

# Interdisciplinary Studies on Contemporary Research Practices in Engineering in the 21<sup>st</sup> Century-I

**Editor: Prof. Dr. Kamil Kaygusuz**



**ÖZGÜR**  
YAYINLARI

# Interdisciplinary Studies on Contemporary Research Practices in Engineering in the 21<sup>st</sup> Century-I

**Editor**

Prof. Dr. Kamil Kaygusuz



Published by

**Özgür Yayın-Dağıtım Co. Ltd.**

Certificate Number: 45503

📍 15 Temmuz Mah. 148136. Sk. No: 9 Şehitkamil/Gaziantep

☎ +90.850 260 09 97

📞 +90.532 289 82 15

🌐 www.ozgurayinlari.com

✉ info@ozgurayinlari.com

---

## Interdisciplinary Studies on Contemporary Research Practices in Engineering in the 21<sup>st</sup> Century-I

Editor: Prof. Dr. Kamil Kaygusuz

---

Language: Turkish

Publication Date: 2023

Cover design by Mehmet Çakır

Cover design and image licensed under CC BY-NC 4.0

Print and digital versions typeset by Çizgi Medya Co. Ltd.

**ISBN (PDF):** 978-975-447-610-1

**DOI:** <https://doi.org/10.58830/ozgur.pub60>

---



This work is licensed under the Creative Commons Attribution-NonCommercial 4.0 International (CC BY-NC 4.0). To view a copy of this license, visit <https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/>  
This license allows for copying any part of the work for personal use, not commercial use, providing author attribution is clearly stated.

---

Suggested citation:

Kaygusuz, K., (2023). *Interdisciplinary Studies on Contemporary Research Practices in Engineering in the 21<sup>st</sup> Century-I*. DOI: <https://doi.org/10.58830/ozgur.pub60>. License: CC-BY-NC 4.0

---

*The full text of this book has been peer-reviewed to ensure high academic standards. For full review policies, see <https://www.ozgurayinlari.com/>*

---



## Ön Söz

Mühendislik bir ülkenin kalkınmasında ve gelişmesinde çok önemli rol oynayan disiplinler arası ortaklığın meydana getirdiği bir üst bilim dalıdır. **Mühendislik**, matematiksel ve doğal bilim dallarından, ders çalışma, deney yapma ve uygulama yolları ile kazanılmış bilgileri akıllıca kullanarak, doğanın kuvvetleri ve maddelerini insanoğlu yararına sunmak üzere ekonomik olan yöntemler geliştiren bir meslektir.

Çünkü mühendislik yaklaşımı; **işi sorun çözmek olan insan yaklaşımıdır**. Mühendislik yaklaşımı içinde bulunan çalışanlar, görülmeyeni görerek, düşünülmemeyeni bularak, optimum çözümleri hedefleyip durumdan maksimum faydayı çıkarmayı bilirler. Diğer taraftan mühendislik nedir, sorusu ile aklımıza çok geniş ve detaylı bir tanımlama gelse de genel olarak mühendislik, **problemleri çözebilmek için gerekli olan bilim ve matematiğin uygulanmasıdır** diyebiliriz. Mühendisler, bir şeylerin nasıl çalıştığını anlar ve bilimsel keşiflerin pratik hayatta kullanımını için yöntemler bulur.

Yayımlanan bu kitap; çeşitli mühendislik dallarında hocalık yapan akademisyenlerin sunmuş olduğu gerek kendi özgün çalışmaları ve gerekse literatürden aktarılan derleme çalışmalarının bir araya getirilmiş sunumlarından meydana getirilmiştir. Burada amaç konuyla ilgilenen mühendis ve akademisyenlerin önemli sayılacak mühendislik çalışmalarını bir arada bulmalarınıdır. Dolayısıyla kitabın önemli bir boşluğu dolduracağı ve genç araştırmacılara faydalı olacağı kanaatindeyim. Bu bağlamda; kitaba bilimsel katkı sunan, kitabı baskıya hazırlayan kısacası emeği geçen herkese teşekkür ederiz.

Yayımlanan bu kitabın gerek mühendislere ve gerekse genç akademisyenlere faydalı olmasını diler, tüm mühendis ve genç akademisyenlere başarılar dilerim.

Prof. Dr. Kamil KAYGUSUZ  
Karadeniz Teknik Üniversitesi  
Türkiye Bilimler Akademisi Asli Üyesi



# *İçindekiler*

Ön Söz

iii

## Bölüm 1

---

**Yüksek Atık Mıknatıs İçerikli NdFeB Alaşımlarında Manyetik Özelliklerin Değişimi** 1

*M. Fatih Kılıçaslan*

*Ümit Yılmaz*

*Bekir Akçül*

## Bölüm 2

---

**Design and Fabrication of Nonwoven Fabrics for Oil/Water Separation Applications** 13

*Gülçin Baysal*

## Bölüm 3

---

**Effect of Sodium Alginate Coating Enriched With Stevia Rebaudiana on Quality of Fresh-Cut Apples** 41

*Şeyda Öztürk*

*Aslıhan Demirdöven*

## Bölüm 4

---

**Yüksek Mukavemetli S960 Çeliğinin Frezelenmesinde Sürdürülebilir Soğutma/Yağlama Koşullarının Karşılaştırılması** 57

*Serhat Şap*

Bölüm 5

---

**Effect of Heat Treatment on Microstructural Properties of AA7075 and AA7020 Alloys** 71

*Uğur Büyük*

*Emin Çadrlı*

*Hasan Kaya*

*Erkan Üstün*

Bölüm 6

---

**Mining Twitter Content for Discovering Open and Distance Education Trends in Turkey** 87

*Burcu Yılmazel*

*Ali Yürekli*

Bölüm 7

---

**Sürdürülebilirlik Çerçevesinde Yeşil Betona Bakış Üzerine Bir Araştırma** 103  
*İbrahim Pınarcı*

Bölüm 8

---

**Çok Atlamalı Mobil Tünelleme Ağları'nda Kullanılan Yönlendirme Algoritmasının Ağ Verimine Etkisi** 117

*Barbaros Preveze*

Bölüm 9

---

**Baraj Ön Yüzü Geçirimsiz Beton Yüzeyinde Yeraltı Suyu Basıncı Kaynaklı Oluşan Deformasyon ve Onarımı** 133

*Murat Can*

*Temel Temiz*

# Yüksek Atık Miknatis İçerikli NdFeB Alaşımalarında Manyetik Özelliklerin Değişimi

M. Fatih Kılıçaslan<sup>1</sup>

Ümit Yılmaz<sup>2</sup>

Bekir Akgül<sup>3</sup>

## Özet

Çalışma kapsamında, bir tür hızlı katılaştırma yöntemi olan ve şerit şeklinde amorf ve/veya yarı kristalin yapıya sahip alaşımların üretilmesini mümkün kılan Eriyik eğirme (melt spinning) yöntemiyle üretilen NdFeB esaslı kalıcı miknatis alaşımlarının üretimini kapsamaktadır. Ayrıca manyetik özelliklerine 680 ve 710 °C sıcaklıklarda 10 dakika süreyle 290 K/s lik çok hızlı ısıtma ve soğutma hızları kullanılarak gerçekleştirilen flaş tavlama ısıl işleminin etkisini incelenmiştir. Çalışmamızda kullanılan NdFeB esaslı kalıcı miknatis alaşımına, ağırlıkça %30 oranında hurda miknatis eklenerek yeni alaşım elde edilmiştir. Çalışmamız ısıl işlemin etkisine ek olarak bir diğer amacı da atık miknatislerin tekrar kullanılması ile atık miknatislerden nadir toprak elementlerinin geri kazanılması amaçlanmıştır. Artan ısıl işlem sıcaklığı ile birlikte, kalıcı manyetikliği ortaya koyan, özellikle manyetik koerzivitede 16546 Oe'den 2349 Oe'ye, maksimum enerji ürününde, 136 kJ/m<sup>3</sup>'ten 10 kJ/m<sup>3</sup>'e, manyetik remanansa ise 56 emu/g'dan 22 emu/g'a doğru bir düşüş görülmüştür. Doyum manyetizasyonunda ise hatırı sayılır bir değişim olmamakla birlikte 93 emu/g'dan 90 emu/g'a doğru hafif bir artış görülmüştür.

- 1 Sivas Bilim ve Teknoloji Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8507-390>, fatihklicaslan@sivas.edu.tr
- 2 Sivas Bilim ve Teknoloji Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8922-2387>, uyilmaz@sivas.edu.tr
- 3 Sivas Bilim ve Teknoloji Üniversitesi, Havacılık ve Uzay Bilimleri Fakültesi, ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4744-9097>, bekirakgul@sivas.edu.tr



## 1. GİRİŞ

NdFeB esaslı kalıcı manyetik malzemeler, sahip oldukları üstün sert manyetik özellikleri olan manyetik koerzivite ( $H_c$ ) ve maksimum enerji ürünü ( $(BH)_{max}$ ) sayesinde, elektronik endüstrisi, bilişim, medikal, hibrit elektrik araçlar ve rüzgar jeneratörleri gibi birçok alanda yaygın bir şekilde kullanılmaktadır [1–3]. Bugün teknolojik olarak ileri seviyede olan birçok toplumlarda kullanılan elektrik, elektronik ve elektro-mekanik bileşenlerin vazgeçilmez unsurudur [4]. NdFeB kalıcı mıknatıslar; marş motorları, bilgisayar disk sürücülerini, manyetik rezonans görüntüleme (MRI) cihazları nispeten düşük sıcaklıklarda yüksek mukavemetli mıknatısların kullanıldığı diğer uygulamalarda kendine yer bulmaktadır [5]. Ayrıca güçlü NdFeB mıknatıslar otomotiv marş motorları, servo ve diğer motorlar, bilgisayarlar, el tipi taşınabilir aletler gibi birçok uygulamalar için daha küçük ve daha etkili mıknatısların üretimine olanak sağlamıştır. NdFeB mıknatıslar, manyetik ayırıcılar, askeri ve havacılık sistemlerinde ve seyir hızının yüksek olduğu demir yollarında yaygın olarak kullanılmaktadır [6].

NdFeB mıknatıslar, düşük sıcaklıkta kararlı oldukları için oda sıcaklığında yüksek performansa sahip olabilmektedirler [7]. Ne yazık ki, bu tür kalıcı manyetik malzemelerin nispeten yüksek sıcaklıklardaki performansı tatmin edici değildir [8]. Dahası, uygulama alanlarındaki artışa bağlı olarak yüksek koerzivite ve yüksek sıcaklıkta kararlılıklarının artırılması bu malzemelerin geliştirilmesi gereken en önemli özelliklerindedir [7,9]. Bu noktada, kullanılacak üretim yönteminin seçimi ve daha sonraki aşamalarda ısıl işlem, tane sınırı difüzyonu prosesi (GBDP) gibi ikincil işlemlerin uygulanması oldukça önemlidir. Küçük tane boyutu ile yüksek performanslı NdFeB mıknatıslar elde edilebilmektedir. Tane boyutunu küçültmek, Dy gibi pahalı ağır nadir toprak elementleri olmadan koerziviteleri etkili bir şekilde artırabilir [10]. Üretim yöntemleri arasında bir tür hızlı katılaştırma prosesi olan eriyik eğirme prosesi ile oldukça yüksek soğuma hızlarına erişerek amorf ve/veya yarı amorf mikroyapı ile birlikte üstün manyetik özelliklerin elde edilmesi mümkündür [11–13]. Ayrıca, bazı ısıl işlemler ile NdFeB kalıcı mıknatısların manyetik performanslarının iyileştiği bilinmektedir [8].

NdFeB kalıcı mıknatıslar, ağırlıkça yaklaşık %32 oranında nadir toprak elementi içermektedir [14]. Nadir toprak elementlerinin geri dönüşümü hem çevresel açıdan hem de kaynakların etkili kullanımı açısından önemlidir. Rita Schulze ve arkadaşları yaptıkları NdFeB mıknatıslarının geri dönüşüm potansiyeli tahmini çalışmasına göre %18 Nd malzemesinin 2020–2030 yılları arasında geri dönüşüm yolu ile elde edileceğini ön görmüşlerdir [15]. Bu amaç ile çalışmamızda kullanılan NdFeB alaşımına ağırlıkça %28 Nd

yani nadir toprak elementi içeren ağırlıkça %30 oranında hurda mıknatıs eklenecek yeni bir alaşım elde edilmiştir.

Tüm bunlar göz önüne alındığı zaman, eriyik eğirme yöntemi ile yarı amorf bir yapı elde edilmeye çalışılmıştır. Ayrıca alaşım içerisinde % 30 oranında atık mıknatıs kullanılarak atık mıknatısların etkin bir şekilde geri kazanımı konusunda cesaret verici bir sonuç ortaya konulmuştur. Atık mıknatısların geri kazanımı sayesinde piyasa değeri oldukça pahalı olan fakat NdFeB mıknatısları için nerdeyse vazgeçilmez olan Dy ve Pr gibi ağır nadir toprak elementlerinin alaşım içerisine doğrudan kazanılması sağlanmıştır. Çalışma kapsamında uygulanana flaş tavlama işlemi ile yarı amorf yapıdan nanokristalin bir yapıya geçişin sağlanması hedeflenmiştir.

## 2. MATERYAL VE YÖNTEM

NdFeB esaslı şerit alaşımlarının üretilmesinde birinci adım olarak yaklaşık  $10^{-4}$  mbar'lık yüksek bir vakumun yanı sıra 590 mbar kısmi basınçtaki argon atmosferi altında silindirik, ingot şeklindeki alaşımlar vakum indüksiyon ergitme (VIM) fırınında üretilmiştir. Alaşımların nominal kimyasal kompozisyonu ağırlıkça %30 Nd, %67 Fe ve %3 B şeklinde ayarlanmıştır. Ayrıca her bir ingot alaşımına ağırlıkça %30 oranında ve kimyasal kompozisyonu ağırlıkça %28 Nd, %64 Fe, %1 B, %3 Dy, %3.5 Co ve %0.5 Pr şeklinde olan atık mıknatıs dahil edilmiştir. Elementel homojenliğin istenilen seviyede sağlanabilmesi açısından ingot alaşımlarındaki ergitme işlemi 3 kez tekrarlanmıştır. Her bir ingot alaşımı, yaklaşık 250 g'lık bir ağırlığa sahip olacak şekilde üretilmiştir. Daha sonra bu ingotlardan yaklaşık 25 g'lık numuneler kesilerek, Eriyik eğirme işleminde kullanılmak üzere hazırlanmıştır. Eriyik eğirme prosesi ile NdFeB esaslı şerit alaşımları üretmek için vakum altında, ergitme işlemine tabi tutulan ingot alaşımları,  $1 \times 10$  mm<sup>2</sup>lik bir kesit alanına sahip nozül vasıtasıyla eriyik halde yaklaşık 30 m/s hızla dönen bakır bir disk üzerine 260 mbar püskürtme basıncı ile püskürtülmüştür. Bakır disk ile nozül arasındaki mesafe 0.6 mm olacak şekilde ayarlanmıştır. Sonuçta, üniform bir kalınlık (yaklaşık 30  $\mu$ m) ve yaklaşık 10 mm genişliğe sahip NdFeB esaslı şerit alaşımları üretilmiştir. Üretilen şerit alaşımların bir kısmına 290 K/s lik çok yüksek ısıtma ve soğutma hızı kullanmak suretiyle, 680 ve 710 °C lik sıcaklıklarda 10 dakika süreyle flaş tavlama ısıl işlemleri uygulanmıştır. Bilindiği gibi, bu sıcaklıklar NdFeB esaslı mıknatıs alaşımlarının yeniden kristalleşme sıcaklığına yakındır [16].

Alaşımlardaki amorf ve kristalin bölgeleri ortaya çıkarmak için X-ışın difraksiyon (XRD) analizi (Cu-K $\alpha$  radyasyonu ile) 2°/dakika tarama hızında

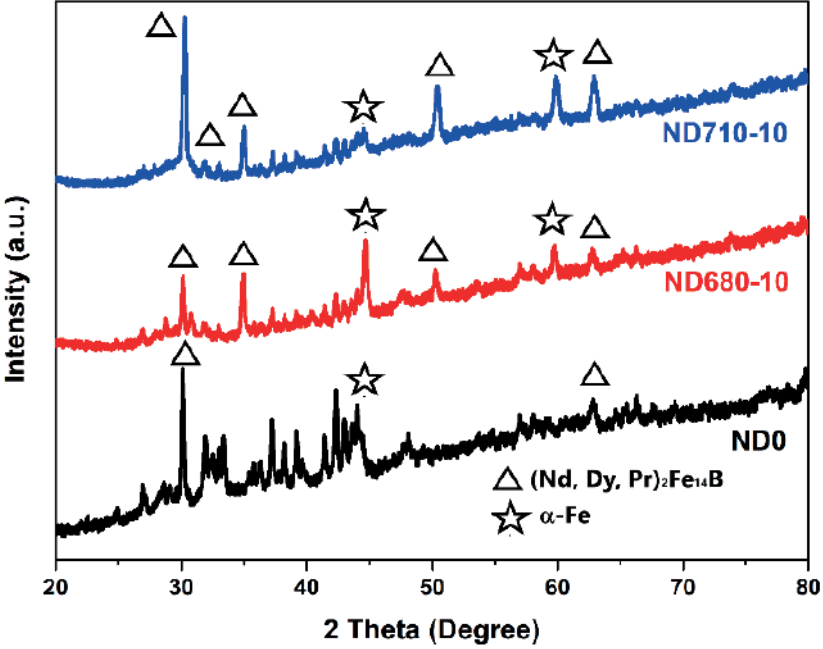
gerçekleştirilmiştir. Manyetik davranışların belirlenmesi amacıyla titreşimli numune manyetometri (VSM) analizi yapılmıştır. NdFeB esaslı alaşımların kristalizasyon sıcaklıklarının belirlenmesi amacıyla, her bir alaşıma diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) analizi gerçekleştirilmiştir.

*Tablo 1. Isıl işlem uygulanmamış ve 680 ve 710 °C sıcaklıkta 10 dakika boyunca flaş tavlama ısıl işlemine tabi tutulmuş eriyik eğirme yöntemi ile üretilen NdFeB esaslı alaşımların tanımlanması.*

Eriyik Eğirme Yöntemi ile Üretilen Alaşımların Kodu	Tanımlama
ND0	Eriyik eğirme yöntemi ile üretilmiş, ısıl işlem uygulanmamış
ND680-10	Eriyik eğirme yöntemi ile üretilmiş, 680 °C ta 10 dakika flaş tavllanmış
ND710-10	Eriyik eğirme yöntemi ile üretilmiş, 710 °C ta 10 dakika flaş tavllanmış

### 3. BULGULAR

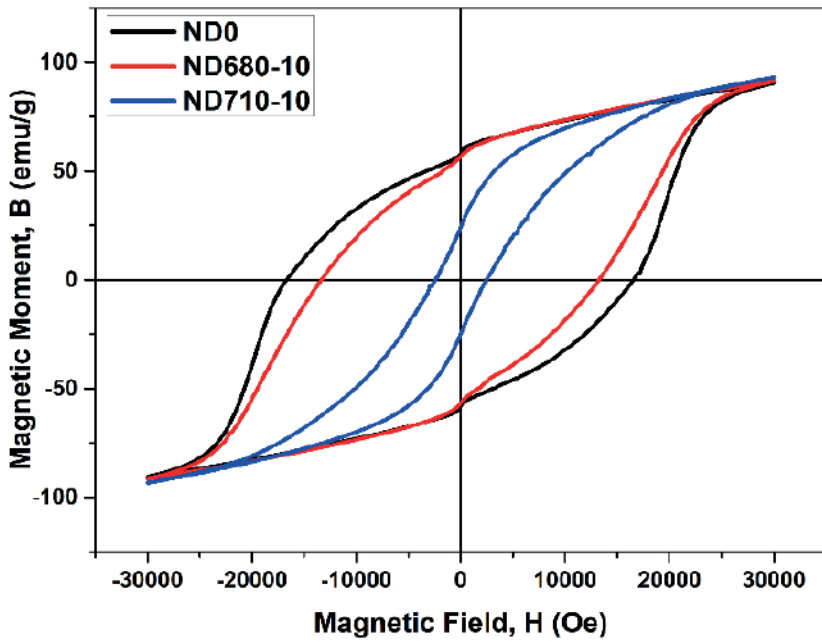
Şekil 1, de eriyik eğirme yöntemiyle üretilen, ısıl işlem uygulanmamış ve 680 ve 710 °C ta 10 dakika boyunca flaş tavlama ısıl işlemine tabi tutulmuş NdFeB esaslı şerit alaşımlarının XRD paternleri gösterilmiştir. Buna göre, her bir alaşımların XRD paterninden büyük ölçüde amorf bir yapının yanı sıra eser miktarda kristalin bir yapı oluşumu göze çarpmaktadır. Amorf yapının oluşabilmesi, eriyik eğirme yönteminde kullanılan hızlı soğumanın (yaklaşık  $10^7$  °C/s) etkisi ile açıklanabilmektedir [17]. Isıl işleme tabi tutulmamış alaşımların XRD paterni incelendiğinde, NdFeB alaşımına dahil edilen atık mıknatıs içerisindeki Dy ve Pr ağır nadir toprak elementleri (HREE) nin etkisiyle, yaklaşık  $2\theta=30^\circ$  ve  $2\theta=45^\circ$  civarında sırasıyla kristalin yapıda sert manyetik (Nd, Dy, Pr)<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B ve yumuşak manyetik  $\alpha$ -Fe fazlarına ait piklerin görülmektedir. 680 ve 710 °C sıcaklıklarda 10 dakika boyunca uygulanan flaş tavlama ısıl işlemi sonucunda yarı amorf yapıdan kristalin yapıya doğru bir dönüşüm meydana gelmiş olup, bu durum sert ve yumuşak manyetik fazlara ait daha fazla kristalin pikin ortaya çıkmasıyla kendini göstermektedir [18]. Daha yüksek sıcaklıkta gerçekleştirilen flaş tavlama ısıl işlemi ile birlikte de sert ve yumuşak manyetik fazlara ait piklerde artış görülmüştür. Bu durum, artan sıcaklıkla birlikte alaşımdaki atomların amorf bir yapıdan kristalin bir yapıya geçişini kolaylaştırması ile açıklanabilir [19].



Şekil 1. Eriyik eğirme yöntemiyle üretilen NdFeB esaslı şerit alaşımların ısıtılmamış ve 680 ve 710 °C sıcaklıkta 10 dakika boyunca uygulanan flaş tavlama ısıtılması sonrasındaki XRD paternleri.

Şekil 2 ve 3'te, Eriyik eğirme yöntemiyle üretilen, ısıtılmamış ve 680 ve 710 °C'lik sıcaklıklarda 10 dakika boyunca flaş tavlama ısıtılmasına tabi tutulmuş NdFeB esaslı alaşımların titreşimli numune manyetometri (VSM) analizi sonucunda elde edilen demanyetizasyon eğrileri ve demanyetizasyon eğrilerinin ikinci çeyrek (second quadrant) kısımları gösterilmiştir. Görüldüğü gibi, ısıtılmamış alaşımda, sırasıyla manyetik koerzivite ( $H_c$ ) 16546 Oe, maksimum enerji ürünü ( $(\text{BH})_{\text{max}}$ ) 136 kJ/m<sup>3</sup>, manyetik remenans ( $B_r$ ) 56 emu/g ve doyum manyetizasyonu ( $B_s$ ) 93 emu/g dir. 680 °C'ta 10 dakika boyunca flaş tavlama ısıtılmasına tabi tutulan alaşımların sırasıyla manyetik koerzivite ( $H_c$ ) 13360 Oe, maksimum enerji ürünü ( $(\text{BH})_{\text{max}}$ ) 97 kJ/m<sup>3</sup>, manyetik remenans ( $B_r$ ) 55 emu/g ve doyum manyetizasyonu ( $B_s$ ) 91.5 emu/g dir. 710 °C'ta 10 dakika boyunca flaş tavlama ısıtılmasına tabi tutulan alaşımların ise sırasıyla manyetik koerzivite ( $H_c$ ) 2349 Oe, maksimum enerji ürünü ( $(\text{BH})_{\text{max}}$ ) 10 kJ/m<sup>3</sup>, manyetik remenans ( $B_r$ ) 22 emu/g ve doyum manyetizasyonu ( $B_s$ ) 90 emu/g dir. Burada, uygulanan flaş tavlama ısıtılmasının sonucunda yumuşak  $\alpha$ -Fe fazı ile sert  $(\text{Nd, Dy, Pr})_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  manyetik fazlarının daha fazla ortaya çıkması ile kalıcı manyetik özellikleri belirleyen  $H_c$  ve  $(\text{BH})_{\text{max}}$ 'ın artması beklenir [20]. Ancak,  $H_c$  ve

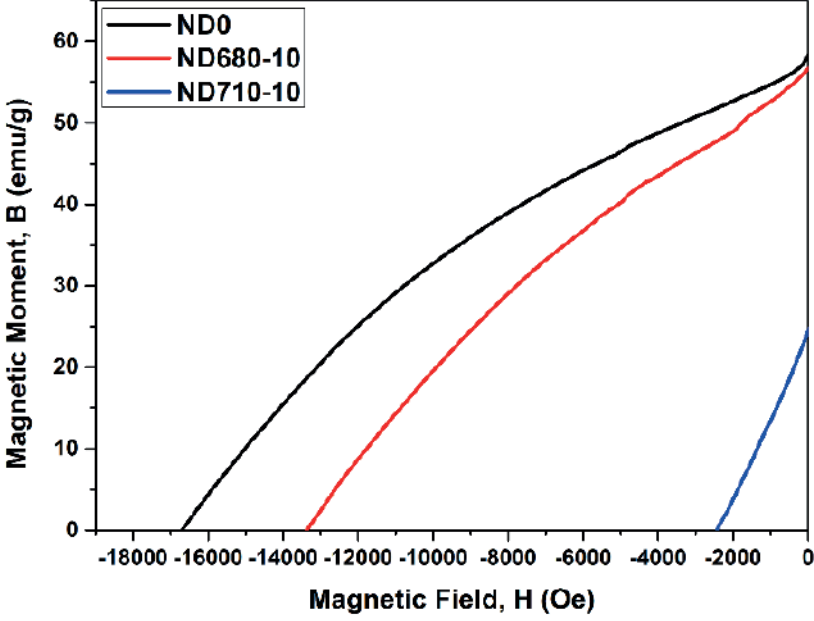
$(BH)_{\max}$ 'ta düşüş meydana gelmesi, uygulanan flaş tavlama ısıl işlemindeki sıcaklık ve sürenin etkisiyle daha çok  $\alpha$ -Fe yumuşak manyetik faz ve  $Nd_2Fe_{14}B$  sert manyetik fazın ortaya çıkmasına sebep olmuştur. Bununla birlikte bu manyetik fazların kristal boyutundaki kabalaşmaya bağlı olarak, aralarındaki kalıcı manyetik özelliği ortaya koyan değişim eşleşmesi (exchange coupling) mekanizmasının istenen derecede gerçekleşmemiş olmasına atfedilebilir [21]. Çünkü kalıcı manyetik karakteri ortaya koyan manyetik özellik olan  $H_c$ , sert ve yumuşak manyetik fazlar arasındaki değişim eşleşmesi (exchange coupling) mekanizması ile kendini gösterir [22]. Uygulanan flaş tavlama işleminde tane boyutunun beklenmedik bir şekilde artarak sert manyetikklik özelliğine zarar verdiği anlaşılmaktadır.



Şekil 2. Eriyik eđirme yöntemiyle üretilen NdFeB esaslı şerit alaşımların ısıl işlem uygulanmamış ve 680 ve 710 °C sıcaklıkta 10 dakika boyunca uygulanan flaş tavlama ısıl işlemleri sonrasındaki VSM eğrileri.

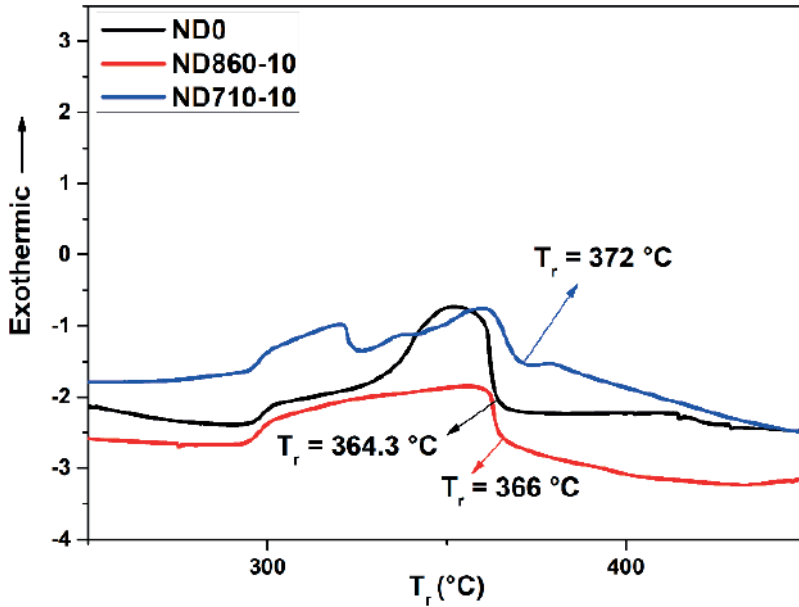
Ayrıca, NdFeB alaşımına dahil edilen atık mıknatısın içerdiği Dy ve Pr ağır nadir toprak elementleri (HREE)'nin, oluşturdukları  $(Nd, Dy, Pr)_2Fe_{14}B$  sert manyetik fazı içerisinde,  $\alpha$ -Fe fazı ile antiferromanyetik değişim eşleşmesi (exchange coupling) mekanizmasının da  $H_c$  ve  $(BH)_{\max}$ 'ı artırması beklenir [9]. Ancak burada, böyle bir durum gerçekleşmemiştir. Doym manyetizasyonunda meydana gelen hafif bir artış, uygulanan flaş tavlama

ısı işlemi sonucunda  $\alpha$ -Fe yumuşak manyetik fazın miktarında meydana gelen artışa atfedilir [23] ki bu da alaşımların XRD paternlerinden açıkça görülmektedir. Bilindiği gibi  $\alpha$ -Fe yumuşak manyetik fazı yumuşak manyetik bir fazdır ve NdFeB sert manyetik alaşımlarında mıknatıs özelliklerinin zarar görmesi sebep olmaktadır.



Şekil 3. Eriyik eğirme yöntemiyle üretilen NdFeB esaslı şerit alaşımların ısı işlem uygulanmamış ve 680 ve 710 °C sıcaklıkta 10 dakika boyunca uygulanan flaş tavlama ısı işlemi sonrasındaki VSM eğrilerinin ikinci çeyrek (second quadrant) kısımları.

Şekil 4'te, eriyik eğirme yöntemiyle üretilen, ısı işlem uygulanmamış ve 680 ve 710 °C ta 10 dakika boyunca flaş tavllanmış NdFeB esaslı alaşımların diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) analizinden elde edilen eğriler gösterilmektedir. Buradan her bir alaşıma ait kristalizasyon sıcaklık değerleri sırasıyla 364.3, 366 ve 372 °C olarak ölçülmüştür. Uygulanan ısı işlemle birlikte kristalizasyon sıcaklığı hafif bir şekilde artma eğiliminde olmuştur. Isı işlem uygulanan numunelerde ısı işlemin etkisi ile yarı amorf yapıda bir miktar kristalizasyon oluştuğu için kristalizasyon sıcaklıkları hafif bir şekilde artmıştır.



Şekil 4. Eriyik eđirme yöntemiyle üretilen NdFeB esaslı şerit alaşımların ısıl işlem uygulanmamış ve 680 ve 710 °C sıcaklıkta 10 dakika boyunca uygulanan flaş tavlama ısıl işlemi sonrasındaki DSC eğrileri.

#### 4. SONUÇLAR

Sonuç olarak, Eriyik eđirme yöntemiyle üretilen NdFeB esaslı şerit alaşımların manyetik özellikleri, ısıl işlem uygulanmamış ve 680 ve 710 °C'lik sıcaklıklarda 10 dakika boyunca ısıl işleme tabi tutulmuş durumda karşılaştırılmıştır. Alaşımların XRD paterni, yarı kristalin bir yapıyı göstermiştir. Uygulanan flaş tavlama ısıl işlemine bađlı olarak,  $\alpha$ -Fe yumuşak manyetik ve  $(Nd, Dy, Pr)_2Fe_{14}B$  sert manyetik kristalin fazlarda artış gözlenmiştir. Alaşımların kalıcı mıknatıslık özelliklerini belirleyen manyetik koerzivite ( $H_c$ ), manyetik remenans ( $B_r$ ) ve maksimum enerji ürünü  $((BH)_{max})$  özelliklerinde, uygulanan flaş tavlama ısıl işlemi ile birlikte düşüş meydana gelmiştir. Flaş tavlama ısıl işlemi ile birlikte özellikle  $(Nd, Dy, Pr)_2Fe_{14}B$  sert manyetik kristal fazının daha fazla ortaya çıkmaktadır. Fakat  $\alpha$ -Fe yumuşak manyetik faz ve  $(Nd, Dy, Pr)_2Fe_{14}B$  sert manyetik fazların kristal boyutlarındaki kabalaşma dolayısıyla kalıcı manyetik davranışı belirleyen deđişim eşleşmesi (exchange coupling) mekanizmasının istenen seviyede gerçekleşemediđi düşünölmektedir. Böylece kalıcı manyetik davranışı ortaya koyan  $H_c$ ,  $(BH)_{max}$  ve  $B_r$  gibi manyetik özelliklerin azalmasına yol açtığı düşünölmektedir. Flaş

tavlama ısıl işleminde artan sıcaklığa bağlı olarak B<sub>s</sub> de meydana gelen hafif bir artışın da  $\alpha$ -Fe yumuşak manyetik fazın miktarındaki artıştan kaynaklandığı sonucuna varılmıştır.

### **TEŞEKKÜR**

Bu çalışma, Sivas Bilim ve Teknoloji Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörü tarafından finanse edilmiştir (Proje No: 2020-TDP-Mühe-0001).



**KAYNAKLAR**

- [1] D.E. Cygan, M.J. McNallan, Corrosion of NdFeB permanent magnets in humid environments at temperatures up to 150°C, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 139 (1995) 131–138. [https://doi.org/10.1016/0304-8853\(95\)90037-3](https://doi.org/10.1016/0304-8853(95)90037-3).
- [2] D. Brown, B.M. Ma, Z. Chen, Developments in the processing and properties of NdFeb-type permanent magnets, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 248 (2002) 432–440. [https://doi.org/10.1016/S0304-8853\(02\)00334-7](https://doi.org/10.1016/S0304-8853(02)00334-7).
- [3] H. Nakamura, The current and future status of rare earth permanent magnets, *Scripta Materialia*. 154 (2018) 273–276. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2017.11.010>.
- [4] Z.Z. S. U. Rehman, Q. Jiang, L. He, M. Ghazanfar, W. Lei, X. Hu, S. U. Awan, A. Ma, Synthesis , microstructures , magnetic properties and thermal stabilities of isotropic alnico ribbons, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 466 (2018) 277–282. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2018.07.020>.
- [5] H. Zhao, H. Liu, J. Su, Influence of heat treatment on microstructures and properties of Nd8Fe78B6Co4 alloy, *Journal of Rare Earths*. 24 (2006) 379–381. [https://doi.org/10.1016/S1002-0721\(07\)60406-2](https://doi.org/10.1016/S1002-0721(07)60406-2).
- [6] J.W. Lyman,, G.R. Palmer, Recycling of Rare Earths and Iron from NdFeB Magnet Scrap, *High Temperature Materials and Processes*. 11 (1993) 175–188. <https://doi.org/10.1515/HTMP.1993.11.1-4.175>.
- [7] W. Fu, S. Guo, C. Lin, R. Chen, X. Liu, D. Lee, A. Yan, Effect of Rare-Earth Content on Coercivity and Temperature Stability of Sintered Nd-Fe-B Magnets Prepared by Dual-Alloy Method, *IEEE Transactions on Magnetics*. 49 (2013) 3258–3261. <https://doi.org/10.1109/TMAG.2013.2252156>.
- [8] S.J. Z. Haofeng, L. Hongmei, Influence of Heat Treatment on Microstructures and Properties of Nd8Fe78B6Co4 Alloy, *Journal of Rare Earths*. 2 (2006) 4–6.
- [9] M. Lv, T. Kong, W. Zhang, M. Zhu, H. Jin, W. Li, Y. Li, Progress on modification of microstructures and magnetic properties of Nd-Fe-B magnets by the grain boundary diffusion engineering, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 517 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2020.167278>.
- [10] B. Wei, G. Zhang, P. Song, D. Guo, Realizing texture in bulk nanocrystalline Nd-Fe-B magnet via high-stress low-temperature rapid deformation, *Journal of Rare Earths*. (2022). <https://doi.org/10.1016/j.jre.2022.04.010>.

- [11] M.F. Kılıçaslan, S.I. Elburni, B. Akgül, The Effects of Nb Addition on the Microstructure and Mechanical Properties of Melt Spun Al-7075 Alloy, *Advances in Materials Science*. 21 (2021) 16–25. <https://doi.org/10.2478/adms-2021-0008>.
- [12] M.F. Kılıçaslan, Y. Yılmaz, B. Akgül, Effects of Heat Treatment and on Magnetic Properties of NdFeB Based Permanent Magnet Alloys, *European Journal of Science and Technology*. (2022). <https://doi.org/10.31590/ejosat.1142054>.
- [13] M.F. Kılıçaslan, Y. Yılmaz, B. Akgül & H. Tiryaki, Effects of flash annealing and external magnetic field on magnetic properties of relatively high Nd content (37% by weight) NdFeB alloy, *J Mater Sci: Mater Electron*. 33 (2022) 22728–22735. <https://doi.org/10.1007/s10854-022-08992-2>
- [14] Y. Yang, A. Walton, R. Sheridan, K. Güth, R. Gauß, O. Gutfleisch, M. Buchert, B.-M. Steenari, T. Van Gerven, P.T. Jones, K. Binnemans, REE Recovery from End-of-Life NdFeB Permanent Magnet Scrap: A Critical Review, *Journal of Sustainable Metallurgy*. 3 (2017) 122–149. <https://doi.org/10.1007/s40831-016-0090-4>.
- [15] R. Schulze, M. Buchert, Estimates of global REE recycling potentials from NdFeB magnet material, *Resources, Conservation and Recycling*. 113 (2016) 12–27. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2016.05.004>.
- [16] A. Hosokawa, K. Takagi, T. Kuriwa, Y. Inoue, K. Ozaki, Severe plastic deformation of Nd-Fe-B nanocomposite magnets at room temperature, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 473 (2019) 51–60. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2018.10.032>.
- [17] Z.Y. Zhang, L.Z. Zhao, X.C. Zhong, D.L. Jiao, Z.W. Liu, Phase precipitation behavior of melt-spun ternary Ce 2 Fe 14 B alloy during rapid quenching and heat treatment, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 441 (2017) 429–435. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2017.06.028>.
- [18] Y. Lin, B. Wu, S. Li, S. Mao, X. Liu, Y. Zhang, L. Wang, The quantitative relationship between microstructure and mechanical property of a melt spun Al-Mg alloy, *Materials Science and Engineering A*. (2015). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.10.047>.
- [19] R.E. Simpson, P. Fons, A. V. Kolobov, T. Fukaya, M. Krbal, T. Yagi, J. Tominaga, Interfacial phase-change memory, *Nature Nanotechnology*. 6 (2011) 501–505. <https://doi.org/10.1038/nnano.2011.96>.
- [20] S. Caglar, M.F. Kılıçaslan, A. Atasoy, H. Tiryaki, M. Erkovan, S. Jik Hong, Effect of heat treatment on magnetic properties of nanocomposite Nd-lean Nd7Fe73B20 ribbons, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*. 32 (2021) 2338–2345. <https://doi.org/10.1007/s10854-020-04999-9>.

- [21] Z. Wang, H. Xu, J. Ni, Q. Li, B. Zhou, Effect of high magnetic field on the crystallization of Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B/ $\alpha$ -Fe nanocomposite magnets, *Rare Metals*. 25 (2006) 337–341. [https://doi.org/10.1016/S1001-0521\(06\)60064-8](https://doi.org/10.1016/S1001-0521(06)60064-8).
- [22] T. Schrefl, J. Fidler, H. Kronmüller, Remanence and coercivity in isotropic nanocrystalline permanent magnets, *Physical Review B*. 49 (1994) 6100–6110. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.49.6100>.
- [23] V. Swaminathan, P.K. Deheri, S.D. Bhame, R.V. Ramanujan, Novel microwave assisted chemical synthesis of Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B hard magnetic nanoparticles, *Nanoscale*. 5 (2013) 2718–2725. <https://doi.org/10.1039/c3nr33296a>.

# Design and Fabrication of Nonwoven Fabrics for Oil/Water Separation Applications

Gülçin Baysal<sup>1</sup>

## ABSTRACT

Considering that oil spills and oil-containing wastewater seriously damaged to marine life ecosystems, sustainable, environmentally friendly, and efficient oil/water separation technology has become an inevitable trend for environmental pollution prevention. Fabric materials are accepted in the class of environmentally friendly materials for water treatment processes due to their low cost and good degradability. fabrics with natural hydrophilic/oleophilic properties provide super-wettable surfaces in the separation of oil/water mixtures and complex emulsions consisting of different components. Among the fabric types, nonwoven fabrics form a basis to produce superhydrophobic nonwoven fabrics due to their short production processes, low costs, high mechanical properties, and three-dimensional porous structures. Superhydrophobic nonwoven fabrics are among the functional nonwovens researches due to their selective properties against water and oil, as well as their resistance to water and pollution, antibacterial activities, and self-cleaning properties. In this review, firstly the theories of wettability and separation mechanisms depending on specific wettability are explained, and the effects of nonwoven fabric structure on superhydrophobicity are presented. Subsequently, nonwoven-based functionalized surfaces for oil-water separation applications reported in the literature are explained in detail and lastly, in the conclusion section the challenges and expected future research directions are indicated. Considering the recent interest in studies in which nonwoven fabrics are used as a base surface and the increase in publications, it is thought that this review will benefit researchers as a guide that systematically presents the current situation to guide the development of functional structures that separate oil/water.

---

1 Eskişehir Technical University Rectorate İkı Eylül Campus, Tepebaşı 26555, Eskişehir, Turkey  
g\_baysal@eskisehir.edu.tr

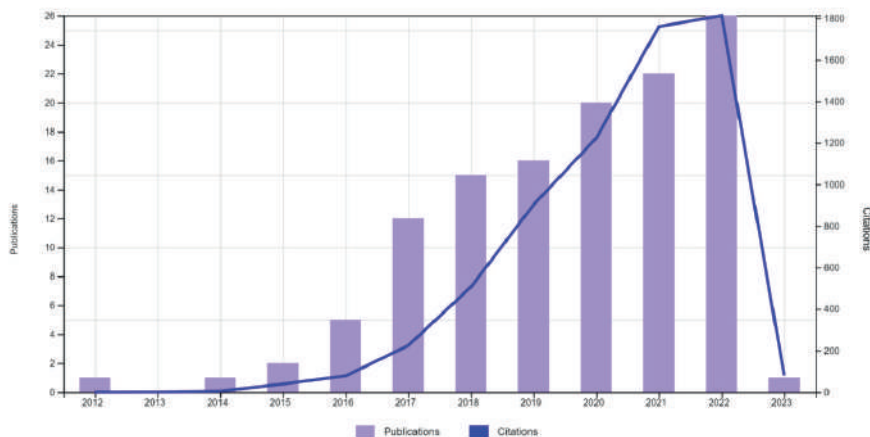
## 1. INTRODUCTION

In recent years, as the increase in oil production due to the rapid development of industries using oil resources and the accidents in the transportation process cause oil spills, and in addition, industrial wastewater poses threats to the ecosystem, all these situations threaten the sustainable development of humanity[1-10]. Oil spilled into the sea causes environmental and ecological damage by threatening marine life, biodiversity and affects human health due to decomposition of oil into harmful chemicals[11-14]. Accordingly, the selection of the method to be used to separate the oil from the water is very important. Various approaches have been developed and used for oil/water separation, such as gravity separation, in situ incineration, electrolysis, chemical dispersion flotation, and centrifugation. However, in general, disadvantages such as non-recyclability in general, high cost and environmental pollution, and low efficiency emerge with the use of these methods[10],[15]. Porous materials, which have recently been preferred in both commercial applications and research studies, are frequently used in the fields of self-cleaning, stain sensor, tissue scaffolds and oil/water separation<sup>16-20</sup>. For these reasons, there is a need for the development of sustainable, environmentally friendly, new materials that are efficient for water/oil separation. Especially in the last two decades, wettability materials with superhydrophobic (SHB) surface properties have been proposed as functional materials for the separation of oil/water mixtures and emulsions, and many scientific articles have been published in this context(Fig.1)<sup>15</sup>. There is a need for higher requirements on separation techniques for the purification of oils in emulsified form. Therefore, it is important to search for high-efficiency, low-cost and environmentally friendly separation techniques<sup>1</sup>. Particularly recently, the focus has been on bio-inspired SHB materials with high selectivity for oil separation from water<sup>16,17</sup>.

The functional surfaces of materials with high absorbency are expected to effectively filter oily wastewater<sup>16,17,21</sup>. SHB surfaces can be obtained by modifying the surface chemical composition and surface microstructure. Foams, polymeric membranes, sponges, metal nets, and woven/non-woven fabrics are the preferred SHB porous materials to be used for oil/water separation<sup>12,15,22</sup> and a schematic representation of the typical material used for oil/water separation was given in Fig.2. Among them, membrane separation is considered the most efficient base substrate based on its unique advantages such as environmentally friendly, energy saving, simple process, easy operation, and low maintenance cost<sup>4,23-25</sup>.

Fabrics, which are widely used as porous materials, have flexible, rough structure and hydrophilic/oleophilic properties. Therefore, these properties facilitate the creation of efficient wetting surfaces for the controlled and effective separation of complex emulsions consisting of oil/water mixtures and other different components. Differentiating from other porous materials with these properties, fabrics serve as promising efficient, environmentally friendly and comprehensive platforms for water treatment due to the many advantages they offer: (1) fabrics in woven structure improve mechanical properties; (2) fabric structures can offer micro/nano level roughness structure; (3) fabrics have a porous structure to facilitate the movement of liquids; and (4) and in terms of sustainability, the fabrics are degradable, accessible and inexpensive. On the other hand, fabrics show low resistance to heat, chemicals, and wrinkling. Because of these properties, fabrics present both opportunities and challenges, for the design and manufacture of superimpregnated fabrics in the preparation of oil/water separation systems<sup>1</sup>.

Showing hydrophobic and oleophilic properties as soft and porous materials, non-woven fabrics (NWFs) have become an economical and readily available material for oil separation from oil/water mixtures and emulsions<sup>26,27</sup>. NWFs are considered as random sheets/webs of fibers which can be composed of single or different fiber compositions produced by bonding or clamping fibers together by chemical, mechanical, thermal or solvent methods<sup>15</sup>. NWFs are widely used in industrial, agricultural, medical and decoration fields thanks to their environmental friendliness, highly flexible structures, affordable costs and low-density properties. In addition, NWFs have enough space to grow micro and nanostructures and contact water and oil drops from different angles, due to their irregular and multi-layered network structure<sup>28</sup>.



*Figure 1. Numbers of articles and citations of oil/water separation indexed in Web of Science by the title of “oil/water separation”.*

For these reasons, different approaches have been adopted for the design and fabrication of superwetting NWFs to achieve efficient oil/water separation performance<sup>15</sup> and in literature there are limited studies related to NWFs design for oil/water separation applications. Table 1 provides the materials and methods used to fabricate the superhydrophobic NWFs. The use of environmentally unfriendly chemicals and high costs in these complex and expensive manufacturing processes indicate that NWFs may not be practical for large-scale applications. For this reason, studies on the use of sustainable materials and low-cost production methods are being conducted. Hydrophobic and oleophilic NWFs have superior properties such as random three-dimensional networks of fibers forming the fabric structure, good wetting behavior and flexibility. However, the fibers in the structure of non-woven fabrics produced by conventional methods have smooth surfaces that result in low wettability and oil absorption. Therefore, the development of superior micro/nano fabric structures for oil/water separation has become a prominent issue in fibrous materials research. Since the surface roughness of the fibers is a determining feature of the wettability capacity of the materials, there are many studies in the literature about the topographic structure of the surface and the application of micro/nano fabrics. Inspired by porous materials found in nature, such as very fine-pored meteorites and micro-grooved cactus, fibers with a rough surface have recently been studied to further improve liquid wettability. It has been found that the nanopores formed on the surface of the fibers greatly increase

the fiber surface roughness, resulting in a superior level of oil adsorption efficiency<sup>26</sup>.

Within the scope of the studies carried out, important research data were obtained by combining the advantages of membrane separation and special superwetting fabrics for the central optimization experimental design. Fabrics with high separation capacity and SHB/ superoleophilic (SOL) and superhydrophilic (SHL)/superoleophobic (SOB) surface properties are designed by producing fabrics with micro/nano structure surface and adjusting the surface energy of these materials. Fabrics with SHB/SOL properties that separate oil from oil/water mixtures or emulsions are defined as “oil-removing” materials (Fig. 3)<sup>1,29</sup>. Fabrics with SHL/SOB properties on the surface are defined as “water-removing” materials. On the other hand, fabrics with SHL/underwater super oleophobic (SHL/UWSOB) and UWSOB/underoil super oleophobic (UWSOB/UOSHB) properties are also being developed. In particular, janus and smart fabrics have the potential to be used in the separation of oily wastewater and oil spills, as they have a switchable wettability and can reverse switch between the “oil-removing” and the “water-removing” state. Janus fabrics have asymmetrical wettability with unique unidirectional and non-uniform properties. They can exhibit self-cleaning, self-healing and photocatalytic properties with special applications, while providing a sustainable separation of heavy oil/water mixtures in smart fabrics<sup>30</sup>. In addition, some fabrication methods like sol-gel approach, chemical etching method, polymer grafting and plasma assisted vapor deposition are important to facilitate the development of superwetting fabrics<sup>1</sup>.

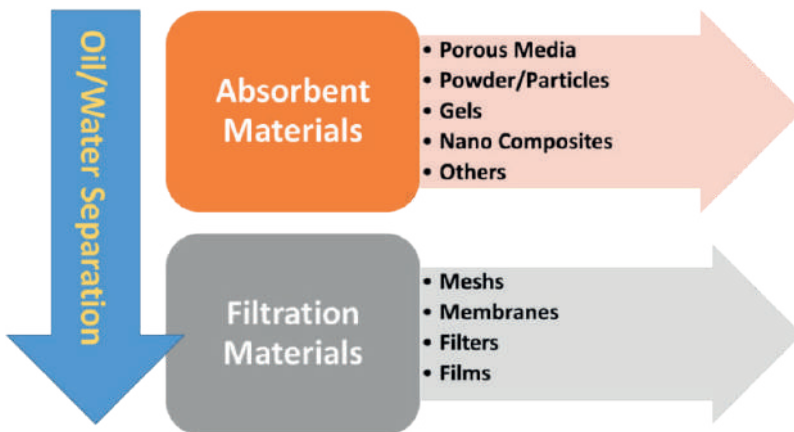
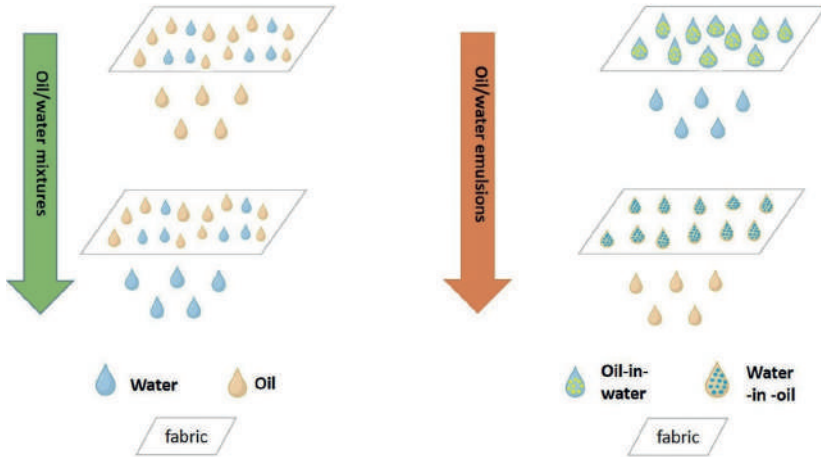


Figure 2. Schematic representation of the typical material used for oil/water separation<sup>31</sup>.



Although progress has been made in recent years with varying degrees of success, practical application of oil/water separation has limited the efficiency of the structure due to oil contamination on the membrane surface. Because of this problem, a membrane with a low probability of contamination is desired from the membrane to be used. In particular, the superwetting membrane with SOB and SHL properties exhibits high affinity and selectivity behavior. While the hydration layer formed on the SHL surface passes water, it prevents the passage of oil content. SHB, on the other hand, may cause the opposite effect of oil accumulation on the membrane surface and preventing the passage of water. For these reasons, superwetting materials separate oil/water mixtures more efficiently and separation problem with surface contamination problem may not arise. In this case, the SHL membrane surface structure is suitable for gravity-driven oil/water separation than SHB membrane<sup>32,33</sup>.

In a wettability-related approach, Tsuteja et al. described the operation of oil/water separation membranes with moisture sensitive surfaces using fluorodecyl polyhedral oligomeric silsesquioxane (F-POSS), which performs both SHL and SOB in air and underwater. This ‘water-removing’ material enables selective separation because the SOB surface structure allows only water to pass through in the mixture, so it is not affected by oil contamination and an interface is not formed that inhibits or slows the passage of water<sup>34</sup>. However, despite the design and development of water removing materials, the negative effects of fluorinated chemicals on the environment and complex synthesis steps limit their application areas and prevent their widespread use<sup>33</sup>. In recent studies, to overcome these problems, the structure of fish scales has been studied and other types of wettability surfaces that exhibit both SHL and UWSOB have been designed as water-removing, oil/water-separating materials<sup>35</sup>. These special surfaces do not create oil pollution and do not form a barrier to prevent water passage due to their UWSOB and SHL properties. However, although the use of these surfaces is advantageous, there are some difficulties because these surfaces are easily chemically attacked and degraded by aqueous environments with high or low pH in salty sea water as well as variable temperatures<sup>33</sup>.



*Figure 3. Schematic representation of SHB/SOL behavior for oil/water separation.*

Microfiltration and ultrafiltration membranes developed from polyethersulfone (PES), polypropylene (PP), polysulfone (PSF) and poly(vinylidene fluoride) (PVDF) materials for separation oil/water mixtures or emulsions have been extensively investigated for their superwettability surface behavior<sup>36</sup>. However, most membrane separation materials are complex, costly, unsustainable, petroleum-based, do not degrade and are difficult to recycle therefore leading to environmental pollution<sup>4</sup>. Generally, contaminated separation materials are directly disposed of or incinerated after use, causing secondary pollution to the environment. Therefore, it is very important to use environmentally friendly, sustainable green materials in the production of membranes used for oil/water separation<sup>37</sup>. For these reasons, it is very important to be able to produce membrane materials that are easy, low cost and environmentally safe<sup>4</sup>. In recent years, polylactic acid (PLA), which is obtained from plant sources such as corn and cassava, has been approved for use in human biomedical and pharmaceutical applications by the Food and Drug Administration as an environmentally friendly polyester material due to its biocompatibility, high mechanical properties, and compostable properties. In this direction, in recent years, researchers have studied the suitability of PLA fiber-containing NWFs produced from PLA polymer for oil/water separation applications<sup>36-38</sup>. PLA materials have a hydrophilic structure due to the ester group, hydroxyl group and carboxyl hydrophilic groups in their structures. Therefore, it is very difficult to create a superhydrophobic surface by modifying PLA-based materials. It has been reported that a superhydrophobic PLA surface is obtained for oil/water separation by using many methods such as three-dimensional (3D)

printing, layer-by-layer coating, electrospinning and phase separation<sup>38</sup>. However, a versatile and easy approach is still lacking, which can be seen as a systematic descriptive and technical basis for the preparation of PLA-based separation material exhibiting effective and efficient surface wettability and high mechanical stability for use in large-volume practical applications<sup>37</sup>.

In this review, it was focused on the recent trends on NWF designed for oil/water separation applications. Within this scope, firstly, the fundamental theory of wettability is discussed then, the effects of structure control, interface fabrication, and nonwoven's self-structure on superhydrophobicity are prospected. These were followed by recent studies in literature related to nonwoven-based functionalized surfaces for oil-water separation application.

## 2.MODELS OF WETTING BEHAVIOR

Surfaces with SHB properties are defined by their high water contact angles ( $WCA > 150^\circ$ )<sup>39</sup> and low roll-off water sliding angles ( $WSA < 10^\circ$ )<sup>15,24,39,40</sup>. The amount of oil in emulsions with high water content is more effectively separated by SHB and superoleophilic (SOL) surfaces that repel water and absorb oil content. In this context, methods such as chemical vapor deposition, dip coating, so-gel, spray coating and polymer grafting are used in the development of SHB and superoleophilic (SOL) surfaces. Surfaces with a water contact angle of less than  $90^\circ$  or nearly  $0^\circ$  are called superhydrophilic (SHL) and were first reported in 1995. As explained by Young's equation, the surface tension of these surfaces is higher than that of water. However, it is very difficult to develop super hydrophilic surfaces with this property, since there is no special material that has both a surface energy higher than water and lower than oil droplets. The structure of these special surfaces was solved by examining fish scales, which have the characteristics of SHL in air and SOB in water. Since the fish have a SHL interface, they show the feature of being hydrophobic under water. A three-phase oil/solid/water system Where  $\gamma_{WA}$ ,  $\gamma_{OA}$  and  $\gamma_{OW}$  explain the interface tension of water-air, oil-air, and oil-water while  $\theta_{WA}$ ,  $\theta_{OA}$ , and  $\theta_{OW}$  shows the water-air, oil in the air, and oil in water contact angles in Young's equation was used to explain underwater oleophobicity (Equation (1)). The other equation (2) is to explain the oil contact angle in air, and according to this equation, it states that hydrophilic surfaces in air can behave oleophobic in water, which can improve the increase in surface roughness. According to these explanations, the main parameters of underwater oleophobic surfaces are rough surface and chemically hydrophilic composition. Fig. 4 shows the schematic representation of hydrophilic and hydrophobic surfaces<sup>24</sup>.

$$\cos \theta_{OW} = Y_{OA} \cos \theta_{OA} - Y_{WA} \cos \theta_{WA} / Y_{OW} \quad (1)$$

$$\cos \theta_{OA} < (Y_{WA} / Y_{OA}) \cos \theta_{WA} \quad (2)$$

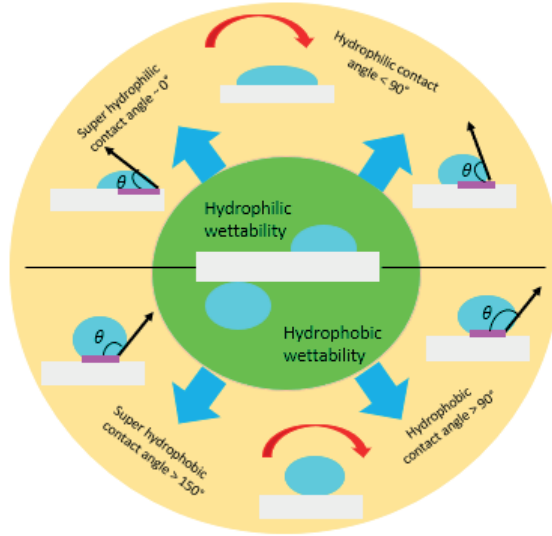


Fig. 4: Schematic illustration of superhydrophobic and superhydrophilic surfaces, adapted from Ali et al.,<sup>24</sup>.

Surface phenomena related to the wetting behavior of solid and liquid materials in each other are explained within the scope of surface chemistry. For example, these wetting behaviors are used to effectively separate hydrophobic and oleophilic (oil-loving), hydrophilic and oleophobic (water-loving) oil/water emulsions. In emulsions rich in water content, effective separation of water can be achieved by hydrophilic/oleophobic materials. In the membrane separation process, the materials that allow the oil to pass through by blocking the water are defined as hydrophobic/oleophilic, on the other hand, the materials that block the oil and allow the water to pass through are defined as hydrophilic/oleophobic. Therefore, efficient separation of oil/water emulsions can be achieved with smart surfaces and using special materials with high wetting performance. Due to these needs, material designs and productions with super-wetting properties are important in terms of achieving the desired efficiency in oil/water separation processes<sup>41</sup>. Accordingly, in this section, theories of wetting and mechanisms of oil/water separation based on special wettability were given. Wettability is a property of the surface that depends on both the chemical composition of the material and the surface morphology. The internal character of the

material is the chemical polar/nonpolar composition that determines the free energy of the surface. If the wetting surface is a rigid, chemically insoluble and non-reactive smooth solid surface, Young's equation (Equation (3)) is used to describe the typical wetting mechanism<sup>19</sup>.

$$\cos \theta_Y = \frac{\gamma_{SV} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LV}} \quad (3)$$

In this equation, surface tension or free energy determines the wetting behavior<sup>19</sup>. Briefly, Young's angle ( $\theta_Y$ ) is a result of the thermodynamic balance of free energy at the solid-liquid-vapor interface and is related to the interface energies between solid-vapor ( $\gamma_{SV}$ ), solid-liquid ( $\gamma_{SL}$ ) and liquid-vapor ( $\gamma_{LV}$ ) (Fig. 5a). In the past decades, researchers have focused on understanding of the "lotus effect" with their experimental and theoretical studies on superhydrophobic surfaces. Wenzel and Cassie models proposed in the 1840s are generally used to explain the relationship between surface roughness and contact angle<sup>27,42</sup>.

In the Wenzel model, it is stated that the increase in surface roughness increases the surface area of the solid material. In the case of Wenzel, the water forms a continuous contact with the solid surface it comes into contact with, and the contact angle changes depending on the surface roughness. Cassie Baxter model suggested that small air pockets form at the bottom of water droplets on rough surfaces, thus providing superhydrophobicity by forming a composite surface. In this case, it can be said that hydrophilic materials can exhibit hydrophobic behavior with appropriate roughness. According to both Wenzel and Cassie models, water droplets can form high contact angles on rough surfaces, but because the adhesion properties of water droplets are different, it determines the superhydrophobic properties of the surface together with its topographic feature and chemical component. At the same time, Cassie found that the porous material structure had an effect on the hydrophobicity, which in turn increased the porosity and thus the hydrophobicity<sup>27</sup>. In the Wenzel model, the liquid droplet completely fills the surface as in Fig. 5b and the associated Wenzel contact angle is explained by Equation (4)<sup>19</sup>. The "r" factor, which is the ratio of the actual surface area to the apparent area of the rough surface, is used to describe the wettability of a solid rough material surface.

$$\cos \theta_W = r \cos \theta_Y = r \frac{\gamma_{SV} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LV}} \quad (4)$$

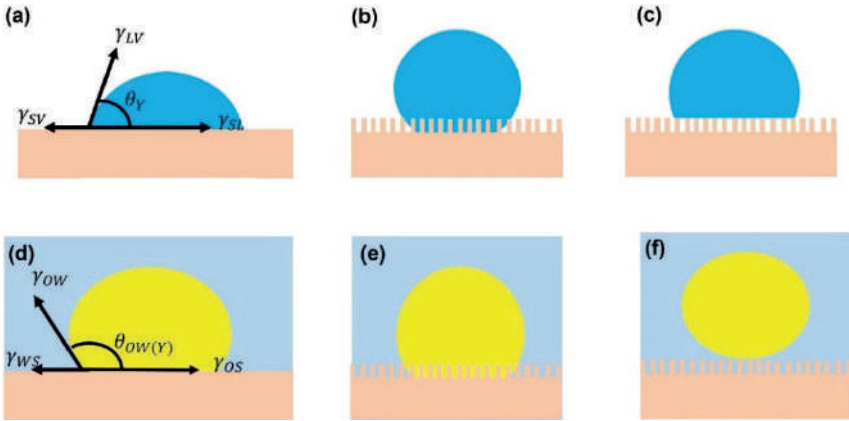
Hydrophobicity ( $\theta_Y > 90^\circ$ ) or hydrophilicity ( $\theta_Y < 90^\circ$ ) is related to the degree of surface roughness as specified in Equation (2). Increasing the surface roughness in this way leads to wetting and non-wetting conditions of the surface. When solid surfaces are rough and porous, the Wenzel model

was limited in explaining this, and the Cassie model was proposed, in which the heterogeneities of surface chemistry were explained. As shown in Fig. 5c, air pockets are assumed to form under the liquid droplet and the apparent contact angle is explained by Equation (5)<sup>19</sup>.

$$\cos \theta_C = -1 + f_S (\cos \theta_Y + 1) = -1 + f_S \left( r \frac{\gamma_{SV} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LV}} + 1 \right) \quad (5)$$

The  $f_S$  and  $f_V$  specified in Equation (5) represent the solid and vapor field ( $f_S + f_V = 1$ ). Also, the  $r$  factor, which is the degree of roughness of the solid surface areas in contact with the liquid, can be explained by giving Equation (6) to indicate the contact angle of the solid surface<sup>19</sup>.

$$\cos \theta_C = -1 + f_S (r \cos \theta_Y + 1) = -1 + f_S \left( r \frac{\gamma_{SV} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LV}} + 1 \right) \quad (6)$$



*Figure 5. Schematic representation of the wetting models for water droplets (a-c) and oil droplets (d-f) on solid surfaces, adapted from Lin et al, with permission from John Wiley and Sons Publishing Group<sup>19</sup>.*

## 2.1. Basic theories of oil–water separation

Superwetting surfaces have been developed in different combinations in air, under water and under oil such as SHB-SHL, SOL-SOB and SOL-SOB, respectively. Surfaces showing SHB and SHL properties according to the contact behavior of water droplets on solid surfaces correspond to oil-based SOL and UWSOL properties, respectively, and surfaces with these properties were used for the design of super-wetting membranes, which are aimed to use oil-water separation. Normally a SHL surface in air shows SOB surface behavior underwater. In addition, extended wettability under water or oil depends on the micro/nano scale structure and chemical composition of the surface. In particular, the different anti-wetting properties of oil droplets on

fish scales compared to water droplets led to research on UWSOB surfaces. surface<sup>19,27</sup>.

$$\cos\theta_{OS(Y)} = \frac{\gamma_{OV} \cos\theta_{OV} - \gamma_{WV} \cos\theta_{WV}}{\gamma_{OW}} \quad (7)$$

The underwater oil contact angle ( $\theta_{OW(Y)}$ ) in the Young's model is also related to the oil-vapor ( $\gamma_{OV}$ ), water-vapor ( $\gamma_{WV}$ ), and oil-water ( $\gamma_{OW}$ ) interfaces interfacial tension or energies.  $\theta_{OV}$  and  $\theta_{WV}$  represent the contact angles of oil and water droplets in the air, respectively. From Equation (7) subtract UWSOB ( $\theta_{OW(Y)} > 90^\circ$  or  $\cos\theta_{OW(Y)}\gamma_{OW} < 0$ ) in Equation (8).

$$\cos\theta_{OV} < \gamma_{WV} \cos\theta_{WV} \quad (8)$$

If rough solid or porous membrane surfaces with micro/nano-scale structural features are included in an oil-water-solid system, the modified Cassie state in Fig. 5e is obtained and this model is described by Equation (9).

$$\cos\theta_{OW(C)} = f\cos\theta_{OW(Y)} + f - 1 \quad (9)$$

Here, the underwater oil contact angle in the Cassie model is denoted by  $\theta_{OW(C)}$ , while  $f$  is the area fraction of the rough solid surface. Here, if the surface roughness  $f$  approaches 0,  $\theta_{OW(C)}$  will be closer to  $180^\circ$  (superoleophobicity), which is shown in Fig. 5f<sup>19</sup>.

## 2.2. Effects of nonwoven fabric structure on superhydrophobicity

In recent years, researchers have investigated the theory of superhydrophobic surfaces and carried out theoretical and experimental studies in this direction, and they have carried out the design, simulation, and fabrication of superhydrophobic nonwovens by adding superhydrophobic structures to nonwoven fabrics by chemical or physical processes. Compared to woven and knitted fabrics, non-woven fabrics are 3-dimensional structures due to their superior porosity of 90-95% and the positions of randomly placed fibers. This 3D structure not only keeps the air on the surface, but also stores the materials. Superhydrophobic fabric surfaces can be created by creating nanoscale holes and particles on the surfaces of the fibers that make up nonwoven fabrics. In this direction, researchers have carried out theoretical studies to examine the fabric structure by using different types of non-woven fabrics as base material. The structural design of these fabrics can be accomplished by introducing fiber fineness and micro-nano structure. It is known that fiber fineness affects the superhydrophobicity of nonwoven fabrics. Research results showed that fibers with smaller fiber fineness



produced higher apparent contact angle and thus superhydrophobic fabrics could be produced. On the other hand, with chemical applications, in recent years, many researchers have reported micro-nano hierarchical structure on the surface of nonwoven substrate to obtain superhydrophobic nonwoven fabrics by impregnation method, spraying method, layer-layer self-assembly and other methods <sup>27</sup>.

### 3. NONWOVEN-BASED FUNCTIONALIZED SURFACES FOR OIL-WATER SEPARATION APPLICATIONS

Non-woven fabrics are a kind of fabric consisting of regular or randomly arranged fibers with high porosity, excellent oil absorption performance. Superhydrophobic nonwovens find use in filtration, corrosion resistance, self-cleaning and oil/water separation systems. Non-woven fabrics have attracted attention in the development of oil/water separation filters, especially with their three-dimensional fiber structure. However, unmodified nonwoven fabrics do not show much selectivity in oil/water separation processes. Therefore, in order to improve the web/water selectivity of these fabrics, superhydrophobic structures have been placed on their surfaces and high oil/water selectivity surfaces with high repulsion against water have been developed to some extent. The structure of superhydrophobic fabrics must meet a combination of surface chemistry and surface roughness. Domestic and foreign researchers are working on combination of surface chemistry and surface roughness at the micro and/or nanoscale. The first is to replace the low surface energy material, and the other is to create a rough structure on the low surface energy surface. According to the Wenzel and Cassie Baxter model, the rougher a surface, the more effective superhydrophobic behavior. The preparation methods of these superhydrophobic fabrics include dip coating method, electrospinning method, deposition method, spraying method, sol-gel method, etc<sup>27,42</sup>.

An overview of nonwoven-based oil/water separation application is given in Table I, and several examples of their structures are displayed in the Fig. 6-7. There are limited studies conducted so far to design nonwoven-based functional surfaces for oil/water separation applications<sup>2,3,4,5,7,12,14-17,18-26</sup>. Post processing of functional superhydrophobic materials developed for effective oil/water separation is problematic as they are not biodegradable and easily contribute to secondary contamination. For example, in one study, Chen et al., developed an ecofriendly biodegradable superhydrophobic PLA nonwoven fabric using a one-step spraying method. The as-prepared PLA fabric showed superoleophilic and superhydrophobic surface behavior with water contact angle of  $161 \pm 2^\circ$  and an oil contact angle of  $0^\circ$  and



it was obtained efficient oil separation capacity (>97.5%) as well as high oil flux ranging from 2239 L·m<sup>-2</sup>·h<sup>-1</sup> to 59.713 L·m<sup>-2</sup>·h<sup>-1</sup>. In this study, an environmentally friendly method is proposed for the development of biodegradable separation materials<sup>38</sup>. In another study, Gu et al. reported a biodegradable PLA nonwoven fabric with rough and porous structure that can be used efficiently for oil/water separation (Fig. 6(I)). In this study, dopamine, a self-polymerizing biomimetic molecule in an alkaline environment, was first used as a modifying agent for the modification of PLA nonwoven fabric. Hydrophobic polystyrene (PS) microspheres and silica oxide (SiO<sub>2</sub>) nanoparticles were deposited on the polydopamine (PDA) modified PLA NWF surface to impart superoleophilic and superhydrophobic surface behavior for a gravity driven oil–water separation (Fig.6(II)). The modified PLA NWF exhibited a permeation flux of ≈6.000–12.000 Lm<sup>-2</sup>h<sup>-1</sup>. The SiO<sub>2</sub>/PS/PLA non-woven fabric prepared within the scope of the study both separated the oil/water mixtures efficiently and preserved its superhydrophobicity after friction and stretching tests, so it has been shown to be a suitable candidate for separation processes<sup>37</sup>.

Ong et al. used the block copolymer strategy to prepare nonwoven fabric and polyurethane sponge surfaces that exhibit super-oleophilic and super-oleophobic behavior in aqueous media, and for this purpose, a block copolymer containing pH-sensitive poly (2-vinyl-pyridine) and oleophilic/hydrophobic polydimethylsiloxane (i.e., P2VP-b-PDMS) blocks is preferred. The P2VP block provides controllable and modifiable access of oil by the oleophilic PDMS block by changing the wettability and conformation through protonation and deprotonation according to changing pH values in the aqueous medium, and this results in a smart surface with varying oil wettability behavior<sup>54</sup>. Zhu et al. modified PLA NWFs with stereocomplex crystals using the solvent-free phase separation method (Fig. 6(III)). The modified PLA NWFs showed inlet pressure of 11.78 kPa and were found to be suitable for separation of water/oil mixtures with separation efficiencies and permeability fluxes of ≈10<sup>4</sup> L m<sup>-2</sup> h<sup>-1</sup> and >97%, respectively<sup>43</sup>. In another study, NWF embedded with PLA microparticles was prepared by Yuan et al. using a multi-step procedure (Fig. 6(IV)), and fabrics modified by immersion in super hydrophobic polyester Triphasic solution for water/oil separation. The prepared NWF showed high permeability flux in the range of 20,000–30,000 Lm<sup>-2</sup>h<sup>-1</sup>, a water contact angle of 153°(Fig.6(V)), >97% separation efficiency, and poor inlet pressure of 0.216 kPa. Moreover, the fluxes of different organic solvents were also tested, which were distributed in the range from 17 to 27 m<sup>3</sup>m<sup>-2</sup>h<sup>-1</sup> <sup>4</sup>.

Abu-Thabit et al. presented a simple, efficient, fast and green two-step production method for preparing superhydrophobic/superoleophilic polyacrylonitrile (PAN) NWF for oil/water separation applications. In the first step, hydrophilic PAN NWF converted to the hydrophobic fabric structure by in situ deposition of iron hydroxide nanoparticles (NPs) on the fabric surface, then iron/palmitic acid micro/NPs were deposited on the surface to reduce the surface energy (Fig.6(VI)). The resulting PAN NWF showed good oil absorption capacity, high permeability flow and high separation efficiency. It also exhibited stable performance for 20 separation cycles and superhydrophobic behavior with WCA  $>150^\circ$  and WSA  $<5^\circ$  (Fig.6(VII))<sup>15</sup>. In another study, Zhang et al., developed groove-like PP/polyester (PP/PET) micro/nanofiber surface with a three-step tailored process of blending, drawing, and etching. Additionally, nonwovens including the groove-like fiber showed efficient oil wetting capability for separating oil and water mixtures and hydrophobic behavior with high water contact angles of  $150.45^\circ$  and a separation efficiency of 99% was obtained<sup>26</sup>. In another study, Yuan et al. used a thermally induced phase separation method to develop polyurethane (TPU) microspheres for use in superhydrophobic dip coating of nonwoven fabric for oil/water separation. The solution-coated nonwoven fabrics containing the microspheres showed superhydrophobicity with a water contact angle of  $153^\circ$ <sup>16</sup>. Superhydrophobic nonwoven fabric with hydrothermal and modification process was designed by Zhang et al. for oily wastewater treatment. The developed non-woven fabric provided a high separation efficiency of over 95.0%, showed effective performance after 10 cycles in strong acids and bases environments and retained its superhydrophobic properties throughout the entire pH range<sup>44</sup>. Zeng et al. proposed an easy and effective method for developing superhydrophobic and magnetic poly (lactic acid) (SMPLA) nonwoven fabric, consisting of three stages of preparation (Fig. 7(I)). First, polydopamine was formed on the fabric surface by dopamine polymerization, then iron oxide ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) particles were immobilized on the polydopamine to provide surface roughness and give the fabric a magnetic feature. In the last step, coating with poly (vinylidene fluoride-co-hexafluoropropylene) was applied to reduce the fabric surface energy. A water contact angle of  $151.7^\circ$  and oil-water separation efficiency reaching 99.5% were obtained in the resulting SMPLA fabric<sup>99.5%</sup><sup>45</sup>.

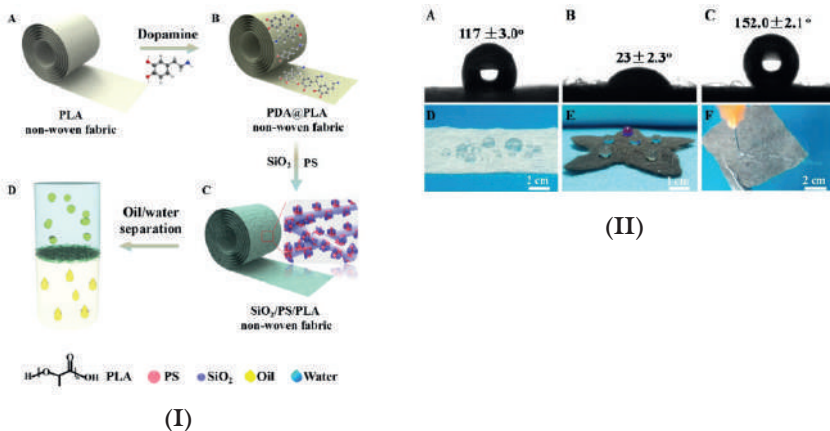
In another study, a nonwoven fabric produced from PP/low melting point polyester (LPET) fibers with hydrophilic-underwater superoleophobic behavior for oil/water separation was successfully produced by Sun et al. The fabrics were dip coated with poly(N-isopropylacrylamide) (PNIPAM) to

obtain hydrophilic-underwater superoleophobic property. Underwater super oleophobicity was achieved with a high oil contact angle of  $150^\circ$ , while the water contact angle of the PNIPAM coated fabric was between  $80^\circ$  and  $0^\circ$  (within 8 s). Moreover, modified nonwove fabrics showed high penetration flow ( $\sim 21850 \text{ Lm}^{-2}\text{h}^{-1}$ ) and high separation efficiency ( $\sim 99\%$ )<sup>46</sup>.

Ahmad et al. have produced hydrophilic chitosan-graphene oxide-modified sustainable non-woven fabric-based sieve membranes (NWF@Cs/Gx) and the performances of these fabrics have been studied in terms of protein rejection, antifouling and oil-water emulsion separation studies. The hydrophilicity of these membranes was investigated by examining water uptake studies, which shows water flow up to  $165 \text{ Lm}^{-2}\text{h}^{-1}$ . Separation of multigrade oil/water emulsions with fabrics produced was achieved with an efficiency of 98%, and these studies have shown that formulated membranes can find applications in the environment and petroleum-based industries<sup>47</sup>. A surface functionalization method for nonwoven fabrics with no selectivity of water/oil mixture reported by Xiong et al. Nonwoven fabrics membrane was produced via hydro-thermal growth of ZnO hierarchical nanorods on the ultrathin layer. The functionalized nonwoven membranes were obtained with both underwater oleophobicity and under oil hydrophobicity surface behavior. Nonwoven membranes efficiently separated water/oil mixtures and it was shown that these functionalized nonwoven membranes may find application against separation systems including complex components<sup>48</sup>. In another study, Brindha et al., reported the effects of needling density, blend proportion and fabric weight of nettle and polypropylene (PP) based nonwoven fabrics by using Box and Behnken experimental design to determine the performance of fabrics on diesel engine oil and crude oil sorption. From this study, it is concluded that nettle/PP (30/70) needle-ouchned nonwoven fabrics can be efficiently used for separation oil/water systems<sup>49</sup>. Sharma et al. investigated and reported the oil-water separation of diesel soot (Ds) coated nonwoven fabrics, as well as the adsorption of dyes, detergents, and pharmaceuticals. In this context, separation efficiency of over 95% was achieved with coated nonwoven fabrics, while it was found to be hydrophobic with a contact angle of  $140^\circ$  (Figure 7 (II))<sup>50</sup>.

In another study, Peng et al. developed a sandwich structured filter using non-woven fabrics for oil/water separation application. Spunbond-meltblown-spunbond (SMS) nonwoven fabric, which is coated using hydrophobic silica and fluorine resin, is used as the top layer of this structure. Citrate impregnated spunlaced viscose (VS) was used for the interface and spunbond PP nonwoven fabric was used for the lower surface. This three-layer laminated structure was strengthened in an ultrasonic

sealing machine and tested for oil-water separation. After 15 recycling of the prepared laminated three-layer nonwoven structure, the water contact angle decreased from  $150^\circ$  to  $135^\circ$ . Thanks to the SMS layer of the filter structure, a connection was ensured with the water in the mixture, a water channel was created on the substrate by gravity and capillary action, and new information was obtained on oil/water separation systems with this study<sup>51</sup>. PP non-woven fabric/ZIF-8 composite film was prepared by Yang et al. ZIF-8 is a metal organic framework (MOFs) formed by the complexing of zinc ions with imidazolium salts. In the PP nonwoven fabric/ZIF-8 composite film, the contact angle was obtained up to  $137.45^\circ$  when the ZIF-8 loading amount was  $0.85 \text{ g}\cdot\text{g}^{-1}$ . The gasoline adsorption capacity of the resulting composite was up to 3612% by mass and retained a high oil absorption capacity even after 43 reuses. In this study, it has been shown that a good recyclable oil/water separation material can be obtained with woven fabric/ZIF-8 composite film<sup>52</sup>. In another study, Pakdel et al. used carbon fiber waste to produce a functional nonwoven fabric for use in oil/water separation applications. Within the scope of this study, waste carbon fibers were formed into fabrics by carding and needling nonwoven production method, and surface modification was achieved by covering them with fluorine-free coatings containing polydimethylsiloxane (PDMS) and zeolite imidazole frame-8 (ZIF-8) particles. The resulting fabric was investigated for the absorption of organic solvents/oils and oil-water separation. The results showed that PDMS application initially increased the contact angle, but excessive coating application reduced the superhydrophobicity and absorbent capacity of the fabrics. The sample coated with PDMS/ZIF-8 exhibited superhydrophobicity with a water contact angle of  $153.5^\circ$ . This research presented a sustainable approach to the development of carbon fiber nonwoven fabric with oil-water separation capability from waste materials<sup>53</sup>.



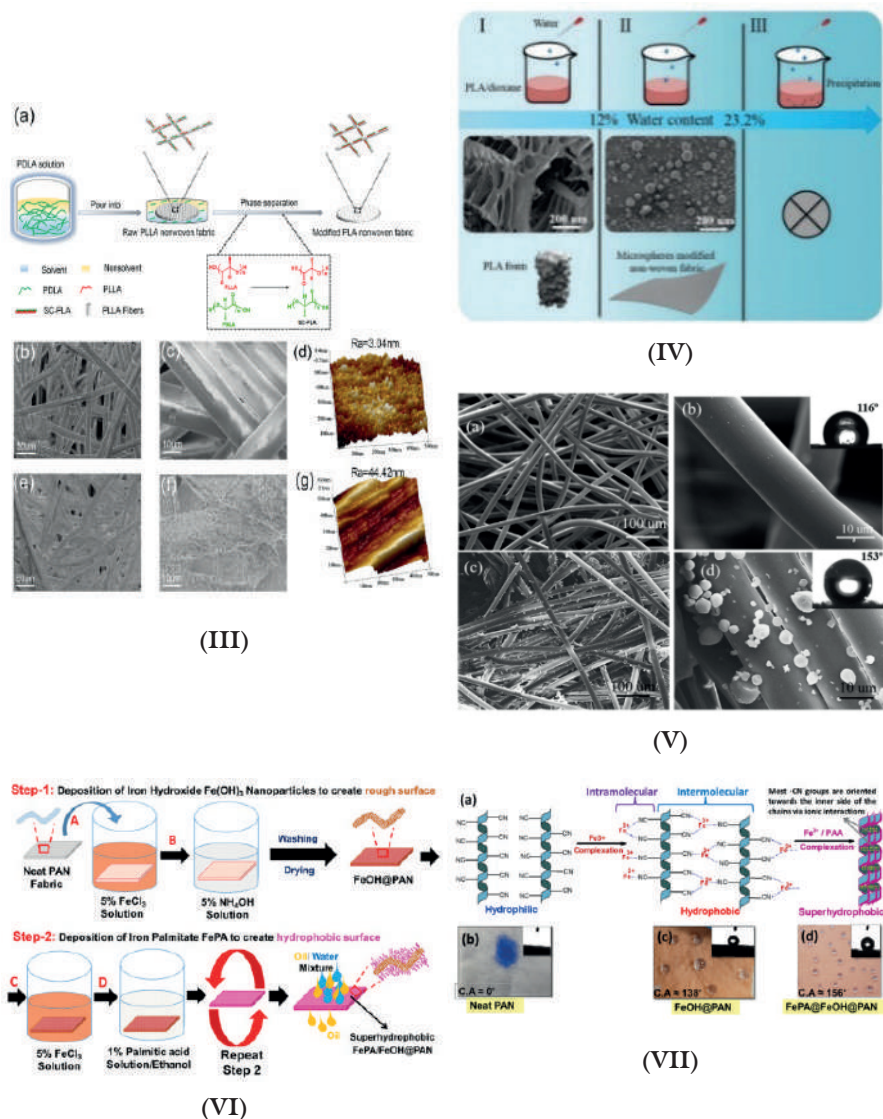
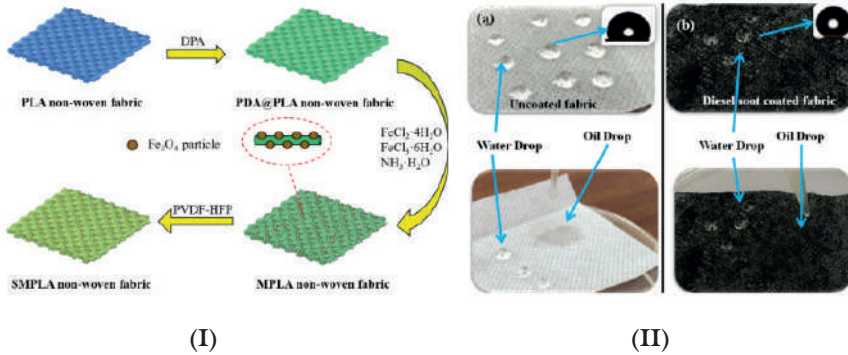


Figure 6. (I) Schematic illustration of the preparation of  $\text{SiO}_2/\text{PS}/\text{PLA}$  nonwoven fabric, (II): Water contact angles of (A) PLA nonwoven fabric, (B)  $\text{PDA}/\text{PLA}$  nonwoven fabric, and (C)  $\text{SiO}_2/\text{PS}/\text{PLA}$  nonwoven fabric. (D) A PLA nonwoven fabric with water droplets on the surface. (E)  $\text{SiO}_2/\text{PS}/\text{PLA}$  nonwoven fabric with water droplets on the surface (dyed with  $\text{KMnO}_4$ ,  $\text{CuSO}_4$  and  $\text{FeCl}_3$  respectively). (F) Image of a water column looks on the  $\text{SiO}_2/\text{PS}/\text{PLA}$  nonwoven fabric, adapted from Gu et al., with permission from ACS Publishing Group<sup>37</sup>. (III): (a) Image of PLLA nonwoven fabric with the SC crystal. ESEM and AFM images of the raw and modified PLLA nonwoven fabric (b–d) and (e–g), respectively adapted from Zhu et al., with permission from ACS Publishing Group<sup>43</sup>. (IV): Schematic figure of PLA with different water contents, (V): SEM images of (a, b) NWF and (c, d)  $\text{PLA}/\text{NWF}$  adapted from Yuan et al., with permission from John Wiley and Sons Publishing Group<sup>4</sup>. (VI): Schematic illustration for the fabrication of NWF, (VII): (a) Schematic illustration for the re-orientation of the PAN chains; (b–d) corresponding digital images for the neat and modified PAN fabrics and water contact angles, adapted from Thabit et al., with permission from ACS Publishing Group<sup>15</sup>.





*Figure 7. (I): Schematic fabrication image of SMPLA nonwoven fabric, adapted from Zeng et al., with permission from ACS Publishing Group<sup>45</sup>, (II): Hydrophobic and oleophilic nature of (a) uncoated, and (b) DS coated non-woven fabrics, adapted from Sharma et al., with permission from Springer Nature<sup>50</sup>*

#### 4. CONCLUSIONS AND FUTURE PERSPECTIVES

As a result of years of studies, researchers have created advanced functional fabrics that reveal the advantages and application potentials of textile surfaces. However, in recent years, although working on simple, environmentally friendly, highly efficient textile surfaces to achieve oil/water separation, many difficulties remain in practical applications. In the last decade, studies on superhydrophobic non-woven fabrics, especially developed using biomaterials, have increased. This review examines the latest developments in the application of superhydrophobic nonwoven fabrics. The preparation of these fabrics includes either a two-stage (to make hydrophobic after pre-etching) or a single-stage coating to hydrophobic fabrics. Among the production methods, dip coating and electrospinning method attract attention in terms of being easy and common. The common difficulty is the low interface strength between the coating material and the nonwovens. To obtain effective results, adding micro-nano particles, adjusting fiber morphology, and combining fibers of different fineness in fabric structure to achieve a greater WCA can lead to positive results. The in-situ growth of nanoparticles on the fiber surface is expected to be effective in obtaining superhydrophobic nonwovens in the future. In current studies, the interfacial strength between coating materials and non-woven fabrics is increased in two ways: 1) achieving high adhesion between non-woven fabrics and coating by using bio-environmentally friendly adhesives, 2) creating strong chemical bonds or cross-linked structures between fabric and coating. These methods will change the SHB structure of the fabric surface. Apart from

these, it is possible to obtain high strength superhydrophobic non-woven fabrics with the use of micro/nano fine fibers that exhibit hydrophobic behavior. In the current state of the research, polymers containing fluorine-silicone continue to be used for superhydrophobic behavior. However, these polymers are not economical and cause environmental pollution due to their toxic properties. Nowadays, inorganic nanoparticles, metal organic framework, two-dimensional carbon nanomaterials, etc. are used to modify fabric surfaces but the strength properties of these materials are low. Therefore, high performance superhydrophobic nonwoven fabrics with modified eco-friendly biomaterials will be one of the future development directions. Despite the limitations in their application, it is a fact that the development prospects of fabrics in the field of oil/water separation are bright and promising, and the trend in future work is expected to be to develop green and sustainable oil/water separation materials.

### **Funding**

The author(s) received no financial support for the research, authorship, and/or publication of this article.

### **Conflict of interest**

The author(s) declared no potential conflicts of interest with respect to the research, authorship, and/or publication of this article.

Table 1: Nonwoven Fabrics for Oil-Water Separation Applications.

Substrate	Materials	Fabrication Technologies	CA	SA	Separation type	Separation Efficiency	Separation Flux ( $L m^{-2} h^{-1}$ )	Feature	Refs.
Nonwoven Fabric	Iron palmitate complex nano/ microparticles	Via an in situ deposition	WCA: 150°	5°	Oil/water mixtures	99.9%	23,935 ± 380 and 20,900 ± 266	SHB	15
Nonwoven Fabric	PLA micro-particles-triphasic solution	Chemical bath deposition	WCA: 153°		Oil/water mixtures	97%	20,000–30,000	SHB	4
Nonwoven Fabric	(PP/PET) micro/nanofiber	A three-step tailored process	WCA: 150.45°	-	Oil/water mixtures	99%	-	SHB	26
Nonwoven Fabric	poly(2-vinylpyridine) and polydimethylsiloxane	Block copolymer grafting	WCA: 165.3°	-	Oil/water mixtures	-	-	SOL and SOB	35
Nonwoven Fabric	PS and SiO <sub>2</sub> nanoparticles	Chemical bath deposition	WCA: 152°	-	Oil/water mixtures	-	≈ 6000–12,000	SHB	37
Nonwoven Fabric	PLA particles and MWCNTs perfluorinated silane	One-step spraying method	WCA: 161 ± 2°	-	Oil/water mixtures	97.5%	2239-59.713	SHB/SOL	38
Nonwoven Fabric	Stereocomplex crystals	Non-solvent-induced phase separation	WCA: 130.8°	-	Oil/water mixtures	97%	≈ 10000	SHB/SOL	43
Nonwoven Fabric	Zinc acetate	Facile hydrothermal and modification process	WCA: 156°		Oil/water mixtures	95%	-	SHB	44
Nonwoven Fabric	polydopamine (PDA), iron oxide (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ) particles, poly(vinylidene fluoride-co-hexafluoropropylene)	In situ polymerization	WCA: 151.7°	-	Oil/water mixtures	99.5%	-	SHB	45



Nonwoven Fabric	poly(N-isopropylacrylamide) (PNIPAM)	Dip Coating	UOW: 150°	-	Oil/water mixtures	99%	≈21850	SHL/ UWSOB	46
Nonwoven Fabric based sieve membranes (NWF@Cs/Gx)	Chitosan-graphene oxide	Ultrasonication casting and phase inversion techniques	WCA: 30.31°	-	Oil/water emulsions	98%	≈ 165	SHL	47
Nonwoven Fabric	ZnO	Atomic layer deposition	WCA: 110°	-	Oil/water mixtures	97%	3300-6900	UWSOB/ UOSHB	48
Nonwoven Fabric	diesel soot (Ds)	Coating	WCA: 140°	-	Oil/water mixtures	95%	-	SHB	50
Nonwoven Fabric	silica and fluorine resin	Lamination	WCA: 150°	-	Oil/water mixtures	-	1465	SHB/SHL	51
Nonwoven Fabric	zeolite imid-azole framework	In situ grown method	WCA: 137.45°	-	Oil/water mixtures	-	-	SHB	52
Nonwoven Fabric	polydimethylsiloxane (PDMS) and zeolite imid-azole framework-8	Coating	WCA: 153.5°	--	Oil/water mixtures	97%	-	SHB	53
Nonwoven Fabric	Zeolectric imidazole frameworks, polylactic acid	In situ growth, spraying	WCA: 135°	20°	Organic solvents/water mixtures	99%	-	SHB	55
Nonwoven Fabric	Dopamine, polyethylenimine	Chemical bath deposition	UOW: 165°	UOW: 2.5°	Oil/water mixtures	99.2%	115000	SHL/ UWSOB, anti- corrosion	18
Nonwoven Fabric	N-Methyl pyrrolidone, formic acid, polyethylene glycol	Water vapour induced phase inversion	UOW: 160.7°	-	Oil/water emulsions	99.9%	478 000	SHL/ UWSOB	56

## References

1. Xiang B, Liu Q, Sun Q, et al. Recent advances in eco-friendly fabrics with special wettability for oil/water separation. *Chem Commun* 2022; 13413–13438.
2. Viju S, Rengasamy RS, Thilagavathi G, et al. Sustainable development of needle punched nonwoven fabrics from silk worm cocoon waste for oil spill removal. *J Nat Fibers* 2022; 19: 4082–4092.
3. Qiao Z, Wang Z, Zhang C, et al. Three-Dimensionally Printed Bioinspired Superhydrophobic PLA Membrane for Oil-Water Separation. *AIChE J* 2012; 59: 215–228.
4. Yuan H, Zhang M, Pan Y, et al. Microspheres Modified with Superhydrophobic Non-Woven Fabric with High-Efficiency Oil–Water Separation: Controlled Water Content in PLA Solution. *Macromol Mater Eng* 2022; 307: 2–6.
5. Maruthapandi M, Saravanan A, Manoj S, et al. Facile ultrasonic preparation of a polypyrrole membrane as an absorbent for efficient oil-water separation and as an antimicrobial agent. *Ultrason Sonochem* 2021; 78: 105746.
6. Zhao Y, Yang X, Yan L, et al. Biomimetic nanoparticle-engineered superwettable membranes for efficient oil/water separation. *J Memb Sci* 2021; 618: 118525.
7. Hu D, Li X, Li L, et al. Designing high-caliber nonwoven filter mats for coalescence filtration of oil/water emulsions. *Sep Purif Technol* 2015; 149: 65–73.
8. Zhao P, Qin N, Ren CL, et al. Polyamide 6.6 separates oil/water due to its dual underwater oleophobicity/underoil hydrophobicity: Role of 2D and 3D porous structures. *Appl Surf Sci* 2019; 466: 282–288.
9. Peng J, Deka BJ, Wu S, et al. Rational Design of PDA/P-PVDF@PP Janus Membrane with Asymmetric Wettability for Switchable Emulsion Separation. *Membranes (Basel)* 2022; 13: 14.
10. Ma W, Zhang Q, Hua D, et al. Electrospun fibers for oil-water separation. *RSC Adv* 2016; 6: 12868–12884.
11. Seddighi M, Hejazi SM. Water–oil separation performance of technical textiles used for marine pollution disasters. *Mar Pollut Bull* 2015; 96: 286–293.
12. Ren Y, Guo J, Lu Q, et al. Polypropylene Nonwoven Fabric@Poly(ionic liquid)s for Switchable Oil/Water Separation, Dye Absorption, and Antibacterial Applications. *ChemSusChem* 2018; 11: 1092–1098.
13. Li TF, Li S, Sun F, et al. pH-responsive nonwoven fabric with reversibly wettability for controllable oil-water separation and heavy metal removal. *Environ Res* 2022; 215: 114355.

14. Fan Q, Lu T, Deng Y, et al. Bio-based materials with special wettability for oil-water separation. *Sep Purif Technol* 2022; 297: 121445.
15. Abu-Thabit NY, Azad AK, Mezghani K, et al. Facile and Green Fabrication of Superhydrophobic Polyacrylonitrile Nonwoven Fabric with Iron Hydroxide Nanoparticles for Efficient Oil/Water Separation. *ACS Appl Polym Mater*. Epub ahead of print 2022. DOI: 10.1021/acsapm.2c01371.
16. Yuan H, Pan Y, Wang X, et al. Simple water tunable polyurethane microsphere for super-hydrophobic dip-coating and oil-water separation. *Polymer (Guildf)* 2020; 204: 122833.
17. Li TT, Li S, Sun F, et al. pH-responsive nonwoven fabric with reversibly wettability for controllable oil-water separation and heavy metal removal. *Environ Res* 2022; 215: 114355.
18. Liu R, Chen Q, Cao M, et al. Robust bio-inspired superhydrophilic and underwater superoleophobic membranes for simultaneously fast water and oil recovery. *J Memb Sci* 2021; 623: 119041.
19. Lin X, Hong J. Recent Advances in Robust Superwetable Membranes for Oil–Water Separation. *Adv Mater Interfaces* 2019; 6: 1–23.
20. Sun X, Xue B, Yang S, et al. Controllable surficial and internal hierarchical structures of porous poly (L-lactic acid) membranes for hydrophobicity and potential application in oil-water separation. *Surfaces and Interfaces* 2021; 24: 101147.
21. Gao S, Dong X, Huang J, et al. Co-solvent induced self-roughness superhydrophobic coatings with self-healing property for versatile oil-water separation. *Appl Surf Sci* 2018; 459: 512–519.
22. Zhao P, Qin N, Ren CL, et al. Surface modification of polyamide meshes and nonwoven fabrics by plasma etching and a PDA/cellulose coating for oil/water separation. *Appl Surf Sci* 2019; 481: 883–891.
23. Jin K, Zhao Y, Fan Z, et al. A facile and green route to fabricate fiber-reinforced membrane for removing oil from water and extracting water under slick oil. *J Hazard Mater* 2021; 416: 125697.
24. Ali N, Bilal M, Khan A, et al. Design, engineering and analytical perspectives of membrane materials with smart surfaces for efficient oil/water separation. *TrAC Trends Anal Chem* 2020; 127: 115902.
25. Rasouli S, Rezaei N, Hamed H, et al. Superhydrophobic and superoleophilic membranes for oil-water separation application: A comprehensive review. *Mater Des* 2021; 204: 109599.
26. Zhang H, Zhen Q, Cui JQ, et al. Groove-shaped polypropylene/polyester micro/nanofibrous nonwoven with enhanced oil wetting capability for high oil/water separation. *Polymer (Guildf)* 2020; 193: 122356.
27. Wang W, Feng L, Song B, et al. Fabrication and application of superhydrophobic nonwovens: a review. *Mater Today Chem* 2022; 26: 101227.

28. Diao Z, Wang L, Yu P, et al. Super-stable non-woven fabric-based membrane as a high-efficiency oil/water separator in full pH range. *RSC Adv* 2017; 7: 19764–19770.
29. Shami Z, Gharloghi A, Amininasab SM. Multifunctional pH-Switched Superwetting Copolymer Nanotextile: Surface Engineered toward on-Demand Light Oil-Water Separation on Superhydrophilic-Underwater Low-Adhesive Superoleophobic Nonwoven Mesh. *ACS Sustain Chem Eng* 2019; 7: 8917–8930.
30. Li J-J, Zhou Y-N, Luo Z-H. Polymeric materials with switchable superwettability for controllable oil/water separation: A comprehensive review. *Prog Polym Sci* 2018; 87: 1–33.
31. Gupta RK, Dunderdale GJ, England MW, et al. Oil/water separation techniques: A review of recent progresses and future directions. *J Mater Chem A* 2017; 5: 16025–16058.
32. Lv CJ, Hao B, Yasin A, et al. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-assisted preparation of superhydrophilic polyacrylonitrile fabric and its application for the separation of oil/water mixture. *Colloids Surfaces A Physicochem Eng Asp* 2022; 646: 129004.
33. Matsubayashi T, Tenjimbayashi M, Komine M, et al. Bioinspired Hydrogel-Coated Mesh with Superhydrophilicity and Underwater Superoleophobicity for Efficient and Ultrafast Oil/Water Separation in Harsh Environments. *Ind Eng Chem Res* 2017; 56: 7080–7085.
34. Kota AK, Kwon G, Choi W, et al. Hygro-responsive membranes for effective oil-water separation. *Nat Commun* 2012; 3: 1025–1028.
35. Zhang L, Zhang Z, Wang P. Smart surfaces with switchable superoleophilicity and superoleophobicity in aqueous media: Toward controllable oil/water separation. *NPG Asia Mater*; 4. Epub ahead of print 2012. DOI: 10.1038/am.2012.14.
36. Xiong Z, Lin H, Zhong Y, et al. Robust superhydrophilic polylactide (PLA) membranes with a TiO<sub>2</sub> nano-particle inlaid surface for oil/water separation. *J Mater Chem A* 2017; 5: 6538–6545.
37. Gu J, Xiao P, Chen P, et al. Functionalization of Biodegradable PLA Non-woven Fabric as Superoleophilic and Superhydrophobic Material for Efficient Oil Absorption and Oil/Water Separation. *ACS Appl Mater Interfaces* 2017; 9: 5968–5973.
38. Chen T, Guo J, Xu H, et al. One-step fabrication of biodegradable superhydrophobic PLA fabric for continuous oil/water separation. *Appl Surf Sci*; 576. Epub ahead of print 2022. DOI: 10.1016/j.apsusc.2021.151766.
39. Cheng QY, An XP, Li YD, et al. Sustainable and Biodegradable Superhydrophobic Coating from Epoxidized Soybean Oil and ZnO Nanopar-

- ticles on Cellulosic Substrates for Efficient Oil/Water Separation. *ACS Sustain Chem Eng* 2017; 5: 11440–11450.
40. Yang M, Jiang C, Liu W, et al. A water-rich system of constructing durable and fluorine-free superhydrophobic surfaces for oil/water separation. *Appl Surf Sci*; 507. Epub ahead of print 2020. DOI: 10.1016/j.apsusc.2019.145165.
  41. Sun F, Li TT, Zhang X, et al. Preparation and oil–water separation evaluations of polypropylene/low-melt-point polyester composites reinforced by thermal bonding and one-step solution immersion. *Polym Int* 2020; 69: 752–762.
  42. Zhang W, Liu N, Cao Y, et al. Superwetting Porous Materials for Wastewater Treatment: from Immiscible Oil/Water Mixture to Emulsion Separation. *Adv Mater Interfaces*; 4. Epub ahead of print 2017. DOI: 10.1002/admi.201700029.
  43. Zhu C, Jiang W, Hu J, et al. Polylactic Acid Nonwoven Fabric Surface Modified with Stereocomplex Crystals for Recyclable Use in Oil/Water Separation. *ACS Appl Polym Mater* 2020; 2: 2509–2516.
  44. Zhang Y, Wang X, Wang C, et al. Facile preparation of flexible and stable superhydrophobic non-woven fabric for efficient oily wastewater treatment. *Surf Coatings Technol* 2019; 357: 526–534.
  45. Zeng Q, Ma P, Su X, et al. Facile fabrication of superhydrophobic and magnetic poly(lactic acid) nonwoven fabric for oil-water separation. *Ind Eng Chem Res* 2020; 59: 9127–9135.
  46. Sun F, Li TT, Zhang X, et al. Facile fabrication of hydrophilic-underwater superoleophobic poly(N-isopropylacrylamide) coated PP/LPET nonwoven fabrics for highly efficient oil/water separation. *Prog Org Coatings* 2020; 148: 105780.
  47. Ahmad S, Siddiqi WA, Ahmad S. Facile hydrophilic chitosan and graphene oxide modified sustainable non-woven fabric composite sieve membranes (NWF@Cs/Gx): Antifouling, protein rejection, and oil-water emulsion separation studies. *Chem Eng Res Des* 2022; 181: 220–238.
  48. Xiong S, Kong L, Huang J, et al. Atomic-layer-deposition-enabled nonwoven membranes with hierarchical ZnO nanostructures for switchable water/oil separations. *J Memb Sci* 2015; 493: 478–485.
  49. Brindha R, Thilagavathi G, Viju S. Development of Nettle–Polypropylene-Blended Needle-Punched Nonwoven Fabrics for Oil Spill Cleanup Applications. *J Nat Fibers* 2020; 17: 1439–1453.
  50. Sharma M, Singh G, Vaish R. Diesel soot coated non-woven fabric for oil-water separation and adsorption applications. *Sci Rep* 2019; 9: 1–11.

51. Peng F, Ma W, Zhang Y, et al. Fabrication of laminated composite filter with nonwoven fabrics for oil/water separation. *J Text Inst.* Epub ahead of print 2022. DOI: 10.1080/00405000.2022.2086431.
52. Yang X, Li S, Yao Y, et al. Preparation and characterization of polypropylene non-woven fabric/ZIF-8 composite film for efficient oil/water separation. *Polym Test* 2021; 100: 107263.
53. Pakdel E, Wang J, Varley R, et al. Recycled carbon fiber nonwoven functionalized with fluorine-free superhydrophobic PDMS/ZIF-8 coating for efficient oil-water separation. *J Environ Chem Eng* 2021; 9: 106329.
54. Ong C, Shi Y, Chang J, et al. Polydopamine as a Versatile Adhesive Layer for Robust Fabrication of Smart Surface with Switchable Wettability for Effective Oil/Water Separation. *Ind Eng Chem Res* 2019; 58: 4838–4843.
55. Shen L, Wang X, Zhang Z, et al. Design and Fabrication of the Evolved Zeolitic Imidazolate Framework-Modified Polylactic Acid Nonwoven Fabric for Efficient Oil/Water Separation. *ACS Appl Mater Interfaces* 2021; 13: 14653–14661.
56. Jin K, Zhao Y, Fan Z, et al. A facile and green route to fabricate fiber-reinforced membrane for removing oil from water and extracting water under slick oil. *Journal of Hazardous Materials*; 416. Epub ahead of print 2021. DOI: 10.1016/j.jhazmat.2021.125697.



# Effect of Sodium Alginate Coating Enriched With Stevia Rebaudiana on Quality of Fresh-Cut Apples

Şeyda Öztürk<sup>1</sup>

Aslıhan Demirdöven<sup>2</sup>

## Abstract

This study focused on determining the quality changes of fresh-cut apples coated with sodium alginate (SA) edible film and stevia combinations under modified atmosphere packaging (MAP) conditions. Cube-shaped pieces of apples were separated into three main groups: control (C, without coating), SA, and a combination of SA + stevia (SAS), and stored under passive-MAP (polypropylene-PP, 30  $\mu\text{m}$ ) conditions at  $1 \pm 2$  °C for 3 days, and the effects of the film coatings on some quality properties of the apples were investigated. For this purpose, the polyphenol oxidase (PPO) activity and microbiological (total psychrophilic aerobic bacteria (TPAB), total mesophilic aerobic bacteria, and total yeast-mold capacity), total phenolic content (TPC), total antioxidant capacity (TAC),  $\text{O}_2\%$ – $\text{CO}_2\%$ , and pH analyses were performed. As a result, it was determined that the stevia was effective in restricting enzyme activity and increasing the TPC and TAC. In addition, it was determined that the number of TPAB was  $<2$  log cfu/g.

## 1. Introduction

Sodium alginate (SA), a polysaccharide, has begun to be evaluated in many areas, particularly in the food, pharmaceutical, and cosmetic industries because of its appropriate colloidal characteristics and adequacy to supply intense gels in aqueous solutions [1]. SA is also capable of forming a strong molecular chain and a good film [2]. Therefore, it can be used as an edible

1 Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Zile Meslek Yüksekokulu, ORCID: 0000-0001-7183-2478, drrseydaozturk@gmail.com

2 Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi, ORCID: 0000-0003-1246-9132, aslihan.demirdoven@gop.edu.tr



film or as an encapsulation agent to limit the dehydration of meat, fish, and fruit [3]. On the other hand, because it is non-toxic, biodegradable, biocompatible, and low-cost, it is seen as an important component in the production of edible film [4].

SA-based edible films improve the tissue, reduce water loss, and maintain physicochemical, microbiological, and antioxidant features in melon, papaya, and minimal processed apples [5,6,7]. SA-based films may also be a carrier of various additives, such as antioxidants, antimicrobials, and colorants [8].

Stevia extracts originating from South American have been used as a calorie-free, natural sweetener for many years in Japan, China, Korea, and Brazil [9]. Moreover, it was stated in the literature that stevia has antimicrobial and antioxidant properties, as Stevia contains a high amount of phenolic substances, vitamin C, carotenoids, and chlorophyll [10].

In this study, it was aimed to evaluate the changes in the enzyme polyphenol oxidase (PPO) activity and antioxidant properties, such as the total phenolic content (TPC) and 2,2'-azinobis-(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid (ABTS) radical cation and microbiological quality of fresh-cut apples coated with SA edible film enriched with stevia (SAS) under passive-modified atmosphere packaging (MAP) storage at 1 °C for 3 days.

## **2. Material and methods**

### **2.1. Material**

Medium viscosity SA (2000 cP, 2%, Sigma, Germany), glycerol (Sigma, Germany), ascorbic acid (1.65 g/cm<sup>3</sup>, Tito, China), and dried stevia leaves, which were provided by a regional dealer (Tokat, Turkey), were used as the formulation materials. The packaging material used for the MAP was polypropylene (PP-30 μm). The film-applied apples (*Malus domestica*) were of the Amasya variety (Tokat, Turkey). The Amasya variety apple is the most important local apple cultivar in Turkey, and has high economic value.

### **2.2. Preparation of sodium alginate and sodium alginate-stevia film**

For the production of the SA film, 1.25% (w/v) SA was dissolved in 45 °C of pure water. As a plasticizer, 10% (v/v) glycerol was used, and as antioxidant agent, 2% ascorbic acid was added to it. The formulation was mixed for 1 h at 45 °C and placed in an ultrasonic bath (Elmasonic S 100 (H), Elma, Germany), and then subjected to degassing for 30 min. For the production of the film in the SAS group, the concentration was added to the SA film formulation until reaching a volume of 2.5%. The extract was

obtained by adding 100 mL of distilled water at 100 °C to the dry leaves of 8.33 g of *Stevia rebaudiana* and maintaining it there for 30 min. This ratio was chosen according to that in previous studies [11].

### 2.3. Coating and packaging

Before processing, the apples were cleaned with tap water, dried, and cut into cube-shaped pieces with a laboratory knife ( $1.8 \times 1.8 \times 1.8$  cm<sup>3</sup>). Then, the apples were quickly dipped into the film formulation without enzymatic browning for 30 min. The apple pieces were removed from the film, kept on perforated plates for 20 min, and then dried for 120 min in a drying oven (Memmert 100-800, Schwabach, Germany) at room temperature. Then, to ensure passive MAP conditions, the uncoated and coated samples were sealed via heat sealing (Packtech, impulse sealer FS 400 for PP/PE) by cutting them into appropriate sizes ( $20 \times 30$  cm<sup>2</sup>), placing them into the packing material (PP), and storing them (Capri, CSS 501, 138 m<sup>3</sup>  $\pm$  2, Turkey) under passive MAP conditions (gas composition beginning at: 21% O<sub>2</sub>, 0.03% CO<sub>2</sub>, etc.) at  $1 \pm 1$  °C and at 80%–90% relative humidity for 3 days. The analyses were carried out every 24 h.

### 2.4. Analysis methods

#### 2.4.1. PPO activity

For the PPO activity, all of the samples were stocked at  $-80$  °C until analysis. The apple samples (5 g) and cold distilled water (5 mL) were homogenized using ultraturax (IKA T18 Basic, Germany) for 1 min, and then the samples were centrifuged at 6000 rpm for 30 min at 4 °C (Hettich EBA 21, Germany). After centrifugation, the clear portion in the tubes was analyzed by filtration with double coarse filter paper. Activity measurement was performed using a spectrophotometer (PG T80 + UK) in 2.6-mL tubs, at a wavelength of 420 nm. For the substrate solution, 0.5 M of catechol solution was used as the model substrate. Next, 2000  $\mu$ L of distilled water and 500  $\mu$ L of substrate solutions were added into the cuvette (3 mL) in the blank preparation stage. For the sample measurement, 2000  $\mu$ L of distilled water, 100  $\mu$ L of substrate solution, and 500  $\mu$ L of raw extract solution were added to another cuvette and the absorbance was measured at 420 nm. During the measurements (3 min), the absorbance values were recorded every 30 s. The 0.001 units of change that occurred in the absorbance per 1 mL of enzyme solution in 1 min was used as the activity unit [12].

### **2.4.2. Total phenolic content and total antioxidant capacity**

The samples (20 g) were crumbled homogeneously in ultraturax and then mixed with methanol (20 mL, 70%). After this step, the samples were placed in an ultrasonic bath for 2 h and strained through filter paper. The prepared extract was used for the TAC and TPC analyses. The phenolic substance content analysis of the apples was conducted according to the spectrophotometric method defined by Franke et al. [13]. The TAC values were determined according to the spectrophotometric method that was presented by Re et al. [14]. The dilutions were considered for both analyses. Detailed information about the analysis procedures were provided by Karagöz and Demirdöven [15].

### **2.4.3. O<sub>2</sub>%–CO<sub>2</sub>% and pH value**

The O<sub>2</sub> and CO<sub>2</sub> percentage of packages were measured using a Gaspace 2 (England) gas analyzer [16]. The pH values were measured via a pH-meter (WTW Inolab pH Level-1, Germany) [17].

### **2.4.4. Microbial load**

The sample (10 g) and peptone (Biomark, India) water (90 mL) were placed in a stomacher (IUL 707/470 Instruments, Spain), in a sterile stomacher bag. Then, the sample-peptone water mixture was homogenized at 200 rpm for 60 s (10–1). Decimal dilutions of peptone water (0.1%) were prepared from the obtained homogenate. The prepared dilutions were cultured using the plate spread method on petri dishes that contained plate count agar (PCA, Orgamik, OM-HB250) to determine the total mesophilic aerobic bacteria (TMAB) and total psychrophilic aerobic bacteria (TPAB), and on petri dishes that contained potato dextrose agar (PDA, Orgamik, OM-HB265) to determine the total yeast-mold (TYM), and then incubated (TMAB; 2 days at 35 ± 2 °C, TPAB; 10 days at 6 ± 2 °C, TYM; 5 days at 25 ± 2 °C, Binder, BD23, Germany). At the end of the incubation, the results were stated as log cfu/g [18]-20].

### **2.4.5. Statistical analysis**

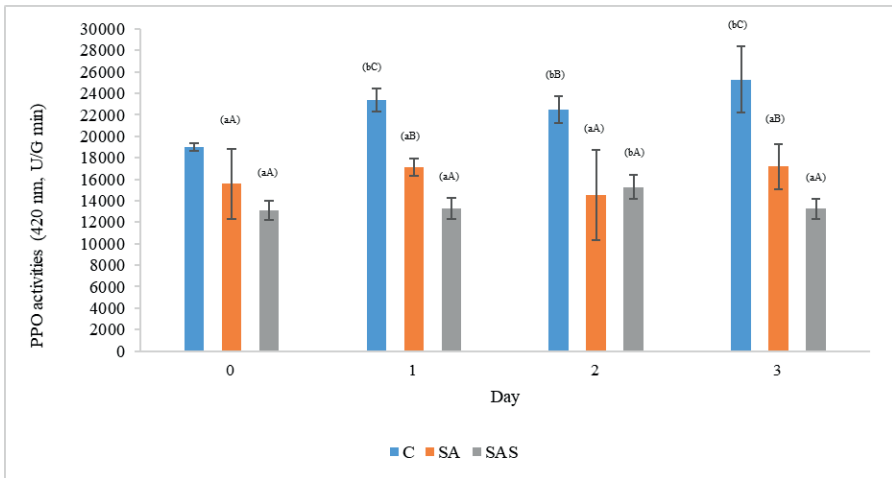
One-way ANOVA was applied to determine the differences between the samples and the effects of the storage time. SPSS Statistics for Windows 16.0 (SPSS Inc., Chicago, IL, USA) was used for the statistical analyses. Data were evaluated using the Tukey multiple comparison test.  $p < 0.05$  was accepted as statistically significant [21].

### 3. Results and discussion

#### 3.1. PPO activity

The PPO activity results for the C, SA, and SAS samples are given in Figure 1. The data from the beginning and the end of the storage were 19.032 and 25.272 U/g min for the C samples; 15.600 and 17.192 U/g min for the SA samples; and 13.104 and 13.260 U/g min for the SAS samples, respectively. Considering the data during storage, the SA and SAS samples had lower enzyme activity ( $p \leq 0.05$ ). In other words, the film coating suppressed the enzyme activity. This was thought to be due to the ascorbic acid, an antioxidant agent that was added to the film, and/or the film acting as an oxygen barrier.

In fruits and vegetables, browning occurs via mechanical damage, such as impact, cutting, peeling, and slicing. This reaction, called enzymatic browning, is mainly due to the relationship between phenols and PPO in the presence of oxygen, and is closely related to their concentration [22]. Olivas et al. [5] stated that the browning of apple slices was delayed by alginate coating and explained this protective effect by the presence of calcium chloride in some cases, which is defined as anti-browning agents and the coatings acting as a barrier against oxygen.



$n = 4$ , ( $\pm$  standard deviation),  $n, b \leq 0.05$  represents the differences in the samples between the storage days;  $A, B, C \leq 0.05$  represents the differences between the samples on the same storage day.

*Figure 1. PPO enzyme activity values of the coated (SA and SAS) and uncoated (C) fresh-cut apples*

When the effect of the storage time on samples was examined, there were no statistical differences between the SA and SAS samples ( $p > 0.05$ ). However, the PPO activity of the control sample increased significantly during the storage period ( $p \leq 0.05$ ). Rojas-Graü et al. [23] and Oms-Oliu et al. [6] also made similar statements. They stated that alginate film coatings containing N-acetylcysteine and calcium chloride protected pear slices for 14 days and apple slices for 23 days in storage without enzymatic browning. Hui-Min et al. [24] mentioned that three types of edible coatings (carrageenan, carboxymethylcellulose, and SA) and their combinations prevented PPO activity in fresh peaches stored at 5 °C and reduced the degree of enzymatic browning.

Ascorbic acid is an important antioxidant that is used in the food industry, which can be categorized as primary (chain-breaking) antioxidants and secondary (inhibitor) antioxidants. The primary antioxidants react with peroxy radicals to prevent them from reacting with unsaturated lipid molecules. The secondary antioxidants delay the chain initiator reactions, and the effect is the binding of metal ions, oxygen capture, ultraviolet absorption, and inactivation of singlet oxygen. The secondary antioxidants have been reported as antioxidant synergists. Therefore, tocopherols (primary antioxidants), phospholipids (proton donors), ascorbic acid (oxygen traps), and flavonoids (primary antioxidants and metal chelates) are combined to provide a stronger protection [25]. However, the usage of ascorbic acid in this study may have had a synergistic effect by the presence of increased phenolic substances with stevia. It was also reported that stevia contains antioxidant and antimicrobial compounds, such as phenolics, vitamin C, carotenoids, and chlorophylls [10]. According to this study, it was observed that the films with the stevia extract decreased the enzymatic activity ( $p \leq 0.05$ ). This may have been due to the antioxidant agents (phenolics) contained in the stevia, and the synergistic effect of the phenolics in stevia with the ascorbic acid.

### **3.2. Total phenolic substance**

The TPC decreased in the C, SA, and SAS samples during storage ( $p \leq 0.05$ ) because these compounds were exposed to oxygen and light as a result of cutting, and the polyphenolic enzyme activity, such as PPO, caused destruction [8]. In addition, this effect has also been seen in other studies using apples as material [26].

Generally, the phenolic content of the coated samples was higher than that in the C samples ( $p \leq 0.05$ ). In a study on the effect of SA coating, it was

found that coated cherries exhibited higher TPC and TAC when compared to the uncoated samples [27]. Furthermore Rössle et al. [8] stated that the coating of apple slices with alginate generally provided better protection of polyphenolic compounds.

*Table 1. Total phenolic substance and antioxidant capacity values of the coated (SA and SAS) and uncoated (C) fresh-cut apples*

Samples	Total phenolic substance (GA mg/L)				Antioxidant capacity ( $\mu\text{mol TE/g}$ )			
	Storage time (day)				Storage time (day)			
	0	1	2	3	0	1	2	3
C	689.50 $\pm$ 50 <sup>aA</sup>	675.22 $\pm$ 76 <sup>aA</sup>	618.66 $\pm$ 64 <sup>aA</sup>	641.16 $\pm$ 103 <sup>aA</sup>	3.9201 $\pm$ 0.2 <sup>bA</sup>	3.5468 $\pm$ 0.2 <sup>abA</sup>	2.8134 $\pm$ 0.7 <sup>aA</sup>	3.1169 $\pm$ 0.2 <sup>abA</sup>
SA	2126.16 $\pm$ 255 <sup>cB</sup>	1522 $\pm$ 122 <sup>abB</sup>	12017 $\pm$ 285 <sup>aB</sup>	1678.66 $\pm$ 50 <sup>bcB</sup>	28.9909 $\pm$ 1.5 <sup>bB</sup>	17.3018 $\pm$ 3.5 <sup>abB</sup>	16.7734 $\pm$ 7 <sup>aB</sup>	14.2508 $\pm$ 2.9 <sup>abB</sup>
SAS	2544 $\pm$ 67 <sup>bC</sup>	2702 $\pm$ 254 <sup>bC</sup>	2209 $\pm$ 35 <sup>aC</sup>	2023 $\pm$ 102 <sup>aC</sup>	36.1588 $\pm$ 4.5 <sup>bC</sup>	24.8842 $\pm$ 7.5 <sup>abB</sup>	21.8409 $\pm$ 5 <sup>abB</sup>	19.1615 $\pm$ 6.7 <sup>abB</sup>

$n = 4$ , ( $\pm$  standard deviation), <sup>a, b</sup>  $\leq 0.05$  represents the differences in the same column, <sup>A, B, C</sup>  $\leq 0.05$ , respectively, on the same line.

During storage, the highest TPC (Table 1) was evaluated in the SAS samples ( $p \leq 0.05$ ) because of the high phenolic content of stevia. However, the TPC values of the C, SA, and SAS samples at the beginning and at the end of storage were 689.50 and 641.16, 2126.16 and 1678.66, and 2544.67 and 2023.102 GA mg/L, respectively. The results showed that the film coating had a positive effect on the TPC ( $p \leq 0.05$ ). In the literature, Oms-Oliu et al. [6] and Rössle et al. [8] stated that the addition of anti-browning agents to alginate-based coatings preserved the TPC and TAC better than in uncoated pears. Additionally, edible alginate coatings have been shown to have a positive impact in obtaining higher concentrations of total phenolics and antioxidant activity in control group cherries due to excessive maturation and aging processes [27].

### 3.3. Total antioxidant capacity

At the end of the storage, a decrease was observed in the TAC of the SA and SAS samples ( $p \leq 0.05$ ) (Table 1). The coated samples (SA and SAS) had a high TAC when compared to the C samples and the difference between them was statistically significant ( $p \leq 0.05$ ). This result was thought to be due to the addition of ascorbic acid. Similarly, Robles-Sánchez et al. [28]

stated that the rate of TAC of fresh cut mangoes coated with 2% alginate + 1% ascorbic acid was significantly higher than in the control mangos or those coated with only 2% alginate. They attributed these differences to the antioxidant properties of ascorbic acid. In another study, however, it was reported that antioxidant activity was high and did not change significantly during the experiments [29].

The storage-end TAC values of the C, SA, and SAS samples were 3.1169, 14.2508, and 19.1615 mM TE/g, respectively. According to these results, the coating increased the TAC ( $p < 0.05$ ). Moreira et al. [30] added apple fiber and inulin to polysaccharide-based (alginate, pectin, and gellan gum) edible coating formulations (with the addition of ascorbic acid) and evaluated the effects of fresh apples on the quality characteristics and noted that a notable increase was seen in the antioxidant activity of the fresh apples immediately after the coating process.

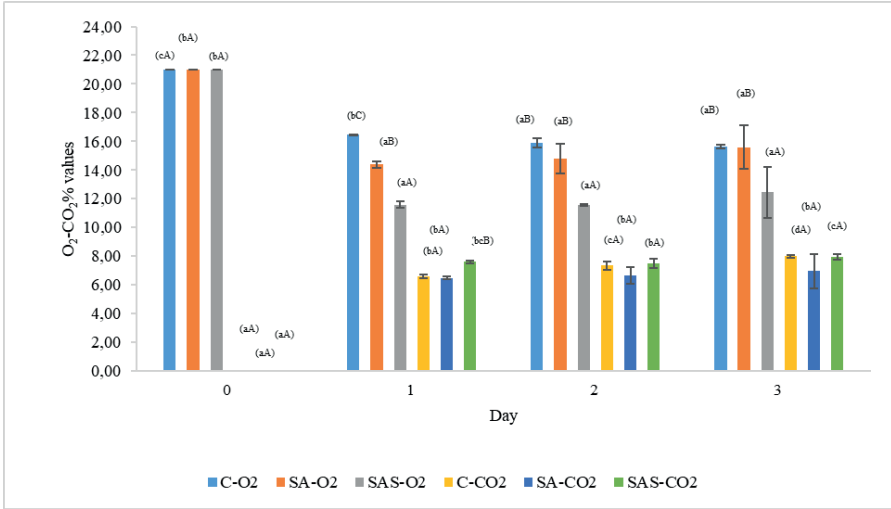
### **3.4. O<sub>2</sub>% and CO<sub>2</sub>% values**

At the end of the storage, the O<sub>2</sub> concentrations (Figure 2) of all of the samples were decreased ( $p \leq 0.05$ ) and the amount of CO<sub>2</sub> was increased in the packages ( $p \leq 0.05$ ), as was expected, because fruits and vegetables consume oxygen and produce carbon dioxide while in respiration. During the storage period, the changes in the O<sub>2</sub>% and CO<sub>2</sub>% concentrations was highest between days 0 and 1 of storage in the packages. In other words, the maximum changes in respiration were seen between these days. In the following days, the increase in the amount of carbon dioxide and the decrease in the amount of oxygen slowed the respiration of the samples.

The CO<sub>2</sub> ratio of the C samples was higher than the SA samples at the end of the storage, but there were no statistically significant differences between the SAS and C samples ( $p > 0.05$ ). Similar results were published for chitosan- and alginate-based edible coatings, which decreased the respiration rate of minimally processed mango and papaya [31],[7].

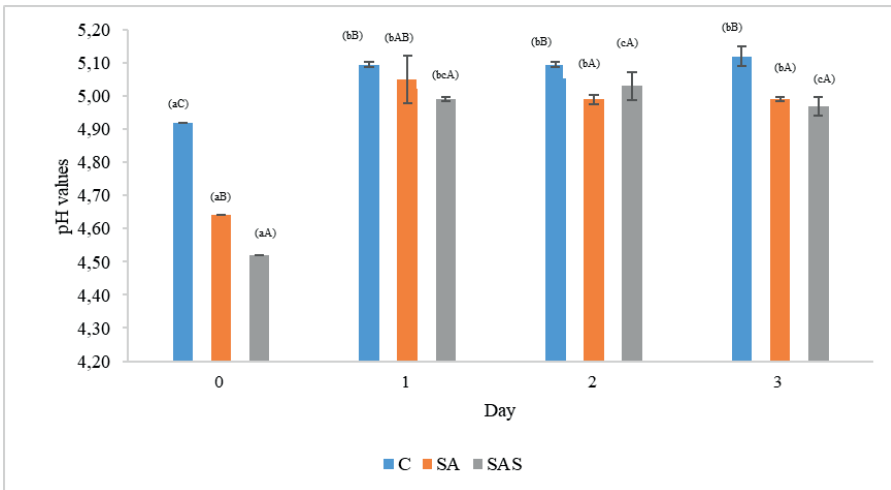
### **3.5. pH value**

On the third day of the storage, an increase was observed in the average pH (Figure 3) of the film-coated and C samples. However, this increase was not statistically significant in the C samples, but it is significant in the film-coated samples ( $p \leq 0.05$ ). In fact, Maftoonazad et al. [32] reported that at any time during storage, their control samples had higher pH values than the coated peaches and it was identical to the results of previous studies [33].



$n = 2$ , ( $\pm$  standard deviation) while the  $O_2\%$ - $CO_2\%$  data were evaluated among themselves,  $a, b \leq 0.05$  represents the differences in the samples between the storage days;  $A, B, C \leq 0.05$  represents the differences between the samples on the same storage day.

Figure 2.  $O_2\%$ - $CO_2\%$  values of the coated (SA + SAS) and uncoated (C) fresh-cut apples



$n = 4$ , ( $\pm$  standard deviation),  $a, b \leq 0.05$  represents the differences in the samples between the storage days;  $A, B, C \leq 0.05$  represents the differences between the samples on the same storage day.

Figure 3. pH values of the coated (SA + SAS) and uncoated (C) fresh-cut apples



There are other studies in the literature indicating that the increase in the pH values in control samples was higher than that of the coated fruit [34]. The coated samples (SA and SAS) had lower pH values than the C samples ( $p \leq 0.05$ ) because of the ascorbic acid content of the film. Moreover, it was seen that the SA and SAS samples had a higher rate of change than the C samples on day 1.

### **3.6. Microbiological analysis results**

The TMAB counts of the C, SA, and SAS samples at the beginning of storage were under 2 log cfu/g (Table 2). In the SA and SAS samples, the total mesophilic aerobic bacteria count was determined on day 1 and in the C samples on day 2. However, at the final stage of storage, there were no statistical differences between the total mesophilic aerobic bacteria counts of the three samples ( $p > 0.05$ ). This result was similar with the study of Guerreiro et al. [29]. The aerobic mesophilic microorganism count was determined as 3.81 log cfu/g for the control samples, 3.74 log cfu/g for the 1% SA + 0.3% citral samples, and no difference was stated between them. However, Moreira et al. [30] stated that gellan gum films applied on fresh-cut apples had an impact on reducing the mesophilic and psychrophilic counts when compared to uncoated, alginate-coated, and pectin-coated apples. According to the data obtained from the storage of the C, SA, and SAS samples, the total psychrophilic aerobic bacteria count was  $< 2$  log cfu/g (Table 2). Considering the initial storage values, the yeast-mold counts in the SA samples were higher than in the C and SAS samples ( $p \leq 0.05$ ) (Table 2). However, the SAS samples showed lower loads than the SA samples ( $p \leq 0.05$ ). The SA data were expected to be much lower at the end of storage. As is known, molds are aerobic microorganisms, and the film coating acts as an oxygen barrier. However, it was determined that there were no differences between the C and SAS samples or the SAS and SA samples at the final stage of the storage ( $p > 0.05$ ).

During the storage period, mold growth was observed in the C and SAS samples and the difference between them was statistically significant ( $p \leq 0.05$ ). In this case, the SAS samples were different than the expected, which suggested that the SAS film increased the growth of the mold. This may have been associated with the hydrophobic property of SA. As the result of all these evaluations, it would not be correct to make clear statements about the behavior of SA. Indeed, the effect of SA on microorganisms is a matter of debate. Ragaert et al. [35] stated that alginate coatings do not have an inhibitory effect that is greater than the shelf-life limit of the fresh-cut fruits

and vegetables. In contrast, Rojas-Graü et al. [23] showed that alginate coated fresh-cut apples showed lower values than control samples.

**Table 2. Microbiological analysis ( $\log$  cfu/g) of the coated (SA and SAS) and uncoated (C) fresh-cut apples**

Samples	Total mesophilic aerobic bacteria				Total psychrophilic aerobic bacteria				Total yeast and mold			
	Storage time (day)				Storage time (day)				Storage time (day)			
	0	1	2	3	0	1	2	3	0	1	2	3
C	<2 <sup>aA</sup>	<2 <sup>aA</sup>	2.54 ± 0.5 <sup>bA</sup>	3.31 ± 0.01 <sup>cA</sup>	<2 <sup>aA</sup>	<2 <sup>aA</sup>	<2 <sup>aA</sup>	<2 <sup>aA</sup>	2.58 ± 0.12 <sup>aA</sup>	3.21 ± 0.05 <sup>bcA</sup>	3.12 ± 0.01 <sup>bA</sup>	3.44 ± 0.23 <sup>cA</sup>
SA	<2 <sup>aA</sup>	2.92 ± 0.10 <sup>bB</sup>	3.14 ± 0.23 <sup>bA</sup>	3.27 ± 0.25 <sup>bA</sup>	<2 <sup>aA</sup>	<2 <sup>aA</sup>	<2 <sup>aA</sup>	<2 <sup>aA</sup>	3.72 ± 0.00 <sup>aC</sup>	3.73 ± 0.6 <sup>aC</sup>	3.70 ± 0.19 <sup>aB</sup>	3.86 ± 0.15 <sup>aB</sup>
SAS	<2 <sup>aA</sup>	2.71 ± 0.22 <sup>bB</sup>	3.08 ± 0.20 <sup>bcA</sup>	3.54 ± 0.28 <sup>cA</sup>	<2 <sup>aA</sup>	<2 <sup>aA</sup>	<2 <sup>aA</sup>	<2 <sup>aA</sup>	3.06 ± 0.12 <sup>aB</sup>	3.45 ± 0.6 <sup>abB</sup>	3.75 ± 0.27 <sup>bB</sup>	3.72 ± 0.23 <sup>bAB</sup>

$n = 4$ , ( $\pm$  standard deviation),  $^{a, b} \leq 0.05$  represent the differences in the same column,  $^{A, B, C} \leq 0.05$ , respectively, on the same line. <2 was below the detectable amount.

#### 4. Conclusion

When compared to the C samples, the PPO activity and pH values of the coated samples were low, and the TAC and TPC values were high. The stevia enriched coatings showed low PPO activity, and high TPC and TAC when compared to the SA samples at storage end. Additionally, the difference between the TMAB counts of the C, SA, and SAS samples was not statistically significant. Nevertheless, the load of mesophilic aerobic bacteria increased in the whole samples during storage. However, the total psychrophilic aerobic bacteria count in the C, SA, and SAS samples was under the detectable limit (<2). When the TYM results of the C, SA, and SAS samples were evaluated, it was found that the SA and SAS samples showed higher values than the C samples. However, there was no difference between the SA and SAS samples. In addition, the values in the C and SAS samples increased during storage. In conclusion, it has been specified that these film coatings have a wide potential for usage in business corporations, such as hotel kitchens, catering companies, etc., to keep products fresh during the day. Additionally, better outcomes can be acquired by adding active supplementary to the films (CaCl<sub>2</sub>, etc.) to improve the quality features or use active modified atmosphere packaging.

## **5. Acknowledgments**

This work was supported by Tokat Gaziosmanpaşa University, Tokat, Turkey (Scientific Research Number: 2016/46).

## **6. Author contribution statement**

In the scope of this study, author 1, contributed to the conceptualization, doing the experiment, supervision, literature review, writing original draft, writing-review & editing. Author 2, contributed author contributed to the conduct of the experiment and the interpretation of the results.

## **7. Ethics committee approval and conflict of interest statement**

“Ethics committee approval is not required for the prepared article.”

“There is no conflict of interest with any person/institution in the prepared article.”

## 8. Kaynaklar

- Chen C, Peng X, Zeng R, Chen M, Wan C, Chen J. "Ficus hirta fruits extract incorporated into an alginate-based edible coating for Nanfeng mandarin preservation". *Scientia Horticulturae*, 202, 41-48, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.scienta.2015.12.046>
- Swamy, TM, Ranaraj B, Lee JH. Sodium alginate and its blends with starch: Thermal and morphological properties. *Journal of Applied Polymer Science*, 109, 4075-4081, 2008.
- Pop OL, Vodnar DC, Suharoschi R, Mudura E, Socaciu C. "L. plantarum ATCC 8014 entrapment with prebiotics and lucerne green juice and their behavior in simulated gastrointestinal conditions". *Journal of Food Process Engineering*, 39(5), 433-441, 2015. <https://doi.org/10.1111/jfpe.12234>
- Tavassoli-Kafrani E, Shekarchizadeh H, Masoudpour-Behabadi M. "Development of edible films and coatings from alginates and carrageenans". *Carbohydrate Polymer*, 137, 360-374, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.10.074>
- Olivas GI, Mattinson, DS, Barbosa-Cánovas GV. "Alginate coatings for preservation of minimally processed 'Gala' apples". *Postharvest Biology and Technology*, 45, 89-96, 2007. <https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2006.11.018>
- Oms-Oliu G, Soliva-Fortuny R, Martín-Belloso O. "Using polysaccharide-based edible coatings to enhance quality and antioxidant properties of fresh-cut melon". *LWT- Food Science and Technology*, 41(10), 1862-1870, 2008. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2008.01.007>
- Tapia MS, Rojas-Grau MA, Carmona A, Rodriguez FJ, Soliva-Fortuny R, Martín-Belloso O. "Use of alginate- and gellan-based coatings for improving barrier, texture and nutritional properties of fresh-cut papaya". *Food Hydrocolloids*, 22(8), 1493-1503. 2008. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2007.10.004>
- Rössle C, Brunton N, Gormley RT, Wouters R, Butler E. "Alginate coating as carrier of oligofructose and inulin and to maintain the quality of fresh-cut apples". *Journal of Food Science*, 76, 19-29, 2011. <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2010.01902.x>
- Gantait S, Das A, Mandal N. "Stevia: a comprehensive review on ethnopharmacological properties and in vitro regeneration". *Sugar Technology*, 17(2), 95-106, 2015. <https://doi.org/10.1007/s12355-014-0316-3>
- Barba FJ, Grimi N, Vorobiev E. "Evaluating the potential of cell disruption technologies for green selective extraction of antioxidant compounds from *Stevia rebaudiana* Bertoni leaves". *Journal of Food Engineering*, 149, 222-228, 2015.

- Carbonell-Capella JM, Buniowska M, Esteve MJ, Frigola A. Effect of Stevia rebaudiana addition on bioaccessibility of bioactive compounds and antioxidant activity of beverages based on exotic fruits mixed with oat following simulated human digestion. *Food Chemistry*, 184, 122-130, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.03.095>
- Yemencioğlu A, Cemeroglu B. "Isı uygulamada indikatör olarak kullanılan bazı enzimlerin aktivitelerinin belirlenmesi. II. Meyve suyu ve pulpu üretiminde kullanılan indikatör enzimler". *Journal of Food*, 3(9), 76-80, 1998.
- Franke SIR, Chless K, Silveria JD, Robensam G. "Study of antioxidant and mutagenic activity of different orange juices". *Food Chemistry*, 88, 45-55, 2004. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2004.01.021>
- Re R, Pellegrini N, Proteggente A, Pannala A, Yang M, Rice-Evans C. "Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay". *Free Radical Biology and Medicine*, 26, 1231-1237, 1999. [https://doi.org/10.1016/s0891-5849\(98\)00315-3](https://doi.org/10.1016/s0891-5849(98)00315-3)
- Karagöz S, Demirdöven A. "Effect of chitosan coatings with and without Stevia rebaudiana and modified atmosphere packaging on quality of cold stored fresh-cut apples". *LWT-Food Science and Technology*, 108, 332-337, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.03.040>
- Batu A, Demirdöven A. "Effects of modified atmosphere packaging and cold storage on sensory qualities of apples". *YYÜ Tarım Bilimleri Dergisi*, 20, 58-67, 2010.
- AOAC. *Official Methods of Analysis of AOAC International*, 16th ed. USA, 1995.
- FDA Aerobic Plate Count. In FDA's Bacteriological Analytical Manual, 8th ed., Chapter 3. 2001a. <http://www.fda.gov/Food/FoodScienceResearch/LaboratoryMethods/ucm063346.htm> (23.02.2018).
- FDA 2001b. Yeasts, Molds and Mycotoxins. In FDA's Bacteriological Analytical Manual, 8th ed., Chapter 18, <http://www.fda.gov/Food/FoodScienceResearch/LaboratoryMethods/ucm071435.htm> (23.02.2018).
- International Organization for Standardization. *Microbiology of Food and Animal Feeding Stuffs- Horizontal Method for The Enumeration of Psychrotrophic Microorganisms*, ISO17410, 2001, Swiss.
- Chiumarelli M, Ferrari CC, Sarantópoulos CIGL, Hubinger MD. "Fresh cut 'Tommy Atkins' mango pre-treated with citric acid and coated with cassava (*Manihot esculenta* Crantz) starch or sodium alginate". *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 12(3), 381-387, 2011. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2011.02.006>
- Türkan, F. 2009. The Investigations of Some Characteristics And The Purification of Polyphenol Oxidase Enzyme From Iğdir Apple. M. Sc. Thesis. Yüzüncü Yıl University, Van, Turkey.

- Rojas-Graü MA, Tapia MS, Martín-Belloso O. "Using polysaccharide-based edible coatings to maintain quality of freshcut Fuji apples". *LWT- Food Science and Technology*, 41(1), 139-147, 2008. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2007.01.009>
- Hui-Min J, To H, Li-Ping L, Hai-Ying Z. "Effects of edible coatings on browning of fresh-cut peach fruits." *Transactions of the Chinese Society of Agricultural Engineering*, 25(3), 282-286, 2009.
- Öztan T. Antioxidant Activities and Phenolic Substance Profile of Purple Carrot, Its Concentrate, Shalgam Beverage, Pomegranate Juice and Sour Pomegranate Concentrate Products. M. Sc. Thesis, İstanbul Technical University -İstanbul, Turkey, 2006.
- Hun-Sik C, Kwang-Deog M. "Browning characteristics of fresh-cut "Tsu-garu" apples as affected by pre-slicing storage atmosphere". *Food Chemistry*, 114(4), 1433-1437, 2009. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.11.027>
- Díaz-Mula HM, Serrano M, Valero D. "Alginate coatings preserve fruit quality and bioactive compounds during storage of sweet cherry fruit". *Food Bioprocess Technology*, 5(8), 2990-2997, 2012. <https://doi.org/10.1007/s11947-011-0599-2>
- Robles-Sánchez RM, Rojas-Graü MA, Odriozola-Serrano I, González-Aguilar G, Martín-Belloso O, "Influence of alginate-based edible coating as carrier of antibrowning agents on bioactive compounds and antioxidant activity in fresh-cut Kent mangoes". *LWT- Food Science and Technology*, 50(1), 240-246, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2012.05.021>
- Guerreiro AC, Gago CML, Faleiro ML, Miguel MGC, "Raspberry fresh fruit quality as affected by pectin and alginate-based edible coatings enriched with essential oils". *Scientia Horticulturae*, 195, 138-146, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.scienta.2015.08.004>
- Moreira MR, Cassani L, Martín-Belloso O, Soliva-Fortuny R, "Effects of polysaccharide-based edible coatings enriched with dietary fiber on quality attributes of fresh-cut apples". *Journal of Food Science and Technology*, 52(12), 7795-7805, 2015. <https://doi.org/10.1007/s13197-015-1907-z>
- Chien P, Sheu F, Lin H. "Coating citrus (Murcott tangor) fruit with low molecular weight chitosan increases postharvest quality and shelf life". *Food Chemistry*, 100, 1160-1164, 2007. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2005.10.068>
- Maftoonazad N, Ramaswamy HS, Marcotte M. "Shelf-life extension of peaches through sodium alginate and methyl cellulose edible coatings". *International Journal of Food Science and Technology*, 43, 951-957, 2008.
- Medlicott AP, Sigrist, JM, Reynolds SB, Thompson AK, "Effect of ethylene and acetylene on mango fruit ripening". *Journal of Applied Biology & Biotech-*

nology, 111, 439-444, 1987. <https://doi.org/10.1111/j.1744-7348.1987.tb01472.x>

Díaz-Sobac R, Luna AV, Beristain CI, De La Cruz J, Garcia HS. “Emulsion coating to extend post harvest life of mango (*Mangifera indica* cv. Manila)”. *Journal of Food Processing and Preservation*, 20(3), 191-202, 1996. <https://doi.org/10.1111/j.1745-4549.1996.tb00742.x>

Ragaert P, Jaccxsens L, Vandekinderen I, Baert L, Devlieghere, E. *Microbiological and Safety Aspects of Fresh-Cut Fruits and Vegetables*. Editors: Martan-Belloso O, Soliva-Fortuny RC, *Advances In Fresh-Cut Fruit and Vegetables Processing*, 53-86, London, CRC Press, 2011.

# Yüksek Mukavemetli S960 Çeliğinin Frezelenmesinde Sürdürülebilir Soğutma/ Yağlama Koşullarının Karşılaştırılması

Serhat Şap<sup>1</sup>

## Özet

Talaşlı imalat işlemlerinde takım ömrü ve iş parçasının yüzey bütünlüğü oldukça önem arz etmektedir. Bu nedenle bahsedilen işlenebilirlik parametrelerinin iyileştirilmesinin üretime kayda değer bir etkisi olduğu sonucuna varılmaktadır. Hızlı takım aşınmasının en önemli nedenlerinden biri takım-talaş arayüzünde meydana gelen sıcaklıklardır. Kesme bölgesinde oluşan yüksek sıcaklıkların azaltmak amacıyla takım-talaş ve takım-iş parçası arayüzlerinde soğutma/yağlama etkisi sağlayan geleneksel kesme sıvısı kullanılmaktadır. Geleneksel kesme sıvıları yüksek maliyet, çevre ve insan sağlığına zararlı etkilerinden dolayı bazı sorunlara neden olabilmektedir. Bu olumsuz koşulların bertaraf edilmesi amacıyla çevre dostu ve ekonomik alternatif soğutma/yağlama stratejileri gün geçtikçe daha popüler olmaktadır. Bu çalışmada yüksek mukavemete sahip S960 çeliğinin sürdürülebilir soğutma/yağlama koşulları ve farklı işlenebilirlik parametreleri altında frezelenmesi araştırılmıştır. Bu bağlamda kriyojenik-LN<sub>2</sub> ve minimum miktarda yağlama (MMY) ortamları karşılaştırılmıştır. Kesme hızları 125-250 m/dak ve ilerleme hızları 0,15-0,25 mm/dev olarak seçilmiştir. Frezeleme sırasında bir termal kamera yardımıyla kesme sıcaklıkları ölçülerek sonuçlar kayıt altına alınmıştır. Daha sonra takım aşınması ve yüzey pürüzlülüğü analizleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen bulgulara göre yüzey pürüzlülüğü ve kesme sıcaklığında en iyi ortamın kriyo-LN<sub>2</sub>, takım yan aşınmasında ise en iyi ortamın MMY kesme ortamı olduğu belirlenmiştir.

## 1. Giriş

Yüksek mukavemete sahip S960 çeliği, diğer normal mukavemetli çeliklere kıyasla yaklaşık üç kata yakın mekanik mukavemet sergileyebilen verimli bir

1 Öğr. Gör. Dr.), Bingöl Üniversitesi ORCID: 0000-0001-5177-4952, ssap@bingol.edu.tr



üründür. Üstün özelliklere sahip bu çelikler birçok makine parçası yapımında ve kaldırma ekipmanlarında başarılı bir şekilde kullanılmaktadır [1]. Yüksek dayanımlı bu çelikler spesifik martensitik-ferritik mikro yapıya sahip olduğu için üretim sırasında bazı ısıl işlemler uygulanabilmektedir [2]. Bu çelikler mükemmel mukavemet, süneklik ve tokluk gibi üstün özellikleri bir arada sunabilmektedir.

S960 çeliğinin işlenebilirliği ile ilgili yapılan çalışmalar sınırlı kalmaktadır. Özellikle yüksek mukavemete sahip bu çeliklerin sürdürülebilir koşullar altında işlenebilirliğinin araştırılması önem arz etmektedir. Yüksek mukavemete sahip çeliklerin işlenmesi sırasında kesme bölgesindeki sıcaklıklar oldukça yüksek seviyelere çıkabilmektedir [3, 4]. Bu yüksek sıcaklıklar hem malzeme yüzeyine hem de kesici takıma zarar vermektedir. Bu yüzden işleme sırasında kesme bölgesinin soğutulması gerekmektedir. Talaşlı imalat sırasında halen daha kullanılmakta olan geleneksel kesme sıvıları karbon bazlı yağlar ya da emülsiyonlardan oluşmaktadır [5]. Bu geleneksel kesme sıvıları üretim süreçlerinde oldukça yaygın olarak kullanılmaktadır. Soğutma sıvısı işleme sırasında talaşa yapışır ve bu yüzden geri dönüşüm işlemi yapılması gerekir [6]. Geleneksel soğutma sıvıları taşkın soğutma şeklinde yapıldığı için maliyetleri oldukça yüksektir ve atelyede tehlikeli madde olarak sınıflandırılmaktadır [7]. Karbon bazlı soğutma yağlarında yüksek sıcaklıklarda meydana gelen duman kansere sebep olabilmektedir. Tüm dünyada kesme sıvıları kullanılması sebebiyle birçok insanda deri hastalıklarıyla ilgili sorunlar ortaya çıkmaktadır [8]. Geleneksel kesme sıvıları ile ilgili tüm bu olumsuz nedenlerden dolayı talaşlı imalat süreçlerinde sürdürülebilir alternatif soğutma teknikleri geliştirmek için birçok araştırmacı farklı çalışmalar yapmaktadır.

Sürdürülebilir soğutma/yağlama tekniklerinden biri olan minimum miktarda yağlama (MMY) teknolojisi son yıllarda oldukça ilgi görmektedir. MMY sisteminde kesme bölgesine gönderilen soğutma sıvısı basınçlı ve pülverize bir şekilde aktarılmaktadır [9]. Böylece sis bulutu şeklindeki kesme sıvısı kesme bölgesinin her noktasına nüfuz ederek hem soğutma hem de yağlama işlemi gerçekleştirmektedir. MMY sisteminde aktarılan soğutma sıvısı çok az miktarda olduğu için maliyet açısından da oldukça verimlidir. Bu yöntem birçok araştırmacının dikkatini çekmiştir. Öndin ve ark. [10] PH 13-8 Mo paslanmaz çeliğinin işlenmesi sırasında farklı soğutma/yağlama koşullarını araştırmışlardır. MMY ortamının kuru ortamda işlemeye nazaran daha iyi sonuçlar elde ettiklerini bildirmişlerdir. Hegab ve ark. [11] Inconel 718 süperalaşımının işlenmesinde sürdürülebilir nano sıvılarla desteklenen MMY stratejisini kullanmışlardır. Abbas ve ark. [12] AISI 1045 çeliğinin işlenmesinde MMY tekniğini kullanarak çevresel etki, güç tüketimi ve yüzey pürüzlülüğü parametrelerine odaklanmışlardır. Gurraj ve ark. [13]

evrimsel algoritmalar kullanarak saf titanyum alaşımlarının MMY destekli tornalanmasında işleme özelliklerini araştırmışlardır.

Talaşlı imalat sektöründe kriyojenik soğutma tekniği son yıllarda oldukça ilgi görmektedir. Bu teknikte sıvı halde bulunan azot basınçlı bir tankta muhafaza edilmektedir. Basınçlı kaptan bir hortum yardımıyla kesme bölgesine gönderilen buhar formundaki azot yaklaşık  $-196^{\circ}$  sıcaklığı sayesinde ortamı hızlı bir şekilde soğutabilmektedir [14]. Mükemmel soğutma kabiliyeti ile kriyojenik tekniği kesici takım ve malzemenin mukavemetini düşük ısılarda tutmak suretiyle uygulanan yeni bir yöntemdir [15]. Bu soğutma tekniği ile işlemeden sonra kesme bölgesinde ve talaşlar üzerinde herhangi bir kalıntı bulunmamaktadır. Bu yönüyle çevre ve insan sağlığı üzerinde etkili olan birçok olumsuz durumu bertaraf edebilmektedir. Kriyojenik soğutma yöntemini kullanarak yapılan birçok çalışma bulunmaktadır. Danish ve ark. [16] Inconel 718 süperalaşımının kriyojenik destekli sert işleme oprasyonunun çevresel, teknolojik ve ekonomik yönlerini araştırmışlardır. Dhar ve Kamruzzaman [17] AISI-4037 çeliğinin kriyojenik koşullar altında tornalanmasında kesme sıcaklığı, takım aşınması, yüzey pürüzlülüğü ve boyutsal sapma yönlerini ele almışlardır. Hong ve ark. [18] Ti-6Al-4V ve AISI 1018 yumuşak çeliğinin işlenmesinde kriyojenik soğutma tekniği kullanarak sürtünme katsayısını deneysel olarak değerlendirmişlerdir.

Bu çalışmada yüksek mukavemetli S960 çeliği farklı kesme parametreleri ve sürdürülebilir soğutma/yağlama koşulları altında frezelenmiştir. Bu doğrultuda yüzey pürüzlülüğü, takım yan aşınması ve kesme sıcaklığı analizleri yapılmıştır. Bu analizlerin temel amacı, yalnızca işleme performansı göstergelerini değil, aynı zamanda sürdürülebilir imalat hususlarını da dikkate alarak her bir soğutma yaklaşımının etkinliği hakkında net bir fikre sahip olmaktır.

## 2. Deneysel bölüm

Ticari olarak temin edilebilen S960 çeliği 50x50x5 mm boyutlarında kesilerek deneylerde kullanılmak üzere numaralandırılmıştır. S960 çeliğinin kimyasal bileşimi Tablo 1.'de görülmektedir.

*Tablo 1. S960 çeliğinin kimyasal bileşimi*

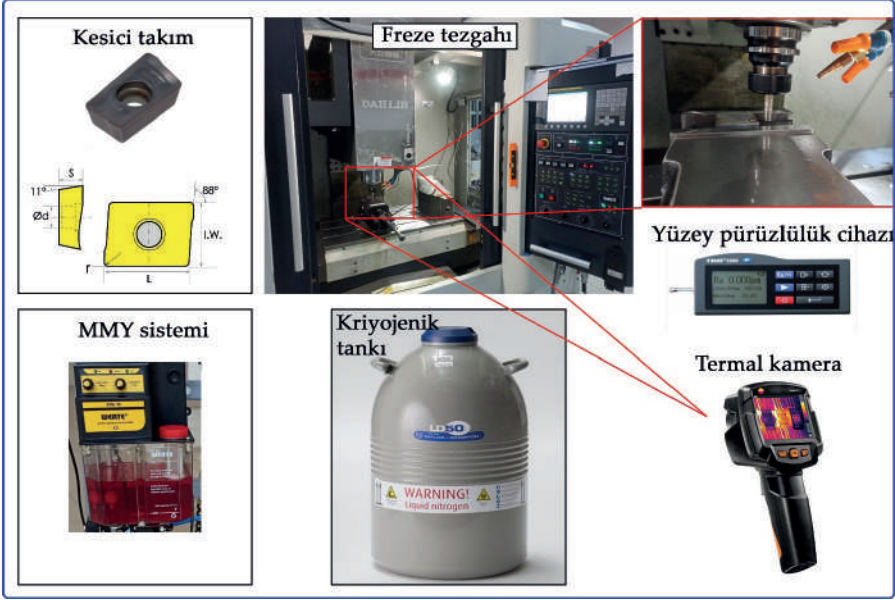
C (mak. %)	Si (mak. %)	Mn (mak. %)	Cr (mak. %)	Mo (mak. %)	P (mak. %)	S (mak. %)	Ni (mak. %)	Cu (mak. %)
0,20	0,50	1,60	0,80	0,70	0,020	0,010	2,0	0,30

Frezeleme deneyleri DAHLIH MCV-860 model üç eksenli bilgisayar kontrollü bir takım tezgahında yapılmıştır. AlTiN kaplı ISO 13399 kodlu karbür kesici uçlar kesici takım olarak kullanılmıştır. Frezeleme parametreleri olarak iki kesme hızı (125-250 m/dak), iki ilerleme hızı (0,15-0,25 mm/dev) ve tek kesme derinliği (0,50 mm) seçilmiştir. Seçilen parametreler üretici firma tavsiyeleri ve ön deneyler göz önünde bulundurularak belirlenmiştir. Tablo 2’de deney tasarımı görülmektedir.

*Tablo 2. Ful deney tasarımı*

Deney numarası	Kesme hızı (m/dak)	İlerleme hızı (mm/dev)	Kesme ortamı
1	125	0,15	Kriyo-LN <sub>2</sub>
2	125	0,25	Kriyo-LN <sub>2</sub>
3	250	0,15	Kriyo-LN <sub>2</sub>
4	250	0,25	Kriyo-LN <sub>2</sub>
5	125	0,15	MMY
6	125	0,25	MMY
7	250	0,15	MMY
8	250	0,25	MMY

Frezeleme sırasında iş parçası ile kesici takım arasında oluşan sıcaklıkların azaltılması amacıyla kriyo-LN<sub>2</sub> ve minimum miktarda yağlama (MMY) stratejileri uygulanmıştır. Çevre dostu soğutma/yağlama tekniklerinin işlenebilirlik üzerindeki etkileri araştırılmıştır. MMY ortamında potansiyometre kontrollü Werte Micro Stn-15 model bir cihaz kullanılmıştır. Bu cihazda kesme sıvısı olarak Cuttex Syn 5 tercih edilmiştir. Pülverize hale getirilen kesme sıvısı bir kompresör yardımıyla basınçlı olarak takım-talaş ara yüzeyine aktarılmaktadır. MMY cihazı üretici firma tavsiyeleri doğrultusunda kesme bölgesinden yaklaşık 50 mm uzaklıkta konumlandırılmıştır. Şekil 1’de deneysel kurulum verilmiştir.



Şekil 1. Deneysel kurulum

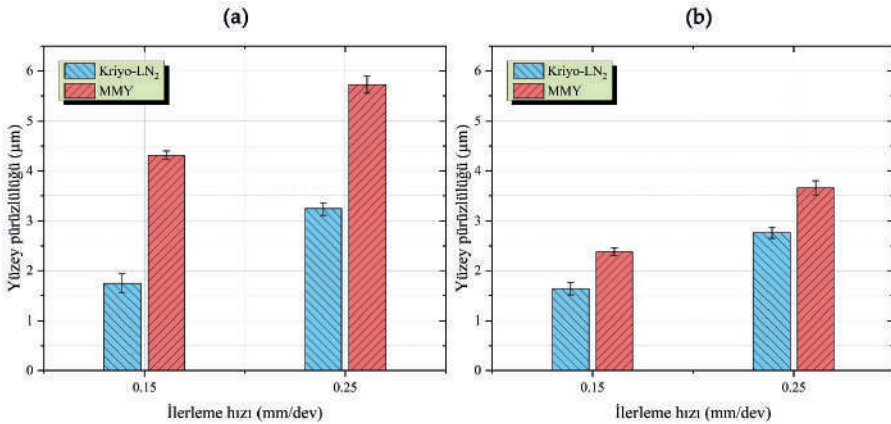
Kriyojenik soğutma/yağlama ortamında kullanılan sıvı azot yaklaşık  $-196$  °C sıcaklığa sahiptir. 50 litre dolum kapasitesine sahip Taylor Wharton LD-50 tankında sıvı azot depolanmıştır. Sıvı azot tankından kesme bölgesine aktarım 2 metre uzunluğunda çelik bir hortum vasıtasıyla sağlanmıştır. Çelik hortum ucuna 5 mm çapında bir nozul eklenerek sistem, kesme bölgesine yaklaşık 20 cm uzaklıkta konumlandırılmıştır. Frezeleme işleminden sonra deney numunelerinin yüzey bütünlüğünü ölçmek amacıyla TIME3200 model bir yüzey pürüzlülük cihazı kullanılmıştır. Kesme bölgesinde oluşan sıcaklıkları tespit etmek amacıyla Testo871 model bir termal kamera yardımıyla ölçümler alınmıştır. Takım yan aşınma ölçümleri bir optik mikroskop cihazı yardımıyla yapılmıştır.

### 3. Sonuçlar ve tartışma

S960 çeliğinin iki kesme hızında (125-250 m/dak), iki ilerleme hızında (0,15-0,25 mm/dev) ve iki sürdürülebilir soğutma/yağlama koşulu (kriyo-LN<sub>2</sub>, MMY) altında frezelenmesiyle elde edilen yüzey pürüzlülüğü, takım yan aşınma ve kesme sıcaklıkları analiz edilmiş olup sonuçlar kayıt altına alınmıştır.

### 3.1. Yüzey pürüzlülüğü

Yüzey pürüzlülüğü malzeme yüzeyinin tribolojik davranışlarını etkileyen önemli parametredir [19]. Yüzey pürüzlülüğü, takım aşınması, takım kırılması, takım arızaları vb. işleme sırasında iş parçasının yüzey pürüzlülük profiline yansımaktadır. Optimum parça kalitesini elde etmek amacıyla imalat sonrasında yüzey, istenen pürüzlülük limitleri arasında kalmalıdır [20]. Pürüzlülük oranı yüksek olan yüzeyler daha hızlı aşınabilmektedir. Pürüzsüz yüzeylerde sürtünme daha az meydana gelmektedir. İşlenmiş bir yüzeyde oluşan düzensiz pürüzlülükler çekirdeklenme bölgeleri oluşturma eğiliminde olabilmektedir. Çekirdeklenme bölgesinde meydana gelen kırılma ve korozyon gibi olumsuz koşullar malzemenin daha fazla aşınmasına neden olabilmektedir. Şekil 2'de farklı kesme hızlarında soğutma/yağlama koşullarının yüzey pürüzlülüğü üzerindeki etkilerini gösteren iki boyutlu grafikler görülmektedir.



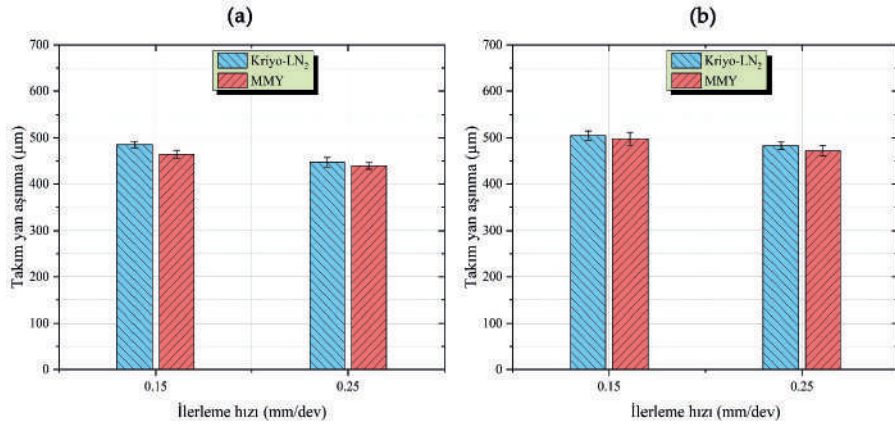
Şekil 2. Farklı kesme hızlarında soğutma/yağlama koşullarının yüzey pürüzlülüğü üzerindeki etkileri; a) 125 m/dak, b) 250 m/dak.

Yüzey grafikleri incelendiğinde kriyo-LN<sub>2</sub> soğutma ortamında yüzey pürüzlülüğünün MMY ortamına kıyasla daha düşük olduğu tespit edilmiştir. Kesme bölgesinde sürtünmeden kaynaklı yüksek ısı meydana gelmektedir. Yüksek ısı kesici takımda daha fazla aşınmaya yol açabilmektedir. Dolaylı olarak aşınan kesici takım, yüzey pürüzlülüğünü olumsuz yönde etkilemektedir. Kriyo-LN<sub>2</sub> soğutma tekniği ile kesme bölgesi daha fazla soğutulduğu için kesici takım aşınması azalmakta ve dolayısıyla yüzey pürüzlülüğü de azalabilmektedir. İlerleme hızının yüzey pürüzlülüğüne etkisine değinilecek olursa; tüm kesme hızlarında, ilerleme hızı arttıkça

yüzey pürüzlülüğünün arttığı görülmektedir. Kesme hızının 125 m/dak'dan 250 m/dak'ya çıkmasıyla yüzey pürüzlülüğünün azaldığı tespit edilmiştir.

### 3.2. Takım yan aşınması

Birçok makine elemanının üretiminde son şekil verme işlemi talaşlı imalat yöntemleri ile yapılmaktadır. Uygun bir yöntem seçimi parçanın geometrisine, boyutsal hassasiyetine ve yüzey özelliklerine bağlı olabilmektedir [21]. Bilgisayar sayısal kontrollü (CNC) takım tezgahları, bilgisayar destekli tasarım ve bilgisayar destekli imalat (CAD/CAM) teknolojilerinin yanı sıra yüksek işleme tekniklerinin gelişmesiyle frezeleme, vazgeçilemez bir işleme operasyonu olarak öne çıkmaktadır. Talaşlı imalat sürecinde kesici takımların geometrisinde ve iş parçası üzerinde birtakım değişiklikler meydana gelebilmektedir [22]. Takım aşınmasına yol açan tribolojik süreçler genel olarak kesici takımın üst ve yan yüzeylerinde oluşmaktadır. Takım yan aşınması kesici takımın yan yüzeyi ile iş parçası yüzeyi arasındaki sürtünmeden kaynaklanmaktadır [23]. Bu durum yan aşınmanın yanında kesme kenarının kopmasına da neden olabilmektedir. Geleneksel işleme aşamalarında takım aşınmasının üç temel aşaması bulunmaktadır. Bu aşamalar; ilk hızlı aşınma, kademeli ara aşınma ve çok hızlı aşınma (katastrofik aşınma) olarak sıralanabilmektedir. Takım aşınması kritik değere ulaştığında kesici takım, yüksek gerilimler ve artan sürtünme kuvvetlerinin neden olduğu termal ısı değişimleri nedeniyle olumsuz etkilenebilmektedir [24]. Bu olumsuz durumu bertaraf etmek amacıyla kesici takım, kritik sınıra ulaşmadan değiştirilmelidir. Şekil 3'te farklı kesme hızlarında soğutma/yağlama koşullarının takım yan aşınma üzerindeki etkilerini gösteren iki boyutlu grafikler görülmektedir. Şekillerden görüldüğü gibi MMY kesme ortamında kriyo-LN<sub>2</sub> kesme ortamına kıyasla takım yan aşınmasının azaldığı tespit edilmiştir. MMY ortamında soğutma/yağlama sıvısı kesme bölgesine basınçlı ve pülverize bir şekilde aktarıldığı için kesme bölgesi hem soğutulmakta hem de yağlama yapılarak sürtünme azaltılmaktadır. Böylece takım aşınması azaltılarak kesici takımın ömrü artmaktadır. 125 m/dak ve 250 m/dak kesme hızlarında, ilerleme hızlarının artmasıyla takım yan aşınma değerlerinin azaldığı görülmektedir. Ayrıca kesme hızının 125 m/dak'dan 250 m/dak'ya çıkmasıyla takım yan aşınmasının arttığı gözlemlenmiştir.



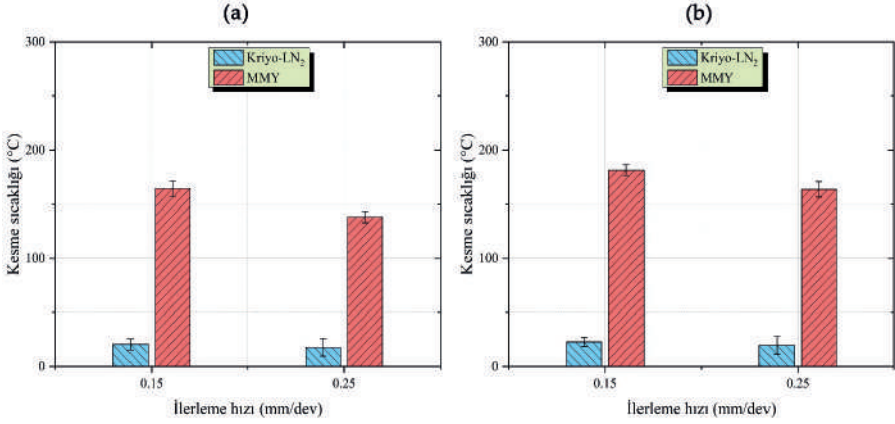
Şekil 3. Farklı kesme hızlarında soğutma/yağlama koşullarının takım yan aşınması üzerindeki etkileri; a) 125 m/dak, b) 250 m/dak.

### 3.3. Kesme sıcaklığı

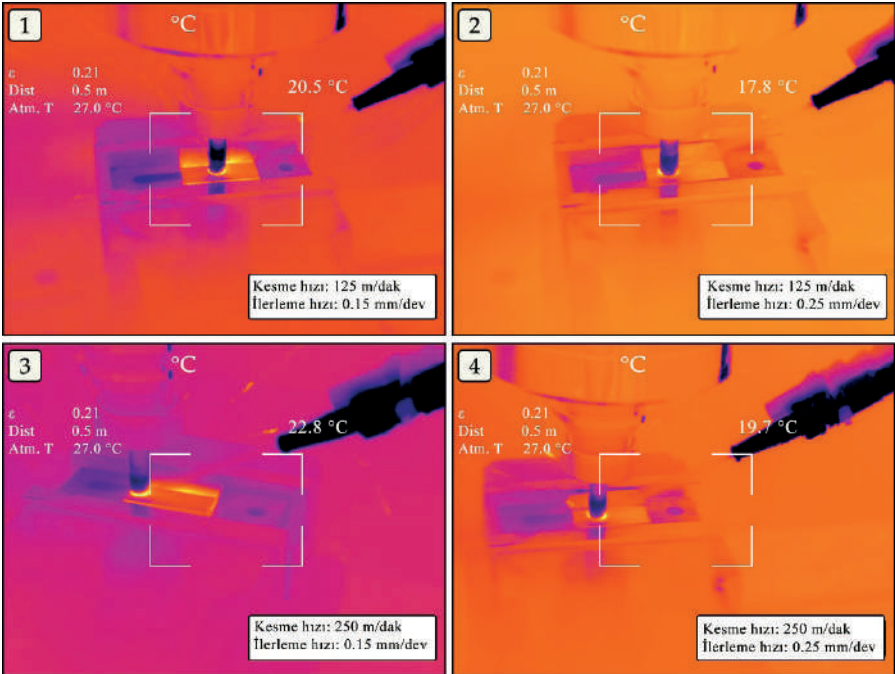
Talaşlı imalat işlemlerinde malzeme kaldırma gücündeki artış kesici takımın yan kenarlarında yüksek sıcaklıklara neden olmakta ve kesme süreçlerinde tüketilen gücün büyük bir kısmı ısıya dönüşmektedir. Kesme bölgesinde oluşan yüksek ısı kesici takım, iş parçası, talaş ve kesme sıvısı üzerine dağıtılır [25]. Bu nedenle kesici takımın kabul edilebilir aşınma oranlarında yüksek sıcaklıklar kontrol altında tutulmalıdır. Normal şartlarda kesici takımda meydana gelen yüksek sıcaklıklar işleme hızını sınırlayabilmektedir. Bu yüzden kesici takımlar için yüksek sıcaklık şartlarına dayanıklı yeni malzemelerin geliştirilmesi hız kazanmaktadır. Ayrıca, frezeleme gibi darbeli kesimin olduğu bazı işlemlerde, kesici takım bir termal döngüye ve mekanik şoka dayanmalı ve yüksek kesme hızlarını desteklemek için iyi bir tokluğa sahip olmalıdır. Bazı talaşlı imalat işlemlerinde kullanılan kesme sıvıları kritik öneme sahiptir ve çoğu zaman kesme sıvısı olmadan verimli bir işleme yapılamamaktadır [26]. Kesme sıvısının görevi kesici takımı, iş parçasını ve takım tezgahını soğutmaktır. Ayrıca başka bir görevi de koşullara bağlı olarak takım-talaş arayüzünde yağlayıcı özelliği göstermesidir. Şekil 4'te farklı kesme hızlarında, soğutma/yağlama koşullarının kesme sıcaklığı üzerindeki etkileri gösterilmektedir. Kriyo-LN<sub>2</sub> ortamında tüm kesme ve ilerleme hızlarında yapılan frezelemede kesme sıcaklığının oldukça azaldığı görülmektedir. Bunun sebebi kriyojenik soğutmada kullanılan sıvı azotun çok düşük sıcaklıklara (~ -196 °C) sahip olmasına atfedilmektedir. Kesme hızının 125 m/dak'dan 250 m/dak'ya çıkmasıyla kesme sıcaklıklarının arttığı gözlenmiştir. Ayrıca tüm kesme hızlarında ilerleme hızlarının artmasıyla



kesme sıcaklıklarının azaldığı tespit edilmiştir. Sonuç olarak kriyojenik soğutma yöntemi ile kesme sıcaklıklarının oldukça azaltılabileceği ortaya çıkmaktadır. Şekil 5 ve Şekil 6'da farklı kesme ortamlarında yapılan işleme sırasında termal kamera yardımıyla elde edilen görüntüler gösterilmektedir.

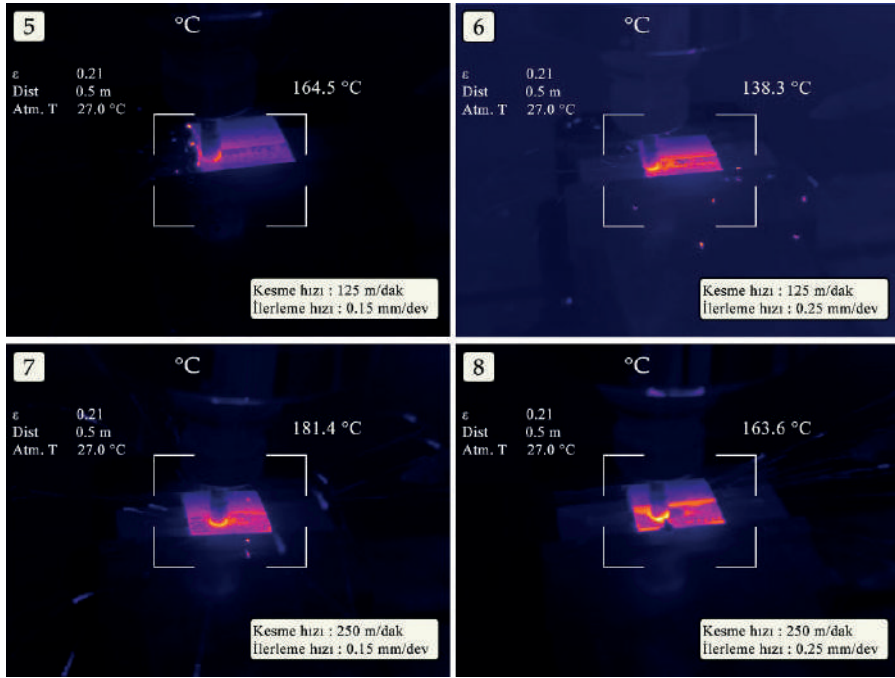


Şekil 4. Farklı kesme hızlarında soğutma/yağlama koşullarının kesme sıcaklığı üzerindeki etkileri; a) 125 m/dak, b) 250 m/dak.



Şekil 5. Kriyojenik soğutma ortamında yapılan deneylerin termal kamera ile çekilen resimleri





Şekil 6. MMY soğutma ortamında yapılan deneylerin termal kamera ile çekilen resimleri

#### 4. Sonuçlar

Bu çalışmada yüksek mukavemete sahip S960 çeliğinin farklı kesme ve ilerleme hızlarında ve sürdürülebilir kesme koşulları altında frezelenmesi araştırılmıştır. Bu bağlamda yüzey pürüzlülüğü, takım yan aşınması ve kesme sıcaklığı analizleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibidir.

Yüzey pürüzlülüğü açısından değerlendirildiğinde, kriyo-LN<sub>2</sub> ortamının daha verimli olduğu sonucuna varılmıştır. Tüm kesme hızlarında, ilerleme hızı arttıkça yüzey pürüzlülüğünün arttığı tespit edilmiştir. Ayrıca kesme hızının 125 m/dak'dan 250 m/dak'ya çıkmasıyla yüzey pürüzlülüğü MMY ortamına kıyasla azalmıştır.

MMY kesme ortamında, kriyo-LN<sub>2</sub> kesme ortamına kıyasla takım yan aşınmasının azaldığı belirlenmiştir. 125 m/dak ve 250 m/dak kesme hızlarında, ilerleme hızlarının artmasıyla takım yan aşınma değerlerinin azaldığı tespit edilmiştir. Kesme hızının 125 m/dak'dan 250 m/dak'ya çıkmasıyla takım yan aşınması artış göstermiştir.

Kriyo-LN<sub>2</sub> ortamında tüm kesme ve ilerleme hızlarında yapılan frezelemede kesme sıcaklığının oldukça azaldığı tespit edilmiştir. Kesme hızlarının artmasıyla kesme sıcaklıklarının arttığı gözlenmiştir. Ayrıca tüm kesme hızlarında ilerleme hızlarının artmasıyla kesme sıcaklıklarının azaldığı belirlenmiştir.

## Kaynakça

- [1] X. Qiang, F. S. K. Bijlaard, and H. Kolstein, "Post-fire performance of very high strength steel S960," *Journal of Constructional Steel Research*, vol. 80, pp. 235-242, 2013/01/01/ 2013, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jcsr.2012.09.002>.
- [2] W. Guo, D. Crowther, J. A. Francis, A. Thompson, Z. Liu, and L. Li, "Microstructure and mechanical properties of laser welded S960 high strength steel," *Mater. Des.*, vol. 85, pp. 534-548, 2015/11/15/ 2015, doi: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.07.037>.
- [3] M. Abdul Hadi, J. A. Ghani, C. H. Che Haron, and M. S. Kasim, "Effect of cutting speed on the carbide cutting tool in milling Inconel 718 alloy," *J. Mater. Res.*, vol. 31, no. 13, pp. 1885-1892, 2016/07/01 2016, doi: [10.1557/jmr.2015.380](https://doi.org/10.1557/jmr.2015.380).
- [4] Ü. A. Usca, M. Uzun, S. Şap, K. Giasin, D. Y. Pimenov, and C. Prakash, "Determination of machinability metrics of AISI 5140 steel for gear manufacturing using different cooling/lubrication conditions," *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 21, pp. 893-904, 2022/11/01/ 2022, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.09.067>.
- [5] J. Prasanna, L. Karunamoorthy, M. Venkat Raman, S. Prashanth, and D. Raj Chordia, "Optimization of process parameters of small hole dry drilling in Ti-6Al-4V using Taguchi and grey relational analysis," *Measurement*, vol. 48, pp. 346-354, 2014/02/01/ 2014, doi: <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2013.11.020>.
- [6] S. Şap, Ü. A. Usca, M. Uzun, M. Kuntoğlu, and E. Salur, "Performance evaluation of AlTiN coated carbide tools during machining of ceramic reinforced Cu-based hybrid composites under cryogenic, pure-minimum quantity lubrication and dry regimes," *J. Compos. Mater.*, vol. 56, no. 22, pp. 3401-3421, 2022/09/01 2022, doi: <https://doi.org/10.1177/00219983221115846>.
- [7] F. Pusavec *et al.*, "Sustainable machining of high temperature Nickel alloy – Inconel 718: part 1 – predictive performance models," *J. Clean. Prod.*, vol. 81, pp. 255-269, 2014/10/15/ 2014, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2014.06.040>.
- [8] M. A. Xavier and M. Adithan, "Determining the influence of cutting fluids on tool wear and surface roughness during turning of AISI 304 austenitic stainless steel," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 209, no. 2, pp. 900-909, 2009/01/19/ 2009, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2008.02.068>.
- [9] Ü. Değirmenci, Ü. A. Usca, and S. Şap, "Machining characterization and optimization under different cooling/lubrication conditions of Al-4Gr hybrid composites fabricated by vacuum sintering," *Vacuum*, vol.

- 208, p. 111741, 2023/02/01/ 2023, doi: <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2022.111741>.
- [10] O. Öndin, T. Kivak, M. Sarıkaya, and Ç. V. Yıldırım, “Investigation of the influence of MWCNTs mixed nanofluid on the machinability characteristics of PH 13-8 Mo stainless steel,” *Tribol. Int.*, vol. 148, p. 106323, 2020/08/01/2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2020.106323>.
- [11] H. Hegab and H. A. Kishawy, “Towards Sustainable Machining of Inconel 718 Using Nano-Fluid Minimum Quantity Lubrication,” *J. Manuf. Mater. Process.*, vol. 2, no. 3, doi: 10.3390/jmmp2030050.
- [12] A. T. Abbas *et al.*, “Sustainability assessment associated with surface roughness and power consumption characteristics in nanofluid MQL-assisted turning of AISI 1045 steel,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 105, no. 1, pp. 1311-1327, 2019/11/01 2019, doi: 10.1007/s00170-019-04325-6.
- [13] G. Singh *et al.*, “Investigations of Machining Characteristics in the Upgraded MQL-Assisted Turning of Pure Titanium Alloys Using Evolutionary Algorithms,” *Materials*, vol. 12, no. 6, p. 999, 2019, doi: <https://doi.org/10.3390/ma12060999>.
- [14] Ü. A. Usca, S. Şap, and M. Uzun, “Evaluation of Machinability of Cu Matrix Composite Materials by Computer Numerical Control Milling under Cryogenic LN2 and Minimum Quantity Lubrication,” *J. Mater. Eng. Perform.*, pp. 1-15, 2022/08/29 2022, doi: <https://doi.org/10.1007/s11665-022-07262-w>.
- [15] Chetan, S. Ghosh, and P. V. Rao, “Comparison between sustainable cryogenic techniques and nano-MQL cooling mode in turning of nickel-based alloy,” *J. Clean. Prod.*, vol. 231, pp. 1036-1049, 2019/09/10/ 2019, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.05.196>.
- [16] M. Danish, M. K. Gupta, S. Rubaiee, A. Ahmed, M. Sarıkaya, and G. M. Krolczyk, “Environmental, technological and economical aspects of cryogenic assisted hard machining operation of inconel 718: A step towards green manufacturing,” *J. Clean. Prod.*, vol. 337, p. 130483, 2022/02/20/ 2022, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2022.130483>.
- [17] N. R. Dhar and M. Kamruzzaman, “Cutting temperature, tool wear, surface roughness and dimensional deviation in turning AISI-4037 steel under cryogenic condition,” *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, vol. 47, no. 5, pp. 754-759, 2007/04/01/ 2007, doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2006.09.018>.
- [18] S. Y. Hong, Y. Ding, and J. Jeong, “Experimental Evaluation of Friction Coefficient and Liquid Nitrogen Lubrication Effect in Cryogenic Machining,” *Mach. Sci. Technol.*, vol. 6, no. 2, pp. 235-250, 2002/10/09 2002, doi: 10.1081/MST-120005958.

- [19] S. Şap, M. Uzun, Ü. A. Usca, D. Y. Pimenov, K. Giasin, and S. Wojciechowski, "Investigation of machinability of Ti-B-SiCp reinforced Cu hybrid composites in dry turning," *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 18, pp. 1474-1487, 2022/05/01/ 2022, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.03.049>.
- [20] W. Akhtar, J. Sun, P. Sun, W. Chen, and Z. Saleem, "Tool wear mechanisms in the machining of Nickel based super-alloys: A review," *Front. Mech. Eng.*, vol. 9, no. 2, pp. 106-119, 2014/06/01 2014, doi: 10.1007/s11465-014-0301-2.
- [21] S. A. S. Amiril, E. A. Rahim, and S. Syahrullail, "A review on ionic liquids as sustainable lubricants in manufacturing and engineering: Recent research, performance, and applications," *J. Clean. Prod.*, vol. 168, pp. 1571-1589, 2017/12/01/ 2017, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.03.197>.
- [22] R. Anburaj and M. Pradeep Kumar, "Influences of cryogenic CO<sub>2</sub> and LN<sub>2</sub> on surface integrity of inconel 625 during face milling," *Mater. Manuf. Process*, vol. 36, no. 16, pp. 1829-1839, 2021/12/10 2021, doi: 10.1080/10426914.2021.1914850.
- [23] J. L. Cantero, J. Díaz-Álvarez, D. Infante-García, M. Rodríguez, and V. Criado, "High Speed Finish Turning of Inconel 718 Using PCBN Tools under Dry Conditions," *Metals*, vol. 8, no. 3, p. 192, 2018. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/2075-4701/8/3/192>.
- [24] M. Danish, M. K. Gupta, S. Rubaiee, A. Ahmed, and M. E. Korkmaz, "Influence of hybrid Cryo-MQL lubri-cooling strategy on the machining and tribological characteristics of Inconel 718," *Tribol. Int.*, vol. 163, p. 107178, 2021/11/01/ 2021, doi: <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2021.107178>.
- [25] M. Bacci da Silva and J. Wallbank, "Cutting temperature: prediction and measurement methods—a review," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 88, no. 1, pp. 195-202, 1999/04/15/ 1999, doi: [https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(98\)00395-1](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(98)00395-1).
- [26] A. K. M. K. Islam, M. Mia, and N. R. Dhar, "Effects of internal cooling by cryogenic on the machinability of hardened steel," *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 90, no. 1, pp. 11-20, 2017/04/01 2017, doi: 10.1007/s00170-016-9373-y.

# Effect of Heat Treatment on Microstructural Properties of AA7075 and AA7020 Alloys<sup>1</sup>

Uğur Büyük<sup>2</sup>

Emin Çadırılı<sup>3</sup>

Hasan Kaya<sup>4</sup>

Erkan Üstün<sup>5</sup>

## Abstract

AA7075 and AA7020 alloys were prepared using a vacuum melting furnace and a casting furnace. Microstructural properties of the alloy samples were examined in both as-cast and heat-treated conditions. In order to investigate the effect of heat treatment, various designed AA7075 and AA7020 samples were homogenized in two steps (300 °C/12h+475 °C/12h) and then aged under different regimes. The effects of heat treatment on the microstructures were studied using optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM)/energy-dispersive X-ray (EDX) elemental analysis, transmission electron microscopy (TEM), and X-ray diffraction (XRD) analysis. The microstructural properties of both alloy systems (AA7075 and AA7020) were compared both within themselves and with each other, depending on how they were exposed to heat treatment. The analysis of EDX and XRD patterns reveal that the aged AA7075 and AA7020 alloys contain  $\alpha$ -Al matrix phase, MgZn<sub>2</sub> and Al<sub>2</sub>CuMg intermetallics, with the MgZn<sub>2</sub> IMC phase being the only one detected in the aged AA7020 alloy sample,

- 1 This work was supported by the Erciyes University Scientific Research Project Unit under contract No's: FBA-2021-10981. The authors are grateful for the financial support.
- 2 Prof. Dr., Erciyes University, Faculty of Education, Department of Science Education, Kayseri, Turkey, buyuk@erciyes.edu.tr, ORCID: 0000-0002-6830-8349
- 3 Prof. Dr., Niğde Ömer Halisdemir University, Faculty of Arts and Sciences, Department of Physics, Niğde, Turkey, ecadirli@gmail.com, ORCID: 0000-0002-8085-9733
- 4 Prof. Dr., Erciyes University, Faculty of Education, Department of Science Education, Kayseri, Turkey, hasankaya@erciyes.edu.tr, ORCID: 0000-0003-3529-9762
- 5 Dr., Niğde Ömer Halisdemir University, Institute of Science, Niğde, Turkey, erkanustun\_07@hotmail.com, ORCID: 0000-0002-7745-396X

which is evident from the TEM micrographs showing polyhedral shaped  $\text{Al}_2\text{CuMg}$  particles about 30-50 nm in size and spherical shaped  $\text{MgZn}_2$  particles about 10-30 nm in size dispersed in the eutectic phase and at the grain boundaries.

## INTRODUCTION

The remarkable properties of aluminum have made it an essential material in numerous areas of engineering. With its low density and strength-to-weight ratio, it is widely used in construction and in the manufacture of structural parts of vehicles such as automobiles, engines and aircrafts. Furthermore, its recyclability and energy-efficiency render it a sustainable material. To maximize the potential of aluminum, research is being conducted on its alloys, heat treatment and forming technologies. Of all heat-treatable aluminum alloys, 7xxx series is the most significant. Age hardening has been found to dramatically enhance its properties (Hatch, 1984; Rometsch, Zhang & Knight, 2014). Thus, this alloy is often preferred in applications requiring high strength.

Aging of the alloy brings about better mechanical properties due to the hindrance of dislocation motion caused by the precipitates formed from the heat treatment. This procedure is made up of three stages: solution, quenching and aging. During the solution step, the material is heated to a temperature high enough to create a single-phase solid-solution with abundant alloying elements. The quenching process follows, in which the material is cooled rapidly to maintain the supersaturated microstructure at room temperature. The last step is aging, in which the alloy is stored at a particular temperature for a certain period of time, resulting in the formation of a secondary phase in the structure. In order for the aging heat treatment to take place, one or more alloying elements in the alloy must be completely or highly soluble in the matrix (Mouritz, 2012). The aging ability of 7xxx alloys is due to the high dissolution of the Zn and Mg elements they contain (Chinh *et al.*, 2014). With the sudden decrease in temperature during quenching, the solubility of the matrix decreases. Zn and Mg dissolved in the matrix are pushed out of the lattice and aggregate to form a secondary phase. Since these secondary phases make the dislocation movement difficult during deformation, an increase in the strength of the material occurs. If this situation is expressed in more detail, Zn and Mg atoms dissolved in the supersaturated solid solution ( $\eta$ ) after quenching due to the effect of aging temperature come together and form regions compatible with the matrix crystal lattice. These regions are called Guinier–Preston (GP regions) regions. In the subsequent aging stages, with the increase of atoms clustered

in the GP regions, the second phase, which is meta-stable with the matrix crystal lattice and expressed as  $\eta'$ , is formed. In the following aging stages, the  $\eta'$  phase precipitates as a stable  $\eta'$ -MgZn<sub>2</sub> secondary phase, which is incompatible with the matrix crystal lattice (Berg *et al.*, 2001). The usual precipitation sequence of the 7xxx alloys can be summarized as follows (Berg *et al.*, 2001; Ogura, Hirosawa & Sato, 2004; Polmear, 1958; Ringer and Hono, 2000; Dellah *et al.*, 2013; Shaa and Cerezo, 2004; Starink and Wang, 2003; S. Liu *et al.*, 2015; Wang, Yin & Sun, 2007; Liu *et al.*, 2010; Orovcik *et al.*, 2016; Lapin, Marecek & Kurska, 2006; Chen *et al.*, 2009; Wu *et al.*, 2010);

supersaturated solid solution ( $\alpha$ -Al)  $\rightarrow$  GP zones  $\rightarrow$  metastable  $\eta'$   $\rightarrow$  stable  $\eta$  (MgZn<sub>2</sub>).

Two distinct GPZs, GPI and GPII, exist in aged Al-Zn-Mg alloys, with their structures differing from each other. GPI zones are coherent with the aluminum matrix and are formed across an ample temperature range, from room temperature to 140-150°C, regardless of the quenching temperature (Shaa and Cerezo, 2004). GPII zones are Zn-rich layers and can be created upon quenching from a temperature higher than 450°C, followed by aging at temperatures over 70°C (Berg *et al.*, 2001; Shaa and Cerezo, 2004). In most cases, GPI or both GPI and GPII zones act as precursors to the metastable  $\eta'$  phase. This metastable hardening precipitate is formed directly from the solid solution at temperatures higher than 100-120°C (Berg *et al.*, 2001). The main hardening precipitate  $\eta'$  is a metastable hexagonal phase that is semi-coherent with the aluminum matrix. During the later stages of precipitation, the  $\eta'$  phase undergoes a transformation into its stable  $\eta$  form. The equilibrium phase,  $\eta$ , can be generated right from the solid solution. As per the peak aged condition (T6), the predominant precipitate phases are a mixture of  $\eta'$  and stable  $\eta$  (Starink and Wang, 2003). Subsequently, this paper aimed to evaluate and compare the microstructural and ductility properties of AA7075 (Al-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu wt.%) and AA7020 (Al-4.5Zn-1.2Mg-0.15Cr-0.15Zr wt.%) alloys after being subjected to a succession of heat treatments, including homogenization and aging. This particular research has not evaluated the effects of heat treatment on the microstructure of the two alloys in a comparative manner. Therefore, the microstructures and ductility of the alloys were inspected to discern the effects of the heat treatment.



## EXPERIMENTAL PROCEDURES

### Preparation of the AA7075 and AA7020 cast alloys

High purity (99.99%) Al, Zn, Mg, Cu and minor metals (Cr, Zr) were utilized to manufacture the AA7075 and AA7020 cast alloys (all compositions are indicated in wt.% unless otherwise stated). The Al was put in a graphite receptacle (L:170 mm, OD: 40 mm, ID:30 mm) and melted in a vacuum furnace. After the Al had been completely dissolved, the requisite amount of Zn was laid beneath the surface of the molten Al. Then the Al-Zn amalgam was stirred three times with a five-minute interval and the necessary amount of Mg was encased with pure thin Al foil and within a graphite cage that had numerous perforations (Fig. 1a) and placed beneath the surface of the liquid Al-Zn alloy to prevent Mg burning on the surface of the melt. Finally, copper and other trace metals (chromium and zirconium) necessary for the specific alloy were added to the crucible and heated until melted. To ensure homogeneity of the alloy, the molten metal was melted again in a vacuum furnace and the billet was then inverted. After stirring and allowing sufficient time for homogenization, the alloy was poured through a funnel into a graphite crucible connected to alumina molds (180 mm in length, 9 mm OD, 6 mm ID) that were placed in the casting furnace (Fig. 1b and c). The furnace was set to temperatures of approximately 50 °C and 100 °C above the melting point of the alloy in the upper and lower heaters, respectively. Each sample was stirred with a fine alumina rod and then solidified from the bottom up using a water-cooled stainless-steel reservoir in order to obtain a completely mixed and directionally solidified homogeneous sample.

The samples of two alloys, namely AA7075 and AA7020, were produced in the necessary quantities for microstructure analysis in this research. The average cooling rates observed in the directionally solidified samples varied from 8 to 2 K/s, depending on the position relative to the reservoir. As part of the sample preparation process, experiments were repeated until the desired number of suitable samples were obtained. Subsequently, the 10 mm upper and lower regions of the sample, which may contain casting defects, were removed and excluded from the mechanical testing. The remaining parts of the samples were then prepared for microstructure examination, mechanical evaluation, and quantitative analysis. The samples were then subjected to a homogenization process consisting of two stages; 300°C/12h followed by 475°C/12h. Afterwards, they were quenched in water at room temperature. In order to compare the alloy samples with those in as-cast form, two of the samples were preserved in a freezer at

-18°C, thus avoiding natural aging of the alloy at room temperature. The other 10 samples were split into five subgroups, with one group left as only homogenized, while the remaining four were exposed to various aging regimes. Four distinct subgroups were exposed to a T6 artificial aging process under various conditions, identified as regime 1-regime 4. To ensure reliable data, two specimens were allocated to each subgroup. A Protherm PLF 110/45 model muffle furnace was utilized to perform the solution heat treatment (T6). This process initially involved keeping the samples at 300°C for 12 hours, followed by 475°C for 12 hours and then quenching in water at room temperature for supersaturated solid solution  $\alpha$ -Al. Subsequently, an artificial aging process was done with four regimes: regime 1 (120°C/24h), regime 2 (150°C/24h), regime 3 (120°C/12h + 150°C/12h) and regime 4 (150°C/12h + 180°C/12h). A summary of the heat treatment conditions for both solution treatment and aging process is presented in Table 1.

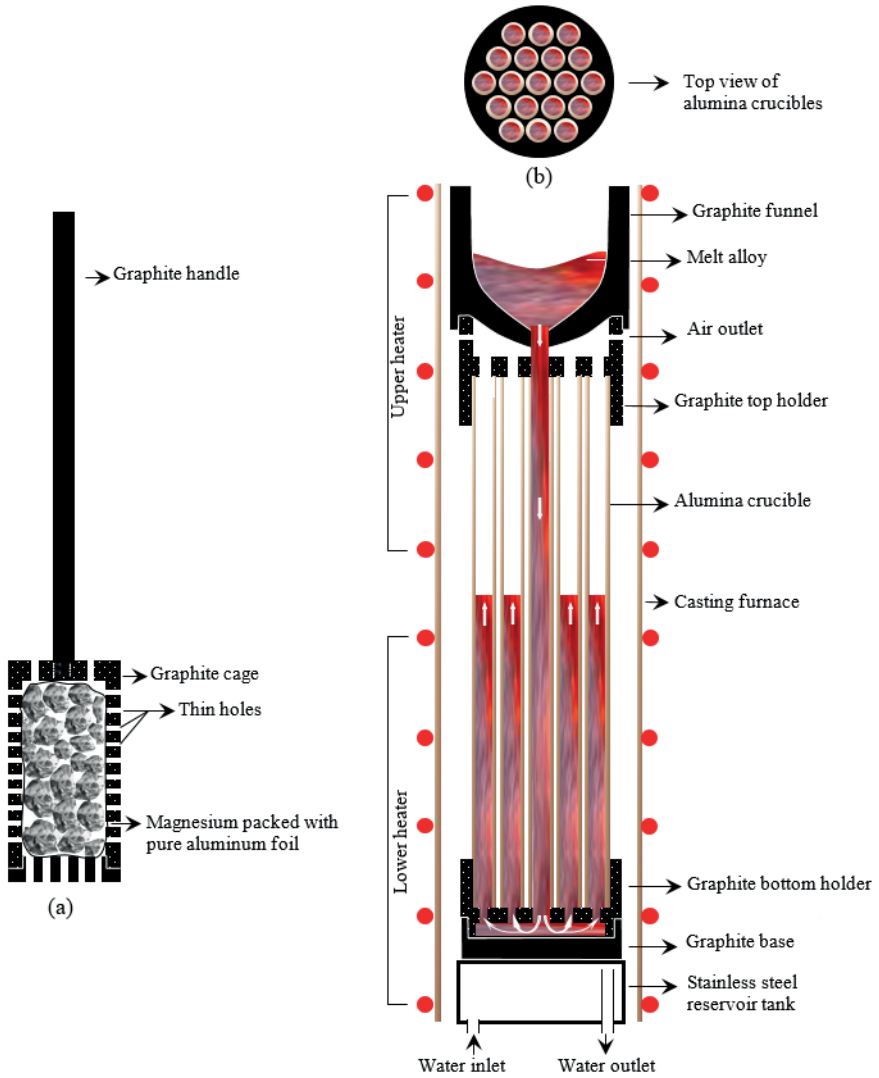


Figure 1. (a) Graphite cage (b) Top view of alumina crucibles (c) Crucibles in the casting furnace

*Table 1. Heat treatment processes of the AA7075 and AA7020 alloys*

Name of sample	Process	Status
WHT	Without heat treatment	As-cast
OH	Only Homogenization	300 °C/12h+475 °C/12h (two-step)
Regime 1	H+artificial aging	300 °C/12h+475 °C/12h→120°C/24h (one-step)
Regime 2	H+artificial aging	300 °C/12h+475 °C/12h→150°C/24h (one-step)
Regime 3	H+artificial aging	300 °C/12h+475 °C/12h→120 °C/12h+150 °C/12h (two-step)
Regime 4	H+artificial aging	300 °C/12h+475 °C/12h→150 °C/12h+180 °C/12h (two-step)

### Microstructure characterization and identification of phases

Sections from each sample were fashioned with cold molding material (e.g. epoxy resin) before undergoing the process of mechanical grinding, polishing and etching with Keller's reagent (2 mL HF, 3 mL HCl, 5 mL HNO<sub>3</sub> and 190 mL water) for 10 seconds. Subsequently, the microstructures of all the samples were examined using an inverted Nikon Eclipse MA 100 optical microscope as well as a Zeiss-Gemini 500 FESEM coupled with an energy dispersive X-ray (EDX) spectrometer and a computer-controlled image system. This enabled the composition of the matrix and intermetallic compound (IMC) phases in the specimens to be determined with the help of EDX analysis at 20 keV using X-ray lines. Additionally, X-ray diffraction (XRD) analysis was employed to verify the accuracy of the data obtained from EDX analysis. XRD measurements were carried out with a diffractometer (Rigaku Ultima IV) utilizing Cu-K $\alpha$  radiation ( $k=1.5405 \text{ \AA}$ ) at an accelerating voltage of 40 kV. Subsequently, the diffracted beam was scanned in steps incrementing by 0.01° across a 2 $\theta$  range of 30-90°.

The morphology of aged AA7075 and AA7020 samples were investigated using transmission electron microscopy (TEM) (JEOL SEM-100SX), operating at a voltage of 300 kV and a double-tilt stage. To this end, TEM foils were made from the aged samples. Subsequently, 3 mm discs were cut from the foils and then thinned to perforation by using twin-jet electropolishing with a 10 wt.% perchloric acid in methanol solution, at

a voltage of 20Vdc. The outcomes of the EDX/mapping, XRD and TEM analyses, along with comments, are provided in the following section.

## **RESULTS AND DISCUSSION**

### **Heat treatment**

As-cast specimens usually feature dendritic microstructures composed of both  $\alpha$ -Al solid solution and non-equilibrium phases that settle on grain boundaries and the interdendritic regions during solidification. During this process, there is an uneven distribution of  $\alpha$ -Al solid solution and intermetallics, which can cause composition segregation. Moreover, variations of cooling rates, temperatures, and inclusions of impurities, metallic or non-metallic components can lead to inhomogeneous microstructures and properties (Wang *et al.*, 2014). To improve the as-cast microstructures, heat treatments such as homogenization and aging, as well as solutions of non-equilibrium phases, can be applied (Wang *et al.*, 2014). If heat treatments are employed, it should be noted that the temperature should not exceed the lowest melting point of the phase in the sample (Nayan *et al.*, 2009). This will cause dendritic segregation to decline gradually and unstable phases to transform into stable ones. In conclusion, heat treatments can eliminate inhomogeneities of alloys, thus improving the performance and quality of the products.

### **Microstructure characterization**

The mechanical characteristics of the material are predominantly determined by the microstructures; therefore, OM, SEM and TEM were used to assess the composition of the phases, and EDX/elemental mapping and XRD were used to identify their chemical composition. The corresponding OM and SEM microstructures of the WHT and HT samples of both the AA7075 and AA7020 alloys are demonstrated in Figures 2-3.

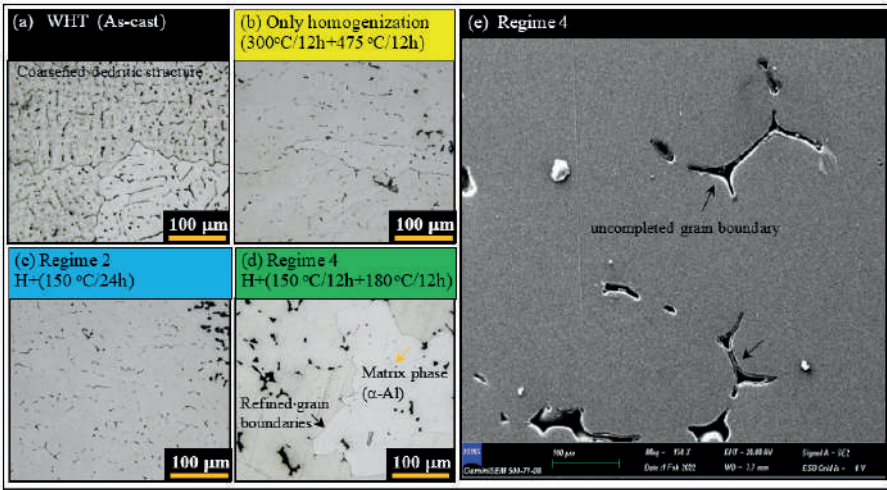


Figure 2. Typical optical and SEM micrographs for the AA7075 alloy (a) As-cast (WHT) (b) Only homogenization (c) Regime 2 (d) Regime 4 (e) Regime 4 (SEM image)

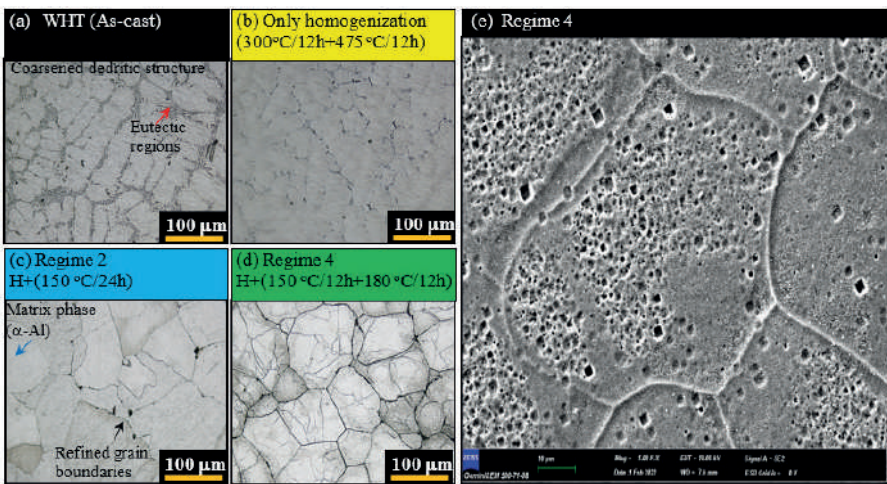


Figure 3. Typical optical and SEM micrographs for the AA7020 alloy (a) As-cast (WHT) (b) Only homogenization (c) Regime 2 (d) Regime 4 (e) Regime 4 (SEM image)

As can be seen from Figs.(2a-3a), dendritic structures in the casting sample are seen for both alloys. Although the dendritic structure is coarsened in both structures, eutectic structures are occasionally observed between the coarsened dendrite arms, especially for the AA7020 alloy (Fig. 3a). As can be seen from Figure 2b-3b, for both alloys, dendritic structures disappeared and grain boundaries became coarser in solution treated samples (only homogenization). Figures 2(c-d)-3(c-d) show the structures in the one-step



and two-step aging process applied after homogenization. While incomplete grain boundaries were observed in AA7075 alloys that had undergone these aging processes (regimes 2 and 4), more distinct grain boundaries and completed hexagonal cells were observed in AA7020 alloys. This is more clearly seen in the SEM images given in Figures 2e-3e.

As can be seen in Fig. 4, chemical results of the heat treated alloys (regime 4) are given in the EDX spectrum and elemental mapping analysis. The microstructures observed in the samples analyzed for both alloys (region 4) mainly consist of the main phase and the secondary phases containing intermetallic compounds. As can be seen from the table values given in the EDX spectrum (Fig. 4a), the composition values for the aged AA7075 sample (regime 4) were determined as 91.90 Al, 4.66 Zn, 2.34 Mg and 1.10 Cu (wt.%). As seen from the EDX spectrum given in Figure 4b, composition values of 93.50 Al, 3.83 Zn, 1.61Mg, 0.67 Zr and 0.39Cr (wt.%) were determined for the aged AA7020 sample (regime 4). These composition values determined for both alloy samples aged in the same regime (regime 4) are very close to the nominal compositions. However, for the AA7020 alloy, the Cr and Zr values were slightly higher than the nominal values. As well as the presence of  $\alpha$ -Al matrix phase, for the AA7075 and AA7020 samples that aged at regime 4,  $MgZn_2$  and  $Al_2CuMg$  intermetallics were observed in the grain boundary and small eutectic regions. While both  $MgZn_2$  and  $Al_2CuMg$  IMC phases were detected in the aged AA7075 alloy sample (regime 4), only the  $MgZn_2$  IMC phase was detected in the aged AA7020 alloy sample (regime 4).

Similar results were found by Deng et al. (Deng *et al.*, 2012) and Gonzales et al. (Gonzales *et al.*, 2003). In the mapping analysis given in the spectrum on the right part of the same figure (Fig. 4), the distribution of each Al, Zn, Mg, Cu, Cr and Zr elements within the measurement regions was obtained with different colors. The constituent phases in the aged AA7075 and AA7020 alloy samples were determined with XRD analysis. The XRD patterns of the aged alloys are shown in Fig. 5.

As indicated, the presence of  $\alpha$ -Al (matrix-phase),  $MgZn_2$  ( $\eta$ -phase) and  $Al_2CuMg$  (S-phase) is confirmed due to the high number of peaks corresponding to these matrix phase and IMC phases, respectively. Both EDX analysis (Fig. 4) and XRD pattern (Fig. 5) strongly indicate that there are three phases ( $\alpha$ -Al,  $MgZn_2$  and  $Al_2CuMg$ ) for the aged AA7075 alloy (regime 4) and two phases ( $\alpha$ -Al,  $MgZn_2$ ) for the aged AA7020 alloy (regime 4).

The TEM micrograph in Figure 6 of aged AA7075 and AA7020 samples (regime 4) after being homogenized (300°C/12h+475°C/12h) clearly shows that  $Al_2CuMg$  (S-phase) and  $MgZn_2$  ( $\eta$ -phase) precipitates (IMCs) have formed. In the micrograph, these particles were identified as polyhedral shaped and spherical in shape, respectively. Additionally, the precipitates showed different shapes, including the bigger, dark polyhedral  $Al_2CuMg$  particles and the smaller, open spherical  $MgZn_2$  particles. The size of  $Al_2CuMg$  particles was determined to be 30-50 nm, while the size of  $MgZn_2$  particles ranged from 10-30 nm and were dispersed throughout the eutectic phase and at the grain boundaries.

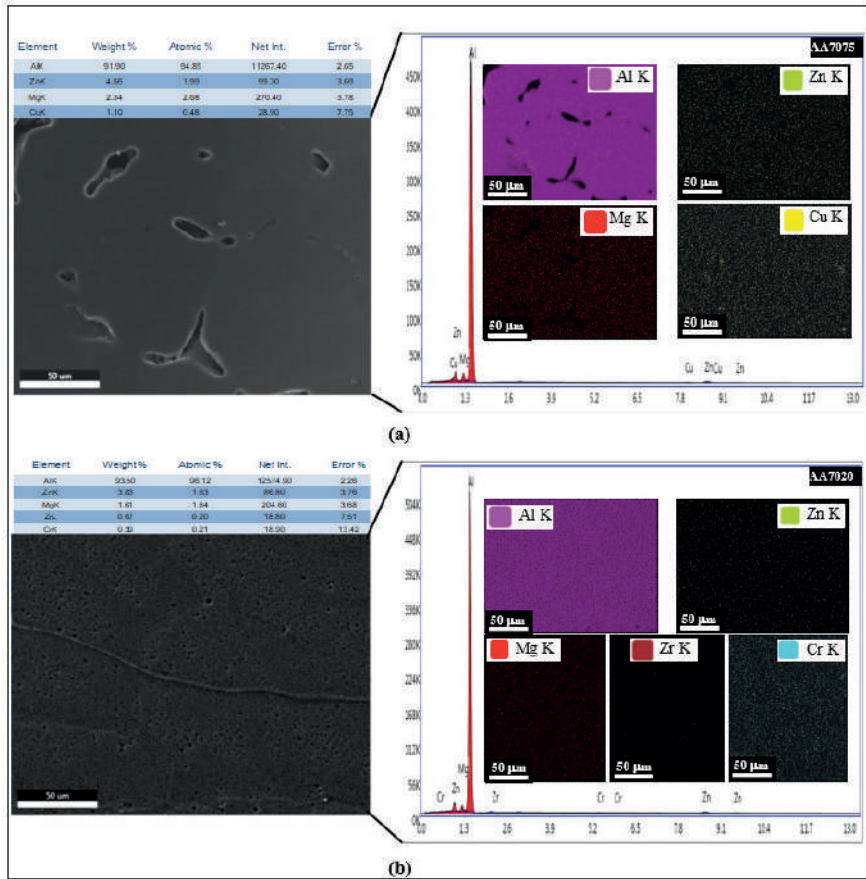


Figure 4. EDX spectrum and elemental mapping analysis for studied alloys (a) AA7075 alloy (Regime 4) (b) AA7020 alloy (Regime 4)



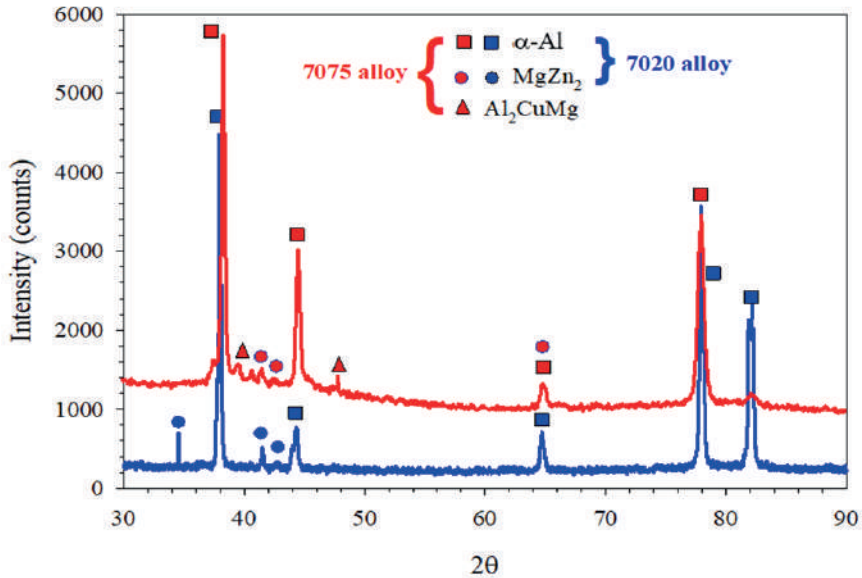


Figure 5. XRD patterns obtained from the aged samples (Regime 4) of the AA7075 and AA7020 alloys

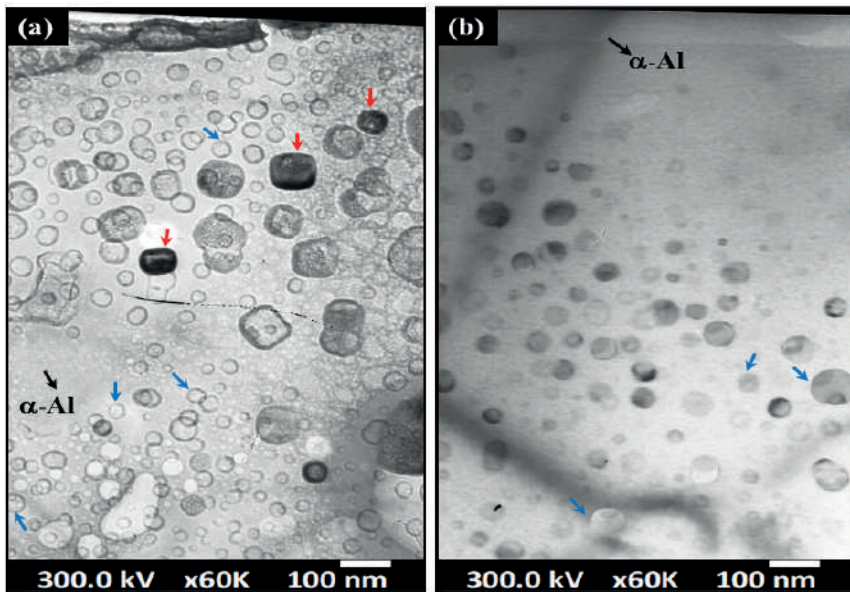


Figure 6. (a) TEM micrograph of  $MgZn_2$  (blue arrow) and  $Al_2CuMg$  (red arrow) precipitates in the AA7075 sample aged with the aging regime 4 ( $150^\circ C/12h + 180^\circ C/12h$ ) after the homogenization ( $12h$  at  $300^\circ C + 12h$  at  $475^\circ C$ ) (b) TEM micrograph of  $MgZn_2$  (blue arrow) precipitates in the AA7020 sample aged with the aging regime 4 ( $150^\circ C/12h + 180^\circ C/12h$ ) after the homogenization ( $12h$  at  $300^\circ C + 12h$  at  $475^\circ C$ ). The  $\alpha-Al$  phase, which is the matrix phase for both alloys, is shown with a white arrow.

## CONCLUSION

AA7075 and AA7020 alloys were produced using the vacuum furnace and the casting furnace. Microstructure properties of as-cast and heat-treated samples were investigated. The key findings are given as follows:

- i. The microstructures of AA7075 and AA7020 alloys in their as-cast state include both dendritic  $\alpha$ -Al solid solution and non-equilibrium phases that tend to form along grain boundaries and in the interdendritic spaces during solidification.
- ii. Although the dendritic structure is coarsened in both structures, eutectic structures are occasionally observed between the coarsened dendrite arms, and more distinct grain boundaries and completed hexagonal cells are observed in AA7020 alloys after aging processes.
- iii. The analysis of EDX and XRD patterns show that the aged AA7075 alloy has three phases ( $\alpha$ -Al,  $MgZn_2$  and  $Al_2CuMg$ ) while the aged AA7020 alloy has two phases ( $\alpha$ -Al,  $MgZn_2$ ).
- iv. The presence of  $\alpha$ -Al matrix phase,  $MgZn_2$  and  $Al_2CuMg$  intermetallics in the grain boundary and small eutectic regions were detected in the aged AA7075 and AA7020 samples, with the  $MgZn_2$  IMC phase being the only one detected in the aged AA7020 alloy sample.
- v. The TEM micrograph showed that  $Al_2CuMg$  and  $MgZn_2$  precipitates have formed in the aged AA7075 and AA7020 samples, with polyhedral shaped  $Al_2CuMg$  particles about 30-50 nm in size and spherical shaped  $MgZn_2$  particles about 10-30 nm in size dispersed in the eutectic phase and at the grain boundaries.

## ACKNOWLEDGMENTS

This work was supported by the Erciyes University Scientific Research Project Unit under contract No's: FBA-2021-10981. The authors are grateful for the financial support.

## REFERENCES

- A. P. Mouritz, *Introduction to Aerospace Materials*. Cambridge, England: Woodhead Publishing Ltd. (2012). (ISBN 978-1-84569-532-3)
- C. Gonzales, O. Alvarez, J. Genesca, J.A. Juarez-Islas, Solidification of chill-cast Al-Zn-Mg alloys to be used as sacrificial anodes, *Metall. Mater. Trans. A* 34 (2003) 2991–2997. <https://doi.org/10.1007/s11661-003-0198-6>
- G. Sha, A. Cerezo, Early-stage precipitation in Al–Zn–Mg–Cu alloy (7050), *Acta Mater.* 52 (2004) 4503–4516. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.06.025>
- H. Wang, J. Xu, Y. Kang, M. Tang, Z. Zhang, Study on inhomogeneous characteristics and optimize homogenization treatment parameter for large size DC ingots of Al–Zn–Mg–Cu alloys. *J. Alloys Compd.* 585 (2014) 19–24. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.09.139>
- I.J. Polmear, The upper temperature limit of stability of GP zones in ternary aluminium–zinc–magnesium alloys, *J. Inst. Metals* 87 (1958–1959) 24–25.
- J. Buha, R.N. Lumley, A.G. Crosky, Secondary ageing in an aluminium alloy 7050, *Mater. Sci. Eng. A* 492 (2008) 1–10. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.02.039>
- J. Chen, L. Zhen, S. Yang, W. Shao, S. Dai, Investigation of precipitation behavior and related hardening in AA 7055 aluminum alloy, *Mater. Sci. Eng. A* 500 (2009) 34–42. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.09.065>
- J. E. Hatch, *Aluminum: properties and physical metallurgy*. Metals Park, Ohio: American Society for Metals, 1984. ISBN: 978-0-87170-176-3
- J. Lapin, J. Marecek, M. Kurasa, Effect of heat treatments on the microstructure and mechanical properties of directionally solidified multiphase intermetallic Ni–Al–Cr–Ta–Mo–Zr alloy, *Kovove Mater.* 44 (2006) 1–11.
- L. Orovčík, M. Nosko, J. Kováčik, T. Dvoračák, M. Štěpánek, F. Šimáček, Effects of chemical composition on the pore structure and heat treatment on the deformation of PM aluminium foams 6061 and 7075, *Kovove Mater.* 54 2016 463–470. DOI: 10.4149/km 2016 6 463
- L.K. Berg, J. Gjønnnes, V. Hansen, X.Z. Li, M. Knutson-Wedel, D. Schryvers, L.R. Wallenberg, GP-zones in Al–Zn–Mg alloys and their role in artificial aging. *Acta materialia*, 49(17) (2001) 3443–3451. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(01\)00251-8](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(01)00251-8)
- L.M. Wu, M. Seyring, M. Rettenmayr, W.H. Wang, Characterization of precipitate evolution in an artificially aged Al–Zn–Mg–Sc–Zr alloy, *Mater. Sci. Eng. A* 527 (2010) 1068–1073. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.09.023>
- M. Dellah, M. Bournane, Kh.A. Ragab, Y.Sadaoui, A.F. Sirenko, Early decomposition of supersaturated solid solutions of Al–Zn–Mg casting

- alloys, *Mater. Des.* 50 (2013) 606–612. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.02.078>
- M.J. Starink, S.C. Wang, A model for the yield strength of overaged Al–Zn–Mg–Cu alloys, *Acta Mater.* 51 (2003) 5131–5150. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(03\)00363-X](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(03)00363-X)
- N. Nayan, S. Y. S. N. Murty, Gotvind, M. C. Mittal, P. P. Sinha, Optimization of homogenizing mode for aluminum alloy AAAA7075 using calorimetric and microstructural studies, *Met. Sci. Heat Treat.* 51 (2009) 330–337. <https://doi.org/10.1007/s11041-009-9178-9>
- N.Q. Chinh, J. Lendvai, D.H. Ping, K. Hono, The effect of Cu on mechanical and precipitation properties of Al–Zn–Mg alloys. *J. Alloys Compd.* 378(1–2) (2004) 52–60. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2003.11.175>
- P. A., Rometsch, Y. Zhang, S. Knight, Heat treatment of 7xxx series aluminium alloys - Some recent developments. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)*, 24 (7), (2014) 2003–2017. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(14\)63306-9](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(14)63306-9)
- S. Liu, C. Li, S. Han, Y. Deng, X. Zhang, Effect of natural aging on quench-induced inhomogeneity of microstructure and hardness in high strength 7055 aluminum alloy, *J. Alloys Compd.* 625 (2015) 34–43. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.10.195>
- S. Liu, J. You, X. Zhang, Y. Deng, Y. Yuan, Influence of cooling rate after homogenization on the flow behavior of aluminum alloy 7050 under hot compression, *Mater. Sci. Eng. A* 527 (2010) 1200–1205. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.10.055>
- S. P. Ringer, K. Hono, Microstructural evolution and age hardening in aluminium alloys: atom probe field-ion microscopy and transmission electron microscopy studies, *Mater. Charact.* 44 (2000) 101–131. [https://doi.org/10.1016/S1044-5803\(99\)00051-0](https://doi.org/10.1016/S1044-5803(99)00051-0)
- T. Ogura, S. Hirose, T. Sato, Quantitative characterization of precipitate free zones in Al–Zn–Mg(–Ag) alloys by microchemical analysis and nanoindentation measurement, *Sci. Technol. Adv. Mater.* 5 (2004) 491–496. <https://doi.org/10.1016/j.stam.2004.02.007>
- T. Wang, Z.M. Yin, Q. Sun, Effect of homogenization treatment on microstructure and hot workability of high strength 7B04 aluminium alloy, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 17 (2007) 335–339. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(07\)60094-6](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(07)60094-6)
- Y. Deng, Z. Yin, K. Zhao, J. Duan, Z. He, Effects of Sc and Zr microalloying additions on the microstructure and mechanical properties of new Al–Zn–Mg alloys, *J. Alloy. Compd.* 530 (2012) 71–80. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2012.03.108>



# Mining Twitter Content for Discovering Open and Distance Education Trends in Turkey

Burcu Yilmazel<sup>1</sup>

Ali Yürekli<sup>2</sup>

## Abstract

Social media, which has become an active communication tool in today's education, constitutes a fast and easy alternative to share information by bringing students and educational institutions together. Although the interaction between these participants could provide implicit feedback on education services, there is only limited research on identifying the trending topics about open and distance education. This study examines Twitter content to reveal the primary topics of social media conversations related to open and distance education in Turkey. An experimental research is conducted on a collection of 20,010 unique tweets matching #aöf and #açıköğretim hashtags. The user tweets in this collection, which consist of hashtags and actual tweet texts, are analyzed by two statistical inference methods. While the most frequently preferred hashtags in the education domain are determined by co-occurrence modeling, Latent Dirichlet Allocation is employed to extract the core topics of actual tweet texts. The performed analyses reveal that social media interactions in open and distance education are gathered around semantic clusters such as exams, registration periods, course materials, and exam results. Consequently, social media can be utilized to understand students' problems and demands better, and thus the quality of distance education services can be enhanced.

## INTRODUCTION

In recent years, the rapid growth in the use of social networking services has radically affected the general perception of communication in the education

- 
- 1 Eskişehir Technical University, Faculty of Engineering, Department of Computer Engineering, Eskişehir, Turkey, (ORCID: 0000-0001-8917-6499), byurekli@eskisehir.edu.tr
  - 2 Eskişehir Technical University, Faculty of Engineering, Department of Computer Engineering, Eskişehir, Turkey, (ORCID: 0000-0001-8690-7559), ali-yurekli@eskisehir.edu.tr

domain (Poellhuber et al., 2011). Social platforms like Facebook, Twitter, and Instagram are frequently used as alternative channels to traditional communication methods. Almost all educational institutions own and manage their official social media accounts (mostly, an institution has more than one account due to the variety of popular platforms) to interact with the community. These accounts are commonly utilized as broadcast tools (Kimmons et al., 2017) that constitute an easy and fast way of information sharing (e.g., announcements, events, advertisements, and course materials).

Especially in the field of open and distance education (ODE), the use of social media for communication is of special importance. Although ODE systems help eliminate obstacles in education for several reasons, such as economic or geographical limitations, students may still study in an isolated environment, which causes them to be deprived of necessities like person-to-person contact and faculty support (Muilenburg & Berge, 2001). Social media can be regarded as a practical option to alleviate this isolation problem since it serves as a unifying factor that brings the ODE community (i.e., students, instructors, and educational institutions) together (Özmen & Atıcı, 2014). In this context, it becomes essential to perceive which topics related to ODE in social media are frequently encountered and what public opinion these topics form on the users. Knowing what students are talking about and understanding their problems is highly valuable to improve the overall quality of education services.

In this study, we investigate the primary topics in social media related to the Turkish ODE system. We focus on user tweets from Twitter concerning the Open Education Faculty (OEF) of Anadolu University<sup>3</sup>, one of the global pioneers of distance education that serves over one million students (Latchem et al., 2006). Firstly, we collect the relevant social media content by searching #aöf and #açıköğretim (i.e., the abbreviation of OEF and spelling of open education in Turkish, respectively) hashtags on Twitter. Then, we perform a hashtag co-occurrence analysis on the acquired tweet collection to gain insights about the trending hashtags in Turkish ODE. Afterward, we analyze the actual tweet texts and extract the core topics of social media conversations about ODE in Turkey by building a Latent Dirichlet Allocation (LDA) model (Blei et al., 2003). Based on these core topics, we explain and illustrate how students use social media for information sharing and community support. Briefly, the performed analyses on user tweets search for an answer to the following research questions (RQ):

---

3 <https://www.anadolu.edu.tr/acikogretim>



- RQ 1: Under which hashtags do social media conversations about the Turkish ODE system take place?
- RQ 2: What are the primary topics related to the Turkish ODE system in social media conversations?
- RQ 3: In line with the primary topics of ODE conversations, how do users utilize social media for communication in education?

The remainder of the chapter is organized into three main sections. Firstly, the adopted methodology and techniques used to carry out this research are described. Secondly, the findings and discussions of the performed analyses are presented. Finally, conclusions are drawn and future work is pointed out.

## METHODOLOGY

In this study, we apply two statistical models to identify significant hashtags and topics in the Turkish ODE system: (i) co-occurrence model for hashtags and (ii) topic model for tweet texts. After describing the collection procedure of the data used in the study, we explain these models in more detail, respectively.

### Data Collection

Hashtag usage is a convenient way of organizing information in social media. Simply, a hashtag is a string of characters proceeded by the hash (#) character. In terms of Twitter interactions, hashtags typically indicate the context, main topics, and core ideas of the tweets (Tsur & Rappoport, 2012). Users can follow the field of interest and participate in discussions by these searchable metadata tags. Accordingly, it is possible to explore the topics in social media by querying relevant hashtags.

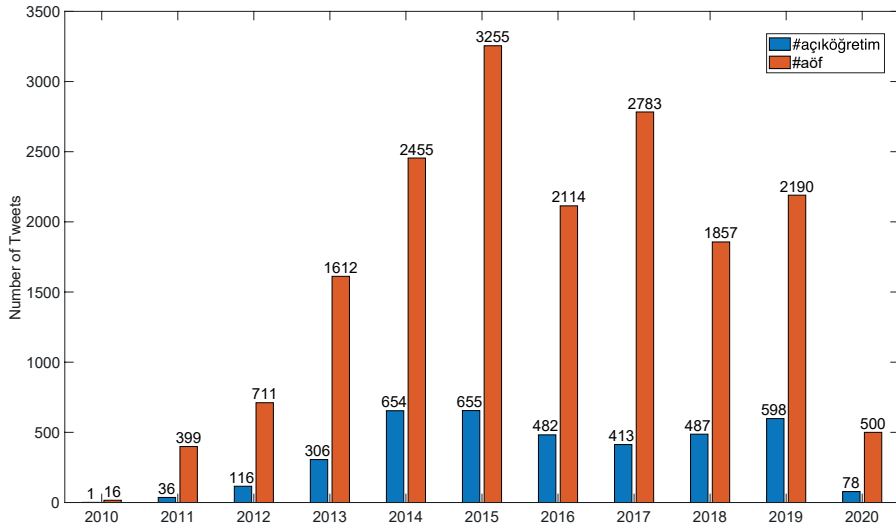
Since this study focuses on social media conversations about the Turkish ODE system, we choose #aöf and #açıköğretim hashtags as the related query terms. In a prior study, Ozturk et al. (2017) perform sentiment analysis for the Turkish ODE system on a set of tweets gathered by these hashtags and some of their variations (i.e., alternative spellings as a consequence of the special characters in the Turkish alphabet). Similarly, we collect the tweets in the Turkish language that contain our target hashtags using the Search API<sup>4</sup> provided by Twitter. Having collected 21,718 tweets in total, we observe that the performed queries may occasionally retrieve some tweets more than once, which results in duplicate social media entries. By interpolating a

---

4 <https://developer.twitter.com/en/docs/twitter-api>



deduplication step to the data collection process, we obtain 20,010 unique tweets matching our filtering criteria.



*Figure 1. The number of tweets collected according to #aöf and #açıköğretim hashtags by years*

As presented in Figure 1, user entries in the tweet collection span a time period between 2010 and 2020 (limited by the last date of querying, which is mid-February, 2020). Notably, #aöf has been preferred more frequently than #açıköğretim as a hashtag pointing the conversations in Twitter related to the Turkish ODE system.

### Hashtag Co-occurrence Modeling

Hashtags are well-indicators of underlying topics in tweets. Since Twitter allows its' users to include multiple hashtags in a tweet, the hashtags correlated with each other may appear together in the same tweet. This co-occurrence relationship can be utilized to gain insights about tweet topics (Steinskog et al., 2017). Eventually, the understanding and visualization of hashtag dynamics is a reasonable starting point to investigate the social media trends of a particular subject.

In order to identify the prominent hashtags about ODE conversations on Twitter, we first apply textual normalization on the hashtag terms as an initial step. Employing lower casing, deASCIIfication, and lemmatization filters consecutively, all hashtags are converted to much common forms. While deASCIIfication restores accented letters in hashtag terms (Arslan,

2016), lemmatization helps group together the inflected forms of a hashtag term (Akba et al., 2014). In brief, the primary purpose of this pre-processing procedure is to singularize hashtags that mean the same or close, even though they are written in different forms.

The application of the abovementioned pre-processing step results in a set of  $n$  unique hashtags. Using this set, a co-occurrence matrix can be constructed to present how many times a hashtag appears together with another hashtag. As the relationship between two hashtags is direct, co-occurrence counting forms a natural statistic for the relatedness or closeness of the corresponding terms (Bullinaria and Levy, 2012). In Figure 2, we illustrate the resulting matrix obtained by data pre-processing and co-occurrence counting. Formally, the co-occurrence matrix of hashtags is a square  $n \times n$  matrix where  $n$  corresponds to the number of unique hashtags in the tweet collection. In this context, a cell  $f_{ij}$  denotes the number of times hashtag  $h_i$  appears together with hashtag  $h_j$ . It should also be noted that the upper and lower triangles of the matrix are identical as co-occurrence is a symmetric relation (Lin, 2008). In another saying,  $f_{ij}$  is equal to  $f_{ji}$  for the two hashtags  $h_i$  and  $h_j$ .

	<b>h<sub>1</sub></b>	<b>h<sub>2</sub></b>	<b>h<sub>3</sub></b>	• • •	<b>h<sub>n</sub></b>
<b>h<sub>1</sub></b>	$f_{11}$	$f_{12}$	$f_{13}$		$f_{1n}$
<b>h<sub>2</sub></b>	$f_{21}$	$f_{22}$	$f_{23}$		$f_{2n}$
<b>h<sub>3</sub></b>	$f_{31}$	$f_{32}$	$f_{33}$		$f_{3n}$
•	•	•	•		•
•	•	•	•		•
•	•	•	•		•
<b>h<sub>n</sub></b>	$f_{n1}$	$f_{n2}$	$f_{n3}$	• • •	$f_{nn}$

Figure 2. A visualization of the co-occurrence matrix of hashtags in the tweet collection

As described in the data collection section, we use #aöf and #açıköğretim hashtags as primary query terms when searching Twitter content related to OEF and the Turkish ODE system. Accordingly, all of the collected tweets contain at least one of these two hashtags, highlighting a sub-region of the co-occurrence matrix as a critical region in terms of overall hashtag preference. Theoretically, the projection of rows (or columns, since the matrix is symmetric) having #aöf and #açıköğretim terms as indices can reveal under which hashtags social media conversations take place (as questioned in RQ 1).

## LDA Topic Modeling

In the context of social media, understanding the characteristics of conversations is critical for various tasks, such as semantic analysis and friend recommendations (Alvarez-Melis and Saveski, 2016). The reviews, comments, and feedbacks of users may positively or negatively affect other users' opinions, and the resulting interaction can be utilized to provide better services to the community. This mutual approach can also be applied in the field of ODE. Analyzing the trending topics of social media conversations about ODE can be a guide on how to improve the quality of education by revealing the issues that students care about or have problems with.

A frequently used technique to discover hidden structures in text collections is topic modeling. Given a set of text documents, topic modeling aims to extract abstract topics by learning meaningful patterns of words (Dieng et al., 2020).

In this study, we build a Latent Dirichlet Allocation (LDA) model to identify the main topics of social media conversations related to the Turkish ODE system. LDA is an unsupervised machine learning technique that views documents as bag-of-words. In simple terms, LDA generates a mixture of latent topics from a document collection, in which each document is modeled as a distribution over topics, and the topics are represented as a distribution over words (Blei, 2012). Weng et al. (2010) define the generative process in LDA as follows:

- i. For each document in the collection, a topic is chosen from the document's distribution over topics.
- ii. A word is sampled from the distribution over the words related to the chosen topic.
- iii. The process is repeated for all words in the document.

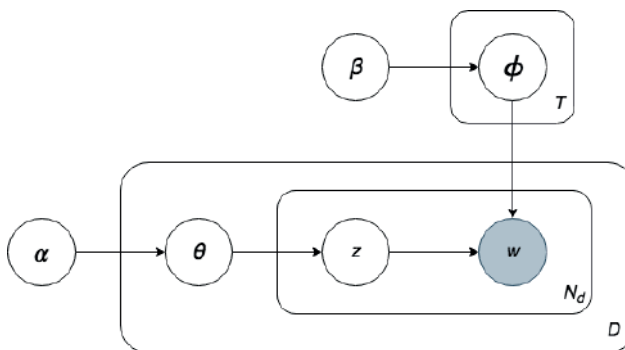


Figure 3. The graphical model representation of the LDA model (Weng et al., 2010)

The graphical model representation of the LDA model is illustrated in Figure 3. Using the analogy of tweet collection as documents, the notations in the model can be expressed as follows:

- $D$  represents the tweet collection.
- $T$  represents the set of topics to be sampled.
- $\alpha$  is the hyperparameter of per-tweet topic distributions.
- $\beta$  is the hyperparameter of per-topic word distribution.
- $\theta$  is a multinomial distribution over topics.
- $\phi$  is a multinomial distribution over words.
- $N_d$  is the total number of words in tweet  $d$ .
- $z$  is the sampled topic from the distribution  $\theta$  associated with tweet  $d$ .
- $w$  is the sampled word from the distribution  $\phi$  associated with topic  $z$ .

When building the LDA model, we initially associate each tweet in the tweet collection  $D$  with  $\theta$ , and each topic in the topic set  $T$  with  $\phi$ . These multinomial distributions are interpolated with two hyperparameters,  $\alpha$  and  $\beta$ , respectively. Then, for each word (or term) in a tweet  $d$ , we sample a topic  $z$  from  $\theta$  associated with tweet  $d$ . Subsequently, a word  $w$  is sampled from  $\phi$  associated with topic  $z$ . We repeat this procedure  $N_d$  times in order to form tweet  $d$ .

## FINDINGS AND DISCUSSIONS

In this study, a collection of 20,010 unique tweets is analyzed to understand the main topics in social media conversations related to the Turkish ODE system. The findings of the analysis are presented according to the aforementioned research questions, respectively.

### Analysis of Hashtags

When we analyze the tweet collection in terms of hashtag usage, we observe that a total number of 50,615 hashtags (6,616 unique terms) have been used as the descriptors of conversations. Roughly estimating, it can be said that users prefer 2 to 3 hashtags (approximately 2.53 terms on average) for each tweet in the dataset.

Before building the hashtag co-occurrence matrix, we apply a textual normalization (containing lower casing, deASCIIfication, and lemmatization) on the hashtag terms. Aiming to reduce data dimensionality, this procedure results in a condensed set of normalized hashtags having 5,641 unique terms

(with a compression ratio of 15%). Although this set can be considered quite large in terms of semantic content, not all the terms have equal significance when pointing to a specific subject (Lijffijt et al., 2016). In Figure 4, we present a semantic word cloud (Xu et al., 2016) of the most frequent hashtags obtained after the normalization process. As expected, while #aöf and #açıköğretim hashtags stand out in the data distribution, many terms related to ODE (e.g., #sınav, #anadolüüniversitesi, and #ösym) are also included in the word cloud.



*Figure 4. The most frequent hashtags after textual normalization (more common terms appear larger)*

Eliminating the hashtags that occur only once after textual normalization, we build the hashtag co-occurrence matrix to identify the significant terms concerning the Turkish ODE system. The projection of rows by the target hashtags (i.e., #aöf and #açıköğretim) reveals the terms which form the basis of social media conversations about OEF and the Turkish ODE system. In Table 1, we provide a list of remarkable terms that commonly co-occur with the target hashtags.

*Table 1. A list of hashtags that commonly co-occur with #aöf and #açıköğretim terms*

Category	Hashtags	Description
Anadolu University	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ #anadolu</li> <li>▪ #anadoluuniversitesi</li> <li>▪ #eskişehir</li> <li>▪ #aü</li> </ul>	Hashtags, which are directly pointing Anadolu University, are commonly used in ODE tweets.
Educational Terminology	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ #eğitim</li> <li>▪ #tercih</li> <li>▪ #sınav</li> <li>▪ #sınavadoğru</li> <li>▪ #final</li> <li>▪ #vize</li> <li>▪ #öğrenciileri</li> <li>▪ #sonuç</li> <li>▪ #sınavsonuçları</li> </ul>	Terms of educational terminology, such as examination, student affairs, examination results, are frequently mentioned as hashtags of tweets.
Nationwide Examinations	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ #lys</li> <li>▪ #ygs</li> <li>▪ #ales</li> <li>▪ #kpss</li> <li>▪ #tyt</li> <li>▪ #ayt</li> <li>▪ #öabt</li> <li>▪ #dgs</li> </ul>	This category includes the hashtags indicating the abbreviations of nationwide examinations in Turkey, such as KPSS (Kamu Personel Seçme Sınavı) and DGS (Dikey Geçiş Sınavı).
Courses in OEF	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ #işletme</li> <li>▪ #kamuyönetimi</li> <li>▪ #iktisat</li> <li>▪ #matematik</li> <li>▪ #sosyoloji</li> <li>▪ #webtasarım</li> <li>▪ #ingilizce</li> <li>▪ #hukuk</li> <li>▪ #ilahiyat</li> </ul>	The names of major courses offered by OEF (e.g., Economics, Public Administration, and Web Design) are frequently used as hashtags of tweets.

As presented in Table 1, the prominent hashtags in the hashtag co-occurrence matrix can be grouped into four categories, namely, “Anadolu University”, “Educational Terminology”, “Nationwide Examinations”, and “Courses in OEF”.

- i. *Anadolu University*: Being a pioneer and worldwide brand in ODE, Anadolu University has been commonly mentioned in Turkish social media conversations.

- ii. *Educational Terminology*: Generic hashtags related to ODE (e.g., #sınav for examinations, #vize for midterms, #sonuç for results, and #öğrenciîşleri for student affairs) can be reviewed under educational terminology.
- iii. *Nationwide Examinations*: In Turkish higher education, central examinations applied throughout the country have an important place, especially for university entrance and future career planning. The abbreviations of these nationwide examinations (e.g., #kpss for “Kamu Personeli Seçme Sınavı”) have been frequently used as hashtags.
- iv. *Courses in OEF*: The Facebook groups of particular ODE programs with higher employment opportunities are more active in social media (Firat et al., 2017). Similarly, the major courses offered by OEF have been often used as the hashtags of Twitter content.

The performed hashtag analysis reveals that hashtags can be effectively used to gain insights about educational topics in social media. As a concluding remark on RQ 1, it can be stated that the conversations take place around a set of particular terms, which can be investigated in four primary categories described above.

### **Analysis of Tweet Texts**

When searching for primary topics about the Turkish ODE conversations, we examine 20,010 user entries from Twitter. In addition to the pre-processing procedure (lower casing, deASCIIfication, and lemmatization) previously described in hashtag co-occurrence modeling, stop word elimination for Turkish is also applied to these tweets. The main purpose of this additional step is to remove common Turkish words that do not carry significant meaning (e.g., “ve”, “şey”, “bazı”, “şunu”, “kadar”, “ile”, and “buraya”) (Çakir and Güldamlasioğlu, 2016). The elimination of insignificant terms is beneficial to focus on the important words instead.

*Table 2. The eight topics extracted using the LDA model and their associated terms*

Topic #	Associated terms	Possible topic interpretation
T1	final, giriş belgesi, vize, yayınlama, aöf, sınav yeri, açıklama, telefon, kampüs, tıklama.	Communication upon the determination of exam buildings and the announcement of exam entry documents
T2	çalışmak, sabah, ders, stres, uyku, son gece, soru çözme, kitap, konu, başarılı.	Study-themed dialogues in the pre-examination period
T3	sınav, yarın, sonuç, belli, bugün, açıklama, ne zaman, haydi, sistem, açıköğretim.	Communication upon the announcement of examination results
T4	günaydın, başarılar, haftasonu, sınav, cumartesi, dileme, herkes, aöf, öğrenci, final.	Wishes for success in exams among ODE students
T5	video, sınav, aöf, çıkmış soru, matematik, cevap, konu, anlatım, ders, özet.	Sharing of course materials, examination questions and their solutions
T6	aöf, sonuç, dört yanlış, bir doğru, zor, götürme, sistem, neden, açıköğretim, doğru.	Discussions and opinions about the change in exam evaluation criteria
T7	final, mutluluk, üç ders, bütünleme, mezun, mezuniyet, diploma, tek ders, inşallah, sene.	Exchange of information and news on correlated topics, including graduation, diploma, and make-up exams
T8	yenileme, harç, güz, bahar, dönem, kayıt, ne zaman, ücret, son gün, dikkat.	Sharing information about registration renewal periods and tuition fees

As a generative probabilistic model, LDA uses a specified topic number when allocating words to topics. Thus, the effectiveness of LDA is highly dependent on the number of topics parameter chosen during model generation. Empirically, we create different LDA models using all the values between 4 and 10 as the number of topics parameter. Best observations (in terms of semantic topic decomposition) are attained by choosing eight as the number of topics. In Table 2, we present the eight topics extracted using the corresponding LDA model. For each of the topics, we also provide a list of associated terms and a possible interpretation of the word clusters.



As a response to RQ 2, the performed analysis exhibits that these eight topics (T1, T2, T3, T4, T5, T6, T7, T8) form the basis of social media conversations related to the Turkish ODE system.

When we analyze the primary topics of ODE-related social media conversations, we observe that these topics can be reviewed in two categories concerning the intended communication purpose of users:

- i. Information Sharing:* The vast majority of conversations about ODE on social media occur for the purpose of information sharing. The official announcements about ODE made by Anadolu University (T1, T3, and T8) are based on information sharing. Users commonly share important dates and information with each other, including registration renewal periods, tuition fees, exam locations, and exam results. In addition, students also frequently share auxiliary materials related to courses and exams (T2 and T5), such as topics summaries and past examination questions and answers. These facts promote social media as a significant source of information for students.
- ii. Community Support:* Notably, social media has been frequently used as a communication channel where students share their problems and future expectations, discuss various issues, and wish each other success, especially for examinations (T4). Study motivation and stress for exams, assessment and evaluation system of ODE, graduation and diploma expectations, semester tuition fees (T2, T6, T7, and T8) are the main topics of student discussions. With the help of social media, an individual student in ODE finds the opportunity to share his thoughts and experiences with people who are going through similar processes.

In order to summarize how students utilize social media communication (that is questioned in RQ 3), we present Table 3, which is a mixture of primary topics discovered using the LDA model and the two purposive categories (i.e., information sharing and community support) mentioned above.

*Table 3. The purposes of social media communication in ODE in the perspective of information sharing and community support*

		T1	T2	T3	T4	T5	T6	T7	T8
Information Sharing	Announcements	√		√					√
	Exam dates	√			√				
	Exam entrance documents	√							
	Exam locations	√							
	Exam results			√			√	√	
	Registration renewal periods								√
	Tuition fees								√
	Course materials		√			√			
	Topics summaries		√			√			
	Exam questions and answers					√			
	Lecturing					√			
Community Support	Make-up exams							√	
	Graduation							√	
	Stress		√	√					
	Self-expression		√		√		√	√	√
	Wishes of success				√				
	Study motivation		√			√			
	Assessment and evaluation critics			√			√		
	Diploma							√	

## CONCLUSION

The widespread use of social media platforms and applications promotes social media as one of the most effective communication tools of the modern age. As in many other fields, social media has been frequently preferred as an alternative way of communication in education.

In this study, we investigate what users talk about ODE on social media and how they utilize this emerging communication tool in education. On a collection of user tweets from Twitter (collected by #aöf and #açıköğretim hashtags), we analyze the hashtag usage and primary topics of conversations by building two independent statistical models. The co-occurrence relationship among hashtags reveals a set of prominent terms that can be associated with four main categories (i.e., Anadolu University, educational terminology, nationwide examinations, and courses in OEF). Although these common hashtags are structurally short and concise, they can procure preliminary information about ODE in social media. On the other hand, the actual tweet texts are richer in content and provide more insights about the primary topics of the Turkish ODE system. The LDA topic model employed in our experiments exhibits eight major topics (i.e., T1 to T8) forming the base of social media conversations. These semantic clusters point out that the ODE participants mostly utilize social media for information sharing and community support.

This study shows that social media, an effective alternative in modern communication, handles many different subjects in the field of education. Following the core topics in social media paves the way for directly perceiving students' problems and demands. In this way, social media can be utilized to increase the quality of education services.

The natural next step of this study is the application of sentiment analysis on the primary topics of ODE, which are attained by topic modeling. Several studies have performed sentiment analysis on Twitter content related to the Turkish ODE (Ozturk et al., 2017). However, examining the positive, negative, or neutral attitude of users on a topic-by-topic basis may also provide interesting inferences.

Another possible research direction is the extension of performed analyses to include time dimension. It can be investigated how the interaction of users on social media changes over time, as well as how the primary topics are shaped according to the academic calendar.

## REFERENCES

- Akba, F., Uçan, A., Sezer, E. A., & Sever, H. (2014). Assessment of feature selection metrics for sentiment analyses: Turkish movie reviews. In *8th European Conference on Data Mining* (Vol. 191, pp. 180-184).
- Alvarez-Melis, D., & Saveski, M. (2016). Topic modeling in twitter: Aggregating tweets by conversations. In *Tenth international AAAI conference on web and social media*.
- Arslan, A. (2016). DeASCIIfication approach to handle diacritics in Turkish information retrieval. *Information Processing & Management*, 52(2), 326-339.
- Blei, D. M., Ng, A. Y., & Jordan, M. I. (2003). Latent dirichlet allocation. *Journal of machine Learning research*, 3(Jan), 993-1022.
- Blei, D. M. (2012). Probabilistic topic models. *Communications of the ACM*, 55(4), 77-84.
- Bullinaria, J. A., & Levy, J. P. (2012). Extracting semantic representations from word co-occurrence statistics: stop-lists, stemming, and SVD. *Behavior research methods*, 44(3), 890-907.
- Çakır, M. U., & Güldamlasioğlu, S. (2016). Text mining analysis in Turkish language using big data tools. In *2016 IEEE 40th Annual Computer Software and Applications Conference (COMPSAC)* (Vol. 1, pp. 614-618). IEEE.
- Dieng, A. B., Ruiz, F. J., & Blei, D. M. (2020). Topic modeling in embedding spaces. *Transactions of the Association for Computational Linguistics*, 8, 439-453.
- Firat, M., Altınpulluk, H., Kılınç, H., & Büyük, K. (2017). Determining open education related social media usage trends in Turkey using a holistic social network analysis. *Educational Sciences: Theory & Practice*, 17(4).
- Kimmons, R., Veletsianos, G., & Woodward, S. (2017). Institutional uses of Twitter in US higher education. *Innovative Higher Education*, 42(2), 97-111.
- Latchem, C., Özkul, A. E., Aydın, C. H., & Mutlu, M. E. (2006). The open education system, Anadolu University, Turkey: e-transformation in a mega-university. *Open Learning: The Journal of Open, Distance and e-Learning*, 21(3), 221-235.
- Lijffijt, J., Nevalainen, T., Säily, T., Papapetrou, P., Puolamäki, K., & Mannila, H. (2016). Significance testing of word frequencies in corpora. *Literary and Linguistic Computing*, 31(2), 374-397.
- Lin, J. (2008). Scalable language processing algorithms for the masses: A case study in computing word co-occurrence matrices with MapReduce. In *Proceedings of the 2008 Conference on Empirical Methods in Natural Language Processing* (pp. 419-428).

- Muilenburg, L., & Berge, Z. L. (2001). Barriers to distance education: A factor-analytic study. *American Journal of Distance Education*, 15(2), 7-22.
- Ozturk, Z. K., Cicek, Z. E., & Ergul, Z. (2017). Sentiment Analysis: an Application to Anadolu University. *Acta Physica Polonica A*, 132(3), 753-755.
- Özmen, B., & Atıcı, B. (2014). Learners' views regarding the use of social networking sites in distance learning. *International Review of Research in Open and Distributed Learning*, 15(4), 21-42.
- Poellhuber, B., Anderson, T., & Roy, N. (2011). Distance students' readiness for social media and collaboration. *The international review of research in open and distributed learning*, 12(6), 102-125.
- Steinskog, A., Therkelsen, J., & Gambäck, B. (2017). Twitter topic modeling by tweet aggregation. In *Proceedings of the 21st nordic conference on computational linguistics* (pp. 77-86).
- Tsur, O., & Rappoport, A. (2012). What's in a hashtag? Content based prediction of the spread of ideas in microblogging communities. In *Proceedings of the fifth ACM international conference on Web search and data mining* (pp. 643-652).
- Weng, J., Lim, E. P., Jiang, J., & He, Q. (2010). Twiterrank: finding topic-sensitive influential twitterers. In *Proceedings of the third ACM international conference on Web search and data mining* (pp. 261-270).
- Xu, J., Tao, Y., & Lin, H. (2016). Semantic word cloud generation based on word embeddings. In *2016 IEEE Pacific Visualization Symposium (Pacific-Vis)* (pp. 239-243). IEEE.

# Sürdürülebilirlik Çerçevesinde Yeşil Betona Bakış Üzerine Bir Araştırma

İbrahim Pınarcı<sup>1</sup>

## Özet

Bu çalışma kapsamında küreselleşmekte olan dünyada nüfusla paralel olarak gün geçtikçe artan ve artmaya devam eden konut ihtiyacına bağlı beton tüketimi ve çimento üretim prosesinden kaynaklı olarak meydana gelen karbon emisyonu artışı ve enerji tüketiminin yükselmesi sebebiyle sürdürülebilir yaşama olumsuz yansımaların çözümü noktasında bir bakış açısı sunulmuştur. Hali hazırdaki bu durumun ilerleyen periyotta büyüyerek devam edeceği öngörüsü ile yeşil beton perspektifinde hem mevcut hammaddelerin ekonomiye kazandırılması hem de bahsi geçen sorunlara çözüm olabilecek hammaddelerin ürüne dönüştürülüp kullanılması ile görülebilecek pozitif gelişimlerin derlenerek ortaya koyulması sağlanmıştır. Günümüzde inşaat sektöründe değeri ve önemi hızla artan ve talep görmeye başlayan yeşil betonun, üretiminde kullanılan malzemeler ve bunların geleneksel betona göre kazandırdığı artı özellikler detaylı bir şekilde irdelenmiştir. Bunlara ilaveten geri dönüşüm ürünlerin inşaat sektörü içinde kullanım şekilleri ve olası sonuçları hakkında genel bilgiler verilmiştir. Elde edilen tüm bilgiler ışığında yeşil beton türünün araştırılması, tartışılması, geliştirilmesi, sürdürülebilirlik ve geri dönüşüm noktasında kamu bilinci oluşturulması amaçlanmıştır.

## 1. GİRİŞ

Beton kullanımı gün geçtikçe artmakta, bununla birlikte dünyada üretim sisteminden kaynaklı olarak karbon emisyonunu ve enerji tüketimini katlamaktadır. Bu oranlar baz alındığında sektör, dünya karbon emisyonunun %8'ini meydana getirirken, toplam enerjinin %3 ünü tüketmektedir. Söz konusu bu yüksek oranda tüketim sürdürülebilir yaşama olumsuz yansımaktadır [1], [2]. Bununla birlikte bağlayıcı olarak kullanılan beton,

1 Öğr. Gör. Dr., Bilecik Şeyh Edebalı Üniversitesi, Pazaryeri Meslek Yüksekokulu, Endüstri Ürünleri Tasarımı Bölümü, Bilecik, Türkiye. [ibrahim.pinarci@bilecik.edu.tr](mailto:ibrahim.pinarci@bilecik.edu.tr), ORCID: 0000-0002-9318-4325

azalmakta olan içme suyu ve agreganın en yüksek tüketicilerindedir [2]–[4]. Oluşan mevcut bu durumun ileride katlanarak artacağı öngörüldüğünde kaynaklar daha hızlı tükenecek ve çevre açısından oluşturacağı zararlı etkilerde artacaktır [5], [6]. Dolayısı ile yeşil betonun kullanımı kaçınılmaz hale gelmektedir. Yeşil betonu konvansiyonel betonlardan ayıran en önemli özellik daha az enerji sarfıyatı ile eldeki farkı malzeme ve atıkların kullanımıyla üretilmesidir [7]. Günümüzde konvansiyonel betonların eksikliklerinin giderilme çabası ve buna karşılık yeşil beton ile gelen birçok avantaj nedeniyle yeşil betonlar inşaat alanında popülerliğini hızla arttırmaya devam ettirmektedir. Bu avantajlar sürdürülebilirlik, zararlı gaz emisyonu düşürülmesi, mevcut kaynakların kullanılabilmesi gibi sıralanabilmektedir. Yeşil betonların kullanılabilirliğinin artmasındaki ana sebep üretiliş yöntemine göre, daha iyi dayanım gücü eldesi, dış etkilere ve iklim şartlarına göre daha fazla dayanıklılık sağlama, rötre ve asit saldırılarına dayanım, taşıma, yerleştirme ve sıkıştırma gibi işlemlerde kolaylık sağlama, seri üretim, bakım maliyetlerinde düşmesi ve daha uzun süre hizmet vermeye devam etmesi şeklinde özetlenebilir. Yeşil betonlar, mevcut kaynakların sürdürülebilirlik çerçevesinde inovatif bir şekilde kullanılmasına kapı açar. Bu bağlamda gelişmekte olan bu beton türünün araştırılması, tartışılması, geliştirilmesi ve kamu bilinci oluşturulması gerekmektedir. Bu çalışmada sürdürülebilir bir çevre için alternatif beton üretimi incelenip değerlendirilerek, sektöre farklı bir bakış açısı kazandırmak hedeflenmektedir.

## **2. YEŞİL BETONDA ÜRETİMİ VE YAYGIN KULLANILAN MALZEMELER**

Gelişen dünyada belki de en önemli sorunlarda bir tanesi küresel ısınmadır. Toplumlar ekonomik ve sosyal olarak gelişirken endüstrileşme, şehirleşme ve popülasyondaki artışlar gibi sebeplere bağlı olarak tüketim ve çevre kirliliği gibi problemlerde de artış gözükmektedir. Dolayısı ile birbirine bağlı olan bu sebep ve sonuçlar sürdürülebilirlik sorununu gündeme getirmiştir [8].

Beton bileşenlerinden bir veya birkaçı atık malzeme olarak tasarlanan veya imal edilirken çevreye zarar vermeksizin elde edilen betonlar, yeşil beton olarak tanımlanmaktadır [9]. Bir betonun yeşil beton olarak nitelendirilebilmesi için kullanılan çimento içerisindeki ikame oranı, üretim süreci, sonuçta beklenen beton performansı ve çevresel sürdürülebilirliğine katkısının değerlendirilmesi gerekir. Bu betondan beklenen çevreci bir özelliğe sahip olmasıdır. Yeşil beton üretim tekniğinde tekrar kullanma ve dönüştürme esastır. Sonuçta amaçlanan sera gazı oluşumunu azaltmak, kireçtaşı, kil, kum ve doğal malzemelerin tüketimini düşürerek atık malzemelerin kullanılması

ile çevrenin kirlenmesinin azaltılmasıdır. Böylece doğal kaynaklara zarar vermeden sürdürülebilir bir çevre eldesi sağlanabilecektir [10].

Beton teknolojisinde yaygın olarak doğal, endüstriyel, tarımsal ve dönüştürülebilir atıklardan oluşan malzemeler kullanılır. Bunlar Şekil 2.1’de grafiksel olarak gösterilmiştir. Yeşil beton üretiminde genellikle malzemeler çeşitli karışım yöntemleri ile aktif hale getirilerek kullanılmaktadır.



Şekil 2.1. Yaygın kullanılan yeşil beton malzemeleri [2]

## 2.1. DOĞAL MALZEMELER

### 2.1.1. Pomza

Pomza volkanik olaylar sonucu meydana gelmiş dış etkilere karşı dayanıklı, çok gözenekli camsı organik bir kayadır. Oluşması esnasında, yapısındaki gazların bünyeyi ani bir şekilde terk etmesi ve hızla soğumasından dolayı boyutları birbirinden farklı birçok gözenek meydana gelmektedir. Bu boşluklar birbirinden bağımsız olduğu için kalıcılığı, ısı ve ses yalıtımı oldukça iyidir. Türk standartlarına göre birbirine bağlantısız boşluklu, sünger görünümlü silikat esaslı, birim hacim ağırlığı genelde  $1\text{gr}/\text{cm}^3$ ’den küçük, sertliği Mohs skalasına göre yaklaşık 6 olan ve camsı doku gösteren volkanik bir madde olarak tanımlanmıştır [11][12].

Pomza kırma işlemlerinden geçirilerek inşaat sektöründe değişik şekillerde kullanılmaktadır. Son yıllarda inşaat alanında yeşil betonun değer bulması ile hızla kullanımı artmaktadır. Bunun birçok sebebi vardır. Bunlardan bazıları ucuz ve bol miktarda bulunması, kolay şekil verilebilmesi, ısı ve ses iletimini sınırlandırması sayılabilir. Yoğunluğunun normal kuma göre yaklaşık üçte biri kadar olması konvansiyonel betonlara kıyasla pomza ile yapılan betonların daha hafif olmasını sağlamaktadır. Bu durum deprem yükünün azaltılmasını ve elemanın elastikiyetinin azaltılmasını sağlarken, inşaat



maliyetinin de ciddi oranda azalmasına yardımcı olmaktadır. Bunun yanında ısı iletkenlik katsayısı bakımından normal betona göre 6 kat izolasyon sağlayarak enerji tasarrufuna katkı sağlayabilir. Çimento içerisinde puzolonik aktivite bakımından en uygun malzemelerden birisi olarak tanımlanır. Tüm bu özellikleriyle inşaat sektöründe yeşil beton tarzında yapılan imalatlara en yüksek desteği veren malzemelerden birisi olarak önemini arttırmaya devam etmektedir [12], [13].

### **2.1.2. Diatomit**

Diatomit birçok alanda endüstriyel hammadde olarak kullanılmaktadır. Volkanik olayların yoğun görüldüğü bölgelerde su içerisinde fotosentezin aktif olarak bulunduğu sığ derinliklerdeki tek hücreli diatome iskeletlerinin ve kil, kum, volkanik kül gibi diğer doğal kalıntılardan meydana gelen bir kayadır. Sertliği mohs ölçeğine göre 4,5-6 arasında değişen kırılğan bir yapıya sahiptir. Boşluk hacmi %95 civarındadır. Bu özelliği ile ağırlığının üç katına kadar su emebilir. Kimyasalların çoğuna karşı dirençlidir. Doğada renk açısından beyazdan griye kadar bir çerçeve içerisinde görülebilir. İçeriğindeki elementlerin çeşit ve miktarına göre beyazdan siyaha kadar farklı renklerde bulunabilir. Diatomitleri endüstride doğal, kalsine ve beyaz kalsine diatomit ismiyle temin etmek mümkündür. Kullanım alanlarına göre genellersek filtre malzemesi, dolgu malzemesi, izolasyon malzemesi, hafif yapı malzemesi, refrakter malzemesi, silika kaynağı olarak sıralanabilir [13], [14].

Çimento üretim teknolojisinde su içeriğinin dengelenmesinde kullanılır. Beton üretiminde ise kısıtlı miktarda kullanımı basınç ve çekme dayanım değerlerinde kayda değer artışlar meydana getirdiği yapılan çalışmalarda görülmektedir. İnşaat teknolojisinde çimento ile ikame edilerek ses ve ısı için izolasyon malzemeleri üretiminde kullanılmaktadır. Yüksek sıcaklıklarda izolasyon malzemelerinin oluşumundaki boşluklar yüksek oranda radyasyon oluşturur. Hava boşluk hacmi ne kadar fazlaysa radyasyonda aynı oranda artar. Bu durum iri taneli diatomitlerle bertaraf edilir. Bir diğer kullanım alanı hafif yapı malzemesi ve refrakter tuğla üretimidir. Özgül ağırlığının düşüklüğü ve silisyum oranının yüksekliğiyle çimento veya kireçle ikame edildiğinde hafif yapı malzemesi üretimini sağlarken, ısıya dayanıklılık özellikleri ile yangına dayanıklı eleman üretiminde kullanılmaktadır [13], [14].

Tüm bu özellikleri ile yapı sektöründe birçok alanda faydalı olan ve yeşil beton kavramına tam uyum sağlayan bu doğal kayacın kullanımının artırılması her anlamda olumlu sonuçlar getirecektir.

### 2.1.3 Tras

Yapı üretiminde belki de en önemli malzeme çimentodur. Artan yapı ihtiyacı çimentoya olan talebi de artırmaktadır. Bu sebeple maliyetleri düşürmek ve talebi karşılamak için yeni kaynak arayışı devam etmektedir. Tras puzolanların genel ismi olmasına rağmen ülkemizde özel bir tür doğal kaynağı isimlendirmektedir. Ayrıca %19'un üzerinde doğal puzolan bulunduran çimentolar da traslı çimento olarak anılmaktadır. Tras volkanik tüf olarak bilinen doğal bir kaynaktır. Yalnız iken bağlayıcılık özelliği bulunmaz fakat çimento ve kireç ile karıştırılıp su ile reaksiyona girdiğinde bağlayıcı duruma gelir. Böylece puzolanik bir malzeme kategorisinde yer alır [15].

Çimento içerisinde tras ikamesi ile birçok avantaj elde edilir. Bunlardan bazıları hidrasyon ısısının düşürülmesi, alkali ağrega reaksiyonunun azaltılması dolayısı ile genleşmede azalma, sülfatlı topraklara karşı mukavemet, karbonatlaşmaya karşı direnç, geçirimsizliği sınırlandırarak donatıyı korozyona karşı korumak şeklinde sıralanabilir. Dolayısı ile yapı kütlelerinin dayanım ve dayanıklılık özelliklerini artırmaktadır. Tüm bu özellikler çerçevesinde ülkemizde bol miktarda bulunan bu kaynağın puzolan olarak kullanımı hem ülke ekonomisine hem de yeşil beton sektörüne katkı sağlayacaktır [15].

## 2.2. ENDÜSTRİYEL ATIKLAR

Çimento üretiminde çok fazla enerji tüketilmesi bununla birlikte çevreye verilen zararların boyutunun azımsanmayacak kadar fazla olması sebebiyle endüstriyel atık malzemeleri kullanılarak çimento üretiminde azalma sağlama çabasını gündeme getirmektedir. Bu anlamda yapılan çalışmaların birçoğunda kullanılan silis dumanı, uçucu kül ve yüksek fırın cürufu dikkati çekmektedir.

### 2.2.1. Yüksek Fırın Cürufu (YFC)

Curuflar çeşitli metalurji fabrikalarından elde edilen, endüstriyel atık şeklinde değerlendirilen, yapay puzolan olarak sınıflandırılmaktadır. Kimyasal yapıları ve özellikleri, temin edilen sanayi kuruluşlarının kullandığı temel üretim yöntemine göre birbirlerinden farklılıklar gösterebilmektedir [16].

Yüksek fırın cürufu (YFC), demir imalatı esnasında ortaya çıkan atık bir üründür [17]. Bu üretimde kayda değer miktarlarda YFC atığı oluşmaktadır [18]. YFC esas itibarıyla silis, kalsiyum alümina silis ve bazik esaslı bileşikler içeren ve fırınlarda demir üretimi sırasında ergimiş halde elde edilen bir

atık üründür [19]. Amorf yapıya sahiptir ve yüksek oranda  $\text{SiO}_2$  ve  $\text{Al}_2\text{O}_3$  içermesi nedeni ile puzolanik özellik göstermektedir [18]. Tane boyutu ve karakteristikleri ile camsı madde bileşimi ve oranı, puzolanik aktivitelerinde etkin olan temel faktörlerdir [16].

Yapısında kil ve silt bulunmaması, iyi derecede sürtünme özelliği bulunması ve pürüzlü bir yüzey yapısına sahip olması nedeni ile aderansı yüksektir. Bununla birlikte donma-çözölmeye karşı gösterdiği direnç de oldukça fazladır. Sahip olduğu yoğunluk, düşük su emme oranı ve öğütülüp ikame edildiğinde bağlayıcılığı artırması gibi avantajları, cürufun malzeme bileşimlerinde kullanılabilirliği açısından önemlidir. Bu artıları ile inşaat sektöründe yeşil beton üretiminde agrega ve puzolan olarak tercih edilmesine sebep olmaktadır. Sektörde kullanılabilirliği üzerine birçok çalışmalar vardır ve mevcut üretim prosesinde “Cürufu Çimento” olarak üretimi oldukça yaygındır [16]

YFC kullanılması ile betonun kimyasal etkilere karşı performansı ve işlenebilmesi artarken, geçirimsizliği azalmaktadır. Türkiye’de kullanımı yaygınlaştırılmalıdır. YFC kullanımı ile endüstriyel bir atığın değerlendirilmesinin yanında ülke ekonomisine katkı sağlanmış ve aynı zamanda çevre kirliliği önlenmiş olacaktır [20]. Yüksek miktarlarda kalsiyum oksit içeriği ile YFC, kendiliğinden de bir miktar bağlayıcı özelliği bulunmaktadır. Öğütülmüş cüruf, taze betonun işlenebilirliğini artırırken terlemeyi azaltmaktadır [16].

### **2.2.2. Uçucu Kül (UK)**

Uçucu kül toz biçimine getirilen kömürün termik santrallerde yakılması ile oluşan ağırlıklı küre biçiminde camsı parçacıklı oldukça ince ve gri renkte bir endüstriyel atık malzemesidir. Egzoz gazları içerisinde asılı durumdayken aniden katılaşmaktadır bu durum küre şeklinde kalmasına sebebiyet vermektedir. Oluşan ürün elektrostatik çökticiler ya da filtre torbalarında toplanarak elde edilmiş olur. Beton sektöründe üretilen malzemenin dayanım ve dayanıklılık özelliklerine verdiği pozitif katkılarından dolayı ikame malzemesi olarak kullanım sahası bulmaktadır. Bu sayede enerjiden tasarruf ve karbon dioksit salınımında azalma hedeflenmiştir [6][21]. Uçucu küllerin çevreye zarar verdiği bilindiği için bu malzemenin bertaraf edilmesi için birçok çalışma yapılmış ve yapılmaya devam edilmektedir. Bu şekilde ürünün geri kazanılıp dönüştürülmesi ile hem üreticiye hem de tüketiciye fayda sağlayacaktır [22]. Yapılan çalışmalara göre UK ikameli betonlarda standartlara uyulduğunda %30 civarlarına kadar ikame yapılabilmekte ve referans betonlara göre beklenenden daha fazla işlenebilirlik, daha düşük

hidratasyon ısısı, uzun priz süresi, daha az ayrışma ve terleme saptanmıştır. Buna karşın az bir miktar basınç dayanımı düşüklüğü göstermiştir. [8]. UK ikamesi erken yaşlarda hidratasyonu katkısı yavaştır ancak ileri yaşlarda puzolonik aktivitesi devam ettiği için dayanım kazandırmaya devam etmektedir [23], [24]

### 2.2.3. Silis dumanı

Silis dumanı silikon ve silikon türevi ürünlerin üretimi sonucunda oluşan bir yan atık üründür. Elektrik ark fırınlarının çalışması ile üretilen ve neredeyse çimentodan yüz kat daha ince yapıda kristal yapısı olmayan silikon dioksittir. Birim hacim ağırlığı  $200-250 \text{ kg/cm}^3$  olan silis dumanının yoğunluğu  $2,2 \text{ gr/cm}^3$ tür [25].

Silis dumanı inşaat teknolojisinde kullanımı olan bir malzemedir. Daha çok puzolan olarak kullanılmasının yanında dolgu malzemesi olarak kullanımı bulunmaktadır. Çimentonun hidratasyonu ile açığa çıkan hidratasyon ürünleri ile reaksiyona girebilmekte ve dayanıma katkı sağlamaktadır [26]. En önemli özelliklerinden bir tanesi macunsu hale gelen yapısı sayesinde çimento hamuru ile agrega arasındaki bağı kuvvetlendirmekte, ince yapısıyla boşlukları doldurmaktadır

Silis dumanı yüzey özelliklerine, dayanım ve dayanıklılık getirdiği için çimentoda puzolan ikame malzemesi olarak kullanımı üzerine birçok çalışmalar yapılmaktadır. Bu şekilde hem çevreye hem de ekonomiye fayda sağlanmaya çalışılmaktadır. Elde edilen faydalar değerlendirildiğinde betonda, daha yüksek basınç ve eğilme dayanımı, yüksek elastiklik modülü, daha hafif beton, daha az geçirimsizlik gibi geliştirici özellikler sayılabilmektedir [27].

Bahsi geçen bu özellikleri açısından beton sektöründe kullanımının artırılması ile hem çevreye katkı sağlanacak hem de atık bir malzeme bertaraf edilebilecektir. Dolayısı ile ülke ekonomisine katkı sağlanmış ve yeşil beton desteklenmiş olacaktır.

## 2.3. TARIMSAL ATIKLAR

Tarımsal atıklar üretimlerinden sonra ortada kalan kabuk, yaprak ve sap gibi kısımlardır. Bu ürünlerin değerlendirilmesi ve çevreden yakma dışındaki yöntemlerle uzaklaştırılabilmesi için birçok bilimsel çalışmalar yapılmaktadır. Bunlardan en çok rağbet görenlerinden bir tanesi çimento içerisinde sınırlı bir miktarda ikame edilmeleridir [24], [28]. Pirinç, Fındık, Fıstık kabuklarının külü ve Mısır koçanı külü başta olmak üzere birçok tarımsal atık puzolonik özellikleri sebebiyle kullanılmaktadır.

Pirinç kabuğu silika minerali bakımından oldukça zengindir. Bu tür atıkların yakma derecesi değişken olmakla beraber 400 °C - 900 °C aralığında değişim göstermekte ve hızla soğutulularak amorf bir yapı elde edilip puzolan olması sağlanmaktadır. Ayrıca özgül ağırlıkta ve yüzey alanında düşme olduğu için hem yeşil hem de hafif beton elde edilmektedir. [29].

Söz konusu atıklar çevre sorunu oluşturmasının yanında depolama sorunları da meydana getirmekte ve ek maliyetler ortaya çıkarmaktadır. Bu sebeple birçok atık ürün özelliğine bakılmaksızın ortadan kaldırılmaya çalışılmaktadır. Ancak atık malzemelerin de bir değeri vardır ve atıklar katma değeri yüksek ürünlerin elde edilmesinde kullanılabilir [30]. Son zamanlarda ABD. ve Kanada başta olmak üzere birçok ülkede ağaç tozu dolgulu kompozit malzemelerin kullanımı artmaya başlamıştır [31].

Yıllık bitkilerden elde edilen kabuklar ya da atıklar, inşaat sektörü için yeni ürünlere dönüştürülerek ekonomik değer elde edilebilir ve bir kaynak oluşturulabilir. Doğal kaynakların gün geçtikçe azalmaya başladığı bu dönemde, tarımsal atıkların kullanımı ile ürün çeşitliliğine, hammadde sayısının arttırılmasına ve çevre kirliliğinin azaltılmasına yarar sağlanacaktır [32].

Fındık, fıstık, hindistan cevizi gibi bitkilerin kabuklarının kullanımı ile konut açığı problemi elbette çözülemez ancak konutta zamanla oluşabilecek yapı fiziki sorunlarının çözümünde başarılı, nitelikli, birim hacim ağırlığı düşük, ısıl direnci yüksek, mekanik mukavemetleri yeterli düzeyde olan, ekonomik, kolay uygulanabilen, üretim süreci kısa kompozit malzeme üretmek mümkün olabilir [32].

Tarımsal atıklar bu çerçevede değerlendirildiğinde puzolonik özelliğe sahip olduklarından beton içerisinde ikamesi ile dayanım, dayanıklılık ve işlenebilirlik özelliklerinde iyileşme görülmüş, dolayısı ile alkali silika reaksiyonu, geçirimsizlik, kimyasal saldırılara direnç artmıştır [29].

## **2.4. DÖNÜŞTÜRÜLEBİLİR ATIKLAR**

### **2.4.1. Cam**

Gelişmekte olan inşaat sektöründe sürdürülebilirliğin devamı için alternatif geri dönüşüm ürünlerinin geliştirilmesi çalışmaları hız kazanmıştır. Atık malzemeler değerlendirildiğinde genel toplamın yaklaşık %4' ünü cam atıklar oluşturmakta ve bunun çok az kısmı geri dönüşüm olarak değerlendirilmektedir. Bu nedenle mevcut bu oranın arttırılmasının ekonomiye ve çevreye çok büyük pozitif etkileri olacaktır. Cam dönüştürüldüğünde kalitesinden herhangi bir taviz vermeyen özelliğe

sahiptir. Dönüştürülmüş camlar birçok alanda kullanılabilir. Bunlardan bazıları cam ve aşındırıcı imalatında hammadde olarak, çimento içerisinde puzolonik katkı maddesi olarak, ulaşım ve park alanlarında fiberglas hammaddesi olarak, yol çizgilerinde yansıtıcı şekilde sıralanabilir. Camın ana hammaddeleri kum, silika ve kireçtaşıdır. Bunların dengeli bir şekilde bileşimi ile üretimi gerçekleştirilir. Bu kombinasyonun içerisine kırıntı denen dönüştürülmüş cam da ilave edilebilir. Ancak cam toplama alanlarına gelen malzemenin karışık özellik ve renklerde olması stabil bir özellik ve renkte yeni üretimin yapılmasını sınırlandırmaktadır. Bu yüzden atık camın betonda veya çimentoda ikame ürünü olarak kullanılması daha uygun görülmektedir [33], [34].

Camın beton teknolojisinde kullanımı Alkali-Silika Reaksiyonuna sebep olabilmekte böylece betonun kalıcılığına ve buna bağlı olarak da dayanımında değer düşmelerine sebep olabilmektedir. Yapılan çalışmalar ikame oranının maksimum %20 seviyelerinde tutulduğunda ve çapı 1 mm. üzerinde cam agregası kullanıldığında bu sorunun nispeten çözüldüğünü göstermektedir [34].

Bu anlamda cam dönüşüm ürünlerinin yeşil beton üretiminde kullanılması hem ekonomik hem de ekosistem açısından büyük faydalar sağlayabileceği görülmektedir.

#### 2.4.2. Plastik ve Kağıt

Küresel dünyada atıkların çeşitliliği, artan miktarı ve bunların bertaraf edilmesi konusunda arayışlar gündeme gelmiş bu sebeple akademiye birçok çalışma yapılmaya başlanmıştır. Bu anlamda kağıt ve plastik gibi dönüştürülebilir atıkların, yeşil yapı temalı projelerde kullanılması gün geçtikçe önemini arttırmıştır [35].

İnşaat sektörü içerisinde özellikle yeşil bina mantığında imal edilen yapılarda, kağıt ve plastik kullanım alanı bulmaktadır. Bunlardan bazıları geri dönüştürülmüş kağıt ve alçıdan elde edilmiş paneller, çatıda kiremitlerin üretiminde plastik, kağıt ve kumaş gibi evsel atıkların kullanımı, pencerelerde provinil içerikli öğütülmüş işleme tabi camdan elde edilmiş iç tarafı boşluklu estetik elemanlar, yapının drenajını sağlayabilmek için kullanılan borularda, döşeme ve kaplama sistemlerinde kullanılan kauçuk ürünlerde, poliüretan köpük ile üretilmiş bölme duvarlarındaki kullanımlar sayılabilir. Ayrıca yapıda ahşap ile ilgili üretimin büyük bir kısmında kullanılan mdf' de geri dönüşüm malzemelerden üretilmektedir [36].

### 3. SONUÇ VE DEĞERLENDİRMELER

Çalışma sonuçları değerlendirildiğinde yeşil beton ve dolayısı ile yeşil bina üretiminin gün geçtikçe dünya çapında yaygınlaştığı ve ciddi anlamda önem kazandığı görülmektedir. Doğal, üretim artışı veya geri dönüşüm ürünü olarak elde edilen bu kaynaklar nasıl elde edildiği ve üretim yönteminden bağımsız olarak kullanımı her şekilde ülkelerin ekonomilerine fayda sağlayacağı açıkça görülmektedir. Elde edilen bilgiler ışığında aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

- Pomza, diatomit ve tras gibi doğal olarak elde edilen malzemeler ile yüksek fırın cürufu, uçucu kül, silis dumanı gibi endüstri artığı ürünlerin çimento teknolojisinde ikame veya agrega malzemesi olarak kullanımının betonun dayanım ve dayanıklılık özellikleri üzerinde birçok olumlu getirisini olduğu görülmektedir.
- Tarımsal atıkların ortadan kaldırılması, yakılarak yada çürütülerek gerçekleştirilmektedir. Ancak bu atık veya kabukların aslında ekonomik bir değeri olan silis içerdiğini yapılan çalışmalar göstermektedir. Bu anlamda bu malzemelerin ekonomik değere dönüştürülmesi her ne kadar çok fazla sektöre artı getirmeyeceği düşünülse de yeşil üretim teknolojisi bakımından dönüştürülerek değerlendirilmesi noktasında az bir miktarda olsa çimento üretimi ve enerjiden tasarruf sağlanacağı düşünülmektedir.
- Cam, plastik ve kağıt atık ürünler karışık toplanıp dönüşüm merkezlerinde işleme alınmaktadır. Bu sebepten sabit bir ürün kalitesi elde edilememesine rağmen cam ürünlerin silisyum kaynağı olmasından dolayı beton üretiminde kullanıldığı ve olumlu dayanım sonuçları elde edildiği görülmüştür. Plastik ve kağıttan elde edilen birçok ürününde yeşil bina konseptine uygun olarak kullanıldığı bilinmektedir.

Bu sonuçlar çerçevesinde ismi geçen atık veya doğal ürünlerin kullanımının sınırlı oranda olsa da çimento üretimini azaltabileceği, enerjiden tasarruf ve ülke ekonomisine destek sağlayabileceği ayrıca yeşil bina teknolojisine katma değer oluşturacağı düşünülmektedir. Sonuç olarak inşaat teknolojisinde bu türde kullanımların desteklenerek çevreye dost üretimlerin gerçekleştirilmesi yerinde olacaktır.



#### 4. KAYNAKLAR

- [1] Damtoft J. S., Lukasik J., Herfort D., Sorrentino D. and Gartner E. M. (2008). Sustainable development and climate change initiatives. *Cem Concr Res.*, c: 38, s: 2. doi: 10.1016/j.cemconres.2007.09.008.
- [2] Sivakrishna A., Adesina A., Awoyera P. O. and Kumar K. R. (2020). Green concrete: A review of recent developments. *Materials Today: Proceedings.*, c: 27. doi: 10.1016/j.matpr.2019.08.202.
- [3] Karthik S., Rao P. R. M., Awoyera P. O., Gobinath R. and Karri R. R. (2018) Alkalinity and strength properties of concrete containing macro silica and ground granulated blast furnace slag., *IET Conference Publications.*, c: 2018. s: 750. doi: 10.1049/cp.2018.1603.
- [4] Murthi P., Awoyera P., Selvaraj P., Dharsana D., and Gobinath R. (2018) Using silica mineral waste as aggregate in a green high strength concrete: workability, strength, failure mode, and morphology assessment. *Australian Journal of Civil Engineering.*, c: 16, s: 2, doi: 10.1080/14488353.2018.1472539.
- [5] Karthika V., Awoyera P. O., Akinwumi I. I., Gobinath R., Gunasekaran R. and Lokesh N. (2018). Structural properties of lightweight self-compacting concrete made with pumice stone and mineral admixtures. *Revista Romana de Materiale/ Romanian Journal of Materials.*, c: 48, s: 2.
- [6] Anandaraj S., Rooby J., Awoyera P. O. And Gobinath R.. (2019). Structural distress in glass fibre-reinforced concrete under loading and exposure to aggressive environments. *Constr Build Mater.*, c: 197, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2018.06.090.
- [7] Awoyera P. O., Akinmusuru J. O. and Ndambuki J. M., (2016). Green concrete production with ceramic wastes and laterite. *Constr Build Mater.*, c: 117. doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.04.108.
- [8] Mehta P. K. (2010). Sustainable cements and concrete for the climate change era - A review., *2nd International Conference on Sustainable Construction Materials and Technologies.*
- [9] Obla K. H. (2009). What is green concrete?. *Indian Concrete Journal.*, c: 83, s: 4.
- [10] Suhendro B. (2014). Toward green concrete for better sustainable environment., *Procedia Engineering*, c: 95., doi: 10.1016/j.proeng.2014.12.190.
- [11] Pınarçı İ. And Kocak Y. (2022). Hydration Mechanisms and Mechanical Properties of Pumice Substituted Cementitious Binder., *Constr and Build Mater.* c:335 s:127528., doi: 10.1016/j.conbuildmat.2022.127528
- [12] Dinçer İ., Orhan A. ve Çoban S., (2015). Pomza Araştırma ve Uygulama Merkezi Fizibilite Raporu., Nevşehir.



- [13] Pınarcı İ., (2022). Diatomit ve pomza ikameli çimentoların hidrasyon reaksiyonlarının ve yüzey özelliklerinin spektroskopik yöntemlerle araştırılması., Doktora Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kompozit Malzeme Teknolojileri ABD., Düzce.
- [14] <https://www.mta.gov.tr/v3.0/bilgi-merkezi/diatomit>. (2023). Erişim Tarihi: 01 Mart 2023.
- [15] <https://cimsa.com.tr/formulhane/beyaz-cimento/tras-nedir-trasli-cimento-nasil-olur>. (2023). Erişim Tarihi: 01 Mart 2023.
- [16] Dorum A., Koçak Y., Yılmaz B. ve Uçar A. (2009). Yüksek Fırın Cürufunun Çimento Yüzey Özelliklerine ve Hidrasyona Etkileri., *Dumlupınar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, c: 19, s: 47-58.
- [17] Binici H., Eken M., ve Dinçer A. (2013). Silis Dumanı, Uçucu Kül ve Yüksek Fırın Curufu Katkılı Betonların Bazı Durabilite Özellikleri., *Çukurova Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi*, c: 28(1), s: 11-20.
- [18] Tokyay M. ve Erdoğan K. (2003). Curuflar ve Curuflu Çimentolar, Araştırmaların Gözden Geçirilmesi Raporu., Ankara.
- [19] Erdoğan Ş. ve Kurbetçi Ş. (2003). Betonun performansına sağladıkları etkinlik açısından kimyasal ve mineral katkı maddeleri. *Türkiye Mühendislik Haberleri*, c: 426, s: 115-120.
- [20] Topçu İ. B. ve Canbaz B. (2008). Alkali Aktive Edilmiş Yüksek Fırın Cürufu Harçlarda Donma Çözülme., *Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Müh. Mim.Fak.Dergisi*, c: 21, s: 2.
- [21] Özsoy E.F. (2022). Uçucu Kül ve Yüksek Fırın Curufu İçeren Alkali Aktive edilmiş kompozitlerin Yüksek Sıcaklığa Karşı Mekanik Özelliklerinin Araştırılması., Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ.
- [22] Ahmaruzzaman M. (2010). A review on the utilization of fly ash., *Progress in Energy and Combustion Science*, c: 36, s: 3. doi: 10.1016/j.pecs.2009.11.003.
- [23] Kocak Y.ve Nas S. (2014). The Effect Of Using Fly Ash On The Strength And Hydration Characteristics Of Blended Cements, *Constr Build Mater.*, c: 73, s: 25-32.
- [24] Şenol A. F. (2022). Yeşil Beton Teknolojisinde Atık Malzemelerin Kullanımı ve Üretim Yöntemlerinin İncelenmesi., 1st International Conference on Innovative Academic Studies., Konya.
- [25] Yıldız K. (2008). The Performance of Silica Fume Admixed Concrete Under the Effect of Ammonium Sulfate., *E-Journal of New World Sciences Academy*, c: 3, s: 2.
- [26] İter E. (2007). CEM I 42.5 Çimentolu Yüksek Dozajlı Betonlarda Silis Dumanının Etkinliği., Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

- [27] Osmañeılebiođlu B. (2022). Silis Dumanı Katkılı Geopolimer Harçların Mekanik Ve Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi., Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Gelişim Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, İstanbul.
- [28] Mo K. H., Alengaram U. J., Jumaat M. Z., Yap S. P. and Lee S. C. (2016). Green concrete partially comprised of farming waste residues: A review., *Journal of Cleaner Production*, c: 117.2016., doi:10.1016/j.jclepro.2016.01.022.
- [29] Özdemir İ. (2020). Piriñ Kabuđu Külü İkameli Çimento Harçlarının Hidratasyon Gelişiminin Fiziksel Ve Mekanik Özelliklerine Etkisinin Araştırılması., Yüksek Lisans Tezi, Düzce Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Düzce.
- [30] Akyıldız A. (2012). Beton Üretiminde Bor Atıklarının Puzzolan Materyal Olarak Kullanılabilirliğinin Araştırılması., Doktora Tezi, Namık Kemal Üniversitesi, Tekirdađ.
- [31] Yıldırım A. (2007). Öğütülmüş Fındık Kabuđunun Polipropilen Matrisli Kompozitlerde Kullanılabilirliği., Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi, İstanbul.
- [32] Çelik Ç. ve Gürdal E. (2005). Yerfıstıđı kabuđunun agrega olarak kullanım olanakları, *İTÜ Dergisi mimarlık, planlama, tasarım*, c: 4(1), s. 37-46.
- [33] Annakoa M. A. İ. (2019). Geopolimer Betonda Cam Tozu Kullanımının Araştırılması., Yüksek Lisans Tezi, Kastamonu Ün.v, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kastamonu.
- [34] Altuncı Y. T., Öcal C., Saphođlu K., İnce H. H. ve Çevikbaş M. (2021). Genleştirilmiş Cam Agregalı Harçlarda Alkali Silika Reaksiyonu'nun (ASR) İncelenmesi., *Fırat Üniversitesi Müh. Bil. Dergisi*, c: 33(2), s: 579-586.
- [35] Öntürk K. ve Vural İ. (2014). Endüstriyel Atıkların İnşaat Sektöründe Kullanılabilirliğinin Araştırılması., *Isites2014.*, Karabük
- [36] İpekçi C. A., Coşkun N. ve Tıkansak T. Karadayı. (2017). İnşaat Sektöründe Geri Kazanılmış Malzeme Kullanımının Sürdürülebilirlik Açısından Önemi., *TÜBAV Bilim*, c: 10(2), s. 43-50.



## Çok Atlamalı Mobil Tünelleme Ağları'nda Kullanılan Yönlendirme Algoritmasının Ağ Verimine Etkisi

Barbaros Preveze<sup>1</sup>

### Özet

Günümüzde sürekli olarak artış gösteren mobil cihaz ve kullanıcı sayısı ile birlikte daha yüksek hızlı ağ yapılarına olan talep te aynı ölçüde artmaktadır. Bu nedenle, literatürde paket iletimlerinde öncelik sağlama özelliğinden dolayı yaygın bir kullanıma sahip olan birçok tünelleme protokolü bulunmaktadır. Bununla birlikte, tünelleme ağlarında baştan belirlenen bir rotanın mevcut ağ koşullarına göre sonradan güncellenmesi gerektiğinde, bu durum ekstra bir yeniden rota oluşturulma (Route Reconstruction (RRC)) zamanına neden olacaktır. Sonradan oluşan bu tür ekstra yeniden rota oluşturma gereksinimleri ekstra gecikmelere de neden olarak sistem veriminin yükseltilmesi yerine düşürülmesine neden olabilecektir. Buna bağlı olarak, bir ağda kullanılmakta olan yönlendirme algoritmasının rotayı güncelleyerek, daha iyi bir rotaya geçiş ile sağlayacağı zaman kazancı, bu değişimin gerçekleşmesi için harcanan ekstra zamandan daha aza olmamalıdır.

Bu kitap bölümünde, literatürde mobil çok sekmeli tünel ağlarında rota ömrünü uzatarak sistem verimini artırmak amacıyla yapılan bir çalışma esas alınarak, söz konusu çalışmada; önerilmiş olan Optimum Yol Yönlendirmesi (Optimum Path Routing (OPR)) isimli yönlendirme algoritmasının geliştirilme şekli ile farklı yönlendirme algoritmalarının ağ verimi (bps saniyedeki bit sayısı) açısından nasıl değerlendirildiği açıklanmış, performans artırımı amacıyla önerilmiş olan OPR yönlendirme algoritması ile Fastest Path (En Hızlı Yol) yönlendirme algoritması isimli algoritmaların ağ verimi üzerinde sağladıkları performansların kıyaslaması ile OPR kullanımının RRC gecikmesine ve sistem performansına sağladığı iyileştirme incelenmiştir.

---

1 Çankaya Üniversitesi Elektrik ve Elektronik Mühendisliği, ORCID: 0000-0003-4108-0150, b.preveze@cankaya.edu.tr

## 1. GİRİŞ

MPLS (Multi Protocol Label Switching) gibi en başta bağlantının sağlanarak, tüm paketlerin aynı rota üzerinden gönderildiği paket anahtarlama tünel ağlarında amaç, paketlerin sahip oldukları önceliklerle engellerle karşılaşmadan hedeflerine ulaşmasını sağlamak ve gecikmeyi azaltmak suretiyle ağ verimini artırmaktır. Ancak, çevrimiçi oyun, video konferans, yüksek kalite gereksinimi olan videolar vb. yüksek hızlı bağlantı gerektiren uygulamaların ihtiyaçlarını karşılamak için belirlenecek olan rotanın mümkün olan en az sayıda RRC ile en uzun rota yaşam süresini sağlaması gerekir. Bu gereksinimden dolayı literatürde rota yaşam süresini uzatarak ağ performansını iyileştirmeye çalışan çok sayıda çalışma bulunmaktadır.

Referans [2]'de ABR, AEABR ve ATAABR olarak adlandırılan üç uzun ömürlü yönlendirme algoritması için rota güvenilirliği ve yaşam süreleri açısından karşılaştırmalı bir çalışma yapılmıştır. Ayrıca, referans [3]'de araçlar arası uzun ömürlü bir iletişim sağlayabilmek için yeni bir yönlendirme algoritması önerilmiştir. Çalışmanın sonucunda ise, önerilen bu algoritmanın AODV (Ad-Hoc on Demand Distance Vector)'den daha güvenilir bir yönlendirme sağlayabildiği gösterilmiştir. Referans [4]'te yazarlar, MANET (Mobile Ad-Hoc Network) çok yollu yönlendirme problemini araştırmak amacıyla, alternatif yollar kullanan bir yönlendirme problemini analiz ederek, düğümlerin hızları, başarıyla teslim edilen paketlerin kayıp paketlere oranı ve kullanılan yönlendirme algoritması nedeniyle oluşan ek yükün, ortalama gecikme üzerindeki etkilerini incelemişlerdir.

Öte yandan referans [5]'te yapılan çalışmada, önerilen bir yönlendirme algoritması ile ağ üzerindeki en hızlı yolun saptanarak gecikmenin minimize edilmesi amaçlanmış ve [6]'da bu algoritmanın verim performansı bilinen başka yönlendirme algoritmaları ile kıyaslanmıştır. Bu kıyaslama sonucunda, Fastest Path yönlendirme algoritmasının bir MPLS ağı için verim açısından, karşılaştırmaya alınan diğer tüm algoritmalarından daha iyi sonuçlar verdiği gösterilmiştir. Ayrıca, referans [1]'de; önerilen OPR algoritmasının verim performansı, MATLAB üzerinde gerçekleştirilen bir mobil MPLS ağ simülasyonu üzerinde, [5, 6]'da başka algoritmalar ile kıyaslamaya alınarak aralarında en iyisi olduğu gösterilmiş olan Fastest Path yönlendirme algoritmasının performansı ile karşılaştırılmıştır. Bu sırada, [1]'de başta rota yeniden yapılandırılması (RRC) sırasında istem dışı olarak eklenmiş olan ekstra gecikme miktarı olmak üzere tüm faktörlerin sistem çıktı performansı üzerindeki etkileri dikkate alınmıştır. Çalışmada daha sonra, MPLS üzerinde Fastest Path ve OPR yönlendirme algoritmasının simülasyon sonuçlarının

teorik hesaplama sonuçlarıyla da örtüştüğü gösterilmiştir. Sonuç olarak, çalışmada önerilen OPR algoritmasının, [6]'da en iyi olarak belirlenen Fastest Path yönlendirme algoritmasına göre bile daha yüksek ağ verim performansı sağladığı gösterilmiştir.

Beş kısımdan oluşan bu kitap bölümünde, bölüm 2'de, [1]'de geliştirilen OPR algoritmasının MPLS (Multi Protocol Label Switching) tünelleme protokolü üzerinde uygulanma yöntemi ile bu amaç doğrultusunda simülasyonda uygulanan algoritmaların detayları verilmiştir. Bölüm 3'te ise, söz konusu algoritmanın referans [1]'de elde edilen teorik ve deneysel sonuçlarının Eşitlikler (5 -16) kullanılarak yapılan hesaplama yöntemi anlatılmış, hem OPR yönlendirme algoritması hem Fastest Path yönlendirme algoritması için elde edilen teorik ve deneysel sonuçlar 4. bölümde Tablo 2'de [1] verilmiştir.

## 2. YÖNLENDİRME ALGORİTMALARININ MPLS AĞI ÜZERİNDE UYGULANMASI

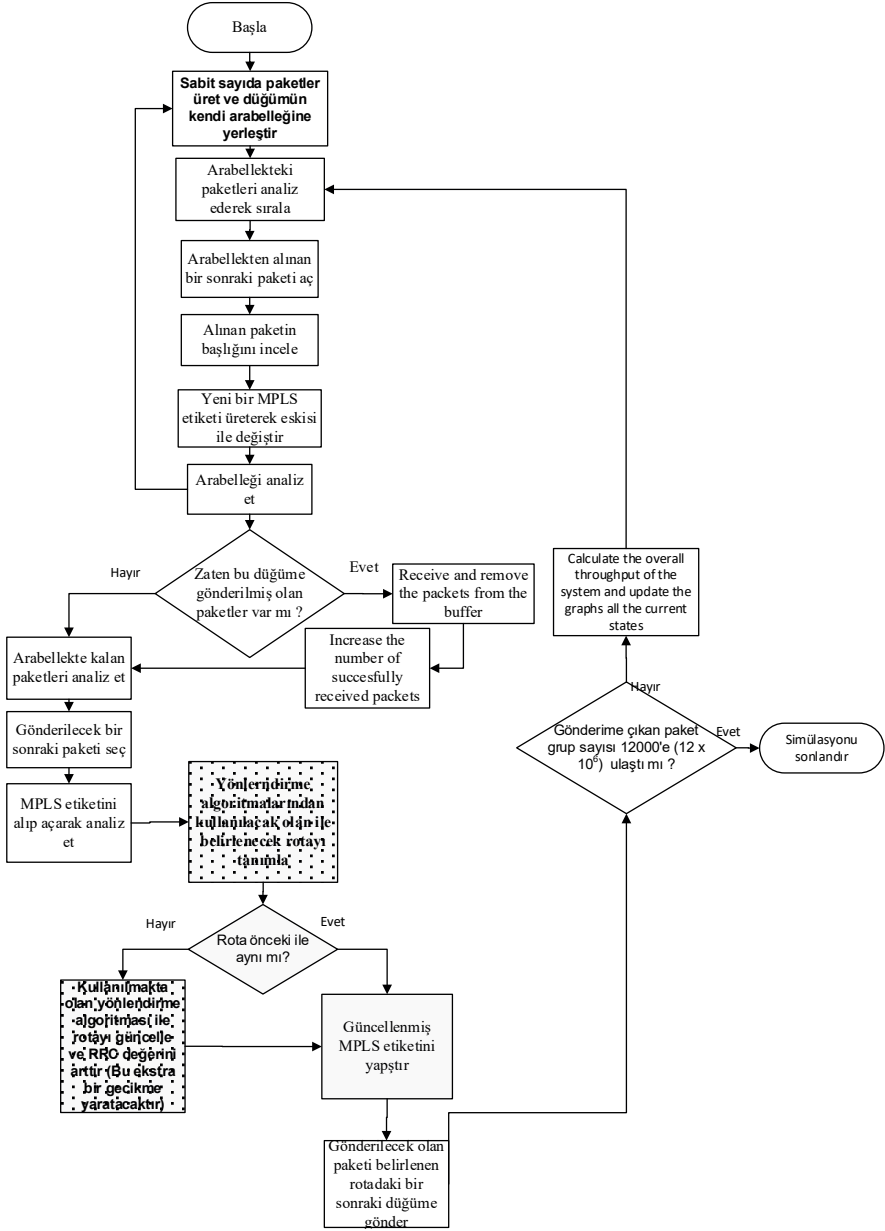
### a. MPLS Ağ simülasyonu

Geliştirilecek olan bir metodun MPLS ağı performansı üzerindeki etkilerinin gözlemlenebilmesi için öncelikle bir MPLS tünelleme ağı tüm detaylarıyla simüle edilmelidir. Böylelikle önerilen metodun bu ağ üzerindeki davranışları gözlemlenebilecektir. Tasarlanacak olan bu MPLS ağ simülasyon programı; ayrı ayrı tüm kaynak noktalarında oluşturulan paketler, ağ üzerinde iletilen paketler, kayıp paketler, arabelleklerde bulunan paketler ve nihai olarak hedefe başarıyla ulaşan ortalama paket sayısı değerlerini tutmalıdır, bu sayede elde edilecek olan ağ verimi gözlenecek ve bu şekilde ağ performansı değerlendirilebilecektir. Bu esnada tüm düğümler, her bir iterasyonda üzerlerinden geçerek iletilen paket sayısının da kaydını tutar. Simülasyonda ve teorik hesaplamalarda kullanılması gereken parametreler ve bu parametrelerin kullanılan değerleri Tablo 1'de listelenmiştir.

**Tablo 1: MPLS ağı için kullanılan parametreler ve değerleri [1]**

Düğüm sayısı (N)	6 düğüm
Hareket Alanı (x, y)	(100 piksel x 20m/piksel) x (100 piksel x 20m/piksel) = 4km <sup>2</sup>
Düğümlerin Bağlı Hız Aralığı	5 km/s -30 km/s arası (rastgele fakat sabit)
Kullanılan mobilite modeli	Rastgele yol noktası hareketlilik modeli [10]
Paket boyutu (PS)	1 Kbayt [11]
İletim ortamı	Boş Alan ( $\alpha=2$ )
İletim gücü (P)	1W
Gürültü gücü ( $P_N$ )	1 mW
Sinyal Frekansı (f)	1 GHz
Verici Anten Kazancı ( $G_T$ )	1
Alıcı Anten Kazancı ( $G_R$ )	1
RRC zaman maliyeti	Hızlı Yeniden Yönlendirme (FRR) kullanılarak 50 ms/RRC [12]
Işık hızı (c)	$3 \times 10^8$ m/sn
İterasyon Sayısı (NOI)	2000 yineleme
Simülasyon Adım Dönemi (SSP)	30 saniye/yineleme[13]
Rota yeniden yapılandırma aralığı (RUI)	Her yinelemede (30 saniye)[13]
Simülasyon Çalışma Süresi (SRT)	2000 yineleme x her biri 30 saniye = 16,66 saat.
Paket Grupları Başına Paket Sayısı (PPG)	Paket grubu başına 1000 paket
İletilen toplam paket sayısı (TP)	6 düğüm x 2000 paket grubu/düğüm x PPG Paketleri/ Paket grubu
En Hızlı Yol için HC ( $HC_{EN HIZLI}$ )	1,72 sekme [1]
OPR için HC ( $HC_{OPR}$ )	1,68 sekme [1]

Bu esnada, MPLS ağını uygulamak için her bir düğümün kullanması gereken algoritma ise Şekil 1'deki gibidir



Şekil 1: MPLS simülasyonunda tüm düğümler tarafından kullanılan algoritma [1]



### b. MPLS ađı üzerinde performans artırımı sađlamak amacıyla yeni bir yönlendirme algoritmasının geliřtirilme tekniđi

Bir ađın performansının en belirgin ve somut ölçüm parametresi ađ verimidir (Throughput). Ađ verimi, paket üretim yoğunluđu, bant geniřliđi, sekme sayısı, paket kayıp oranı, gecikme ve gecikme deđiřkenliđi gibi birçok parametreye bađlıdır. Bu nedenle, tüm bu parametrelerin anlık deđerlerine sebep olacak olan rota seđiminin yani yönlendirme algoritmasının çalıřma prensibinin ađ verimi üzerindeki etkisi çok büyüktür. Bir yönlendirme algoritması, kaynaktan hedefe dođru saptanacak olan rota üzerinde, mümkün olan en az sekme sayısı ve en az trafik yoğunluđu olan rotayı seđtiđinde, paket kayıp oranı ve gecikme de otomatikman azaltılmıř olacak ve ađ verimi de buna bađlı olarak artırılmıř olacaktır. Bu amaçla referans [1]'de OPR (Optimum Path Routing) adlı yeni bir algoritma önerilmif ve bu yönlendirme algoritmasının ađ üzerinde uygulanması ile ađ performansının sadece yönlendirme algoritmasının deđiřtirilmesiyle bile yüksek oranlarda artırıldıđı gösterilmiřtir.

Söz konusu, OPR algoritmasının ana fikri, kaynaktan hedefe dođru iletiřimin bařından kurulacak olan rotanın uzun ömürlü olması ve daha az RRC gerektirerek zamandan tasarruf etmek suretiyle toplam gecikmenin azaltılmasıdır. Uzun ömürlü rotaların belirlenebilmesi için kullanılan mantık ise, diđer alternatif düđümlere göre birbirine göre minimum bađlı hızları olan, yani belirli bir süre boyunca birbirinden uzaklařarak kopma olasılıđı en düşük olan düđümler serisinden oluřturulacak bir rota seđimi yapmaya çalıřmaktadır. Düđümler arasındaki bađlı hızların hesaplanabilmesi için ise, her bir düđüm, diđer düđümlerden artarda alınan son 2 sinyal gücünü ayrı ayrı kaydetmeli ve bu güç deđiřimlerini eřitlik 1-4 [1] arası verilen eřitlikler üzerinde kullanılmalıdır. Bu hesaplamaların yapılmasında Tablo 1' de verilen varsayılan deđerler kullanılmaktadır.

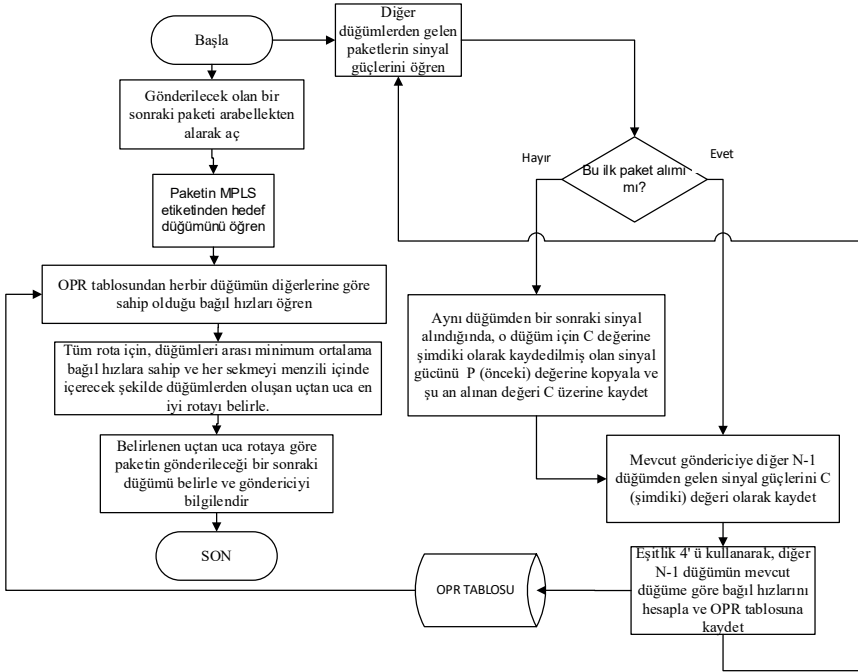
$$P_r = P \times G_t \times G_r \times \left( \frac{c}{4 \times \pi \times f \times d} \right)^2 \quad (1)$$

$$d = \sqrt{\frac{P}{P_r} \times G_t \times G_r \times \left( \frac{c}{4 \times \pi \times f} \right)^2} \quad (2)$$

$$V_R = \frac{|d_{řimdiki} - d_{önceki}|}{T_{řimdiki} - T_{önceki}} \quad (3)$$

$$V_R = \frac{\sqrt{\frac{P}{P_{r\_şimdiki}} \times G_t \times G_r \times \left(\frac{c}{4 \times p \times f}\right)^2} - \sqrt{\frac{P}{P_{r\_önceki}} \times G_t \times G_r \times \left(\frac{c}{4 \times p \times f}\right)^2}}{T_{şimdiki} - T_{önceki}} \quad (4)$$

Bu eşitliklerde,  $d_{şimdiki}$  iki düğüm arası mevcut mesafe,  $d_{önceki}$  iki düğüm arası önceki (bir önceki sinyal alım periyodunda) mesafe,  $V_R$  ise bu iki düğümün birbirlerine göre bağıl hızları anlamındadır. MPLS simülasyonu üzerinde yönlendirme algoritması olarak kullanılması öngörülen OPR algoritmasının akış şeması Şekil 2'de verilmiştir.



Şekil 2: OPR algoritmasının, düğümler üzerindeki çalışma prensibi [1]

Şekil 2' de verilmiş olan bu algoritmanın kullanımı ile ağ üzerindeki tüm düğümler diğer düğümlere göre sahip olduğu bağıl hızları kendi OPR tablolarında tutarak, kaynak hedef arası minimum bağıl hız ortalamasına sahip rotalar seçme yeteneğine sahip olacaktır. Bu esnada, daha iyi bir rota bulunması durumunda rota yeniden yapılandırması (RRC) yapılacak ancak bu rotanın güncellenmesi sırasında, gerekecek olan rota yeniden yapılandırılma gecikmesinin sistem verimi üzerindeki negatif etkisi ile yapılacak olan rota yeniden yapılandırmasının sağlayacağı pozitif etki birlikte göz önünde bulundurulacaklardır. Bir yönlendirme algoritmasının daha az

RRC gecikmesi gerektirmesi, o algoritmanın daha uzun ömürlü olması anlamına gelir, yani bir rotanın ömrünün sonu yeni bir rotaya geçilme anıdır. Bu nedenle, kullanılan bir yönlendirme algoritması için beklenen rota yeniden yapılandırma olasılığı, diğer yönlendirme algoritmalarıyla kıyaslanarak, RRC sayısı bakımından daha uzun ömürlü olup olmadığının değerlendirilmesinde etkin bir faktördür.

### 3. BEKLENEN SONUÇLARIN TEORİK HESAPLAMALARI

#### a. Farklı yönlendirme algoritmalarının kullanım durumlarında beklenen RRC Olasılığının ( $P_{RRC}$ ) hesaplanması

Bir ağ üzerinde, herhangi bir rota yeniden yapılandırma aralığında (RUI), kullanılan farklı yönlendirme algoritmaları için rota kopması ya da daha iyi alternatif bir rotanın bulunması durumunda, yeni bir RCC gereksinimi olabilecektir. Bu durumla kullanılan yönlendirme algoritmasına göre farklı sıklıklarla karşılaşılacağı aşikârdır. Fakat herhangi bir yönlendirme algoritmasının kullanımında RRC gereksiniminin RUI içinde tam olarak ne zaman olacağını önceden kestirmek zordur. Bu nedenle bu gereksinimin ortalama olarak RUI zamanının tam ortasında olacağı varsayıldığında, bu sürenin yarısında paketlerin başarılı bir şekilde gönderileceği, diğer yarısında gönderilmesi gereken paketlerin ise sonraki yönlendirmenin belirleyeceği rotadan gönderilmek üzere bekleyeceği varsayılmış olacaktır.

Eşitlik (5)'te ağın beklenen veriminin teorik hesaplanması için kullanılması gereken formül verilmiştir. Bu hesaplama için, tüm iterasyonlar süresince hedeflere ulaştırılan toplam bit sayısının, tüm iterasyonların toplam süresine oranı bulunmaktadır. Eşitlik (5)'te, RRC gereksinimleri nedeniyle çalıştırılacak olan ekstra iterasyonların sayısı bu nedenle “ $NOI/2 \times P_{RRC}$ ” olarak verilmiştir.

$$Th_r = \frac{\text{Tüm iterasyonlarda hedeflerine ulaştırılan toplam bit sayısı}}{\text{Tüm iterasyonlarda geçen toplam süre}} = \frac{(TP) \times (PS \times \overbrace{8 \times 1024}^{\text{kilobit}})}{\left( NOI + \underbrace{\frac{NOI}{2} \times P_{RRC}}_{\substack{\text{Muhtemel RRC gereksinimi} \\ \text{olasılığına bağlı olarak gerekli} \\ \text{olacak ekstra iterasyon sayısı}}} \right)} \quad (5)$$

Ancak bu hesabın yapılabilmesi için  $P_{RRC}$  değerinin de karşılaştırmaya alınacak tüm yönlendirme algoritmaları için ayrı ayrı hesaplanması gerekecektir.

$P_{RRC}$  hesaplamaları, Eşitlik (6) ve Eşitlik (7)'deki hesaplamalarda, En hızlı yol (Fastest Path) yönlendirme algoritması ve OPR algoritmaları için hesaplanarak, sırasıyla  $P_{RRC\_FASTEST}$  ve  $P_{RRC\_OPR}$  olarak gösterilmiştir [1].

$$P_{RRC\_FASTEST} = 1 - \underbrace{\left[ \underbrace{\left( P_{srfh\_FASTEST} \right)}_{\text{Tek bir sekme için aynı düğümün yeniden seçilme olasılığı}} \right]^{HC}}_{\text{Kullanımda olan rotanın hiçbir bölümünün değiştirilmeme olasılığı}} \underbrace{\left[ \right]}_{\text{Kullanımda olan rota üzerinde en az bir düğümün değiştirilme olasılığı}} \quad (6)$$

$$P_{RRC\_OPR} = 1 - \underbrace{\left[ \underbrace{\left( P_{srfh\_OPR} \right)}_{\text{Tek bir sekme için aynı düğümün yeniden seçilme olasılığı}} \right]^{HC}}_{\text{Kullanımda olan rotanın hiçbir bölümünün değiştirilmeme olasılığı}} \underbrace{\left[ \right]}_{\text{Kullanımda olan rota üzerinde en az bir düğümün değiştirilme olasılığı}} \quad (7)$$

Bir ağ üzerinde birbirine bağlantılı halde bulunan iki düğüm arasındaki bağlantının kopması sadece düğümlerden birinin, diğerinin menziline dışarıya doğru hareket etmesine ve hızının da aynı iterasyon içerisinde o iletim menziline ( $R_T$ ) çıkmasına yeterli olacak büyüklükte olmasına bağlıdır. Düğümler arası bu muhtemel kopma, düğümlerden birinin hareket edebileceği 8 yönden (Doğu, Kuzey Doğu, Kuzey, Kuzey Batı, Batı, Güney Batı, Güney, Güney Doğu) sadece 3'ü ile (daire şeklindeki menzilin dışına doğru ve kaynaktan uzaklaşacak şekilde) ve 3/8 olasılıkla mümkün olabilecektir. Söz konusu düğümün, hareket edebileceği 8 yön içerisinde, menzil dışına doğru olan bu 3 yönden birine doğru hareket ediyor olma olasılığı ise 3/8'dir.

Bu bilgiler ışığında, sırasıyla Fastest Path yönlendirme algoritmasını ve OPR yönlendirme algoritmasını kullanarak ağ verim düşüklüğüne neden olan bir sekmedeki düğümden vazgeçtikten sonra yine aynı düğümü seçme olasılıklarının hesaplamaları Eşitlik (8) ve (9) da verilmiştir [1].

Fastest Path yönlendirme algoritmasının kullanımında, rota belirlenirken, düğümlerin hareketliliği ve bağlı hızları dikkate alınmadığından, Eşitlik (8) 'de  $P_{srfh\_FASTEST}$  için yapılan hesaplamada odaklanılan düğümün de tüm düğümlerin sahip olduğu ortalama hıza sahip olduğu varsayılmaktadır. Ortalama hızın, iletim menziline oranının dışarı doğru hareket etme olasılığı (3/8) ile çarpımından elde edilen değer bize bu düğümün menzil dışına

çıkma olasılığını, yani bağlantının kopma olasılığını verirken, bu değer 1'den çıkarılması bağlantının aynı düğüm üzerinden devam etmesi olasılığını verecektir. Burada  $N$ , simülasyon alanındaki verici dahil tüm düğümlerin toplam sayısıdır.

$$P_{srfh\_FASTEST} = 1 - \frac{\frac{3}{8} \times \frac{\overbrace{\sum_{i=1}^N v_i}}{N}}{R_T} \quad (8)$$

Hareket eden tüm düğümlerin ortalama hızları

Ancak, OPR algoritması düğümlerin hareketliliğini de dikkate aldığından  $P_{srfh\_OPR}$  için eşitlik 9'da yapılacak olan hesaplama daha farklı olmaktadır. Burada, en uzun ömürlü rotaya karar vermek için kaynak ve hedef arasında bulunan düğümler arasında ve o anki göndericinin menzili içindeki minimum bağlı hıza sahip olan düğüm seçilecektir.

$$P_{srfh\_OPR} = 1 - \frac{\frac{3}{8} \times \frac{\overbrace{\min(v_{bağlı})}}{\text{Tüm düğümler içindeki en düşük bağlı hız}}}{R_T} \quad (9)$$

Öte yandan, vericinin iletim aralığı ( $R_T$ ) ise, eşitlik 10 [1, 4] kullanılarak hesaplanmaktadır.

$$R_T = \pi \times \left[ \frac{\overbrace{\left( \frac{P}{P_N \times e^\alpha - 1} \right)^{\frac{1}{\alpha}}}}{\text{Göndericinin menzili [4]}} \right]^2 \quad (10)$$

göndericinin kapsama alanı

[1]'de, eşitlik 8 ve 9'da elde edilen  $P_{srfh\_fastest}$  ve  $P_{srfh\_OPR}$  değerleri sırasıyla eşitlik 6-7'de kullanılarak  $P_{RRC\_FASTEST}$  ve  $P_{RRC\_OPR}$  değerleri elde edilmektedir. Daha sonra bu  $P_{RRC\_FASTEST}$  ve  $P_{RRC\_OPR}$  değerleri eşitlik 5'teki  $P_{RRC}$  yerine kullanıldığında Fastest Path yönlendirme algoritması için elde edilen ağ verim değeri ( $Thr_{FASTEST}$ ) ve OPR yönlendirme algoritması kullanılarak elde edilen ağ verim değeri ( $Thr_{OPR}$ ) sırasıyla Eşitlik (11) ve Eşitlik (12)'de verilen formüllerle hesaplanabilecektir.

$$Thr_{Fastest} = \frac{\text{Tüm iterasyonlarda hedeflerine ulaştırılan toplam bit sayısı}}{\text{Tüm iterasyonlarda geçen toplam süre}} = \frac{(TP) \times (PS \times 8 \times 1024)}{NOI + \frac{NOI}{2} \times \left[ 1 - \frac{\frac{3}{8} \times \frac{\sum_{i=1}^N V_i}{N}}{\pi \times \left[ \left( \frac{P}{P_N \times e^u} - 1 \right)^{\frac{1}{\pi}} \right]^2} \right]^{HC}} \quad (11)$$

$$Thr_{OPR} = \frac{\text{Tüm iterasyonlarda hedeflerine ulaştırılan toplam bit sayısı}}{\text{Tüm iterasyonlarda geçen toplam süre}} = \frac{(TP) \times (PS \times 8 \times 1024)}{NOI + \frac{NOI}{2} \times \left[ 1 - \frac{\frac{3}{8} \times \min(V_{bagli})}{\pi \times \left[ \left( \frac{P}{P_N \times e^u} - 1 \right)^{\frac{1}{\pi}} \right]^2} \right]^{HC}} \quad (12)$$

### b. En Hızlı Yol Algoritması ve OPR Algoritması kullanıldığında oluşacak olan ekstra RRC gecikmelerinin hesaplanması

Elde edilen simülasyon sonuçlarının doğruluğunun teyidi için  $P_{RRC}$  değeri alternatif olarak Eşitlik (13)'deki gibi, ekstra RRC gecikme miktarı ( $Time_{RRC}$ ) kullanılarak ta elde edilebilir.

$$P_{RRC} = \frac{\overbrace{\left( \frac{Time_{RRC}}{RRC_{time\_cost}} \right)}^{\text{Düğüm başına ekstra RRC sayısı}}}{\underbrace{\frac{Time_{RRC}}{RRC_{time\_cost}}}_N + \underbrace{\frac{SRT}{RUI}}_{\text{SRT sırasında olağan olarak gerçekleşen düğüm başına rota güncellemesi sayısı}}} \quad (13)$$

$Time_{RRC}$  değeri, Eşitlik (13)'den çekilerek eşitlik (14)'deki gibi hesaplanabilecektir.

$$Time_{RRC} = \frac{\left( RRC_{time\_cost} \times N \times P_{RRC} \times \frac{SRT}{RUI} \right)}{1 - P_{RRC}} \quad (14)$$

Son olarak, Eşitlik (14)'de geçen  $P_{RRC}$  değerini, yine Eşitlik (6) ve (7) ile hesaplanan  $P_{RRC_{Fastest}}$  ve  $P_{RRC_{OPR}}$  ile değiştirdiğimizde sırasıyla Fastest Path yönlendirme algoritması kullanıldığında oluşacak ekstra RRC gecikmesi ( $Time_{RRC_{FASTEST}}$ ) ve OPR yönlendirme algoritması kullanıldığında oluşacak ekstra RRC gecikmesi ( $Time_{RRC_{OPR}}$ ) değerleri sırasıyla Eşitlik

(13) ve Eşitlik (14)' teki gibi hesaplanabilecektir ve bu değerler ağ veriminin hesaplanmasında kullanılacaktır.

$$Time_{RRC\_FASTEST} = \frac{\left( RRC_{time\_cost} \times N \times \left[ 1 - \left( 1 - \frac{\frac{3}{8} \times \sum_{i=1}^N v_i}{N} \right)^{HC} \right] \times \frac{SRT}{RUI} \right)}{1 - \left[ 1 - \left( 1 - \frac{\frac{3}{8} \times \sum_{i=1}^N v_i}{N} \right)^{HC} \right]} \quad (15)$$

$$Time_{RRC\_OPR} = \frac{\left( RRC_{time\_cost} \times N \times \left[ 1 - \left( 1 - \frac{\frac{3}{8} \times \min(v_{bağlı})}{R_T} \right)^{HC} \right] \times \frac{SRT}{RUI} \right)}{1 - \left[ 1 - \left( 1 - \frac{\frac{3}{8} \times \min(v_{bağlı})}{R_T} \right)^{HC} \right]} \quad (16)$$

### c. En Hızlı Yol ya da OPR Algoritmaları kullanıldığında beklenen ağ verimi değerinin teorik olarak hesaplanması

Hesaplanması hedeflenen  $Thr_{FASTEST}$  ve  $Thr_{OPR}$  değerleri sırasıyla Eşitlik (15) ve Eşitlik (16)'da verilen formüller ile, ve bu formüllerde Tablo 1'de verilen değerler ( $N = 6$ ,  $TP = 6$  nodes x 2000 packet groups/node x 1000 Packets/ Packet group,  $PS = 1$ KB and  $NOI = 2000$  tekrarlar) kullanılarak [1]'de Eşitlik (17) ve Eşitlik (18)'deki gibi hesaplanmıştır.

$$Thr_{FASTEST} = \frac{(6 \times 2000 \times 1000) \times (1 \times 8 \times 1024)}{\left( 2000 + \frac{2000}{2} \times 0.3441 \right)} = 41.93 \text{ Mb/s} \quad (17)$$

$$Thr_{OPR} = \frac{(6 \times 2000 \times 1000) \times (1 \times 8 \times 1024)}{\left( 2000 + \frac{2000}{2} \times 0.0986 \right)} = 46.84 \text{ Mb/s} \quad (18)$$

Elde edilen bu ağ verimi teorik değerlerin teyidi, Şekil (1) ve Şekil (2)'de verilen algoritmaların MATLAB üzerinde gerçekleştirilmesi ile elde edilen deneysel simülasyon sonuçları ile 4. Bölümde kıyaslaması ile yapılmıştır.

#### 4. DENEYSEL SONUÇLAR VE ANALİZ

##### a. En hızlı yol ve OPR algoritmaları için deneysel sonuçlar

Fastest Path ve OPR algoritmaları için deneysel sonuçların elde edilmesi amacıyla Referans [1]'de geliştirilmiş olan MATLAB simülasyonunda, 2 km x 2 km'lik bir alanda Rastgele Yol Hareketlilik Modeli [10] kullanan altı mobil düğüm, sürekli olarak paketler üretmekte ve bu paketleri rastgele tanımlanmış varış noktalarına iletmeye çalışmaktadır. Bu iletimler sırasında, MPLS protokolü işletilerek hedeflerine doğru iletilen paketlerin kullandığı ortalama hop sayısı (HC) sistemin verim performansını etkilemektedir. Simülasyonda, her iki yönlendirme algoritması için (ve N=6 için) elde edilen hop sayısı neredeyse eşit olarak elde edilmiştir.

##### b. Deneysel olarak elde edilen simülasyon sonuçlarının teorik hesaplamalarla doğrulanması

Referans [1]'de MPLS ağı, ağ verimi performansının değerlendirilmesi amacıyla, sırasıyla Fastest Path yönlendirme algoritmasının kullanıldığı ve OPR algoritmasının kullanıldığı durumlar için ayrı ayrı simüle edilerek, bu algoritmaların sağladığı verim iyileştirmeleri simülasyon üzerinde deneysel olarak kıyaslanmıştır.

Simülasyon, Fastest Path yönlendirme algoritması ve OPR yönlendirme algoritması ile ayrı ayrı çalıştırılarak, her iki durum için de düğüm başına 2000 paket grubu olmak üzere, 6 düğüm için toplam 1200 paket grubu gönderilene kadar çalıştırmıştır. Simülasyondan [1]'de elde edilmiş olan teorik ve deneysel sonuçlar Tablo 2' de özetlenmiştir.

Tablo 2' de verilen sonuçlar göstermektedir ki, her iki durum için de simülasyon sonuçları teorik hesaplama sonuçlarıyla % 95 üzerinde oranlarla örtüşmüştür.



*Tablo 2: Fastest Path ya da OPR kullanılarak MPLS ağı için [1]'de elde edilen teorik ve deneysel sonuçlar*

Kullanılan yönlendirme algoritması	Fastest Path	OPR
Iterasyon sayısı	2000	2000
Düğüm Sayısı (düğümler)	6	6
SSP (sn)	30	30
RUI (sn)	30	30
Toplam gönderime çıkan paket sayısı	12000	12000
Düğümlerin arabelleklerinde bulunan toplam paket sayısı	10	20
Tüm düğümlerin hedeflerine ulaştırdıkları toplam paket sayısı	11972	11958
Link hatası nedeniyle oluşan toplam paket kayıp sayısı	18	28
RRC nedeniyle deneysel olarak oluşan ekstra gecikme miktarı (ms)	408	65
HC (sekme sayısı)	1,72	1,68
RRC nedeniyle hesaplama ile beklenen ekstra gecikme miktarı (ms)	314,77	65,63
Hesaplanan RRC ekstra gecikmesi ile deneysel olarak oluşan ekstra RRC gecikmesinin örtüşme oranı	%77,1	% 99,99
Hesaplamalardan elde edilen teorik Ağ verimi değeri (Mbps)	4,193	4,684
Simülasyondan elde edilen deneysel Ağ verimi değeri (Mbps)	4,070	4,890
<b>Hesaplama sonuçları ile Simülasyon sonuçlarının örtüşme yüzdesi</b>	<b>% 97</b>	<b>% 95,7</b>
<b>Fastest Path Yönlendirme algoritmasına göre sağlanan Ağ verimi teorik artırım oranı</b>	<b>%0</b>	<b>%11</b>
<b>Fastest Path Yönlendirme algoritmasına göre sağlanan Ağ verimi deneysel artırım oranı</b>	<b>%0</b>	<b>%20</b>

## 5. Sonuç

Bir tünelleme ağında, uçtan uca iletişim başlamadan önce oluşturulan rota üzerindeki düğümler arası bağlantıların kopmadan devam etme süresi rota ömrünü vermektedir. Bu çalışmada, Referans [1]'deki çalışma esas alınarak, bir ağda kullanılmakta olan yönlendirme algoritmasının teorik ve deneysel sonuçlarının nasıl elde edilebileceği, bu algoritmanın nasıl geliştirilebilir uzun rota ömrünün yanı sıra, daha uzun süre en iyi performansa sahip rota olarak kalmasını sağlamanın ağ verimi üzerinde nasıl bir etkiye sahip olduğu incelenmiştir. Sonuçlar sadece yönlendirme algoritmasının geliştirilmesi ile bile % 20 ağ verimi artırımı sağlanabildiğini göstermektedir.

## REFERANSLAR

- [1] Preveze, B. A Novel High Performance Routing Algorithm for Mobile Multi-hop Tunneling Networks. *Wireless Pers Commun* 114, 1–27 (2020). <https://doi.org/10.1007/s11277-020-07257-7>
- [2] Preveze, B, Safak, A, “Comparative analysis of novel Long Life Routing Methods in Mobile Networks”, PIMRC 2010, Pages(s): 1596 – 1601.
- [3] Shih-Chang Huang; Duen-Cheng Shie, “A Long-Life, Shortest Path Routing Algorithm for Wireless Inter-vehicle Networks”, 13th International Conference on Network-Based Information Systems, 2010, Page(s): 9 – 13.
- [4] Chao Gui; Baolin Sun; Chunhua Xia, “An Entropy-Based Long-Life Multipath Routing Algorithm in MANET”, 2008 Fourth International Conference on Natural Computation, 2008, Volume: 5, Page(s): 174 – 178.
- [5] Xu Yi, Wang Wanye, “Finding the Fastest Path in Wireless Networks”, IEEE ICC 2008, Page(s) : 3188-3192.
- [6] Qasim-Yaseen, N. Performance Comparison of Routing Algorithms used in Packet Switching Computer Networks. M.Sc. Thesis, Cankaya University, Computer Engineering, 2015.
- [7] Mohammad Azmi Ridwan, Nurul Asyikin Mohamed Radzi1, Wan Siti Halimatul Munirah Wan Ahmad, Fairuz Abdullah, Md.Zaini Jamaludin, Mohd Nasim Zakaria, “Recent trends in MPLS networks”, Recent trends in MPLS networks : technologies, applications and challenges, IET Communications, (2020) Page(s) :177-185.
- [8] Nassim Haddaji, Kim Nguyen, Mohamed Cheriet, “Towards ete integrated optical packet network: Empirical analysis”, *Optical Switching and Networking*, 27 (2018), Page(s) 18–39
- [9] Adewale Adeyinka A., Adagunodo Emmanuel R., John Samuel N., Ndujuba Charles,” A Comparative Simulation Study of IP, MPLS, MPLS-TE for Latency and Packet Loss Reduction over a WAN, *Int. J. of Networking and Communications*, 2016, 6(1), Page(s): 1-7.
- [10] David C. Wyld, Jan Zizka, Dhinaharan Nagamali, “Advances in Computer Science, Engineering and Applications”, ISBN : 978-3-642-30110-0, Springer, 2012.
- [11] Saed Abed, MazenKharbutli, Bassam Jamil Mohd, Sahel Alounch “MPLS technology in wireless networks”, *Wireless Network* 2014, page(s): 1037-1051.
- [12] Iannone, E. *Telecommunication Networks*. ISBN: 978-1-4398-4636-0, CRC Press Taylor and Francis Group, 2012.

- [13] Muhammad Moizuddin, Mukhtiar Shaikh, “Understanding Convergence in MPLS VPN Networks”, Cisco Systems, Session : RST-2606, 2004
- [14] Book: Waren L. Stutzman, Gary A. Thiele, “Antenna Theory and Design”, ISBN : 978-0-470-57664-9, WILEY, 2012,

# Baraj Ön Yüzü Geçirimsiz Beton Yüzeyinde Yeraltı Suyu Basıncı Kaynaklı Oluşan Deformasyon ve Onarımı

Murat Can<sup>1</sup>

Temel Temiz<sup>2</sup>

## Özet

Büyükkuşla Deresi üzerinde İçme suyu amaçlı olarak inşa edilen Büyükkuşla Barajı; Bursa İli, Gemlik İlçesi sınırları içerisinde olup 2012 yılında inşaatına başlanılarak 2022 yılında tüm imalatlar tamamlanarak su tutmaya başlamıştır. Barajın memba ve mansap batardoları güzergahı boyunca yapılan geçirimsiz perdeler ile baraja mansap ve memba bölgesinden gelecek olan yeraltı suyunun engellenmesi amaçlanmıştır. Ancak mansap bölgesi sol sahilden gelen yeraltı ve yüzeysel akış etkisi nedeniyle mansap batardosu ile gövde dolgusu arasında hapsolan su gövde içinde su seviyesinin yükselmesine neden olmuştur. Yükselen su seviyesi nedeniyle oluşan hidrostatik basınç etkisine bağlı olarak önyüz geçirimsiz beton plakta bulunan 15,16 ve 17 numaralı anolar da 5-10 cm deplasman gerçekleşmiştir. Bu deformasyona bağlı olarak mansaptan membaya doğru ortalama 8 lt/sn sızma gerçekleştiği ölçülmüştür. Ön yüz betonu anolarının tamirati için gövde içerisinde biriken suyun tahliyesi amacıyla baraj gövdesi mansap sevi ile mansap batardosu arasında kalan bölgede 2 derin su kuyusu açılmıştır. Bu işlem sonrası gövde içerisinde hapsolan su boşaltılarak membadaki su kotunun düşürülebileceği görülmüştür. Sonrasında önyüzü betonda oluşan deformasyonun tamirine yönelik geliştirilen metodoloji uygulanarak baraj gövdesinde geçirimsizlik yeniden sağlanmıştır. Sonuç olarak bu çalışmada, Büyükkuşla Barajının mansap batardosu ile gövde arasında yer altı su seviyesinin yükselerek, gövde memba tarafından hidrostatik basınç etkisi ile önyüz geçirimsiz beton plakta deformasyona neden olması ve oluşan bu deformasyonun tamir edilerek barajda yeniden geçirimsizliğin sağlanması irdelenmiştir.

1 Dr., Devlet Su İşleri 1. Bölge Müdürlüğü, muratcan@dsi.gov.tr

2 Dr., Yalova Üniversitesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, temel.temiz@yalova.edu.tr

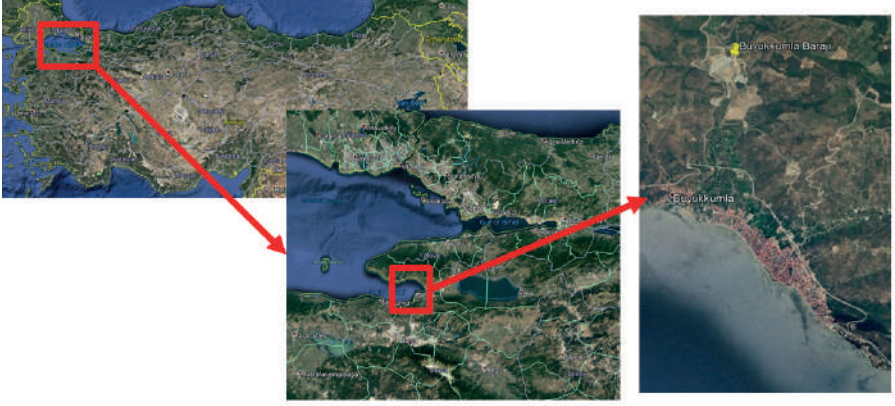
## 1. GİRİŞ

İnsanoğlu geçmişten günümüze mevcut su kaynaklarını daha fazla kullanabilmek için birçok teknik ile depolama amaçlamışlardır. Depolama başarısının ön plana çıktığı en önemli yapılarda barajlardır. Ayrıca barajlar çok işlevli olmaları bakımından da en önemli yapı tiplerinin başında gelmektedirler.[1] Ana amacı depolama olan barajlardaki gövde geçirimsizliği ise baraj güvenliği için en önemli etkenlerin başında gelmektedir. Baraj gövdesinde geçirimsizliği tehdit eden herhangi bir etkenin ortadan kaldırılmaması halinde ölümcül ve yıkıcı sonuçlar doğuracağı bilinmektedir.[2] Bu nedenle, olası yıkılma senaryolarında büyük yıkım ve kayıpların yaşanabileceği baraj yıkılmalarının önlenmesi öncelikli konulardandır. Bu çalışmada Bursa İli Gemlik İlçesi sınırları içerisinde yer alan içme suyu amaçlı olarak inşaa edilen önyüzü beton kaplı barajda geçirimsizliğini sağlayan önyüz betonda oluşan deformasyonun nedenleri ve onarılmasına ait süreç incelenmiştir.

## 2. ÇALIŞMA ALANI

Çalışma alanı, Bursa ili, Gemlik ilçesinin 9 km kuzey batısında yer alır. Baraj yerine ulaşım; Bursa ilinden 31 km asfalt yol ile Gemlik ilçesine, buradan 8 km asfalt yol ile Kumla'ya devlet karayolu ile, Kumladan da Büyükkumla deresi boyunca 2,5 km stabilize yol ile sağlanır (Şekil 1). Baraj gövdesinin inşaa edildiği Büyükkumla deresi Marmara denizine deşarj olmaktadır.

Baraj gövdesi ile Marmara denizi arasında kalan dere yatağı uzunluğu 2 200 m olup baraj temel kazılarında ortalama -15 m. kotuna kadar gövde altı temel kazısı yapılarak ana kaya bölgesine ulaşılmıştır. Bu nedenle Marmara denizinden ve/veya mansap kısmında bulunan mevcut gelmesi muhtemel yer altı suyunun engellenerek gövde imalatlarının kuru ortamda inşaa edilmesi için bu barajda mansap batardosu inşaa edilmiş ve batardo kret güzergahı boyunca slurry trench (geçirimsizlik perdesi) uygulaması yapılmıştır.



Şekil 1. Büyükkumla Barajı konum haritası

Baraj gövdesinin oturduğu zeminin jeolojik yapısı genel itibariyle şist olmakla birlikte dere yatağı güzergahında baraj aksı altında bulunan alüvyon tabaka -15 m. kotlarına kadar indiği görülmektedir [3].

Baraj gövdesinde ise geçirimsizlik baraj gövde memba şevi yüzeyine yapılan önyüzü beton kaplı tabaka ile sağlanması planlanmıştır. Bu amaçla baraj gövdesinin memba şevinin tamamını kaplayan betonarme imalatlar 16.10.2019 tarihinde tamamlanmıştır. Ancak önyüzü beton kaplama işleminin bitiminden kısa bir süre sonra 03.11.2019 tarihinde plaklarının alt bölgelerinde mansaptan membaya basınçlı su çıkışı meydana gelmiştir. Gövde dolgusu içerisinde biriken su nedeniyle oluşan iç basınç yüzünden barajın ön yüz betonu BP-15,16 ve 17 numaralı anolarında farklı miktarlarda deplasmanlar oluşmuştur. Bu deformasyonların gövde arkası rezervuar alanında su tutulmasına engel olmaması için deformasyon alanının onarılmasına yönelik bir metodoloji geliştirilerek gövde memba yüzeyinde yer alan betonarme plak tekrar geçirimsiz hale getirilmiştir [4].

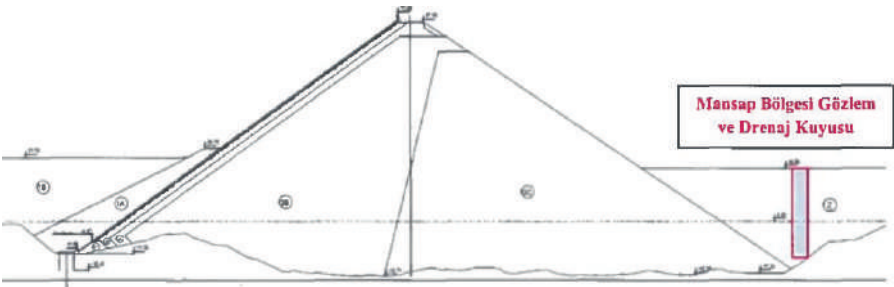
### 3. MATERYAL VE YÖNTEM

Büyükkumla barajının gövde dolgusunun tamamlanarak ardından baraj gövdesinde geçirimsizliği sağlayan önyüzü beton imatların tamamlanmasında kısa bir süre sonra baraj gövdesi içerisinde hapsolan suyun yarattığı iç basınç sebebiyle kırılma ve çatlama şeklinde ön yüzde yer alan betonarme yüzeye ait BP-15 ve BP-16 anolarda deformasyona olduğu tespit edilmiştir. Baraj yerinde yapılan incelemeler ile uygulama projeleri incelendiğinden de; barajın talveg kotu ile temel kazısının topuk plağı beton kotu arasında 33.00m'lik kot farkının bulunduğu görülmektedir (Şekil 2).



Şekil 2. Büyükkuşla Barajı Önyüz Görünüşü ve Ano Yerleşim İzleri Planı [5]

Uygulama projeleri gereği barajın inşaatı döneminde dere yatağı talveg kotundan (mamba tarafında +21 m. mansap tarafında +19,00 m.) çok derinde bulunan gövde altı temel kazılarında; projesine göre deniz seviyesi kotundan aşağı kotlarda mamba tarafında - 11,05 m. mansap tarafında -20,00 m. kotuna kadar kazılar yapılmıştır. Bu kazılar sırasında gerek mamba tarafından gerek mansap tarafından yer altı ve yer üstü su akımını kesmeye yönelik yapılan mamba ve mansap batardoları ile bu batardoların kret güzergahından temel kazı kotu altına kadar slurry trench (geçirimsizlik perdesi) uygulamaları yapılmıştır (Şekil 3).



Şekil 3. Barajı Gövdesi ve Temel Kazısı Enkesiti

Slurry trench (geçirimsizlik perdesi) [6-8] uygulamalarının nasıl yapılacağına dair barajın yapımı öncesinde hazırlanan kati proje aşamasında gerek gövde altı gerekse temel kayanın taşıma gücünü belirlemeye



yönelik 7 adet kuyuda 112 adet pressiyometre deneyi yapılmıştır. Yapılan değerlendirmelerde “plint plağı ve gövde altındaki alüvyonun tamamının kaldırılması” ile menba ve mansap batardoları için Slurry trench (bulamaç hendeği) önerilmiştir. Bu öneri doğrultusunda barajın yapımı sırasında memba batardosu ve mansap batardosu üzerinde slurry trench (geçirimsizlik perdesi) imatları 15.04.2015-28.08.2015 tarihleri arasında yapılmıştır. Yapılan uygulama ile ana kayaya en az 1 m soketleme yapılarak Slurry trench (geçirimsizlik perdesi) ile geçirimsizlik perdesi oluşturulmuştur (Şekil 5).

Memba batardosu slurry trench hattı uzunluğu 210,61 m olup, 39 adet 3,13 m uzunluğunda Birincil (P) anolar ve 3,13 m uzunluğunda 38 adet İkincil (S) anoları olmak üzere toplamda 77 ano bulunmaktadır. Ano derinlikleri 6,00-32,50 m arasında değişmektedir.

Mansap batardosu slurry trench hattı uzunluğu ise 270,65 m olup, 0+000 – 0+104,65 metreler arası 3,13 m uzunluğunda 19 adet *P* anosu ve bu *P* anolarını kesen 19 adet 3,13 m uzunluğunda *S* anoları, 0+104,65 – 0+269,92 metreleri arası 2,80 m uzunluğunda 35 adet *P* anosu ve bu anoları sağından ve solundan 0,40 m kesen 34 adet *S* anoları olmak üzere toplamda 107 ano bulunmaktadır. Ano boyları 4,00-40,00 m arasında değişmektedir (Şekil 5.)

Gövde altındaki bulunan alüvyon zonun tamamen kaldırılması için memba-mansap batardosu olarak slurry trench (geçirimsizlik perdesi) imatlarının tamamlanması beklenmiştir.



Şekil 4. Büyükkumla Barajı Slurry Trench (Geçirimsizlik Perdesi) Uygulaması



Slurry Trench imalatlarının hem memba hem de mansap batardoları üzerinden tamamlanması sonrasında baraj ana gövde dolgu imalatlarına başlanması için gövde altı kazılarına başlanılarak -15 kotuna kadar oluşturulan bir temel çukuru ile bu bölgede yoğun olarak yer alan alüvyon (yer yer bloklu çakıllı-kumlu siltli kil) tabaka kazılmıştır (Şekil 4).



*Şekil 5. Büyükkuşluk Barajı Gövde Sıyırma Kazı Alanı*

Kazılan bu kısımdan dolguya uygun olan kısımlar ayrıştırılarak daha sonra dolguda kullanılmak üzere depo edilmiştir. Kazı işlemleri sonrasında baraj gövdesi kaya dolgu olarak teşkil edilmiş ve 30.04.2018 tarihinde baraj gövde dolguları tamamlanarak barajın oturma süreci takip edilmiştir. Barajda geçirimsizliği sağlayacak olan baraj önyüzü beton kaplama zonunun inşaatı 16.10.2019 yılında tamamlanmıştır. Ön yüzü beton tabakanın inşaatı sonrasında memba-mansap batardoları ve gövde temel şevleri arasında kalan bölge geri dolgu ile doldurularak gövde imalatları tamamlanmıştır (Şekil 4).



*Şekil 6. Büyükkuşluk Barajı Gövdesi*

Baraj gövdesi önyüzü beton kaplama işleminin bitiminden kısa bir süre sonra 03.11.2019 tarihinde betonarme anoların alt bölgelerinde mansaptan membaya basınçlı su çıkışı meydana gelmiştir. Gövde dolgusu içerisinde biriken su nedeniyle oluşan basınç nedeniyle barajın ön yüzünde BP-15,16 ve 17 numaralı anolarda farklı miktarlarda deplasmanlar oluşmuştur.

Mansapta oluşan su basıncı nedeniyle hareket eden önyüzü beton anolarının onarımı için iki aşamalı bir yöntem izlenmiştir. İlk aşamada gövde içinde membaya doğru oluşan su akışı önlemek için gerekli drenaj kuyusu, gözlem kuyusu ve tahliye kanalı imalatları yaptırılmıştır. Sonrasında mevcut hapsolan su tamamen boşaltılarak gövde içi basınç yok edilmiş ve ortam kuru, çalışmaya elverişli hale getirilmiştir. Son aşamada ise deformasyon oluşan anolarda deplasmanın seviyenin yaklaşık olarak 2 m üzeri röper alınarak beton anolar kesilerek kırılacak, mevcut donatılar kesilerek uzaklaştırılmış, beton altı temizliği yapılarak onaylı yapım projesinde gösterildiği şekilde ve türde donatılar yeniden yerleştirilerek ve ano arası derzlerde yeniden teşkil edilmiştir.

#### 4. BULGULAR VE İRDELEME

Barajın gövdesinde geçirimsizliği sağlayan önyüzü beton imalatların tamamlanmasından hemen sonra baraj gövdesi içerisinde hapsolan suyun yarattığı iç basınç sebebiyle oluşan ön yüzde yer alan betonarmede kırılma ve çatlama şeklinde deformasyonlar oluşmuştur (Şekil 7). Bu deformasyonların BP-15 ve BP-16 anolarında gerçekleştiği ve oluşan hareketlerin yerinde yapılan ölçümler neticesinde 13 cm. seviyesinde olduğu belirlenmiştir (Şekil 8). Deformasyona uğrayan anoların talveg bölgesinin akışa göre sağ tarafında olduğu tespit edilmiştir. Bu tespit bize; mansaptan memba'ya doğru ilerleyen su basıncının bu anolarda maksimum seviye ulaştığını göstermektedir.

Anolarda oluşan deformasyon nedeniyle gövde içinde ve mansap kısmında biriken su basınçlı bir şekilde kendiliğinden tahliye olmuş ve su basıncı düşerek kendiliğinden bileşik kaplar kanununa uygun şekilde stabil duruma gelmiştir. Öncelikle gövde bölgesi altında kalan bu suyun tahliye edilerek gövdede su seviyesinin düşürülmesi gerekmektedir. Bu amaçla Gövde içinde sıkışan su basıncının ortamdaki uzaklaştırılması için gerekli tahliye işlemlerinin yapılmasına yönelik olarak 1 adet gözlem ve 1 adet tahliye kuyusu açılarak pompa marifetiyle suyun ortamdaki kontrollü bir şekilde uzaklaştırılması sağlanmıştır (Şekil 3). Mansap şev dibinde yapılan tahliye kuyularından pompa ile dışarı atılarak düşürülen su seviyesi önyüz betonunda deformasyon onarımı için yapılacak kırma işlemi ile beton anolarda ve derz aralarında yapılacak onarıma yönelik iş ve işlemlerin uygulanması için gerekli ortam oluşturulmuştur. Ayrıca mansap bölgesine

açılan bu iki kuyu ile hem su tutma sürecinde hem de barajın işletilmesi döneminde baraj gövdesi içinde oluşması muhtemel hidrostatik etki takip edilerek kontrolsüz bir kaldırma kuvveti etkisi ile yeniden oluşacak ano deformasyonlarının önüne geçilecektir.



*Şekil 7. Barajın Önyüzü Beton Anosunda Deforme Kısım*



*Şekil 8. Barajın Önyüzü Beton Anolarında Deforme Olan Hareket*

Gövde memba yüzünde yapılacak onarım işleri ile gövde mansap tarafında yapılacak işlemler olarak iki başlık altında çalışmalar yapılmıştır. Öncelikle ilk aşamada mansapta açılacak iki kuyu ile ortamda bulunan suyun tahliyesi ve ortamın kuru tutulması gerekmektedir.

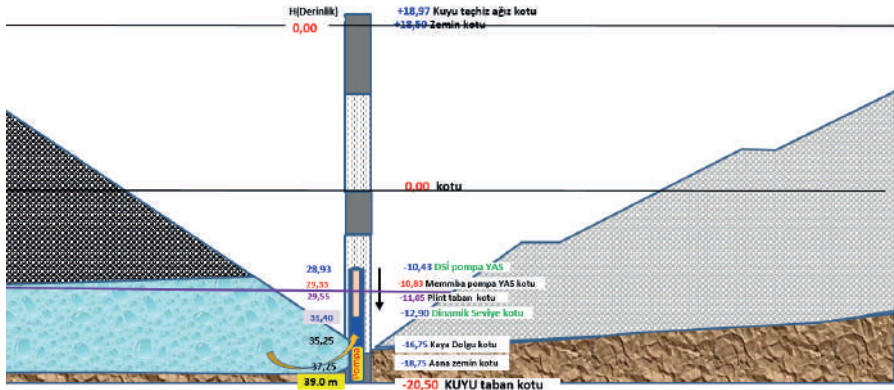


Şekil 9. Barajın Mansap Kısımında Açılan Tahliye Kuyuları

Barajın önyüzü beton anolarında oluşan deformasyonun tamirâtı için gövde içerisinde sıkışan suyun ortamdan uzaklaştırılması için barajın mansap kaya dolgusu ile mansap batardosu arasındaki random dolgusu üzerinden 2 adet sondaj kuyusu (zaiyat dolgu+10 m kaya dolgu+2 m temele girecek şekilde) açılmıştır (Şekil 9 ve 10).

Birinci kuyunun açılırken kuyu logu (Şekil 10)'da görüldüğü gibi gövde (kaya) dolgusunda 2,0 m ve ana kayada 2,0 m geçilerek şekilde delgi yapılmıştır. Bu işlemden sonra membadaki biriken suyun tahliyesini yapan geçici pompanın olduğu yerdeki su kotları ile kuyu ağzından okunan yeraltı su seviyesindeki kotlar tespit edilmiştir. Sonrasında kuyuda mekanik dalgıç pompa teçhizi, granülometrik malzeme ile filtrasyon yapılması ve 20 l/s ile pompa tecrübesi yapılmıştır. Tahliye sırasında kuyudaki su kotu plint kotunun 5,0 m kadar altına indirilmiş ve membada su seviyesinde düşüş yaşandığı tespit edilmiştir.

Gövde içinde biriken suyun bu şekilde tahliye edilmesi ile birlikte düşen yer altı su seviyesi nedeniyle kuruya çıkan memba tarafında yer alan ve deplasmanın olduğu betonarme anoların onarılması işlemlerine başlanmaya hazır hale gelinmiştir.



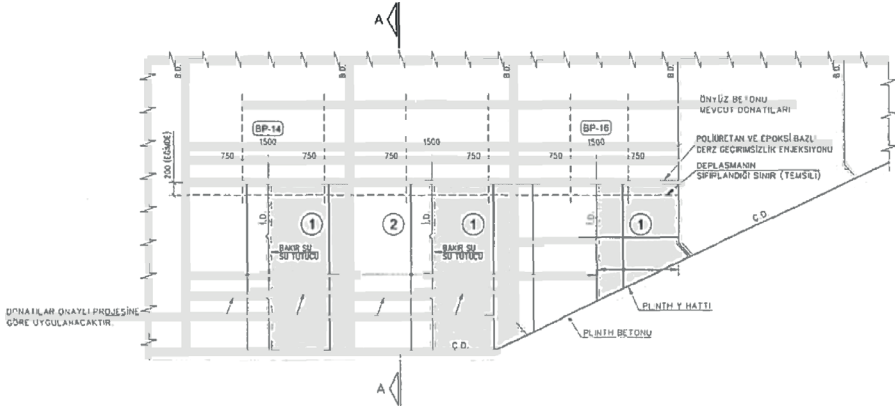
Şekil 10. Barajın Mansap Kısımında Açılan Tahliye Kuyuları Kesiti





Şekil 11. Barajın Ön yüzü beton Anolarında Tamirat İçin Yapılan Hazırlık.

Hidrostatik etki nedeniyle deformasyon gösteren anoların ve bu anolar arasında mevcut bakır su tutucuların bulunduğu bölgelerde onarım işlemlerine başlanılmadan önce işyerinde yapılan ölçümlerde, BP-15,16 ve 17 numaralı anolarda deplasmanın sıfırlandığı kotun 2m üzerine kadar ön yüzü betonunun iki parça halinde kesilmiştir. Kesilen betonarme parçalar ve donatıları ortamdan uzaklaştırılmıştır (Şekil 11). Bu aşamadan hemen sonra uygulama projesinde bulunan betonarme anoya ait tüm detaylar Şekil 12'de görüldüğü şekli ile derz arası tedbirlerin alınması kaydıyla yenilenerek onarılmıştır.



Şekil 12. Onarımı Yapılan Anolara Ait Betonarme Kesit Detayı

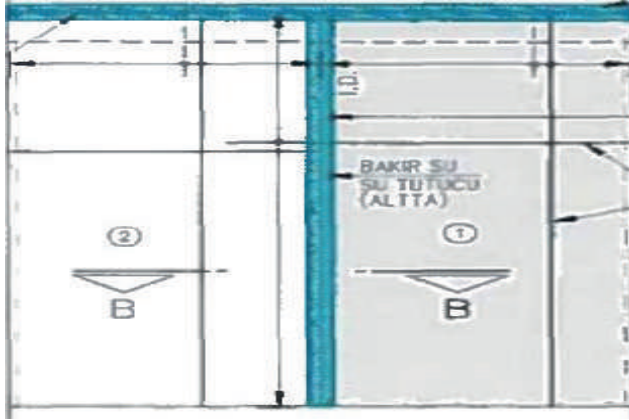
Bu onarım esnasında su tutucuların bulunduğu bölgelerde onarım işlemleri yapılırken Şekil 14. ve Şekil 15. de bulunan kesitlere ait detaylara dikkat edilmiştir. Kesilerek tabanı açığı çıkan anonun aşağıya kaymasını engellemek için Şekil 14'de gösterilen sıralı olarak, önce 1 nolu kesit daha

sonrasında 2 nolu kesitin bulunduğu ano kırılmıştır. Anolar arası büzülme derzi uygulaması yapılarak gövde içine dolu rezervuardan su girişi olma ihtimali engellenmiştir. Kesilen bu anolara Şekil 12 de yer alan donatı detaylarına uygun donatıları yerleştirilerek beton dökümü gerçekleştirilmiştir. Ancak 1 nolu anoda yapılan tamir sonrası betonun priz süresi olarak yedi gün beklenilmiş ve sonrasında 2 nolu ano için aynı işlemler yapılmıştır.

Bu onarımlar Şekil 13 ve 14'de buluna kesitlerde gösterilen sızdırmazlığa ait detaylara dikkat edilerek derz araları yapılırken Poliüretan ve Epoksi Bazlı Derz Geçirimsizlik Enjeksiyonu işlemi yapılmıştır. Betonarme anoların tamiri tamamlandıktan sonra prizini anolar arasına Esnek Poliölefin (FPO) su tutucu derz bandı uygulaması yapılmıştır. Bu bantları korumak için üzerine Takviyeli Siyah Lastik Bant kaplama uygulaması yapılmıştır. Bu kaplama uygulaması 50 cm ara ile 12 mm'lik paslanmaz dübeller ile sabitlenmiştir.



Şekil 13. Onarım Yapılacak Her Anoda Uygulanacak Tipik Detaylar (Enkesit)



Şekil 14. Onarım Yapılacak Her Anoda Uygulanacak Tipik Detaylar (Boykesit)

Onarımlar sırasında olumsuz bir durum yaşanmaması için memba ve mansapta bulunan pompalar imalatlar tamamlanana kadar hazırda bekletilmiştir. Memba batardosu ile gövdenin önyüzü beton plakları arasında kalan boşlukta random dolgu imalatı 18.50 kotuna gelene kadar mansapta bulunan sondaj kuyuları aktif çalıştırılarak gövde içindeki su seviyesi hep düşük tutulmuştur. Önyüzü beton anolarda yapılan tamiratların

tamamlanmasını müteakip sondaj kuyularında bulunan dalgıç pompa ile yeraltı suyunun tahliye işlemleri durdurulmuştur.

## 5. SONUÇLAR

Büyükkuşla Barajı önyüzü beton kaplı kaya dolgu tipinde bir baraj olarak inşa edilmiş olup kaya dolgu barajlarda gövdeyi teşkil eden değişik çaplarda ki kayalardan oluşan zonlarının sıkıştırılması sırasında teknik şartnamesi gereğince kaya malzeme içerisine püskürtülen sular ile yıkanarak sıkıştırılmaktadır. Yıkanan kaya dolgu malzemesi üzerinde yer alan toprak ve küçük daneli ince malzemeler ile birlikte alt kotlara ilerlemektedir. Ancak bu su miktarı çok yüksek hacimlerde olmamakla birlikte gövde içi zonlarda ki farklı çaplardan teşkil olunan tabakalar arasında aderansında güçlü olmasını sağlamaktadır.

Baraj temel kotu talveg kotundan çok aşağı kotlara kadar inmeyen ve sıyırma kazısı derinliği fazla olmayan baraj ve gölet dolgularında bu işlem veya yeraltı suyu hareketleri nedeniyle gövdenin temeli içinde su basıncı oluşmamaktadır. Bu durum gövde stabilitesini bozmamakta ve yapılan imalatlar güvenli tarafta kalmaktadır. Ancak Büyükkuşla barajı gibi önyüzü beton kaplı barajlarda gövdenin oturduğu zemin altında alüvyon derin bir bant olması halinde ve sıyırma kazısı derinliklerinin fazla olduğu durumlarda gövde içinde mansapta oluşan yeraltı suyu basıncı tehlike oluşturabilmektedir. Barajların menba ve/veya mansap kısmına yapılan batardolar, enjeksiyonlar ve slury trench (bulamaç hendeği) gibi uygulamalar baraj gövde içine yerüstünden ve yeraltından gelen suları engellemekte ancak gövde bölgesine etki eden yüzey ile yanal yamaçlardan gelme ihtimali olan suları önleyememektedir.

Gövde içerisinde biriken sular zamanla iç basınç oluşturmakta ve ortamdaki uzaklaştırılmadığı takdirde özellikle önyüzü beton kaplı barajlarda olduğu gibi yapılan imalatlara hasar verebilmektedir. Büyükkuşla Barajının gövde dolgusu içerisinde biriken suların önyüz beton imalatlara zarar verdiği gibi homojen dolgu barajlarda ise borulanma ve sıvılaşma şeklinde gövde de etki yapabileceği ihtimali taşımaktadır. Bu nedenle baraj gövdesinin özellikle mansap kısmında açılacak su kuyuları yardımı ile yeraltı su seviyeleri takip edilmeli ve gerekir ise tahliye edilmelidir. Ayrıca gövde içerisinde biriken suların tahliyesi için farklı yöntemler denenmelidir. Örnek olarak uygulanan yöntem ise menbadan plint topuk betonundan gövde içerisine eğimli sondalar açılarak suyun tahliye edilmesi şeklindedir.

Söz konusu açılacak kuyular; barajda su tutulması ve işletme aşamasında gözlem su seviyesi düşürme vb amaçları için mutlaka muhafaza edilmelidir.

## KAYNAKLAR

- [1] Aldemir A, Remedies For Thermal Strain Related Problems, 5th International Symposium On Dam Safety, İstanbul, 2018
- [2] You L, Li C, Min X, et al. Review of dam-break research of earth-rock dam combining with dam safety management, [J]. Procedia Engineering, 2012, 28: 382-388.
- [3] Devlet Su İşleri 1. Bölge Müdürlüğü Büyükkumla Barajı Planlama Raporu.
- [4] Büyükkumla Barajı Önyüz Betonunu Onarım Metodolojisi.
- [5] <https://www.dsi.gov.tr/Haber/Detay/2053>
- [6] Unsever Y. S., Cakir E. N. Büyükkumla Barajı'nda Bulamaç Hendeği Yöntemi ile Geçirimsizlik Perdesi Uygulaması ve Sızma Analizi. SDÜ Fen Bil Enst Der. 2019; 23(3): 974-980.
- [7] Karaoğullarından, T., Özgüzel, N., Akçanbaş, N. 1977. Alüvyonda Bulamaç Hendeği (Geçirimsizlik perdesi) Yöntemiyle Sızdırmazlık Perdesi Yapımı. Jeoloji Mühendisliği Dergisi, (3), 28-35.
- [8] Tosun, H., Ünal, S. M., Türköz, M. 2002. Dolgu Barajlarda Bulamaç Hendeği Yöntemi ile Plastik Beton Perde İnşası ve Bir Uygulama. Zemin Mekaniği ve Temel Mühendisliği 9. Ulusal Kongresi, 21-22 Ekim, Eskişehir, 48-57.





# **Interdisciplinary Studies on Contemporary Research Practices in Engineering in the 21st Century-I**

Editor: Prof. Dr. Kamil Kaygusuz

 **ÖZGÜR**  
YAYINLARI

ISBN 978-975-447-610-1  
  
9 789754 476101