailored to defend systems against various attacker types, including hackers, spies, terrorists, corporate raiders, and professional criminals. Each attacker type may have distinct objectives; for instance, opportunistic attackers seek easy targets and may switch focus if a specific target becomes too challenging or costly to attack successfully. Conversely, determined attackers, such as hostile governments, are less deterred by increased attack difficulty or cost.

In the realm of computer network security, numerous defender-attacker models have been developed, primarily leveraging game theory to pinpoint equilibrium strategies for both attackers and defenders. However, many of these models neglect the integration of attack graphs into their game trees. For example, Liu et al. [7] devised a game-theoretic formalization, featuring diverse models tailored to specific situations, such as accounting for the correlation among attack actions and the accuracy of intrusion detection. Lye and Wing [8] explore varied game strategies within network security, treating interactions between attackers and system administrators as a two-player stochastic game. They compute Nash equilibria and best-response strategies for both the attacker and the administrator using nonlinear programming techniques. By framing the problem as a general-sum stochastic game, Lye and Wing identify multiple Nash equilibria, aiding system administrators in anticipating the attacker's optimal attack strategies. Similarly, Xiaolin et al. [9] propose a Markov model to assess the risks of computer networks,

considering the current and anticipated future security status. They use a Markov chain to model the potential actions of attackers to assess the risk, and another Markov chain to represent possible defense strategies to decrease the number of system vulnerabilities. Furthermore, Nguyen et al. [10] propose a stochastic game-theoretic model for security and intrusion detection in computer networks and apply it to a small sample network. They model the security of the network using a weighted directed graph, with nodes representing combinations of security assets and vulnerabilities, and with edges representing relations among the nodes.

Additionally, there exist defender-based methodologies that do not explicitly consider attacker types or strategies. For instance, Sheyner et al. [5] propose an approximation method to identify the smallest subset of measures necessary to render a system "safe." They acknowledge the NP-completeness of finding such a subset and employ a greedy algorithm to derive an approximate solution. In their approach, they treat the identification of a minimum critical set in an attack graph akin to solving a minimum hitting-set problem. The resulting algorithm determines the minimum critical set covering at least one arc from each possible path on the attack graph. However, it is crucial to note that their model may not fully align with real-world scenarios where security systems are subject to budget constraints, a factor often influencing defense strategies.

One way to use attack graphs to develop defensive strategies is to find the optimal set of arcs (or, equivalently, attacker actions) for the defender to interdict. This critical set is likely to depend on factors such as interdiction costs, the defender's budget constraint, the effect of an arc interdiction on the attacker's future actions, etc. In the literature, many network-interdiction algorithms have been developed to find the optimal set of arcs to interdict on a given graph. Network-interdiction models have been studied in areas such as military applications and transportation security. During the Vietnam War, McMasters and Mustin [11] developed deterministic models to interdict enemy troops or material flows on a transportation network, using optimization to allocate a limited number of aircraft to best interdict the enemy's supply line. More recently, [12-14] have all applied deterministic network-interdiction models to military problems, or to interdiction of illegal drugs or precursor chemicals. Similarly, [15-16] study the problem of maximizing the shortest path of an attacker, using a deterministic network-interdiction algorithm.

In situations where one or more components of a problem lack certainty, a stochastic network-interdiction problem arises. One of the pioneering investigations into stochastic network interdiction was conducted by Cormican et al. [17]. They introduced a stochastic network-interdiction model aimed at minimizing the anticipated maximum flow achievable by an adversary within a given network. Cormican et al. [17] employed binary random variables to represent interdiction success or failure and analyzed the ensuing problem as a two-stage stochastic integer program. In the initial stage, the defender's objective is to minimize the maximum network flow attainable by the adversary by interdicting a specified set of arcs. In the subsequent stage, the attacker selects the path on the network that yields the maximum flow. Cormican et al. [17] employed a sequential-approximation algorithm, generating lower and upper bounds for the optimal value of the objective function at each iteration. Israeli and Wood [18] focused on a shortest-path network-interdiction problem, wherein the defender interdicts a set of arcs to maximize the shortest path achievable by the attacker. The stochastic nature of their problem arises from the assumption that the defender lacks precise knowledge of the attacker's actual origin and destination, possessing only a probability distribution over potential origin-destination pair. They formulated the resultant bilevel max-min problem as a stochastic mixed-integer program. Bayrak and Bailey [19] extended the shortest-path network-interdiction

problem to cases where the interdicator and the evader possess varying levels of knowledge about the network. Their formulation transformed the problem into a stochastic nonlinear mixed-integer program, subsequently solved by converting it into a stochastic linear mixed-integer program. Pan and Morton [20] proposed a stochastic network-interdiction model where the interdicator selects a set of arcs for installing radiation sensors to minimize the reliability of the evader's maximum-reliability path, with the goal of maximizing the probability of detecting a potential nuclear smuggler. Like Cormican et al. [17], Pan and Morton [20] assumed that the interdicator only possesses a probability distribution for the evader's origin-destination pair. They formulated the resulting problem as a stochastic mixed-integer program and presented a decomposition method for its solution. Similarly, Dimitrov and Morton [21] developed various network-interdiction models and applied them to diverse problems. Recently, Morton [22] conducted a comparative analysis of deterministic and stochastic network-interdiction models and their respective solution algorithms. Additionally, they categorized the types of stochastic network-interdiction models based on the defender's information level regarding the attacker's source-terminal pair.

Stochastic network-interdiction models present a greater computational challenge compared to their deterministic counterparts, prompting the introduction of various solution algorithms and heuristics. Cormican [23] has classified available solution methods into two categories: decomposition methods and sequential-approximation algorithms. Generally, decomposition algorithms iteratively enhance the bounds of the objective function by solving both the attacker's and the defender's problems for every conceivable realization of the scenario. Examples of decomposition algorithms encompass [17-20, 24]. However, it is imperative for the objective function of the problem to be convex for decomposition algorithms to be applicable. Additionally, certain decomposition algorithms necessitate the dualization of the objective function, a task that is not always straightforward and, in some instances, may prove to be infeasible. Furthermore, when dealing with a large number of potential scenarios, computational challenges may arise with decomposition methods due to the escalating number of subproblems requiring resolution at each iteration, corresponding to the number of scenarios. In contrast, sequential-approximation algorithms exhibit enhanced computational efficiency in scenarios involving a substantial number of possible scenarios. Similar to decomposition, sequential-approximation algorithms establish upper and lower bounds on the optimal value of the objective function. In this approach, the genuine problem is approximated by progressively refining the partitioning of the sample space to create more representative subsets, thereby yielding tighter bounds on the optimal value of the objective function. Sequential-approximation algorithms utilize decomposition at each iteration to ascertain bounds on the optimal value of the objective function within each partition, thereby encountering analogous constraints as decomposition. Notable instances of sequential approximation algorithms are elucidated in [17, 25].

Recently, Janjarassuk and Linderoth [26] introduced a third method, sample-average approximation (SAA), for addressing stochastic network-interdiction problems. In SAA, the genuine problem is approximated by generating samples from the state space, representing all possible scenarios of the problem. Once the samples are generated, the SAA problem transforms into a deterministic optimization problem, effectively approximating the true stochastic problem. Deterministic optimization problems can frequently be solved optimally using suitable algorithms such as the L-shaped decomposition algorithm [27]. Examples of SAA methods are outlined in [28-33]. In their publication, Janjarassuk and Linderoth [26] conduct a comparative analysis of different methods for solving stochastic network-interdiction problems and conclude that SAA exhibits notable effectiveness for large problems, as a relatively modest number of samples proves sufficient to represent numerous possible scenarios.

This paper proposes an innovative defense approach grounded in the principles of stochastic network interdiction, an area of study gaining traction in cybersecurity research. By integrating bi-level stochastic optimization model, this approach aims to optimize the allocation of defensive resources, minimizing vulnerabilities and maximizing the network's resilience against intelligent attacks. To address the complexity of the problem, this study employs the Integer L-shaped method and SAA which provide a rigorous and efficient solution methodology.

II. THEORETICAL METHOD

In this study, a fully game-theoretic and non-myopic approach is adopted to represent attacker and defender behavior. We set up the game as a defender-attacker model because the defender moves first, and we assume that the attacker's objective is maximizing the probability of success while the defender minimizes the same objective function value with limited resources. In our model, we use attack graphs to represent attack success probabilities. Each arc on an attack graph represents the probability of successfully traversing one step of a complete attack (as represented by a path). We assume that the outcomes of attempting to traverse different arcs are independent. Our game is non-cooperative, because the defender wishes to minimize damage while the attacker attempts to maximize damage. Also, it is a stochastic game, because it is uncertain whether the attacker will be successful when attempting to traverse the network, and the defender develops his strategy anticipating this uncertainty. We can further categorize our game as a sequential game because the defender moves first to protect the network, and then the attacker launches an attack to traverse the protected network. Further, we assume a complete-information game between the attacker and the defender, which means that both the defender and the attacker know each other's possible strategies and payoffs. Finally, we assume a game of perfect information, where the attacker has knowledge of the defender's chosen protection strategy when choosing how to attack the network.

We formulate the attacker's problem as a multi-stage stochastic network-interdiction problem (MSNIP). When attacking the system, the attacker's success is uncertain. Thus, the attacker may need to make several attempts. The defender should anticipate this in choosing a defensive strategy. Thus, the problem becomes a bi-level stochastic programming problem when we consider both the defender and attacker objectives. In our model, each of the attacker's attempts represents a stage of MSNIP. For example, the attacker's first attempt represents the first stage of the MSNIP, the second attempt represents the second stage if the attacker fails at the first attempt, and the third attempt represents the third stage if the attacker fails at the second attempt, etc. MSNIP was first introduced by Ertem and Bier [34] and details of the model can be found in their study. For the purposes of this study, we formulated the defender's problem using the integer L-shaped method.

2.1 Integer L-shaped Method

Bilevel stochastic programming problems are difficult to solve. In literature, there are algorithms that can solve bilevel stochastic programming problems under certain conditions. However, to our knowledge, all these algorithms require the lower-level problem (the attacker's problem, in our context) to be a linear optimization problem [35]. By contrast, in our model, the attacker's problem is a stochastic mixed-integer program, because we use binary decision variables to define the optimal path for the attacker. For the defender's problem, we also use binary decision variables to define which arcs are interdicted by the defender. Several studies have developed

solution algorithms for specific stochastic integer programming problems [36-39]. However, Laporte and Louveaux [40] introduced the integer L-shaped method, which has general applicability to stochastic integer programs. In their study, Laporte and Louveaux [40] show that the integer L-shaped method finds the optimal solution of a problem (if it exists) in a finite number of steps, if the problem has a valid set of feasibility cuts and a valid set of optimality cuts. According to Laporte and Louveaux [40], stochastic integer programs have both valid feasibility cuts and valid optimality cuts. Thus, the integer L-shaped method can be used for the solution of stochastic integer programs provided that: 1) the lower-level expectation function $F(x, y, \xi)$ (the attacker’s problem, in our model) is computable for a given upper-level (defender) decision variable x ; and 2) the objective value of the lower-level optimal solution has a lower bound.

We can consider our problem a bilevel stochastic integer program where the defender interdicts a set of arcs at the upper level, and then the attacker makes multiple attempts to traverse the network at the lower level. The first assumption above (computability) is satisfied if there are enough paths for the attacker to traverse on a given attack graph. For the two-stage case, there should be at least two available paths, and for the three-stage case, at least three paths should be available, because the attacker must select another path in each attack stage if he fails at the previous attack stage. Moreover, for sufficiently large defender budget levels, the defender might be able to interdict all or most of the paths, in which case the attacker’s problem $F(x, y, \xi)$ would not be computable. This situation is avoided, however, because of our assumption that if the defender interdicts arc $arc(i, j) \in A$ (A : set of arcs) on the attack graph, then the probability of successfully attacking $arc(i, j) \in A$ will be reduced from p_{ij} to $q_{ij} > 0$. The second assumption (boundedness) holds because the objective value of the attacker’s problem (the probability of succeeding in multiple attempts) is naturally bounded below by 0.

For stage K of the integer L-shaped method, we define the master problem as follows:

$$\min \theta \tag{1}$$

s.t.

$$\sum_{(i,j) \in A} c_{ij} x_{ij} \leq B \tag{2}$$

$$\theta \geq v(x_k) - v(x_k)(\sum_{(i,j) \in A: (x_k(i,j)=0)} x_{ij}), \quad k = 1, 2, \dots, K \tag{3}$$

$$v(x_k) \geq 0, \theta \geq 0, k = 1, 2, \dots, K \tag{4}$$

Here, variable θ represents an appropriate approximation of $F(x, y, \xi)$; i.e., an approximation satisfying Constraint 3, which represents the K identified optimality cuts. Function $v(x_k)$ represents the solution of the attacker’s SAA problem with N scenarios [34] for a given defender solution x_k . Constraint 2 represents the defender’s budget

limit. As discussed above, because our problem satisfied both computability and boundedness assumptions, the optimality cuts in Constraint 3 will always be valid.

We use the following steps to solve the defender’s problem with the integer L-shaped algorithm:

- Step 0: Set $\beta = 0$. The variable θ is the lower bound for the objective function value of the defender problem, so is set equal to 0. An initial defender solution x^β is selected, and the corresponding attacker’s problem $v(x^\beta)$ is solved. Set $\bar{\gamma} = v(x^\beta)$, where $\bar{\gamma}$ is the upper bound for the objective function value of the defender problem. If $\bar{\gamma} = 0$, then go to Step 4. Otherwise, set $K = 1$, add one optimality cut to Constraint 3, and go to Step 1.
- Step 1: Set $\beta = \beta + 1$. Solve the master problem in Eq. 1 through 4. Let (x^β, θ^β) be an optimal solution.
- Step 2: Compute $v(x^\beta)$ and set $\gamma^\beta = v(x^\beta)$. If $\gamma^\beta < \bar{\gamma}$, set $\bar{\gamma} = \gamma^\beta$.
- Step 3: If $\theta^\beta = \bar{\gamma}$, then go to Step 4. Otherwise, set $K = K + 1$, add one optimality cut to Constraint 3, and return to Step 1.
- Step 4: Set x^β as the optimal defender solution and stop.

Figure 1 illustrates the flowchart depicting the application of the proposed integer L-shaped method to optimize the defender's problem based on the specified attacker's selection.

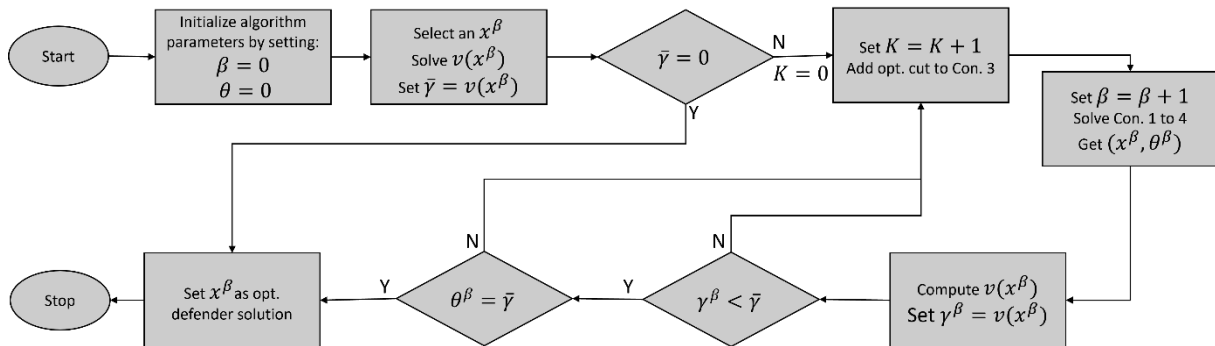


Figure 1. Flowchart of the proposed integer L-shaped method

III. RESULTS AND DISCUSSIONS

In this section, we explore the effect of the attack graph size and structure, attack success probabilities, attacker type, and defense level on the optimal solution of the defender problem. As discussed in Section 2, we will use the integer L-shaped method to solve the defender problem.

3.1 Sensitivity Analysis Setup

In our sensitivity analysis, we use three realistic network topologies (from literature [41-42]) and two levels of vulnerability densities per host. When selecting network topologies, our aim was to select common and realistic

topologies and use our model to obtain some insight into attacker behaviors and optimal defense policies. Therefore, we selected networks like the fully connected, and star-type networks for use in our sensitivity analysis. In a fully connected network, each of the nodes (hosts) is connected to every other node, and in a star topology, every node is directly connected to the central node. In total, we have six attack graphs (three topologies, with two vulnerability densities for each topology). The topologies and corresponding attack graphs for both one and two vulnerabilities per host are given in Figures 2 through 4. For each topology, we begin the analysis with one vulnerability per host, and then add another appropriate vulnerability to each of the nodes in the network.

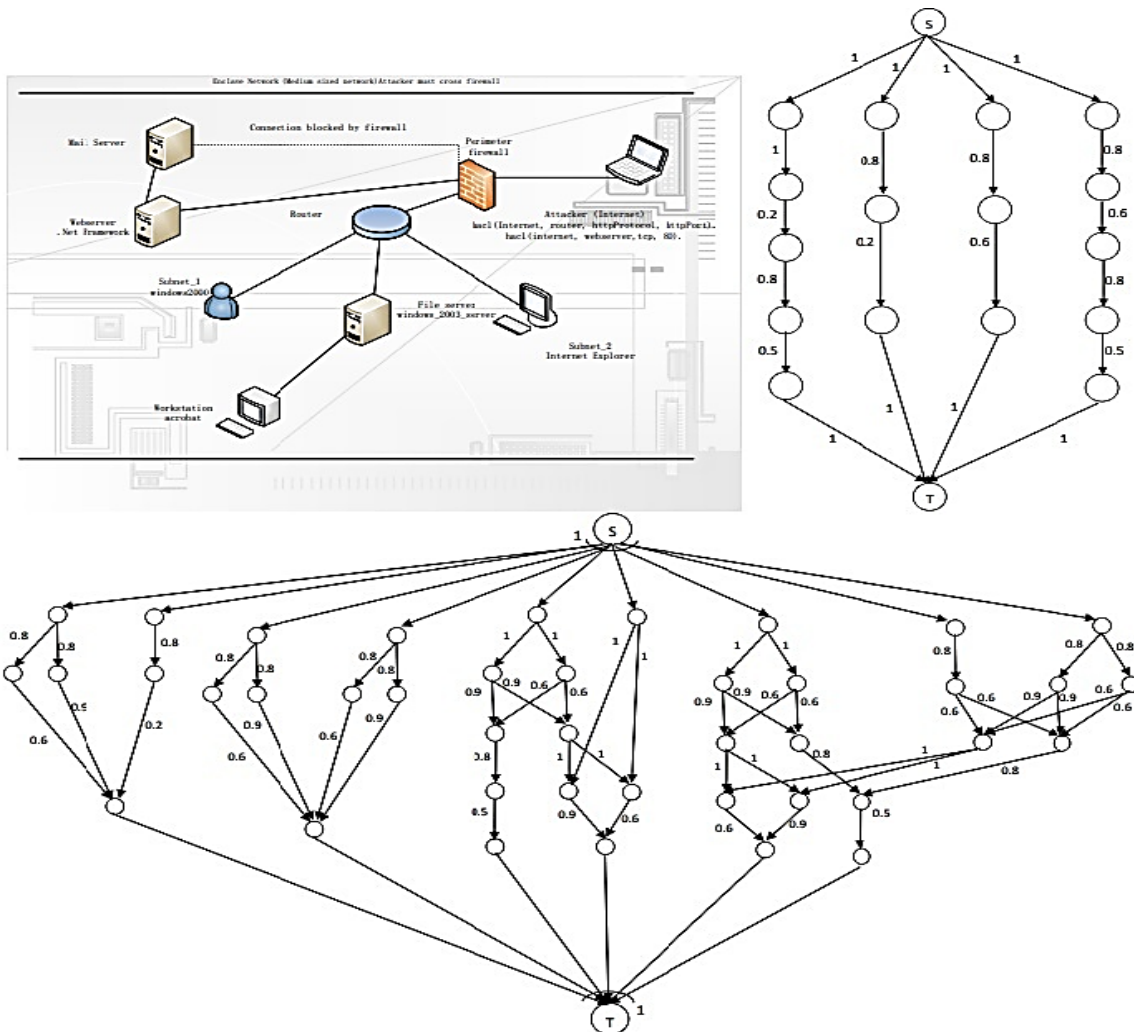


Figure 2. Case 1: Larger star-type network, and corresponding attack graphs with one vulnerability per host (top left), and two vulnerabilities per host (bottom)

The attack graphs used in the case study are generated using the MulVal software [43]. However, the resulting attack graphs include some types of nodes that are not necessary for our assessment. Therefore, in order to simplify the attack graphs, we deleted those nodes. Also, for each attack graph, we added dummy source and terminal nodes (since our model assumes a single source node and terminal node). We connect the source node to the initial nodes of the attack graph with arcs that have success probabilities of 1, and similarly for the terminal node and the final nodes of the attack graph. We start with a base case that assigns initial success probabilities to the arcs in each

attack graph. Initial success probabilities are assigned using the Common Vulnerability Scoring System (CVSS), which is an industry standard for assessing the severity of computer security vulnerabilities [44]. The National Institute of Standards and Technology tracks all emerging cyber-attacks and their corresponding CVSS scores in a National Vulnerability Database (NVD) [45]. In our case, the MulVal software automatically assigns success probabilities using the NVD database.

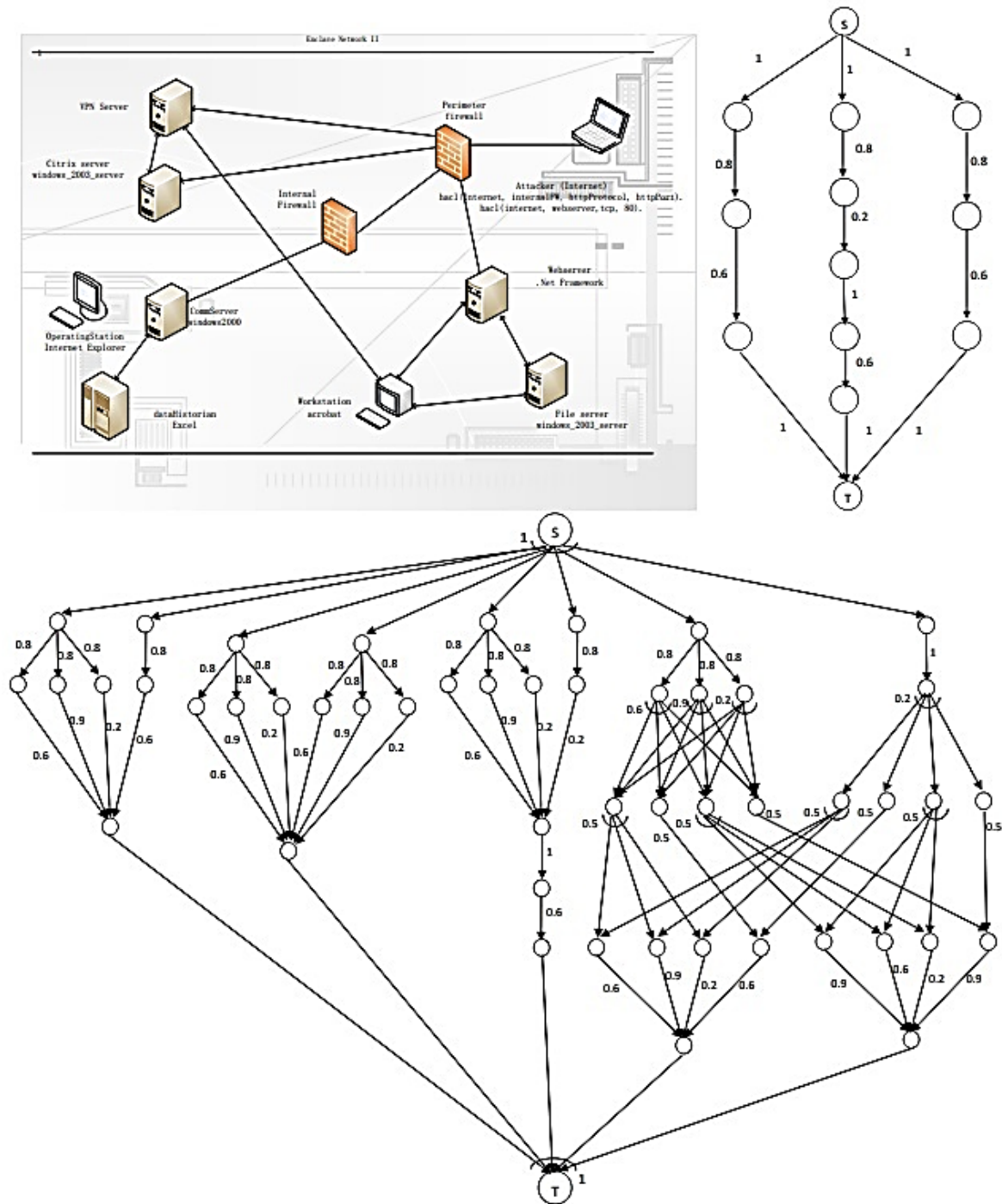


Figure 3. Case 2: Heavily connected network, and corresponding attack graphs with one vulnerability per host (top left), and two vulnerabilities per host (bottom)

To explore the impact of success probability changes on the optimal defense strategy, we also vary the success probabilities of arcs on the attack graphs. We could explore the effects of increasing the success probabilities of arcs, but making arcs more vulnerable does not seem realistic in the context of computer security. Thus, we decreased the success probabilities of arcs on all attack graphs by 50% in our sensitivity analysis. In addition to changes in the success probabilities of arcs, we also explore the effect of the defense level. We begin by solving each attacker problem with no defenses, and then increase the number of arcs that the defender can interdict, until enough arcs have been interdicted so that the attacker can no longer reach the target value.

We consider both myopic and non-myopic attackers and vary the number of attack stages. We consider a one-stage model (for which there is no difference between myopic and non-myopic attackers), as well as two-stage and three-stage models for both myopic and non-myopic attackers. However, we did not apply the three-stage model to cases 1 and 2 (given in Figures 2 and 3, respectively) with two vulnerabilities per host, because the attack graphs for those cases were relatively large and computationally demanding.

3.2 Application of the Integer L-Shaped Method

To solve the defender's optimization problem, we used the integer L-shaped method. As discussed in Section 2.1, the integer L-shaped method finds the optimal solution of the defender problem by adding optimality cuts to the master problem at each iteration. The number of iterations needed to solve the defender problem is an important measure for assessing the performance of this solution approach, because of the need to solve the attacker problem at each iteration.

For a one-stage attack, we first solve the attacker problem to find the optimal attack path for a given initial defender solution, find a candidate solution of the defender problem using the optimal result of the attacker problem, and then repeat these steps at each iteration until we find the optimal defender solution. For the two-stage myopic model, we first solve the attacker problem to find the optimal one-stage attack path for a given initial defender solution, then run the second-stage recourse model to assess the performance of that strategy, solve the master problem using the results of the recourse problem to find a candidate defender solution, and again repeat these steps at each iteration until we find the optimal defender solution.

For the two-stage non-myopic model, we first solve the two-stage attacker problem to find the optimal first-stage attack path, then run the second-stage recourse model to assess the performance of that strategy, solve the defender problem using the results of the recourse problem to find a candidate defender solution, and then repeat these steps at each iteration until we find the optimal defender solution. The three-stage myopic and non-myopic attacker problems are solved in a similar manner.

Based on the results of Case 1 shown in Table 1, the number of iterations needed to solve the defender problem seems to depend on the defender's budget level, and the selected initial defender solution (even though the table does not show the selected initial defender solution). The results are similar for the other cases. For smaller defender budgets, the integer L-shaped method performed no better than explicit enumeration, since it tried all possible defender solutions. For larger budget levels, the method performed significantly better than explicit enumeration. However, the sensitivity runs for the defender problem were still computationally demanding, especially for the larger attack graphs.

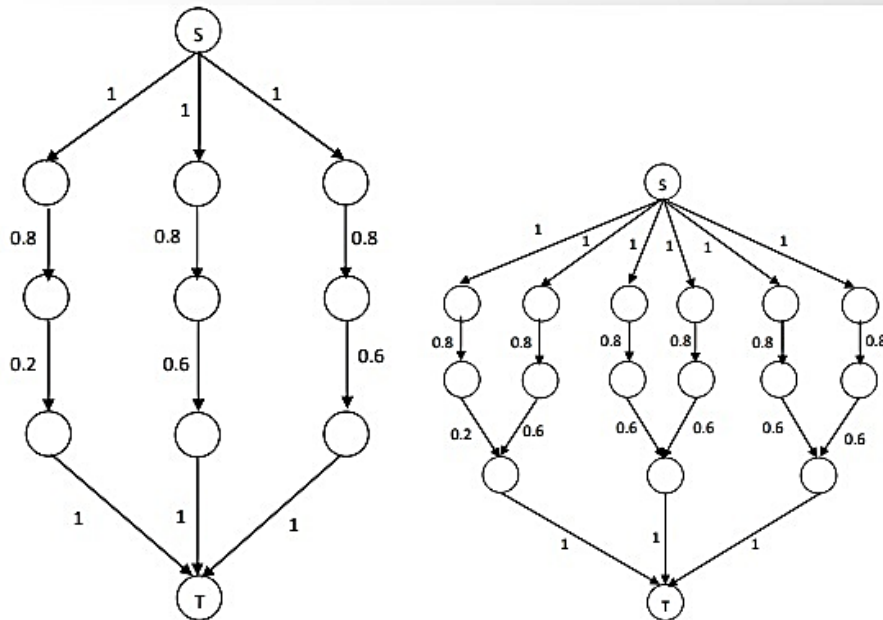
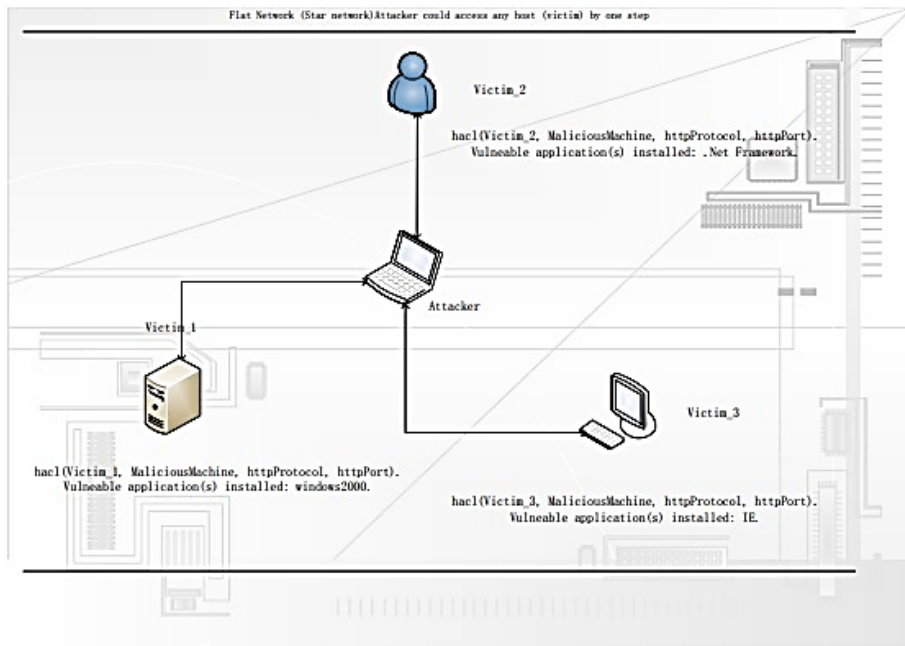


Figure 4. Case 3: Small star network, and corresponding attack graphs with one vulnerability per host (bottom left) and two vulnerabilities per host (bottom right)

5.3 Sensitivity Analysis Results

We use three realistic attack graphs with two vulnerability levels each to assess the sensitivity of the defender solution to attack graph type and size, attacker type (myopic or not), number of attack stages, and defense level. The case study results are illustrated in Figures 5 through 7. Based on the results, we see that the attacker’s success probability is generally increasing in the number of attack stages, especially when few arcs are interdicted. As expected, smaller arc success probabilities yield lower overall attack success probabilities, as does an increase in the defender budget level, in general.

Table 1. Number of iterations needed to solve the defender problem using the integer L-shaped method versus using explicit enumeration

Budget	Case 1: 1 vulnerability/host (12 arcs)		Case 1: 2 vulnerability/host (52 arcs)	
	L-Shaped Method	Explicit Enumeration	L-Shaped Method	Explicit Enumeration
B=1	12	12	52	52
B=2	144	144	2704	2704
B=3	220	220	2704	22100
B=4	N/A	N/A	2704	270725
B=5	N/A	N/A	22100	2598960
B=6	N/A	N/A	22100	20358520
B=7	N/A	N/A	2704	133784560
B=8	N/A	N/A	2704	752538150
B=9	N/A	N/A	2704	3679075400
B=10	N/A	N/A	2704	15820024220
B=11	N/A	N/A	2704	60403728840
B=12	N/A	N/A	52	206379406870
B=13	N/A	N/A	N/A	N/A

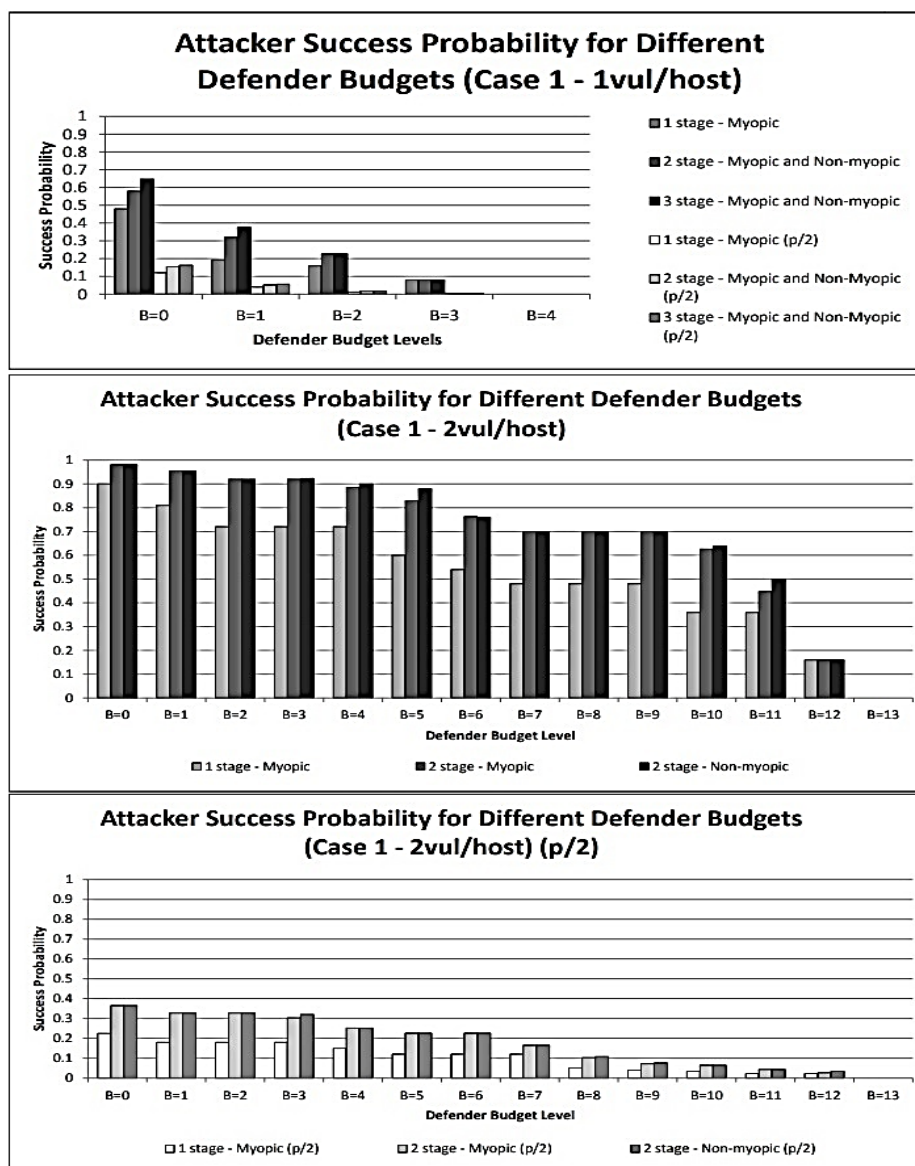


Figure 5. Sensitivity analysis results of the defender problem for Case 1 with one vulnerability per host for both with the base and 50% decreased arc success probabilities (top), with two vulnerabilities per host and base arc success probabilities (middle), with two vulnerabilities per host and arc success probabilities decreased by 50% (bottom chart)

However, when multiple paths in an attack graph have the same success probability, interdiction of an arc on one of those paths will not reduce the overall probability of success, because the attacker could select an equally good path.

In cases 1 and 2 with one vulnerability per host (Figures 5 and 6, respectively), and case 3 (Figure 7), the myopic attacker performs just as well as the non-myopic attacker. This is because in the corresponding attack graphs, the paths do not involve any common arcs, so there is no benefit to the attacker from thinking ahead. In cases 1 and 2 with two vulnerabilities per host (Figures 4 and 5, respectively), the non-myopic attacker does slightly better than the myopic attacker at some budget levels, because in these attack graphs at least some paths involve common arcs. However, even when the non-myopic attacker performs better than the myopic attacker, the defender’s optimal interdiction strategy is the same for both attacker types. Thus, the added computational difficulty of solving the non-myopic attacker problem does not benefit the defender. Based on these results, we observe that anticipating the attacker’s future actions is especially important when the available attack paths share more common arcs.

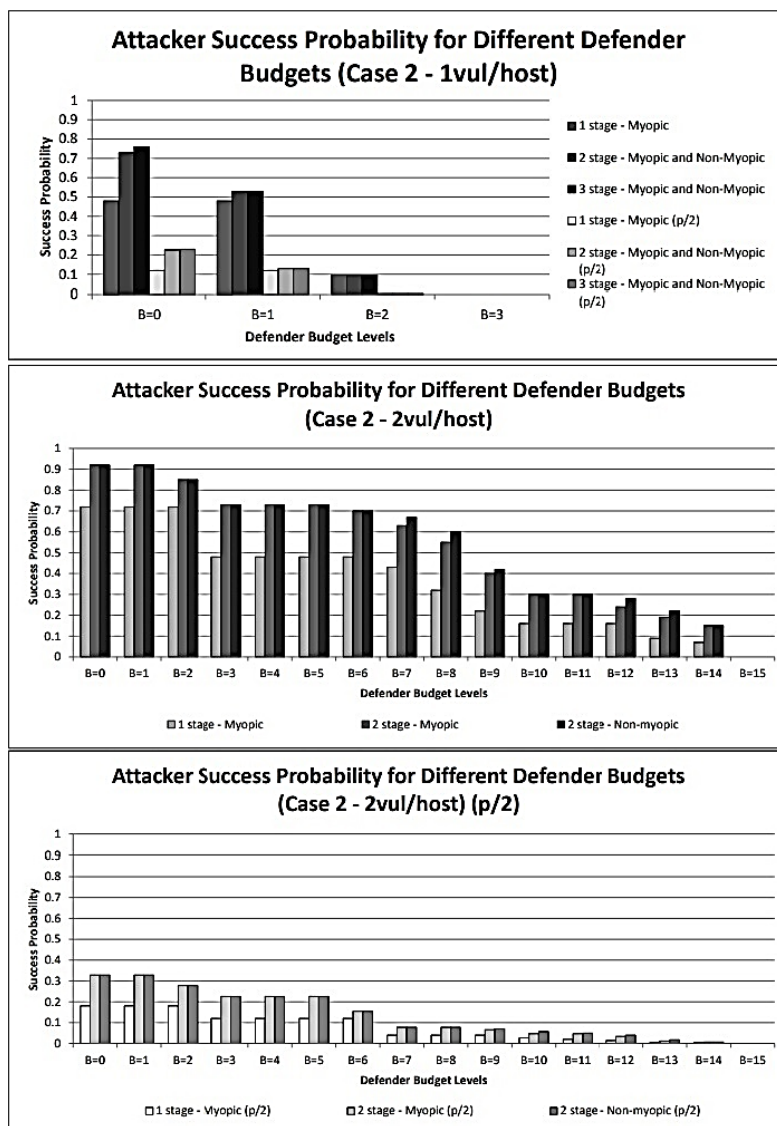


Figure 6. Sensitivity analysis results of the defender problem for Case 2 with one vulnerability per host for both with the base and 50% decreased arc success probabilities (top), with two vulnerabilities per host and base arc success probabilities (middle), with two vulnerabilities per host and arc success probabilities decreased by 50% (bottom chart)

Finally, we observed that the optimal defense is usually to protect arcs near the source node or end node of the attack graph. In our defender sensitivity analysis, we solved 91 defender problems on 7 different attack graphs. In all these runs, the interdicted arcs were next to either the source node or the end node, never at intermediate levels of the attack graph. For example, Figures 8 and 9 illustrate the interdicted arcs for cases 1 and 2 with two vulnerabilities for a defender budget of 10 arcs, respectively.

IV. CONCLUSIONS

In this study, we developed a general game-theoretic defender-attacker model for security of computer networks, using attack graphs to represent the possible attacker strategies and defender options. To represent the ability of the attacker to launch multiple attempts, we consider the attacker’s success or failure on any arc of the attack graph to be probabilistic and describe the resulting security problem as a multi-stage stochastic network-interdiction problem. In our problem, the defender interdicts a set of arcs, anticipating the attacker’s likely actions, and then the attacker can make multiple attempts to traverse the network. We formulated the resulting problem as a stochastic bilevel mixed-integer program with a “min-max” objective. Here, the defender attempts to minimize the attacker’s success probability, and the attacker maximizes the probability of traversing the network successfully in multiple attempts.

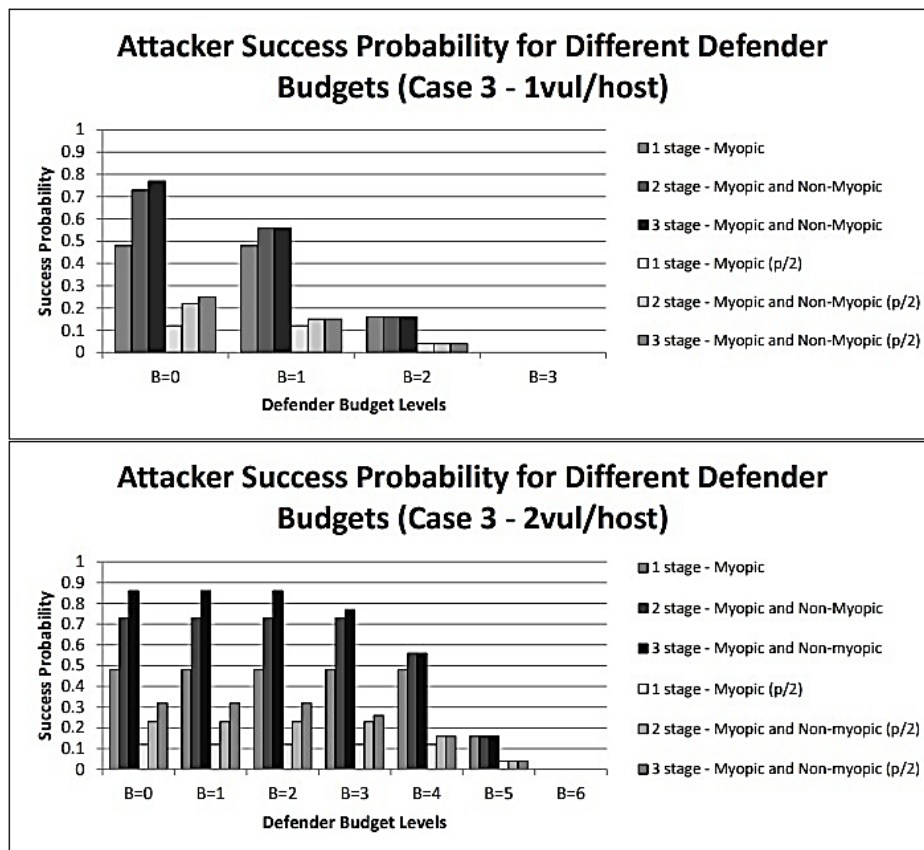


Figure 7. Sensitivity analysis results of the defender problem for Case 3 with one vulnerability per host for both with the base and 50% decreased arc success probabilities (top), with two vulnerabilities per host for both with the base and 50% decreased arc success probabilities (bottom chart)

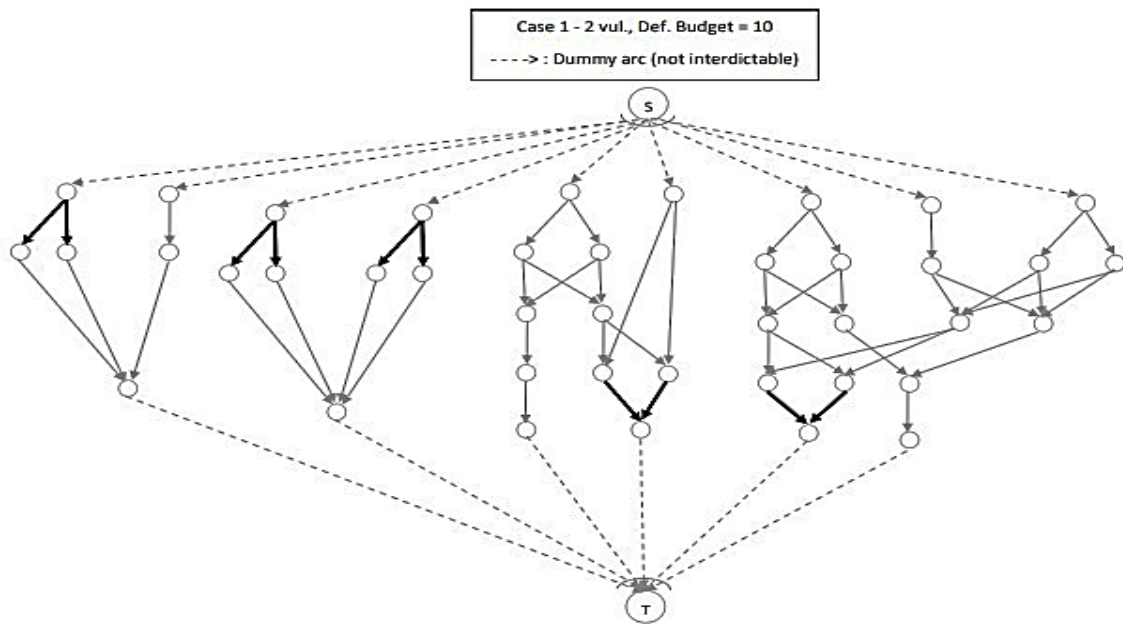


Figure 8. Illustration of the optimal defense strategy for case 1 with 2 vulnerabilities for a defender budget of 10 arcs

For the defender problem, we found, as expected, that the attacker’s overall success probability decreases with the increase in the level of defense. More significantly, we found that for the relatively small attack graphs studied in our sensitivity analysis, the optimal defense against a myopic attacker is often the same as against a non-myopic attacker, and in any case rarely does too much worse. However, preliminary results suggest that this might not be the case when the available attack paths share numerous common arcs.

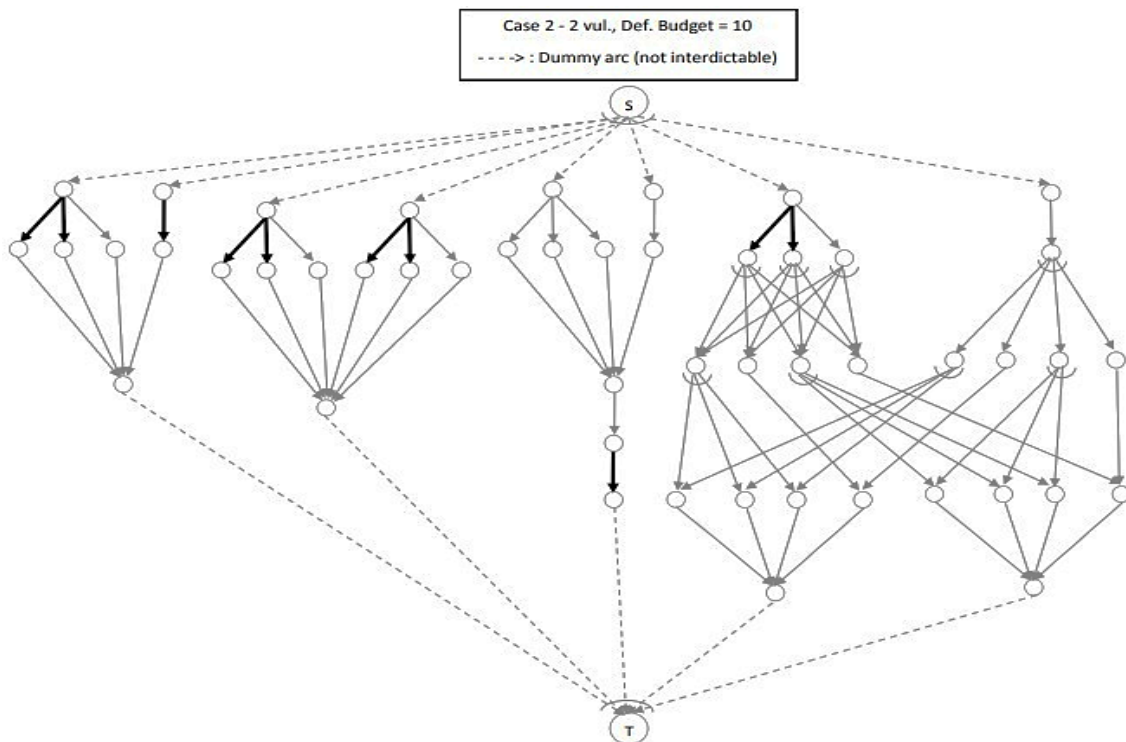


Figure 9. Illustration of the optimal defense strategy for case 2 with 2 vulnerabilities for a defender budget of 10 arcs

Overall, we were able to determine the optimal defense against a non-myopic attacker. Our method may not be directly applicable in practice, because the optimal defense is computationally intensive to find, and in many cases, is not significantly better than the defense against a myopic attacker. While this assertion holds a degree of validity, such findings undoubtedly offer valuable insights for the formulation of forthcoming defense strategies and policies. Cases where the benefit of defense against a non-myopic attacker is large may tend to involve large networks and may therefore be even more difficult to solve. Thus, while the goal of defending against a non-myopic attacker is significant, the methods we have used so far limit the applicability of our model. Thus, in future work, we plan to look for modeling and solution approaches that would help to solve our problem more efficiently even for large networks, such as dynamic programming.

Another important extension of this study involves transitioning from the idealized premise of a perfect information game to one that acknowledges imperfections in information. One prevalent avenue for addressing imperfect information games often involves adopting a worst-case scenario approach. Yet, employing such a method could prove exorbitantly expensive, notably within the domain of cyber defense. Consequently, the defender ought to explore more resource-efficient methodologies. Under this circumstance, enhancing the defender's defense strategies necessitates a broader spectrum of tactics, anticipating diverse attacker types and actions, thereby facilitating the development of a comprehensive defense strategy.

Despite these limitations, our results nonetheless yielded some recommendations of practical significance for the defense of cyber networks. First, for networks that are not well defended (i.e. highly vulnerable), defending against a myopic attacker may be adequate; the advantage of assuming a non-myopic attacker is greatest for well-defended networks. Similarly, defending against a myopic attacker may be adequate when the available attack paths share few common arcs, and when the success probabilities of attacks on different arcs vary widely. Thus, while the problem of defending against non-myopic attackers is difficult, it is encouraging to know that defense against a myopic attacker will frequently give results that are equally or almost equally good. Finally, our results suggest that the optimal defense will usually be to protect arcs near the source node or end node of the attack graph, rather than at intermediate layers of the attack graph.

REFERENCES

- [1] Cybersecurity & Infrastructure Security Agency (CISA). (2022). "Annual Cybersecurity Report." <https://www.cisa.gov/publications-library>. Accessed 7 November 2023.
- [2] Schneier B (2000) *Secrets & Lies: Digital Security in a Networked World*. 2nd ed. Wiley.
- [3] Carin L, Cybenko G, Hughes J (2008) *Cybersecurity strategies: The queries methodology*. IEEE Computer 41(8) 20–26.
- [4] Bier VM, Cox LA Jr., Azaiez MN (2009) Chap. 1: Why both game theory and reliability theory are important in defending infrastructure against intelligent attacks. In Bier VM and Azaiez MN (ed) *Game Theoretic Risk Analysis of Security Threats*. Springer, 1–11.
- [5] Sheyner, O, Haines J, Jha S, Lippmann R, Wing JM (2002) Automated generation and analysis of attack graphs. Proceedings of the IEEE Symposium on Security and Privacy. IEEE, 273–284.
- [6] Lippmann RP, Ingols KW (2005) An annotated review of past papers on attack graphs. Tech. Rep. No. PR-IA-1, MIT Lincoln Lab, Lexington, MA.
- [7] Liu P, Zang W, Yu M (2005) Incentive-based modeling and inference of attacker intent, objectives, and strategies. ACM Transactions on Information and System Security (TISSEC) 8(1) 78–118.
- [8] Lye K, Wing JM (2005) Game strategies in network security. International Journal of Information Security 4(1) 71–86.

- [9] Xiaolin C, Xiaobin T, Yong Z, Hongsheng X (2008) A Markov game theory-based risk assessment model for network information system. *International Conference on Computer Science and Software Engineering*, vol. 3. IEEE, 1057–1061.
- [10] Nguyen KC, Alpcan T, Basar T (2009) Stochastic games for security in networks with interdependent nodes. *International Conference on Game Theory for Networks*, IEEE, 697–703.
- [11] McMasters AW, Mustin TM (1970) Optimal interdiction of a supply network. *Naval Research Logistics Quarterly* 17(3) 261–268.
- [12] Steinrauf, RL (1991) Network interdiction models. Master's thesis, Naval Postgraduate School, Monterey, CA.
- [13] Phillips CA (1992) The network destruction problem. Tech. Rep. No. SAND-92-0186C, Sandia National Labs., Albuquerque, NM.
- [14] Wood RK (1993) Deterministic network interdiction. *Mathematical and Computer Modelling* 17(2) 1–18.
- [15] Fulkerson DR, Harding GC (1977) Maximizing the minimum source-sink path subject to a budget constraint. *Mathematical Programming* 13(1) 116–118.
- [16] Golden B (1978) A problem in network interdiction. *Naval Research Logistics Quarterly* 25(4) 711–713.
- [17] Cormican KJ, Morton DP, Wood RK (1998) Stochastic network interdiction. *Operations Research* 46(2) 184–197.
- [18] Israeli E, Wood RK (2002) Shortest-path network interdiction. *Networks* 40(2) 97–111.
- [19] Bayrak H, Bailey MD (2008) Shortest path network interdiction with asymmetric information. *Networks* 52(3) 133–140.
- [20] Pan F, Morton DP (2008) Minimizing a stochastic maximum-reliability path. *Networks* 52(3) 111–119.
- [21] Dimitrov NB, Morton DP (2013) Interdiction models and applications. *Handbook of Operations Research for Homeland Security*, Herrmann, J.W., Editor. Springer, 73–103.
- [22] Morton DP (2011) Stochastic network interdiction. *Wiley Encyclopedia of Operations Research and Management Science*, Cochran, J. J., Editor. John Wiley & Sons, Inc.
- [23] Cormican KJ (1995) Computational methods for deterministic and stochastic network interdiction problems. Master's thesis, Naval Postgraduate School, Monterey, CA.
- [24] Held H, Hemmecke R, Woodruff DL (2005) A decomposition algorithm applied to planning the interdiction of stochastic networks. *Naval Research Logistics* 52(4) 321–328.
- [25] Kall P, Wallace S (1994) *Stochastic Programming*. Wiley.
- [26] Janjarassuk U, Linderoth J (2008) Reformulation and sampling to solve a stochastic network interdiction problem. *Networks* 52(3) 120–132.
- [27] Van S, Richard M, Wets R (1969) L-shaped linear programs with applications to optimal control and stochastic programming. *SIAM Journal on Applied Mathematics* 17(4) 638–663.
- [28] Shapiro A (2003) Monte Carlo sampling methods. *Handbook in Operations Research and Management Science*, Shapiro, A. and Ruszczyński, A., editors., North-Holland, Amsterdam, 2003 10 353–425.
- [29] Verweij B, Ahmed S, Kleywegt AJ, Nemhauser G, Shapiro A (2003) The sample average approximation method applied to stochastic routing problems: A computational study. *Computational Optimization and Applications* 24(2) 289–333.
- [30] Santoso T, Ahmed S, Goetschalckx M, Shapiro A (2005) A stochastic programming approach for supply chain network design under uncertainty. *European Journal of Operational Research* 167(1) 96–115.
- [31] Ahmed S, Shapiro A, Shapiro E (2002) The sample average approximation method for stochastic programs with integer recourse. Preprint is available at www.optimization-online.org.
- [32] Linderoth J, Shapiro A, Wright S (2006) The empirical behavior of sampling methods for stochastic programming. *Annals of Operations Research* 142(1) 215–241.
- [33] Shapiro A, Xu H (2008) Stochastic mathematical programs with equilibrium constraints, modelling, and sample average approximation. *Optimization* 57(3) 395–418.
- [34] Ertem M, Bier VM (2021) A Stochastic Network-Interdiction Model for Cyber Security. *5th International Symposium on Multidisciplinary Studies and Innovative Technologies (ISMSIT)*, Ankara, Turkey, 2021, pp. 171–176, DOI: 10.1109/ISMSIT52890.2021.9604681.
- [35] Gumus ZH, Floudas CA (2005) Global optimization of mixed integer bilevel programming problems. *Computational Management Science* 2(3) 181–212.
- [36] Bertsimas DJ, Jaillet P, Odoni AR (1990) A priori optimization. *Operations Research* 38(6) 1019–1033.
- [37] Lageweg BJ, Lenstra JK, Rinnooy Kan AHG, Stougie L (1985) Stochastic integer programming by dynamic programming. *Statistica Neerlandica* 39(2) 97–113.
- [38] Laporte G, Louveaux F, Mercure H (1992) The vehicle routing problem with stochastic travel times. *Transportation Science* 26(3) 161–170.
- [39] Psaraftis HN (1984) On the practical importance of asymptotic optimality in certain heuristic algorithms. *Networks* 14(4) 587–596.

- [40] Laporte G, Louveaux FV (1993) The integer L-shaped method for stochastic integer programs with complete recourse. *Operations Research Letters* 13(3) 133–142.
- [41] Lippmann RP, Ingols KW, Scott C, Piwowarski K, Kratkiewicz KJ, Artz M, Cunningham RK (2005) Evaluating and strengthening enterprise network security using attack graphs. Tech. Rep. ESC-TR-2005-064, MIT Lincoln Laboratory, Lexington, MA.
- [42] Lippmann RP, Ingols KW, Scott C, Piwowarski K, Kratkiewicz KJ, Artz M, Cunningham RK (2006) Validating and restoring defense in depth using attack graphs. *Military Communications Conference, MILCOM 2006*. IEEE, 1–10.
- [43] Ou X, Govindavajhala S, Appel AW (2005) MulVal: A logic-based network security analyzer. *14th USENIX Security Symposium*. 1–16.
- [44] Mell P, Scarfone K, Romanosky S (2006) Common vulnerability scoring system. *Security & Privacy, IEEE* 4(6) 85–89.
- [45] NIST (2013) National Vulnerability Database. URL <http://nvd.nist.gov/>. Accessed 7 November 2023.