



# Journal of Science

Volume: 11, Issue: 2, Year: 2015

## Contact

Celal Bayar University

Institute of Natural and Applied Sciences

Muradiye Campus

45140 Yunus Emre – MANİSA, TURKEY

Tel: (00 90) 236 201 27 00

Fax: (00 90) 236 241 21 49

E-mail: cbujos@gmail.com

Web: <http://dergipark.ulakbim.gov.tr/cbayarfbe/index>



ISSN 1305-130X

E-ISSN 1305-1385

CBUJoS is published biannually at Celal Bayar University Printing House

“CBU Journal of Science is a refreed scientific journal”



## Fen Bilimleri Dergisi

Cilt: 11, Sayı: 2, Yıl:2015

### İletişim

Celal Bayar Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Muradiye Kampüsü

45140 Yunus Emre - MANİSA

Tel: (0236) 201 27 00

Faks: (0236) 241 21 49

E-posta: cbujos@gmail.com

Web: <http://dergipark.ulakbim.gov.tr/cbayarfbe/index>



ISSN 1305-130X

E-ISSN 1305-1385

Basıldığı Yer: Celal Bayar Üniversitesi Matbaası

Yılda iki defa yayımlanır

“Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi hakemli bir bilimsel dergidir”

# Celal Bayar University Journal of Science

## Owner

Prof. Dr. Kenan DOST, Celal Bayar University, Department of Chemistry on behalf of the Institute of Natural and Applied Sciences

## Editor

Prof. Dr. Kenan DOST, Celal Bayar University, Department of Chemistry  
Assoc. Prof. Dr. Bülent ERGÖNÜL, Celal Bayar University, Department of Food Engineering

## Editorial Board

Prof. Dr. Kenan DOST, Celal Bayar University, Department of Chemistry  
Assoc. Prof. Dr. Bülent ERGÖNÜL, Celal Bayar University, Department of Food Engineering  
Assoc. Prof. Dr. Emin UĞURLU, Celal Bayar University, Department of Biology, Turkey

## International Scientific Advisory Board

Prof. Dr. Thomas MAVROMOUSTAKOS, Chemistry Department of Kapodistrian University of Athens, Greece  
Prof. Dr. Brahim HNICI, Izmir University of Economics, Faculty of Engineering and Computer Sciences, Department of Computer Engineering, İzmir, Turkey  
Prof. Dr. Thamer Ahmad MOHAMMAD, Department of Civil Engineering, Faculty of Engineering, Universiti Putra Malaysia, Malaysia  
Assoc. Prof. Dr. Nur Izura UZDİR, Head of the Department of Computer Science, Faculty of Computer Science and Information Technology, Universiti Putra Malaysia, Serdang, Selangor, Malaysia  
Assoc. Prof. Dr. Barbara MESSINA, Università Degli Studi Di Salerno, Department of Civil Engineering, Salerno, Italy  
Assoc. Prof. Dr. Alyani Binti ISMAIL, Department of Computer and Communication Systems Engineering, Universiti Putra Malaysia, Serdang, Malaysia  
Assoc. Prof. Dr. Zoran MARKOV, Faculty of Mechanical Engineering, University Ss. Cyril and Methodius in Skopje, Macedonia  
Asst. Prof. Dr. Donatella ALBANESE, Department of Industrial Engineering, University of Salerno, Italy  
Adj. Prof. Dr. Mary KALAMAKI, Division of Technology and Science, American College of Thessaloniki, Greece  
Dr Jens OLDELAND, Biocentre Klein Flottbek and Botanical Garden, University of Hamburg, Germany  
Dr Shri SHAJI, Department of Geology, University of Kerala, India

## National Scientific Advisory Board

Prof. Dr. Ahmed KAYACIER, Bursa Technical University, Natural Sciences, Architecture and Engineering Faculty, Food Engineering Department, Bursa  
Prof. Dr. Brahim HNICI, Izmir University of Economics, Faculty of Engineering and Computer Sciences, Department of Computer Engineering, İzmir, Turkey  
Prof. Dr. Enver ATİK, Celal Bayar University, Department of Mechanical Engineering  
Prof. Dr. Erhan PESEN, Celal Bayar University, Department of Physics  
Prof. Dr. Gökhan ALTINTAŞ, Celal Bayar University, Department of Civil Engineering  
Prof. Dr. Necdet BİLDİK, Celal Bayar University, Department of Mathematics  
Prof. Dr. Şenay AYDIN, Celal Bayar University, Department of Agricultural Sciences, Alaşehir, Manisa  
Prof. Dr. Neriman BAĞDATLIOĞLU, Celal Bayar University, Department of Food Engineering  
Prof. Dr. Üsâme TAMER, Celal Bayar University, Department of Biology  
Assoc. Prof. Dr. Evrim ÖZKALE, Celal Bayar University, Department of Biology  
Assoc. Prof. Dr. Funda DEMİRHAN, Celal Bayar University, Department of Chemistry  
Assoc. Prof. Dr. Hülya DURMUŞ, Celal Bayar University, Engineering Faculty, Materials Engineering Department, Manisa  
Assoc. Prof. Dr. Mehmet ÇEVİK, İzmir Katip Çelebi University, Faculty of Architecture and Engineering, Department of Mechanical Engineering, İzmir  
Assoc. Prof. Dr. Murat UYGUN, Adnan Menderes University, Koçarlı Vocational School, Aydın  
Assoc. Prof. Dr. Pınar MIZRAK ÖZFIRAT, Celal Bayar University, Engineering Faculty, Industrial Engineering Department, Manisa, Turkey  
Assoc. Prof. Dr. Sezai TAŞKIN, Celal Bayar University, Department of Electrical and Electronics Engineering  
Asst. Prof. Dr. Ali DEMİR, Celal Bayar University, Department of Civil Engineering, Manisa, Turkey  
Asst. Prof. Dr. Ali KONURALP, Celal Bayar University, Department of Mathematics, Manisa  
Asst. Prof. Dr. Hilal YILDIZ, Nevşehir Hacı Bektaş Veli University, Faculty of Engineering and Architecture, Food Engineering Department, Nevşehir  
Asst. Prof. Dr. İlhan BAŞTÜRK, Adnan Menderes University, Faculty of Engineering, Electrical and Electronics Engineering, Aydın  
Asst. Prof. Dr. Levent PARALI, Celal Bayar University, Electric and Otomation Department, Manisa, Turkey  
Asst. Prof. Dr. Soner ŞEKER, Uşak University, Engineering Faculty, Civil Engineering Department, Uşak  
Lecturer Özın KALEMCI, Gediz University, Faculty of Engineering and Architecture, Department of Industrial Engineering, İzmir

# Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi

## Sahibi

Prof. Dr. Kenan DOST, Celal Bayar Üniversitesi, Kimya Bölümü (CBÜ Fen Bilimleri Enstitüsü adına)

## Editör

Prof. Dr. Kenan DOST, Celal Bayar Üniversitesi, Kimya Bölümü

Doç. Prof. Dr. Bülent ERGÖNÜL, Celal Bayar Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Bölümü

## Yayın Kurulu

Prof. Dr. Kenan DOST, Celal Bayar Üniversitesi, Kimya Bölümü

Doç. Prof. Dr. Bülent ERGÖNÜL, Celal Bayar Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Bölümü

Doç. Prof. Dr. Emin UĞURLU, Celal Bayar Üniversitesi, Biyoloji Bölümü

## Uluslararası Bilimsel Danışma Kurulu

Prof. Dr. Thomas MAVROMOUSTAKOS, Kapodistrian University of Athens, Yunanistan

Prof. Dr. Brahim HNICI, Izmir University of Economics

Prof. Dr. Thamer Ahmad MOHAMMAD, Universiti Putra Malaysia, Malezya

Doç. Dr. Nur Izura UZDIR, Universiti Putra Malaysia, Serdang, Selangor, Malezya

Doç. Dr. Barbara MESSINA, Università Degli Studi Di Salerno, İtalya

Doç. Dr. Alyani Binti ISMAIL, Universiti Putra Malaysia, Serdang, Malezya

Doç. Dr. Zoran MARKOV, University Ss. Cyril and Methodius in Skopje, Makedonya

Yrd. Doç. Dr. Donatella ALBANESE, University of Salerno, İtalya

Yrd. Doç. Dr. Mary KALAMAKI, American College of Thessaloniki, Yunanistan

Dr Jens OLDELAND, University of Hamburg, Almanya

Dr Shri SHAJI, University of Kerala, Hindistan

## Ulusal Bilimsel Danışma Kurulu

Prof. Dr. Ahmed KAYACIER, Bursa Teknik Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Bölümü

Prof. Dr. Brahim HNICI, İzmir Ekonomi Üniversitesi, Bilgisayar Mühendisliği Bölümü

Prof. Dr. Enver ATİK, Celal Bayar Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü

Prof. Dr. Erhan PESEN, Celal Bayar Üniversitesi, Fizik Bölümü

Prof. Dr. Gökhan ALTINTAŞ, Celal Bayar Üniversitesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü

Prof. Dr. Necdet BİLDİK, Celal Bayar Üniversitesi, Matematik Bölümü

Prof. Dr. Şenay AYDIN, Celal Bayar Üniversitesi, Alaşehir MYO, Tarımsal Bilimler Bölümü

Prof. Dr. Neriman BAĞDATLIOĞLU, Celal Bayar Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Bölümü

Prof. Dr. Üsame TAMER, Celal Bayar Üniversitesi, Biyoloji Bölümü

Doç. Dr. Evrim ÖZKALE, Celal Bayar Üniversitesi, Biyoloji Bölümü

Doç. Dr. Funda DEMİRHAN, Celal Bayar Üniversitesi, Kimya Bölümü

Doç. Dr. Hülya DURMUŞ, Celal Bayar Üniversitesi Malzeme Mühendisliği Bölümü

Doç. Dr. Mehmet ÇEVİK, İzmir Katip Çelebi Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü

Doç. Dr. Murat UYGUN, Adnan Menderes Üniversitesi, Kimya Bölümü

Doç. Dr. Pınar MIZRAK ÖZFIRAT, Celal Bayar Üniversitesi, Endüstri Mühendisliği Bölümü

Doç. Dr. Sezar TAŞKIN, Celal Bayar Üniversitesi, Elektrik Elektronik Mühendisliği Bölümü

Yrd. Doç. Dr. Ali DEMİR, Celal Bayar Üniversitesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü

Yrd. Doç. Dr. Ali KONURALP, Celal Bayar Üniversitesi, Matematik Bölümü

Yrd. Doç. Dr. Hilal YILDIZ, Nevşehir Hacı Bektaş -ı Veli Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Bölümü

Yrd. Doç. Dr. İlhan BAŞTÜRK, Adnan Menderes Üniversitesi, Elektrik Elektronik Mühendisliği Bölümü

Yrd. Doç. Dr. Levent PARALI, Celal Bayar Üniversitesi, Turgutlu MYO, Elektrik ve Otomasyon Bölümü

Yrd. Doç. Dr. Soner ŞEKER, Uşak Üniversitesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü

Öğr. Gör. Özın KALEMCI, Gediz Üniversitesi, Endüstri Mühendisliği Bölümü

## **CBU Journal of Science**

CBU Journal of Science is a refereed scientific journal published two times annually (June and December) by Institute of Natural and Applied Sciences of Celal Bayar University. Articles are written in Turkish and English are accepted to be evaluated.

Articles are accepted related to scientific areas below;

Basic and Applied Sciences (Physics, Chemistry, Biology, Mathematics, Statistics etc.), Engineering Sciences (Mechanical, Civil, Food, Industrial, Electrical and Electronic etc.)

**CBU Journal of Science is indexed by Index Copernicus and also is included in DOAJ, CiteFactor and OAJI databases. Digital Object Identifier (DOI) number will be assigned for all the articles being published in CBU Journal of Science.**

[Instructions for Authors and Article Template](http://dergipark.ulakbim.gov.tr/cbayarfbe/index) can be found on the main page of CBU Journal of Science (<http://dergipark.ulakbim.gov.tr/cbayarfbe/index>)



## CBÜ Fen Bilimleri Dergisi

CBÜ Fen Bilimleri Dergisi, Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tarafından Haziran ve Aralık aylarında olmak üzere yılda 2 kez basılan hakemli bir bilimsel dergidir. Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Mühendislik (Makine, İnşaat, Gıda, Elektrik Elektronik vb) ve Fen Bilimleri (Fizik, Kimya, Biyoloji, Matematik, İstatistik vb) alanlarındaki bilimsel çalışmalarını değerlendirmek üzere kabul etmektedir

CBÜ FBD 2005 yılından bu yana yayın hayatını sürdürmekte ve Index Copernicus, DOAJ, CiteFactor ve OAJI uluslararası veritabanlarında yer almaktadır. Dergimizde yayınlanan makalelere CrossRef aracılığıyla DOI numarası verilmektedir.

Makale yazım kuralları ve gönderim bilgileri <http://dergipark.ulakbim.gov.tr/cbayarfbe/index> adresinde yer almaktadır



## Contents / İçindekiler

<u>Articles / Makaleler</u>	<u>Sayfa / Pages</u>
Involvement of PI3K $\gamma$ in superoxide anion production in response to IL-8, RANTES, and fMLP in human peripheral blood neutrophils ( <i>Araştırma Makalesi / Research Article</i> ) Anwar Matar Hassan, Sawsan Hassan Mahassni, Majidah Abdulwakil Aljadani, Hanan Hamed Alowaydhi, Hayam Atallah Alwabsi	69-77
Virulence of entomopathogenic fungi and bacteria against stored product pests ( <i>Araştırma Makalesi / Research Article</i> ) Ali Sevim, Elif Sevim, Meryem Demirci	79-87
Strong domination number of some graphs ( <i>Araştırma Makalesi / Research Article</i> ) Derya Doğan Durgun, Berna Lökçü	89-91
Smarandache curves of a spacelike curve lying on unit dual Lorentzian Sphere ( <i>Araştırma Makalesi / Research Article</i> ) Tanju Kahraman, Hasan Hüseyin Uğurlu	93-105
Yetiştirme ortamına <i>Capsicum annuum</i> atığı ilavesinin <i>Pleurotus djamor</i> 'un selenyum düzeyine etkisi Effect on selenium level of <i>Pleurotus djamor</i> on enriched media with <i>Capsicum annuum</i> waste ( <i>Araştırma Makalesi / Research Article</i> ) Fatih Kalyoncu, Erbil Kalmış	107-110
Türkiye'de yayılış gösteren <i>Hyparrhenia hirta</i> (L.) Stapf (Poaceae) türünün anatomik yapısının belirlenmesi The anatomical study on <i>Hyparrhenia hirta</i> (L.) Stapf (Poaceae) species in Turkey ( <i>Araştırma Makalesi / Research Article</i> ) Okan Kocabaş, Esra Kayacan, Yurdanur Akyol, Ersin Minareci, Canan Özdemir	111-117
Erzincan'ın farklı bölgelerindeki Sarıçamların ( <i>Pinus sylvestris</i> L. Var. Hamata Steven) ağaç bileşenlerinde ve yetiştikleri toprakta mineral elementlerin birikimi Accumulation of mineral elements in the component of the Scots Pine ( <i>Pinus sylvestris</i> L. Var. Hamata Steven) ( <i>Araştırma Makalesi / Research Article</i> ) Müjgen Elveren, Etem Osma, Güven Karakoyun	119-126
Ekstraksiyon kromatografi ile düşük düzey laboratuvar atık çözeltilerinden uranyum ayırımı The separation of uranium from low level radioactive waste solutions by extraction chromatography ( <i>Araştırma Makalesi / Research Article</i> ) Ümran Hiçsönmez, Meral Eral	127-133
Bazı tek yıllık <i>Erodium</i> taksonlarının merikarpları üzerinde mikromorfolojik İncelemeler Micromorphological investigations on mericarp of some annual taxa of <i>Erodium</i> ( <i>Araştırma Makalesi / Research Article</i> ) Dilek Oskay, Özlem Eş	135-142
Polisiklik aromatik hidrokarbonlar (PAH) ve gıdalarda önemi Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) and their importance in foods ( <i>Derleme / Review</i> ) Pelin Günç Ergönül, Deniz Kaya	143-153
Gıda üretimi ve depolanması sırasında probiyotiklerin canlılıklarını etkileyen faktörler Factors effecting probiotic viability during processing and storage of food ( <i>Derleme / Review</i> ) Ecem Akan, Özer Kınık	155-166

Jelatin doku iskelesinin mekanik özellikleri üzerine gözenek oluşturuca ajanın boyutu ve bağlantı süresinin etkileri The effects of porogen agent size and interconnection time on the mechanical properties of gelatin scaffold (Araştırma Makalesi / Research Article) Melda Büyüköz, Sacide Alsoy Aktınkaya	167-173
Filtrasyon membranları üretim ve karakterizasyon yöntemleri Fabrication and characterization techniques of filtration membranes (Derleme / Review) Yılmaz Yürekli, İlker Polatoğlu, Suat Bahar Baştürk	175-181
Çelik malzemeyle yapılmış stadyum tribün çatısının taşıyıcı sisteme bağlı maliyet karşılaştırılmasının yapılması Structural cost comparison of steel stadium roof (Araştırma Makalesi / Research Article) Celalettin Kozanoğlu, Recep Suk	183-193
Polimer katkıli harçlarda farklı kür koşullarının dayanıma etkisi Effect of different curing conditions on strength of polymer-incorporating mortars (Araştırma Makalesi / Research Article) Gözde İnan Sezer, Şemsi Yazıcı	195-201
Mikro-CT çözünürlüğünün voksel tabanlı model ve analiz sonuçları üzerindeki etkileri Effect of Micro-CT Resolutions of Voxel Based Model and Analysis Results (Araştırma Makalesi / Research Article) Osman Berat Güner, Gökhan Altıntaş, Abdülkerim Ergüt	203-210
Belirsiz katsayılar metodu ile PWM kontrollü Buck tipi dönüştürücü devre analizi PWM controlled Buck type converter circuit analysis by method of undetermined coefficients (Araştırma Makalesi / Research Article) Anıl Kuç, Mustafa Nil, İlker Kılıç, Yücel Koçyiğit	211-216
Alüminyum bal peteği yapılarda oluşan eğilme kuvvetlerinin çoklu regresyon ile incelenmesi Investigation of bending strength with multiple regression in aluminum honeycomb structures (Araştırma Makalesi / Research Article) Harun Akkuş, Hayrettin Düzcükoğlu, Ömer Sinan Şahin	217-223
Çok girişli çok çıkışlı sistemlerde etkileşimin yok edilmesi: proses kontrol sistemi uygulaması Decoupling of multi-input multi-output systems: a process control system application (Araştırma Makalesi / Research Article) Mehmet Ali Üstüner, Sezai Taşkın	225-231
AA6061 alaşımının iki farklı dolgu teli kullanılarak TIG kaynağında özelliklerin incelenmesi The investigation of properties in TIG welding with two different filler wire of AA 6061 (Araştırma Makalesi / Research Article) Recep Anıcı, Nurullah Sinan Köksal, Ece Ömeroğlu	233-239
TM malzemelerin korozyon direncine sıcak daldırma alüminyum kaplamanın etkisi The effect of hot dip aluminizing on the corrosion resistance of PM materials (Araştırma Makalesi / Research Article) Sedat Koçanoğulları, Nurullah Sinan Köksal	241-251
Farklı kaya sınıfları için yapılan sayısal modelleme çalışmalarının karşılaştırılması-örnek uygulama Comparison of numerical modeling studies made for different rock classes- a case study (Araştırma Makalesi / Research Article) Özgür Öngen, Ahmet Güzel	253-264



Kavramsal hidrolojik modellerin farklı optimizasyon algoritmaları ile kalibrasyonu Calibration of conceptual hydrological model by different optimization algorithms (Araştırma Makalesi / Research Article) Mustafa Erkan Turan, Erkan Doğan	265-277
Elektrometal kaplama işlemlerinde Hazop risk değerlendirmesi örnek uygulaması Hazop risk assessment in electrometal coating process: sample application (Araştırma Makalesi / Research Article) Reyhan Çetinkaya Uzun, Zafer Utlu	279-286
Borçka Baraj Gölü su kalitesinin çok değişkenli istatistiksel yöntemle değerlendirilmesi Evaluation of Borcka Reservoir water quality by a multivariate statistical method (Araştırma Makalesi / Research Article) Ayla Bilgin	287-293
Gıdalarda biyojen aminler Biogenic amines in foods (Derleme / Review) Vahit Akyol, Akif Kundakçı, Bülent Ergönül	294-305
İstanbul İlinde yayılış gösteren <i>Crocus L.</i> (Iridaceae) taksonları üzerine bir çalışma A study on <i>Crocus L.</i> (Iridaceae) taxa distributed in İstanbul (Araştırma Makalesi / Research Article) Osman Erol, Levent Şık	307-310



# Involvement of PI3K $\gamma$ in Superoxide Anion Production in Response to IL-8, RANTES, and fMLP in Human Peripheral Blood Neutrophils

Anwar Matar Hasan<sup>1</sup>, Sawsan Hassan Mahassni<sup>2</sup>, Majidah Abdulwakil Aljadani<sup>3</sup>, Hanan Hamed Alowaydhi<sup>4</sup>, and Hayam Atallah Alwabsi<sup>5</sup>

<sup>1</sup>Clinical Biochemistry & Pharmacology, Institute of Science and Technology in Medicine (ISTM), Staffordshire, United Kingdom

<sup>2</sup>Biochemistry Department, King Abdulaziz University, Jeddah, Saudi Arabia, sawsanmahassni@hotmail.com

<sup>3-5</sup>Biochemistry Department, King Abdulaziz University, Jeddah, Saudi Arabia

\*Corresponding author

Received: 14<sup>th</sup> November 2015

Accepted: 17<sup>th</sup> December 2015

DOI: <http://dx.doi.org/10.18466/cbujos.35974>

---

## Abstract

Neutrophils are essential components of the immune system and have a critical role in combating bacterial and fungal infections. A key weapon in the neutrophil armory is the "respiratory burst," which is the generation of reactive oxygen species (ROS) by a multicomponent oxidase complex. It is well established that pre-exposure of human neutrophils to proinflammatory cytokines and chemokines markedly augments the production of reactive oxygen species (ROS) to subsequent stimuli. In inflammatory reactions, there are complex interactions of protein mediators (cytokines) and mediators derived from lipids. An important event in inflammation is superoxide production, in relation to microbicidal activity as well as tissue damage. A better understanding of phenomena involved in the regulation of NADPH oxidase could help developing novel therapeutic agents for inflammatory diseases involving abnormal neutrophil superoxide. Therefore, stimulating superoxide production by human neutrophils was investigated for this reason and because it sheds a light on intracellular signals that activate this response. Pretreatment of human neutrophils with N-formyl-methionyl-leucyl-phenylalanine (fMLP), interleukin-8 (IL-8), and regulated on activation, normal T-cell expressed and secreted (RANTES) markedly augmented the amount of superoxide anion produced, which was inhibited completely (IL-8 and fMLP) or partially (RANTES) by a specific isoform of phosphoinositide 3-kinase (PI3K), the PI3K $\gamma$ II inhibitor.

**Keywords:** fMLP, IL-8, Neutrophil, PI3K, RANTES, Superoxide anion, PI3K $\gamma$ II.

---

## 1 Introduction

Human polymorphonuclear neutrophils play a key role in host defenses against invading microorganisms [1]. In response to a variety of stimuli, neutrophils release large quantities of superoxide anion (O<sub>2</sub><sup>-</sup>) in a phenomenon known as the respiratory burst. The O<sub>2</sub><sup>-</sup> anion is the precursor of effective oxidants, which are important for bacterial killing and also potentiate in-

flammatory reactions. Regulation of this production is consequently critical to kill pathogens without inducing tissue injury. Neutrophil production of O<sub>2</sub><sup>-</sup> is dependent on the respiratory burst oxidase, or NADPH oxidase, a multicomponent enzyme system that catalyzes NADPH-dependent reduction of oxygen to O<sub>2</sub><sup>-</sup>. NADPH oxidase is activated and regulated by various neutrophil stimuli at infection or inflammatory sites. Proinflammatory cytokines such as granulocyte mac-

rophage colony-stimulating factor (GM-CSF), tumor necrosis factor (TNF) and IL-8 modulate NADPH oxidase activity through a priming phenomenon. The neutrophil oxidase is regulated by the combined action of several intracellular signaling pathways, including those driven by PI3K, phospholipase C (PLC)/Ca<sup>2+</sup>/protein kinase C (PKC), phospholipase D (PLD), phospholipase A2 (PLA2), and p38/Erk<sub>2/3</sub> [2, 3]. Presumably, this diversity reflects the need for the oxidase to respond to multiple families of cell-surface receptors (e.g., receptors for Fc, integrins, lipopolysaccharide, chemokines, cytokines, and bacterial fragments) that function through different proximal signal-transducing elements such as heterotrimeric G proteins or protein tyrosine kinases. It is clear from the use of specific catalytic site inhibitors and certain mouse knockouts that the PI3K signaling pathway is important for the mechanisms by which G<sub>i</sub>-coupled receptors regulate ROS production in neutrophils, for example, downstream of receptors for fMLP, C5a, platelet-activating factor (PAF), IL-8, Leukotriene B4 (LTB4), and adenosine triphosphate (ATP) [4, 5, 6, 7].

Priming phenomena are implicated in normal innate immune defense and in some inflammatory diseases. The mechanisms underlying the priming process are poorly understood, even though some studies have suggested that priming with various agonists is regulated at the receptor and post-receptor levels. Resolution of inflammation involves desensitization phenomena and cytokines are involved in this process by various mechanisms [8].

Neutrophils contain members of each of the currently defined families of PI3K-classes I, II, and III. The class I family of PI3Ks is responsible for cell-surface receptor-generated phosphatidylinositol (3,4,5)-trisphosphate (PtdIns(3,4,5)P3 or PIP3) and phosphatidylinositol (3,4)-bisphosphate (PtdIns(3,4)P2 or PIP2) and is thought to play the major role in the regulation of the oxidase [9]. Class I PI3Ks are subdivided into class IA and class IB based on the nomenclature of their p110 catalytic subunits ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\delta$ ,  $\gamma$ ) and mode of regulation; hence, PI3K $\gamma$  is subdivided into class IB, and PI3K $\alpha$ ,  $\beta$  and  $\delta$  are subdivided into class IA [9]. The class IB enzyme has a p101 regulatory subunit and is activated by G-protein-coupled receptors. The class IA enzymes have p55-85 regulatory subunits and are classically activated by tyrosine kinase-coupled receptors [9]. Recent studies using mouse PI3K $\gamma$  knockouts have defined the class IB isoform as the

major player in fMLP-driven PtdIns(3,4,5)P3 synthesis and ROS production [5, 6, 7].

Protein kinase B (PKB) was revealed as a mediator of the PI3K pathway. PKB, also known as Akt (a product of akt proto-oncogene), is a serine/threonine protein kinase and has an important role in many physiological processes which include protein synthesis, glucose transport and cell survival. Since PKB/Akt has emerged as a key effector of survival, growth and death responses, it is possible that oxidative stress-induced activation of this important signaling pathway contributes to various abnormalities associated with many chronic diseases. The PI3K-PKB/Akt pathway is highly conserved, and its activation is tightly controlled via a multistep process. Activated receptors directly stimulate class 1A PI3Ks bound via their regulatory subunit or adapter molecules such as the insulin receptor substrate (IRS) proteins [10].

On the other hand, IL-8, known as CXCL8, is a proinflammatory CXC chemokine [11]. It is a member of the  $\alpha$ -chemokine family that attracts neutrophils, basophils, and T-cells, but not monocytes. It is also involved in neutrophil activation. It is released from several cell types in response to an inflammatory stimulus. Furthermore, IL-8 promotes the adhesion and transmigration of neutrophils across the endothelium into tissues [11]. The biological effects of IL-8 are mediated through the binding of IL-8 to two cell-surface G protein-coupled receptors, termed CXCR1 and CXCR2 [12, 13]. These receptors share considerable structural similarity suggesting that these genes arose through gene duplication [12, 13]. A chemotactic cytokine, IL-8 is capable of attracting neutrophils to the joints and activating their specific functions, and it may play a major role in neutrophil-mediated tissue damage in rheumatoid arthritis (RA). The action of IL-8 is pleiotropic in nature. For example, in vitro it has been shown to: (1) be chemotactic for neutrophils and lymphocytes (2) degranulate polymorphonuclear cells; (3) enhance neutrophil superoxide production; (4) enhance neutrophil phagocytosis; (5) increase neutrophil CR1 and CR3 receptor expression [14]. However, the release of IL-8 by the wrong cells at the wrong time, or at too high a concentration can lead to undesired pathologies, such as RA, inflammatory bowel disease, idiopathic pulmonary fibrosis, and cerebral and myocardial ischemia [15].

N-formylated peptides like fMLP play a major role as

potent chemoattractants. They are believed to originate from either degraded bacterial or mitochondrial proteins [16, 17]. The N-formyl peptide receptor is G-protein coupled and mediates anti-inflammatory reactions in human neutrophils and other tissues [18] such as the production of reactive oxygen derivatives (e.g. hydrogen peroxide) upon stimulation with fMLP.

In humans, there are two different formyl-peptide receptors [19]. Both have 350 amino acids and an expected molecular mass of 38 kDa, but differ from each other by two residue changes at positions 101 and 346. Important differences are clear at the 3' and 5'- untranslated regions [19] from some experiments suggesting that the fMLP receptors form a family of closely related proteins. The interaction of fMLP with its receptor expressed on neutrophils triggers multiple second messengers through the activation of PLC, PLD and PLA2 and rapidly stimulates PI3K, as well as activating tyrosine phosphorylation [20]. A study showed that FMLP-sensitive PIP3 formation in human neutrophils involves the FMLP receptor, heterotrimeric G-proteins of the Gi type, PI3K $\gamma$  and phosphatidylinositol transfer protein (PITP) [21].

Regulated on activation normal T-cell expressed and secreted (RANTES) is a small protein of 68 amino acids that belongs to the rapidly growing chemokine family [22]. RANTES induces leukocyte migration by binding to specific receptors in the seven-transmembrane G protein-coupled receptor (GPCR) family, namely CCR1, CCR3, CCR4 and CCR5. Increased RANTES expression has been associated with a wide range of inflammatory disorders and pathologies, including allogeneic transplant rejection, atherosclerosis, arthritis, atopic dermatitis, inflammatory airway disorders such as asthma, delayed-type hypersensitivity reactions, glomerulonephritis, endometriosis, some neurological disorders (such as Alzheimer's disease) and certain malignancies [23]. In all of these pathologies, RANTES is thought to act by promoting leukocyte infiltration to sites of inflammation [24]. Increased RANTES expression, as observed during respiratory viral infections, may play an important role in the associated neutrophilia and exacerbations of asthma. The role of RANTES in the pathogenesis of disease processes is not well understood [25].

## 2 Materials and Methods

### 2.1 Materials

Dextran Type IV, powder, Phosphate Buffer Saline (PBS X1), Bovine Serum Albumin (Fraction V, Powder), Hanks' Balanced Salt solution (HPSS) Modified, with sodium bicarbonate, calcium chloride and magnesium sulphate liquid, without phenol red, sterile-filtered, and suitable for cell culture. N-2-hydroxyethylpiperazine-N-2-ethanesulfonic acid (HEPES solution), Trypan Blue solution 0.4%, liquid, sterile-filtered, suitable for cell culture, Cytochrome C from equine heart, Superoxide Dismutase (SOD) from bovine erythrocytes (lyophilized powder) suitable for cell culture, Ni-Formyl-Met-Leu-Phe (fMLP) BioXtra > 99.0% (TL) were all obtained from Sigma, UK. Recombinant Human Interleukin-8 (IL-8) (72 amino acids) was from Peprotech, USA, Phorbol-1-myristate-1-acetate (PMA) was from Merck, USA, 5-(2,2-Dijl uoro-benzo] 1,3/dioxol-5- ylmethylene)-thiazolidine-2,4-dione (PI3K $\gamma$  Inhibitor II) was from Merck, USA, and Regulated on activation normal T-cell expressed and secreted (RANTES) was purchased from Peprotech Ltd., London, UK.

### 2.2 Isolation of human neutrophils

This study was conducted on 30 normal healthy subjects, with an age range of 18-50 years. Blood was collected in heparin tubes. The anti-coagulated blood was mixed with 1/5 volume of dextran (6% wt/vol) solution in normal saline. Samples were left to stand for 45-60 min at room temperature to allow sedimentation of erythrocytes. The leukocyte-rich supernatant was decanted and layered onto 10 ml of cushions of Lymphoprep in 50 ml conical polypropylene tubes and centrifuged at 800 g for 25 minutes at 18-20°C. This procedure separated granulocytes, which were found in the resultant pellets. The granulocyte preparations contained predominantly neutrophils. The pellets were resuspended in chemotaxis buffer (49 ml HBSS, 0.5 ml HEPES, and 0.5 ml 0.25% BSA) at a density of  $20 \times 10^5$  cell/ml. Total cell number and viability (> 99%) were quantified by the exclusion of trypan blue dye (0.1%) and the cells were used immediately for assessment of superoxide production.

### 2.3 Respiratory burst measurement

Superoxide anion generation was measured as the superoxide dismutase (SOD)-inhibited reduction of ferricytochrome *c*. Neutrophils ( $20 \times 10^5$ ) were incubated in 225  $\mu$ l of chemotaxis buffer containing 100  $\mu$ M cytochrome *c*, with or without SOD.

PI3K $\gamma$ II inhibitor at different concentrations ( $10^{-9}$ ,  $10^{-8}$ ,  $10^{-7}$ ,  $10^{-6}$ ,  $10^{-5}$  M) was added and incubated at 37°C for 30 minutes. FMLP, or IL-8, or RANTES, or 4- $\beta$ -phorbol 12-myristate 13-acetate (PMA), or chemotaxis buffer was added to give a final volume of 250  $\mu$ l and the reaction mixtures were incubated for a further 30 minutes at 37°C.

Cells were precipitated by centrifugation (12,000  $\times$  g for 2 min) and the extinction of 200  $\mu$ l portions of the supernatants was measured at 550 nm in a 96-well microplate reader. Cytochrome *c* reduction was calculated from the increase in extinction relative to a control sample to which SOD (30 U ml $^{-1}$ ) was added immediately before the stimulus. Results are expressed as nanomoles of cytochrome *c* reduced per  $10^6$  cells in 30 min, based on a molar extinction coefficient for ferrocycytochrome *c* of  $21.1 \times 10^3$  M $^{-1}$  cm $^{-1}$  [26].

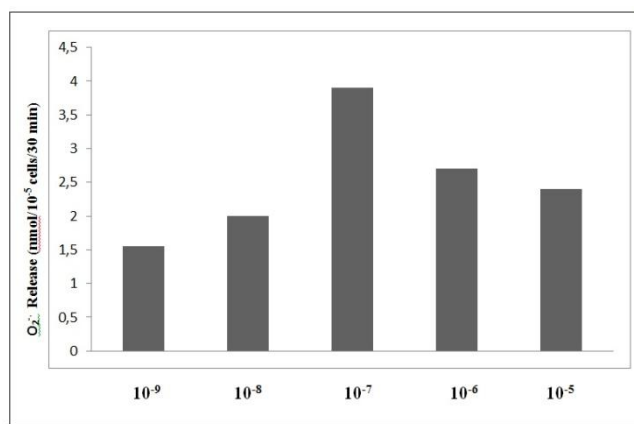
### 2.4 Statistical Analysis

Statistical analysis of data was performed using the Statistical Package for social Science (SPSS) for the t-test, and the prism program. Descriptive data were given as mean  $\pm$  standard deviation (SD). For the differences in the results, the P value was used to determine statistical significance. A difference with a P-value  $< 0.05$  was considered statistically significant.

## 3 Results

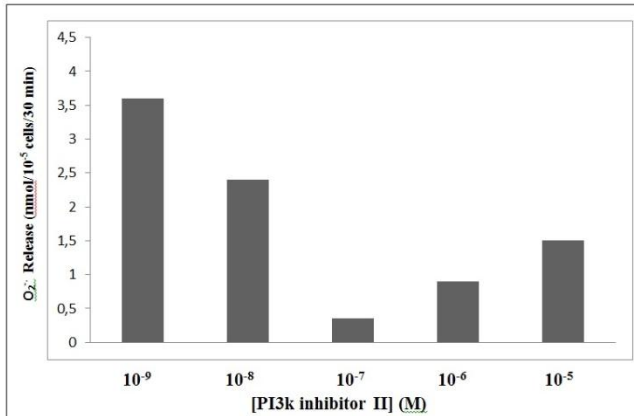
### 3.1. Effect of PI3K $\gamma$ inhibitor II on IL-8-induced superoxide anion generation in human peripheral neutrophils

The optimal concentration of IL-8 that induced the highest superoxide anion generation from human peripheral blood neutrophils was 100 nM (Figure 1). IL-8 (100 nM) induced production of O $_2^{\cdot-}$  by human neutrophils that was higher than basal production (control).



**Figure 1** Concentration-response bar of IL-8 that induced superoxide anion generation from human peripheral blood neutrophils. The bar graph shows the effect of chemokine IL-8 on neutrophil superoxide radical generation. Neutrophil superoxide radical generation increases significantly ( $P < 0.05$ ) when cells from normal control subjects ( $n = 10$ ) are incubated with IL-8 for 30 minutes.

IL-8 (100 nM)-induced O $_2^{\cdot-}$  generation was inhibited by selective PI3K $\gamma$  inhibitor II at a concentration of 100 nM (Figure 2). Basal production of superoxide anion showed no significant inhibition by the selective PI3K $\gamma$  inhibitor II.

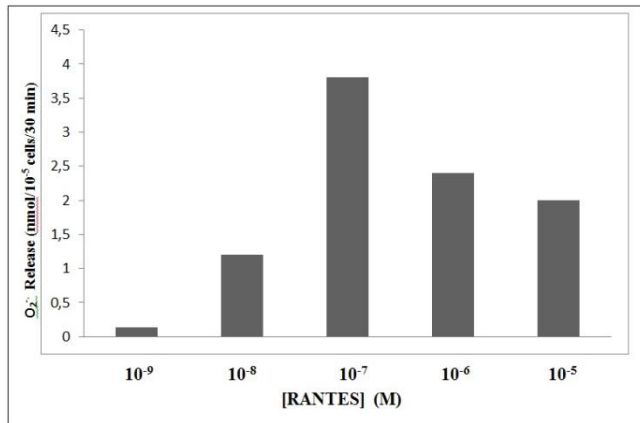


**Figure 2** The effect of phosphoinositide 3-kinase gamma inhibitor II on respiratory burst in IL-8 stimulated human peripheral blood neutrophils. Neutrophils were preincubated with inhibitor for 30 minutes prior to addition of 100 nM IL-8. Data are shown as mean  $\pm$  SEM from ten experiments conducted in triplicate.  $**P < 0.01$  compared to inhibitor-free control by the ANOVA and t-test.

### 3.2. Effect of PI3K $\gamma$ inhibitor II on RANTES-induced superoxide anion generation in human peripheral neutrophils

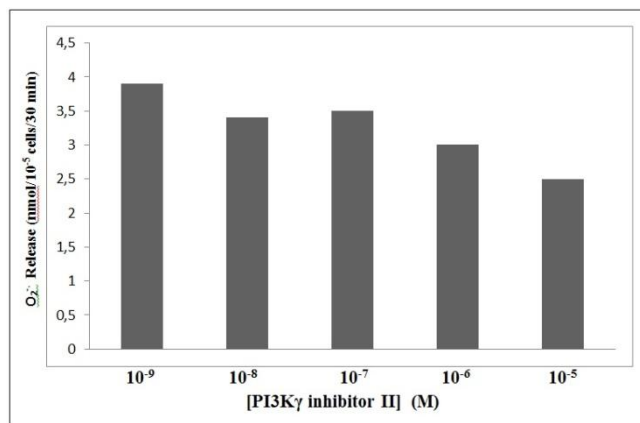
RANTES (100 nM) induced production of O $_2^{\cdot-}$  by human neutrophils that was higher than basal

production (control), as shown in Figure 3.



**Figure 3** Concentration-response bar of RANTES (n = 10) that induced superoxide anion generation from human peripheral blood neutrophils. Data are mean ± SEM \*\*P < 0.01 by repeated-measures.

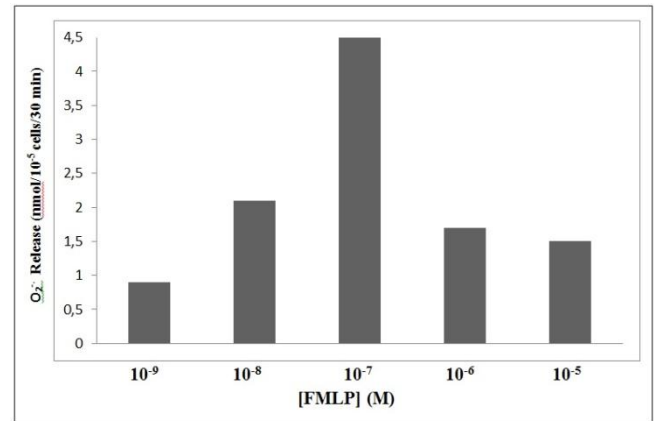
RANTES (100 nM)-induced O<sub>2</sub><sup>-</sup> generation was partially inhibited by selective PI3Kγ inhibitor II at a concentration of 10 μM. RANTES-induced O<sub>2</sub><sup>-</sup> generation caused modest inhibition by selective PI3Kγ inhibitor II at a concentration of 10 μM (Figure 4). Basal production of superoxide anion showed no significant inhibition by the selective PI3Kγ inhibitor II.



**Figure 4** The effect of phosphoinositide 3-kinase gamma inhibitor II on respiratory burst in RANTES stimulated human peripheral blood neutrophils. Neutrophils were preincubated with inhibitor for 30 minutes prior to addition of 100 nM RANTES. Data are shown as mean ± SEM from ten experiments conducted in triplicate. \*\*P < 0.01 compared to inhibitor-free control by ANOVA and t-test.

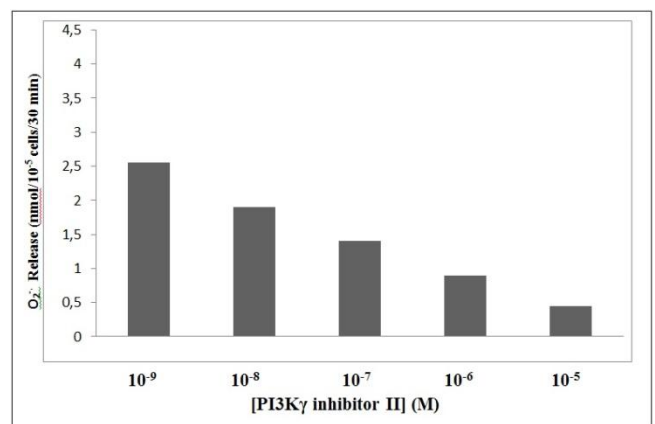
### 3.3. Effect of PI3Kγ inhibitor II on fMLP-induced superoxide anion generation in human peripheral neutrophils

fMLP (100 nM) induced production of O<sub>2</sub><sup>-</sup> by human neutrophils that was higher than basal production (control) (Figure 5).



**Figure 5** Concentration-response bar of fMLP (n = 10) that induced superoxide anion generation from human peripheral blood neutrophils. Data are mean ± SEM \*\*P < 0.01 by repeated-measures.

fMLP-induced O<sub>2</sub><sup>-</sup> generation was inhibited in a concentration-dependent manner by the selective PI3Kγ inhibitor II at a concentration of 10 μM and higher (Figure 6). Basal production of superoxide anion showed no significant inhibition by the selective PI3Kγ inhibitor II.



**Figure 6** The effect of phosphoinositide 3-kinase gamma inhibitor II on respiratory burst in fMLP stimulated human peripheral blood neutrophils. Neutrophils were preincubated with inhibitor for 30 minutes prior to addition of 100 nM fMLP. Data are shown as mean ± SEM from ten experiments conducted in triplicate. \*\*P < 0.01 compared to inhibitor-free control by ANOVA and t-test.

#### 4 Discussion

Neutrophils are important effector cells during inflammatory responses. Further, their many functions, controlled by cell surface receptors and intracellular signaling pathways, provide multiple opportunities for modulating many vital responses. The capacity of neutrophils to produce ROS, such as superoxide anion ( $O_2^{\cdot-}$ ) and hydrogen peroxide ( $H_2O_2$ ) during the respiratory burst is essential for their bactericidal activity (2). ROS production can be stimulated by chemotactic factors, such as the bacterial peptide N-formyl-L-methionyl-L-lucyl-L-phenylalanine (fMLP) [27]. It is also becoming apparent that ROS may regulate the neutrophil lifespan, modify the extracellular matrix through which the neutrophils migrate, and modulate the function of other cells participating in the inflammatory response [28].

Two important intracellular signaling pathways have been found to be of particular importance in the recruitment, activation and survival of human neutrophils: phosphoinositide 3-kinase (PI3K) and p38 mitogen-activated protein kinase (p38 MAPK). The physiological processes that regulate these activation events in neutrophils are largely unknown. PI3K-dependence varies with stimulus, cell type and response. The effect of PI3K $\gamma$  II inhibitor on human neutrophils is expected to depend on the activity of one or more PLC isoforms that are shown to be involved in ROS production [29].

During an infection, many chemoattractants are released from various locations including the vascular endothelium, interstitial cells (macrophages and mast cells), and the infectious agent itself. These multiple sources of chemoattractants result in a very complex environment of conflicting chemoattractant gradients that neutrophils must navigate through in order to reach the site of infection. One can envision numerous situations where neutrophils would be faced with having to make decisions between multiple gradients of different chemokines. In fact, one could argue that this would occur anytime a neutrophil encounters intermediary chemokines (e.g., IL-8 and RANTES) on the surface of endothelium, adheres, and now must migrate away from this site and toward a tissue source of end target chemoattractant (e.g., fMLP). Therefore, that these pathways would function in a hierarchical manner with end terminal pathways dominating, and that an active inhibition by the end target signaling

pathway of the intermediary chemoattractant-induced intracellular signaling is an important mechanism in the neutrophil decision-making process [30].

Sasaki's research in mice lacking PI3K $\gamma$  demonstrated that this isoform is important to produce PtdIns(3,4,5)P<sub>3</sub> and activate protein kinase B (PKB) in neutrophils exposed to the chemoattractants IL-8, fMLP and C5a, which activate G protein-coupled receptors (GPCRs). The absence of these responses led to a lack of  $O_2^{\cdot-}$  generation in response to stimuli [5, 6]. Another study [31] showed that, PI3K $\gamma$ -deficient neutrophils exhibited severe defects in migration and respiratory burst in response to heterotrimeric GTP-binding protein (G protein)-coupled receptor (GPCR) agonists and chemotactic agents such as formyl peptides such as fMLP. PI3K $\gamma$  links GPCR stimulation to the formation of phosphatidylinositol 3,4,5-triphosphate and the activation of protein kinase B. Thus, PI3K $\gamma$  regulates thymocyte development, T cell activation, neutrophil migration, and the oxidative burst [31]. Stimulation of neutrophils with a variety of stimuli can result in the activation of phospholipase C, D or A<sub>2</sub> (PLC, PLD, PLA<sub>2</sub>) with the resultant hydrolysis of plasma membrane phospholipids and the formation of important second messenger molecules. In the neutrophil, the activities of these phospholipases have been implicated in the processes of both stimulating and maintaining oxidase activation. The products of phospholipase activation may have a possible role in reactive oxidant production by the neutrophil NADPH oxidase [32]. This study aimed to investigate the role of a selective inhibitor of PI3K (PI3K $\gamma$  inhibitor II) on the superoxide anion production induced by IL-8, or RANTES, or fMLP in human neutrophils.

In the present study IL-8, RANTES, and fMLP were demonstrated to be activators of the respiratory burst in human neutrophils (Figures 1, 3, and 5). These stimulated responses were capable of being inhibited by the selective inhibitor of PI3K (PI3K $\gamma$  inhibitor II). The optimal concentration that induced the respiratory burst in human neutrophils was 100 nM for RANTES, IL-8 and fMLP.

fMLP-induced  $O_2^{\cdot-}$  generation was inhibited in a concentration-dependent manner by the selective PI3K $\gamma$  inhibitor II at a concentration of 10  $\mu$ M and higher (Figure 6). But basal production of superoxide anion showed no significant inhibition by the selective



PI3K $\gamma$  inhibitor II. The fMLP-induced interaction between PI3K $\gamma$  and fMLP receptor, and the translocation of proteins to the plasma membrane may contribute to the stimulation of protein kinase C/protein kinase B (PKC/PKB) activity. PI3K $\gamma$  enzymatic activity is an essential mediator of fMLP-dependent stimulation of superoxide generation in neutrophils. The present investigations suggest the involvement of PI3K $\gamma$  protein kinase activity in the control of NADPH oxidase activity, which is in accordance with previous findings [33] that provides evidence for a signaling path in the form: fMLP  $\rightarrow$  fMLP receptor  $\rightarrow$  PI3K $\gamma$  protein kinase  $\rightarrow$  p47phox  $\rightarrow$  NADPH-oxidase, which induced superoxide anion production.

PI3K $\gamma$  II inhibitor can cause an immediate potentiating effect on ROS production from isolated human neutrophils, but the maximal effect elicited by IL-8 at concentration of 100 nM occurs after 30 minutes of exposure to PI3K $\gamma$  II inhibitor (Figure 2). Basal production of superoxide anion showed no significant inhibition by the selective PI3K $\gamma$  inhibitor II. Neutrophils express two CXC chemokine receptors, CXCR1 and CXCR2, which are seven-transmembrane-domain G-protein coupled receptors. IL-8 or CXCL8 is the main ligand for CXCR1. Activation via CXCR1 and CXCR2 promotes neutrophil chemotaxis into sites of inflammation and induces neutrophil degranulation with the release of enzymes such as human neutrophil elastase and proteinase-3. CXCR1 is involved in production of superoxide via NADPH [34].

In this research, we propose that IL-8 induces the activation of PI3K $\gamma$ , which may activate one or more isoforms of PLC that in turn may stimulate the phosphorylation and activation of Akt (PKB), leading to activation and recruitment of other downstream molecules that mediate NADPH oxidase activation. This study agrees with the study by Li and coworkers [6] that showed PLC has an important role in the IL-8-induced respiratory burst in human neutrophils that is inhibited by PI3K $\gamma$  inhibitor II.

Neutrophils are important effector cells during inflammatory responses. Furthermore, their many functions, controlled by cell surface receptors and intracellular signalling pathways, provide multiple opportunities for modulating unwanted responses [6]. The major RANTES-binding receptors in human neutrophils are CCR1, CCR3, and CCR5. Several biological effects of RANTES have been suggested to occur in an

aggregation-dependent manner. For example, in a recently described study [35], aggregated but not disaggregated RANTES was shown to activate human neutrophils with a substantial increase in CD11b expression. Thus, aggregation of RANTES in vivo may also be responsible for its neutrophil chemoattractant properties. Because resting neutrophils were shown to express CCR1 [36], it is possible that this basal level of CCR1 expression is sufficient for responsiveness to aggregated RANTES [25].

Results obtained show that the optimal concentration of RANTES-induced superoxide production from human peripheral blood neutrophils was  $10^{-7}$   $\mu$ M and the optimal concentration of PI3K $\gamma$  II inhibitors that can inhibit O<sub>2</sub><sup>-</sup> generation was  $10^{-5}$   $\mu$ M.

In conclusion, RANTES induced the respiratory burst in human peripheral blood neutrophils that was inhibited partially by PI3K $\gamma$  inhibitor II. The results of this study suggest that a possible alternative signaling pathway, such as p38 MAPK (which activates lipid body formation that is mediated by CCR3 receptor), in addition to the PI3K pathway, which stimulates NADPH oxidase activation that in turn induces superoxide anion production in human neutrophils that were activated by RANTES. In addition, there is the possibility of another mechanism involving PI3K $\gamma$  implied by the sensitivity of CCR3-dependent action and PI3K $\gamma$  involvement in RANTES signaling through the activation of more than one isoform of PI3K or, on the other hand, CCR3 activation may recruit additional signaling pathways which interfere with PI3K-dependent responses.

Also the results of this study are comparable with Banderia-Melo's study, which showed that chemokine-induced lipid body formation was mediated by CCR3 receptor G protein-linked downstream signaling involving activation of PI3K and p38 MAPK [37]. We addressed a possible cross talk between the PI3K and p38 MAPK pathways. Thus, we demonstrated that the common response to the different stimulus might involve different signaling pathways. The results of this study which showed that there are important roles of PI3K $\gamma$  as well their downstream effector targets (PKB/Akt, PLC) in mediating chemokine CC (e.g. RANTES) and CXC (e.g. IL-8) stimulated cell functions. These results are novel in human neutrophils, and may be important in identifying targets for novel therapeutics for the treatment of many inflammatory

and allergic diseases.

For future work there are several important questions remaining to be investigated, including the explanation of the basis for the specificity of the signal on the basis of subcellular localization, and the intensity or duration of the production of PI(3,4,5)P<sub>3</sub> in the initiation and regulation of the functional responsiveness of human neutrophils. Future research studies should focus on the PI3K-dependence and p38 MAPK-dependence that shows heterogeneity with stimulus, response, species and cell type. Additional experiments need to be conducted by using siRNA to silence the PI3K $\gamma$  gene in human peripheral neutrophils before using the respiratory assay that is induced by different chemoattractants such as RANTES, IL-8 and fMLP.

### Funding:

This research was partially funded by a grant provided by King Abdulaziz City of Science and Technology.

### 5 References

- [1] Haslett, C.; Savill, J.S.; Meagher, L. The neutrophil. *Curr Opin Immunol.* 1989; 2, 10-18.
- [2] Babior, B.M. NADPH oxidase: an update. *Blood.* 1999; 93, 1464-1476.
- [3] Cross, A.R.; Segal, A.W. The NADPH oxidase of professional phagocytes-prototype of the NOX electron transport chain systems. *Biochimica et Biophysica Acta.* 2004; 1657, 1-22.
- [4] Arcaro, A.; Wymann, M.P. Wortmannin is a potent phosphatidylinositol 3-kinase inhibitor: the role of phosphatidylinositol 3,4,5-trisphosphate in neutrophil responses. *Biochem J.* 1993; 296, 297-301.
- [5] Sasaki, T.; Irie-Sasaki, J.; Jones, R.G.; Oliveira-dos-Santos, A.J.; Stanford, W.L.; Bolon, B.; Wakeham, A.; Itie, A.; Bouchard, D.; Kozieradzki, I.; Joza, N.; Mak, T.W.; Ohashi, P.S.; Suzuki, A.; Penninger, J.M. Function of PI3K $\gamma$  in thymocyte development, T-cell activation, and neutrophil migration. *Science.* 2000; 287, 1040-1046.
- [6] Li, Z.; Jiang, H.; Xie, W.; Zhang, Z.; Smrcka, A.V.; Wu, D. Roles of PLC-beta 2 and -beta 3 and PI3K $\gamma$  in chemoattractant-mediated signal transduction. *Science.* 2000; 287, 1046-1049.
- [7] Hirsch, E.; Katanaev, V.L.; Garlanda, C. Central role for G protein-coupled phosphoinositide 3-kinase gamma in inflammation. *Science.* 2000; 287, 1049-1053.
- [8] Gougerot-Pocidallo, M.A.; el Benna, J.; Elbim, C.; Chollet-Martin, S.; Dang, M.C. Regulation of human neutrophil oxidative burst by pro- and anti-inflammatory cytokines. *J soc. Biol.* 2002; 196(1), 37-46.
- [9] Vanhaesebroeck, B.; Leever, S.J.; Ahmadi, K. Synthesis and function of 3-phosphorylated inositol lipids. *Ann Rev Biochem.* 2001; 70, 535-602.
- [10] Fayard, E.; Xue, G.; Parecellier, A.; Bozusic, L.; Hemmings, B.A. Protein kinase B (PKB/Akt), a key mediator of the PI3K signaling pathway. *Curr Top Microbiol Immunol.* 2010; 346, 31-56.
- [11] Brat, D.J.; Bellail, A.C.; Van Meir, E.G. The role of Interleukin- 8 and its receptors in gliomagenesis and tumoral angiogenesis. *Neuro-oncol.* 2005; 7, 122-33.
- [12] Holmes, W.E.; Lee, J.; Kuang, W.J.; Rice, G.C.; Wood, W.I. Structure and functional expression of a human interleukin-8 receptor. *Science.* 1991; 253, 1278-80.
- [13] Murphy, P.M.; Tiffany, H.L. Cloning of a complimentary DNA encoding a functional human interleukin-8 receptor. *Science.* 1991; 253, 1280-3.
- [14] Wozniak, A.; Betts, W.H.; Murphy, G.A.; Rokicinski, M. Interleukin-8 primes human neutrophils for enhanced superoxide anion production. *Immunology Rheumatology.* 1993; 79, 608-615.
- [15] Tracey, K.J. The inflammatory reflex. *Nature.* 2002; 420, 853-859.
- [16] Carp, H. Mitochondrial N-formylmethionyl proteins as chemoattractants for neutrophils. *J. Exp. Med.* 1982; 155, 264-275.
- [17] Marasco, W.A.; Phan, S.H.; Krutzsch, H.; Showell, H.J.; Feltner, D.E.; Nairn, R.; Becker, E.L.; Ward, P.A. Purification and identification of formyl-methionyl-leucyl-phenylalanine as the major peptide neutrophil chemotactic factor produced by *Escherichia coli*. *J. Biol. Chem.* 1984; 259, 5430-5439.
- [18] Becker, E.L.; Forouhar, F.A.; Grunnet, M.L.; Boulay, F.; Tardif, M.; Bormann, B.J.; Sodja, D.; Ye, R.D.; Woska, J.R.; Murphy, P.M. Broad immunocytochemical localization of the formylpeptide receptor in human organs, tissues, and cells. *Cell Tissue Res.* 1998; 292, 129-135.
- [19] Boulay, F.; Tardif, M.; Brouchon, L.; Vignais, P. The human N-formylpeptide receptor: characterization of two cDNA isolates and evidence for a new subfamily of G-protein-coupled receptors. *Biochemistry.* 1990; 29, 11123-11133.
- [20] Selvatici, R.; Falzarano, S.; Mollica, A.; Spisani, S. Signal transduction pathways triggered by selective formylpeptide analogues in human neutrophils. *European Journal of Pharmacology.* 2006; 534, 1-11.
- [21] Kular, G.; Loubtchenkov, M.; Swigart, P.; Whatmore, J.;

- Ball, A.; Cockcroft, S.; Wetzker, R. Co-operation of phosphatidylinositol transfer protein with phosphoinositide 3-kinase  $\gamma$  in the formylmethionyl-leucylphenylalanine-dependent production of phosphatidylinositol 3,4,5-trisphosphate in human neutrophils. *Biochem. J.* 1997; 325, 299–301.
- [22] Zlotnik, A.; Yoshie, O. Chemokines: a new classification system and their role in immunity, *Immunit.* 2000; 12, 121–127.
- [23] Hebert, C. Chemokines In Diseases, *Immunol.* 1999; 60, 26–33.
- [24] Meurer, R. Formation of eosinophilic and monocytic intradermal inflammatory sites in the dog by injection of human RANTES but not human monocyte chemoattractant protein 1, human macrophage inflammatory protein 1 alpha, or human interleukin 8, *J. Exp. Med.* 1993; 178, 1913–1921.
- [25] Pan, Z.; Parkyn, L.; Ray, A.; Ray, P. Inducible lung-specific expression of rantes: Preferential recruitment of neutrophil. *Lung Cellular and Molecular Physiology* Published American Journal of Physiology. 2000; 279(4), 658–666
- [26] Dent, G.; Muñoz, N.M.; Rühlmann, E.; Xiangdong, Z.; Leff, A.R.; Magnussen, H.; Rabe, K.F. Protein Kinase C Inhibition Enhances Platelet-activating Factor-induced Eicosanoid Production in Human Eosinophils. *Am. J. Respir. Cell Mol. Biol.* 1998; 18, 136–144, 199.
- [27] Gwenny, M. F.; Lyndsay, A. D.; Edo, V. Decreased phosphorylation of protein kinase B and extracellular signal-regulated kinase in neutrophils from patients with myelodysplasia. *Blood.* 2003; 101, 1172–1180.
- [28] Kobayashi, S. D.; Voyich, J. M.; Braughton, K. R.; Braughton, K. R.; Whitney, A. R.; Nauseef, W. M.; Malech, H. L.; DeLeo, F. R. Gene expression profiling provides insight into the pathophysiology of chronic granulomatous disease, *J Immunol.* 2004; 172, 636–643.
- [29] Mishra, R.K.; Scaife, J.E.; Harb, Z.; Gray, B.C.; Djukanovic, R.; Dent, G. Differential dependence of eosinophil chemotactic responses on phosphoinositide 3-kinase (PI3K). *Allergy.* 2005; 60, 1204–1207
- [30] Murdoch, C.; Finn, A. Chemokine receptors and their role in inflammation and infectious diseases. *Blood.* 2000; 95(10), 3032–43
- [31] Burg, N.; Pillinger, M. The neutrophil: function and regulation in innate and humoral immunity. *Clin Immunol.* 2001; 99(1), 7–17.
- [32] Watson, A.D.; Nicholson, A.; Pearson, M.R. Use anti-inflammatory and analgesic drug in dogs and cats, *Aust Vet J.* 1996; 74(3), 203–10.
- [33] Suire, S.; Coadwell, J.; Ferguson, G. J.; Davidson, K.; Hawkins, P.; Stephens, L. p84, a new  $G\beta\gamma$ -activated regulatory subunit of the type IB phosphoinositide 3-kinase p110 $\gamma$ , *Vol. Curr Biol.* 2005; 15, 566–570.
- [34] Jones, S.A.; Dewald, B.; Clark-Lewis, I; Baggiolini, M. Chemokine antagonists that discriminate between interleukin-8 receptors. Selective blockers of CXCR2, *J Biol Chem.* 1997; 272, 16166–16169.
- [35] Appay, V.; Brown, A.; Cribbes, S.; Randle, E; Czaplewski, L.G. Aggregation of RANTES is responsible for its inflammatory properties. Characterization of nonaggregating, noninflammatory RANTES mutants. *J Biol Chem.* 1997; 274, 27505–27512.
- [36] Bonecchi, R.; Polentarutti, N.; Luini, W.; Borsatti, A.; Bernasconi, S.; Locati, M.; Power, C.; Proudfoot, A.; Wells, T.N.; Mackay, C.; Mantovani, A.; Sozzani, S. Up-regulation of CCR1 and CCR3 and induction of chemotaxis to CC chemokines by IFN- $\gamma$  in human neutrophils. *J Immunol.* 1999; 162, 474–479.
- [37] Bandeira-Melo, C.; Phoofolo, M.; Weller, P. F. Extranuclear lipid bodies, elicited by CCR3-mediated signaling pathways, are the sites of chemokine-enhanced leukotriene C4 production in eosinophils and basophils. *Journal of Biological Chemistry.* 2001; 276(25), 22779–22787.



# Virulence of Entomopathogenic Fungi and Bacteria Against Stored Product Pests

Ali Sevim<sup>1\*</sup>, Elif Sevim<sup>2</sup>, Meryem Demirci<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Ahi Evran University, Faculty of Engineering and Architecture, Genetic and Bioengineering, Kırşehir-40100, Turkey, Tel: +90 386 2803809, ali.sevim@ahievran.edu.tr

<sup>2</sup>Ahi Evran University, Faculty of Engineering and Architecture, Genetic and Bioengineering, Kırşehir-40100, Turkey, Tel: +90 386 2803809, esevim@ahievran.edu.tr

<sup>3</sup>Recep Tayyip Erdoğan University, Faculty of Arts and Sciences, Department of Biology, 53100-Rize, Turkey, meryemdmrc88@hotmail.com

\*Corresponding author / İletişimden sorumlu yazar

Received: 29<sup>th</sup> July, 2015

Accepted: 11<sup>th</sup> December 2015

DOI: <http://dx.doi.org/10.18466/cbujos.71031>

## Abstract

Entomopathogenic microorganisms such as bacteria, fungi, viruses, nematodes and protozoa play an important role for regulation of insect pest populations and, this leads to use these microorganisms as biological control agents against pest species as an alternative to chemicals insecticides. In this study, we tested different bacteria originated from stored product pests and fungi isolated from different sources against two important stored product pests, *Acanthoscelides obtectus* (Say) (Coleoptera: Chrysomelidae) and *Callosobruchus maculatus* (F) (Coleoptera: Bruchidae), under laboratory conditions. Based on the laboratory screening, the highest mortality against *A. obtectus* within bacteria and fungi was obtained from *Staphylococcus kloosii* Fbe-10 with 73% and *Lecanicillium muscarium* ARSEF3600, *Beauveria pseudobassiana* ARSEF8664 and, *Beauveria bassiana* ARSEF8668 with 100%, respectively. Also, the highest mycosis within fungi was obtained from *Lecanicillium muscarium* ARSEF3600 and *Beauveria bassiana* ARSEF8668 with 100%. The highest mortality against *C. maculatus* within bacteria and fungi was obtained from *Bacillus pumilus* Be-2with 57% and *Lecanicillium muscarium* ARSEF3600, *Beauveria pseudobassiana* ARSEF8664 and, *Beauveria bassiana* ARSEF8668 with 100%, respectively. Also, the highest mycosis within fungi was obtained from *Beauveria bassiana* ARSEF8668 with 90%. These results showed that the fungal isolates used in this study seem to be more effective than bacteria and, should be further investigated in terms of developing microbial control agent against stored product pests.

**Keywords**— Bacteria, fungi, microbial control, stored product pests

## Depolanmış Ürün Zararlılarına Karşı Entomopatojenik Fungus ve Bakterilerin Virulansları

### Özet

Bakteri, fungus, virus, nematod ve protozoa gibi entomopatojenik mikroorganizmalar zararlı böcek popülasyonlarının düzenlenmesinde önemli rol oynamaktadırlar ve bu entomopatojen mikroorganizmaların kimyasal insektisidlere alternative olarak zararlı böceklere karşı biyolojik mücadele etmeni olarak kullanımına yol açmaktadır. Bu çalışmada, depolanmış ürün zararlılarından izole edilen farklı bakteriler ve farklı kaynaklardan izole edilen funguslar iki önemli depolanmış ürün zararlısı olan *Acanthoscelides obtectus* (Say) (Coleoptera: Chrysomelidae) ve *Callosobruchus maculatus* (F) (Coleoptera: Bruchidae)'a karşı laboratuvar koşulları altında test edilmiştir. Laboratuvar tarama testlerine göre, *A.*

*obtectus*'a karşı en yüksek ölüm %73 ile bakteriler arasından *Staphylococcus kloosii* Fbe-10'dan ve %100 ile funguslar arasından *Lecanicillium muscarium* ARSEF3600, *Beauveria pseudobassiana* ARSEF8664 ve *Beauveria bassiana* ARSEF8668'den elde edilmiştir. Funguslar arasından en yüksek mikozlanma oranı ise %100 ile *Lecanicillium muscarium* ARSEF3600 ve *Beauveria bassiana* ARSEF8668'den elde edilmiştir. *C. maculatus*'a karşı ise en yüksek ölüm %57 ile bakteriler arasından *Bacillus pumilus* Be-2'den ve %100 ile funguslar arasından *Lecanicillium muscarium* ARSEF3600, *Beauveria pseudobassiana* ARSEF8664 ve *Beauveria bassiana* ARSEF8668'den elde edilmiştir. Funguslar arasında en yüksek mikozlanma oranı ise %90 ile *Beauveria bassiana* ARSEF8668'den elde edilmiştir. Bu sonuçlar bu çalışmada kullanılan fungal izolatların bakterilerden daha etkili olduğunu ve bu bakterilerin depolanmış ürün zararlılarına karşı mikrobiyal mücadele etmeni olarak geliştirilmesi amacıyla daha fazla araştırılması gerektiğini göstermektedir.

**Anahtar kelimeler**— Bakteri, fungus, mikrobiyal mücadele, depolanmış ürün zararlıları

## 1 Introduction

Infestation of stored products by insects results in various damages and economic losses in agriculture. These insect pests can cause damage by physical loss of commodity, spoilage and loss of quality, encouragement of mould growth, contamination of commodities with insect bodies and, safety and environmental concerns throughout the world [1]. These insects can be hidden in inaccessible places and, survive on small amount of food particles. Subsequently, they might move from these places into bulk-stored products [2]. The order of Coleoptera comprises approximately 250.000 insect species and, the members of 40 families within this order have been recorded in stores worldwide. Many species known as stored product pests is located in the families of Bostrichidae, Bruchidae, Cucujidae, Curculionidae, Dermestidae, Silvanidae and, Tenebrionidae [3]. Within the family of Bruchidae, two species known as *Acanthoscelides obtectus* and *Callosobruchus maculatus* (F) are major concerns for bean and cowpea, respectively [4-5].

The control of stored product pests is conducted with using many strategies such as physical control, inert dust, ionizing irradiation, light and sound, thermal control, ozonation, fumigation, semiochemicals and some kind of repellents [6]. Also, chemical pesticides such as the group of organophosphorus pesticides have been used against storage pests to protect bulk-stored products [7]. However, these chemicals have undesirable effects to human health and environment. Therefore, biological control of these insect pests is considered an interesting alternative to traditional and chemical control methods.

Entomopathogenic microorganism such as bacteria, fungi, nematodes, viruses and protozoa have been used as microbial control agents against various pests species in both agriculture and forestry [8-9]. The use of these microorganisms in the control of insect pests is favorable because they kill undesirable agricultural and forest pests without harming the environment and humans [8]. The use of microbial insecticides is growing at a rapid rate of 10-25 per cent per year. Among entomopathogens, *Bacillus thuringiensis* (*Bt*), the entomopathogenic spore forming bacterium, is the most widely used microbial pest control agents and, has been the principle target of product development and accounts for most sales in US \$75 million global market for biological control products [10-12]. Also, the entomopathogenic fungi include approximately 750 fungal species belonging to 56 genera attack terrestrial and aquatic arthropods. In terms of microbial control, these fungi as a biological control agent against pest species have not made a good impact so far, compared to entomopathogenic bacteria (especially *Bt*) [11]. However, fungal entomopathogens are unique pathogens because they are able to infect their host via the external cuticle. Therefore, there is no need to be ingested to initiate infection with few exceptions such as *Ascospaera*. This makes them primer candidates for use against plants sucking insects [13-15]. Moreover, there are many fungal species that are in commercial or experimental production stages in USA, Brazil, UK, India and some other countries. The most common species used are *Beauveria, bassiana* and *Metarhizium anisopliae* [11].

In this study, we aimed to test different bacteria originally isolated from stored product pests (*A. obtectus* and *C. maculatus*) and entomopathogenic fungi from

different sources against stored product pests under laboratory conditions to find possible biological control agent against these pests.

## 2 Material and Methods

### 2.1 Bacteria and Fungi

The bacterial isolates used in this study were previously isolated from *Acanthoscelides obtectus* and *Callosobruchus maculatus* and identified based on traditional and molecular techniques (unpublished data). The fungal isolates were provided from Dr. Richard Humber (The USDA-ARS Collection of Entomopathogenic Fungal Cultures (ARSEF), Ithaca, New York). All bacterial and fungal isolates and their sources are given in Table 1.

**Table 1.** Bacterial and fungal isolates used in this study and their origin.

Fungal isolates	Isolate no	Origin
1 <i>Metarhizium anisopliae</i>	ARSEF8341	Soil
2 <i>Metarhizium anisopliae</i>	ARSEF8432	Soil
3 <i>Metarhizium anisopliae</i>	ARSEF8433	Soil
4 <i>Lecanicillium muscarium</i>	ARSEF3600	<i>Lymantria dispar</i> (Lepidoptera: Lymantriidae)
5 <i>Beauveria pseudobassiana</i>	ARSEF8664	Soil
6 <i>Beauveria pseudobassiana</i>	ARSEF8666	Soil
7 <i>Beauveria bassiana</i>	ARSEF8668	<i>Rhynchites baccus</i> (Coleoptera: Curculionidae)
Bacterial isolates	Isolate no	Origin
1 <i>Staphylococcus kloosii</i>	Fbe-1	<i>Acanthoscelides obtectus</i>
2 <i>Staphylococcus</i> sp.	Fbe-2	<i>A. obtectus</i>
3 <i>Enterococcus faecalis</i>	Fbe-3	<i>A. obtectus</i>
4 <i>S. kloosii</i>	Fbe-4	<i>A. obtectus</i>
5 <i>S. saprophyticus</i>	Fbe-5	<i>A. obtectus</i>
6 <i>Staphylococcus</i> sp.	Fbe-6	<i>A. obtectus</i>
7 <i>S. kloosii</i>	Fbe-7	<i>A. obtectus</i>
8 <i>E. faecalis</i>	Fbe-8	<i>A. obtectus</i>
9 <i>Staphylococcus</i> sp.	Fbe-9	<i>A. obtectus</i>
10 <i>S. kloosii</i>	Fbe-10	<i>A. obtectus</i>
11 <i>Staphylococcus</i> sp.	Fbe-11	<i>A. obtectus</i>
12 <i>Bacillus pumilus</i>	Be-1	<i>Callosobruchus maculatus</i>
13 <i>B. pumilus</i>	Be-2	<i>C. maculatus</i>
14 <i>B. pumilus</i>	Be-3	<i>C. maculatus</i>
15 <i>Staphylococcus</i> sp.	Be-4	<i>C. maculatus</i>
16 <i>Pantoea</i> sp.	Be-5	<i>C. maculatus</i>
17 <i>Staphylococcus</i> sp.	Be-6	<i>C. maculatus</i>
18 <i>B. pumilus</i>	Be-7	<i>C. maculatus</i>
19 <i>Staphylococcus</i> sp.	Be-8	<i>C. maculatus</i>
20 <i>Pantoea</i> sp.	Be-9	<i>C. maculatus</i>
21 <i>B. pumilus</i>	Be-10	<i>C. maculatus</i>
22 <i>B. pumilus</i>	Be-11	<i>C. maculatus</i>

### 2.2 Preparation of bacterial and fungal suspensions for bioassays

For the bacterial isolates, each isolate was initially streaked on nutrient agar plates to obtain single colony. After that, each isolate coming from single colony was inoculated into 4 ml of Laura Bertani broth (LB broth) and, incubated at 30°C over night. After incubation, the bacterial cells were centrifuged at 5.000 rpm for 20 min and, the pellets were dissolved in 5 ml of sterile phosphate buffer solution (PBS). Finally, the cell density was measured at OD (optical density)<sub>600 nm</sub> absorbance and adjusted to 1.89 ( $1.8 \times 10^9$  cfu ml<sup>-1</sup>) [16-18]. Subsequently, these samples were used for the bacterial bioassay.

For fungal isolates, each isolate was propagated from single colony using fungal stock solutions ( $1 \times 10^6$  ml<sup>-1</sup> spor/ml) at -20°C. To do this, each fungal stock solution was plated on PDAY (potato dextrose agar + 1% yeast extract; Merck, Darmstadt, Germany) and incubated at 25 °C for 4 to 5 days under a 12-h L / 12-h D photoperiod. At the end of the incubation period, single colony for each isolate was taken and, transferred to another fresh PDAY plate and incubated at 25 °C for 4 to 5 weeks until plates were fully overgrown and sporulated. After sporulation, the conidial suspensions of the fungal isolates were prepared by scraping conidia from petri-dishes into distilled water with 0.01% Tween-80 (Applichem, Darmstadt, Germany). The conidial suspensions were filtered through two layers of the sterile cheesecloth to remove mycelial and agar particles. The concentration of conidia in the final suspensions was determined using a Neubauer Haemocytometer and, was adjusted to  $1 \times 10^7$  ml<sup>-1</sup> conidia/ml using sterile 0.01% Tween-80. The viability of conidia was determined by enumerating the percentage of the germinated conidia 24 h after spreading 100 µL of conidial suspensions ( $1 \times 10^6$  mL<sup>-1</sup>) on PDAY medium. Conidia were considered to have germinated if the germ tube was longer than the diameter. Isolates with higher germination rates of 95% were used for bioassay experiments [19].

### 2.3 Experimental infection

For the bioassay experiments, insect samples were grown on bean and pea in glass jars (1.000 ml volume) in the laboratory at 28°C under dark. Among growing

insects, randomly selected adults were used in bioassays. For the bacterial bioassay, the bacterial isolates from *Acanthoscelides obtectus* were tested on it and, the isolates from *Callosobruchus maculatus* were tested on it. Firstly, bean particles for *A. obtectus* and pea particles for *C. maculatus* were contaminated with the bacterial solutions prepared as described above for each isolate. The control groups were treated with sterile PBS. Following this, the contaminated seeds were put into a plastic box (20 mm) with ventilated lids to permit airflow. Finally, randomly selected adults of *A. obtectus* and *C. maculatus* were put into each box of bean and pea, respectively. The bacterial bioassays were conducted during ten days and dead insects were checked at 10<sup>th</sup> day.

For the fungal bioassay, adult individuals of *A. obtectus* and *C. maculatus* were dipped into the 10 ml of spore suspensions ( $1 \times 10^7$  mL<sup>-1</sup>) as described previously to contaminate insects with spores [20]. The control group was treated with sterile 0.01% tween 80. After that, they were put on filter paper to remove excessive spore suspension for 2-3 seconds. Finally, they were put into plastic boxes (200 mm) with bean seeds (for *A. obtectus*) and pea (for *C. maculatus*). The fungal bioassays were conducted during two weeks and dead insects were checked at 14<sup>th</sup> day.

Both bacterial and fungal bioassay experiments were performed with 10 adults per replicate and each isolate, and all experiments were repeated 3 times on different occasions. All treated and untreated adults were kept in rearing boxes at 25 °C for 10 days (for bacterial isolates) and for two weeks (for fungal isolates) under dark. At the end of the fungal bioassay, dead insects were counted and cadavers were immediately surface sterilized with 1% sodium hypochlorite for 30 s, followed by 3 rinses with sterile distilled water. They were placed on wet filter paper in sterile plastic petri dishes (15 mm), sealed with Parafilm and

incubated at 25 °C to induce sporulation on the cadavers. Finally, virulence results from three replicate assays (30 adults / treatment) were combined and mortality data were corrected using Abbott's formula (Abbott 1925) and the percentage of mycosed cadavers was calculated for the fungal bioassays.

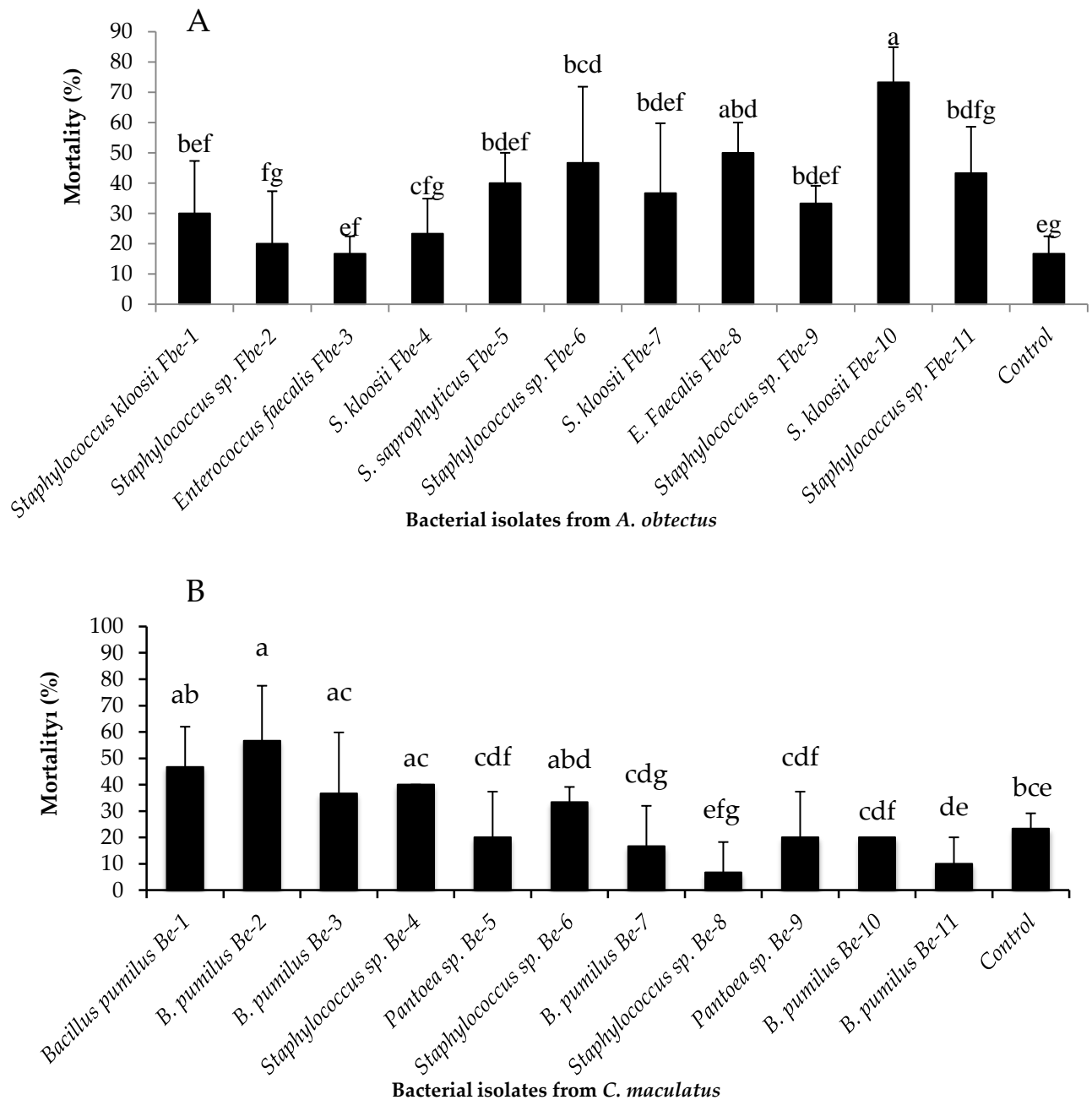
## 2.4 Statistical analysis

Mortality data were corrected according to Abbott's formula [21] and percent mycosis values for the fungal bioassays were calculated based on the mycelia growth outside cadaver. The data were subjected to analysis of variance (ANOVA) followed by LSD multiple comparison tests to compare test isolates with each other and the control group with respect to mortality and mycosis (for the fungal bioassays) ( $P < 0.05$ ). Before performing the ANOVA, all data set were tested for homogeneity of variance using Levene's statistic. Computations for all experiments were performed using SPSS 16.0.

## 3 Results

For the bacterial bioassay, there was a significant difference among the bacterial isolates from *A. obtectus* with respect to mortality against on it ( $F= 3.8$ ,  $df= 11$ ,  $p<0.05$ ). Among the *A. obtectus* isolates, the highest mortality was obtained from *S. kloosii* Fbe-10 with 73% mortality ( $F= 3.8$ ,  $df= 11$ ,  $p<0.05$ ). Other isolates caused mortality values ranging from 50 to 20%. The isolates of *Staphylococcus* sp. Fbe-6, *E. faecalis* Fbe-8 and, *Staphylococcus* sp. Fbe-11 caused the same mortality with control ( $p>0.05$ ) (Figure 1). There was also a significant difference among *C. maculatus* isolates with respect to mortality against on it ( $F= 3.557$ ,  $df= 11$ ,  $p<0.05$ ). Among *C. maculatus* isolates, the highest mortality was obtained from *B. pumilus* Be-2 with 57% ( $F= 3.557$ ,  $df= 11$ ,  $p<0.05$ ). The other isolates caused the same mortality with the control ( $p<0.05$ ) (Figure 1)





**Figure 1.** Mortality values of the bacterial isolates within ten days after inoculation under laboratory conditions. Mortality data were calculated based on the Abbott’s formula<sup>21</sup>. Bars indicate standard deviations. Different letters indicates statistically differences among the isolates. Control: PBS. A; the mortality values of the bacterial isolates from *A. obtectus* against on it. B; the mortality values of the bacterial isolates from *C. maculatus* against on it.

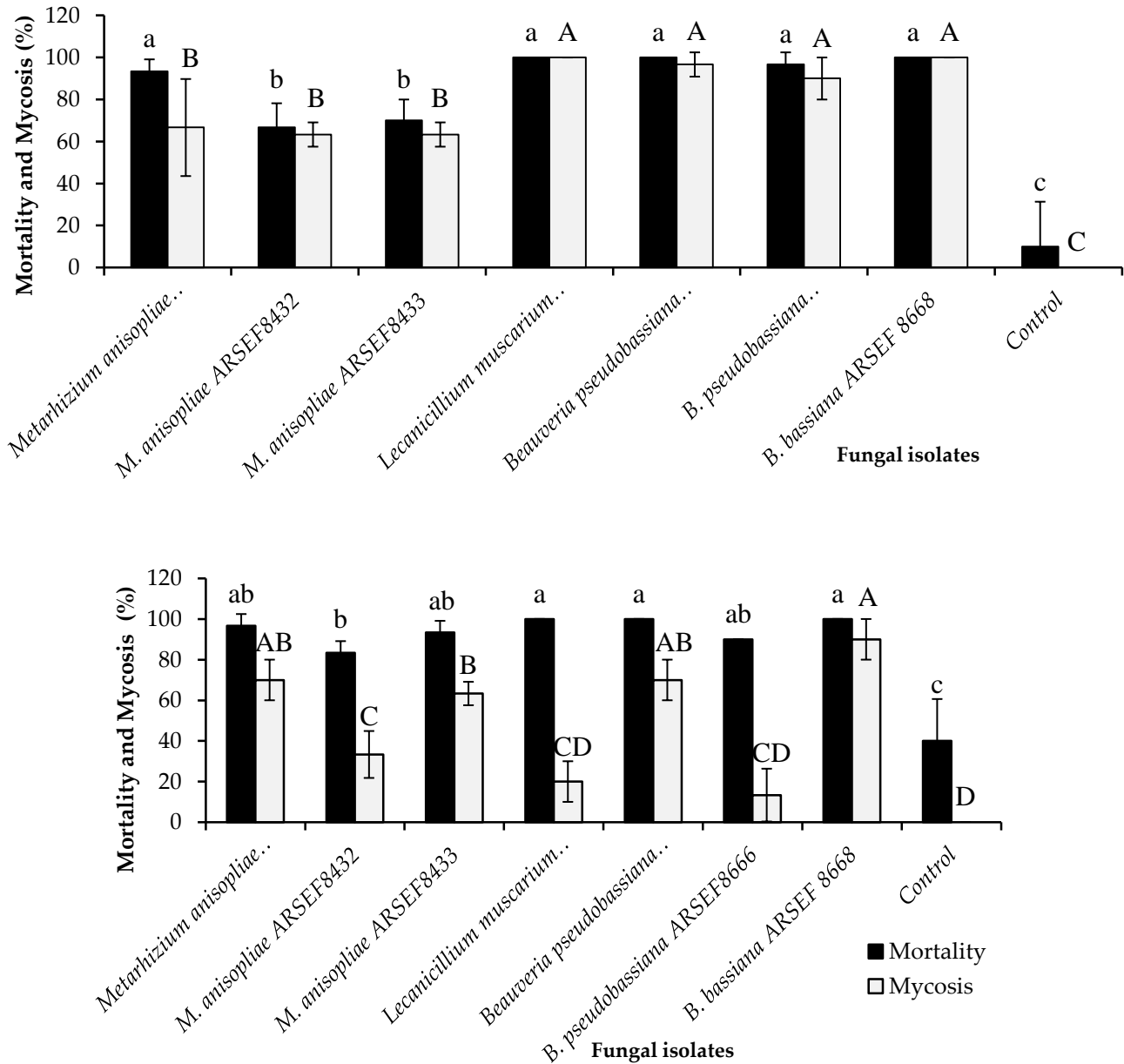
For the fungal bioassay, there was a significant difference among treatments with respect mortality against *A. obtectus* ( $F= 58.56, df= 7, p<0.05$ ). The isolates of *L. muscarium* ARSEF3600, *B. pseudobassiana* ARSEF8664

and, *B. bassiana* ARSEF8668 caused the highest mortality against *A. obtectus* with 100% ( $F= 58.56, df= 7, p<0.05$ ). Other fungal isolates caused produced mortality ranging from 93 to 70%. There was also a signifi-

cant difference among treatments with respect mycosis on the outside of *A. obtectus* cadavers ( $F= 36.753, df= 7, p<0.05$ ). The highest mycosis value was obtained from *Lecanicillium muscarium* ARSEF3600 and *Beauveria bassiana* ARSEF8668 with 100% ( $F= 36.753, df= 7, p<0.05$ ) (Figure 2).

mortality was obtained from *L. muscarium* ARSEF3600, *B. pseudobassiana* ARSEF8664 and, *B. bassiana* ARSEF8668 with 100% ( $F= 13.835, df= 7, p<0.05$ ). Other isolates caused mortalities, ranging from 93 to 83%. Also, the fungal isolates produced different mycosis values on the outside of *C. camulatus* cadavers ( $F= 23.065, df= 7, p<0.05$ ). The highest mycosis value was obtained from *B. bassiana* ARSEF8668 with 90% ( $F= 23.065, df= 7, p<0.05$ ) (Figure 2).

The fungal isolates produced different mortalities on *C. maculatus* ( $F= 13.835, df= 7, p<0.05$ ). The highest



**Figure 2.** Mortality values of the fungal isolates within 15 days after application of  $1 \times 10^7$  conidia  $mL^{-1}$ . Mortality data were calculated based on Abbott's formula <sup>21</sup>. Different uppercase and lowercase letters represent statistically significant differences among mortality and mycosis, respectively, between treatments according to LSD multiple comparison test ( $P < 0.05$ ). Bars show standard deviation. Control, 0.01% tween 80. A; mortalities of *A. obtectus*. B; mortalities of *C. maculatus*.

#### 4 Discussion

There is a global interest to find and develop microbial control agents against insect pests in both agriculture and forestry because the main interest in microbial insecticides as opposed to chemical insecticides is their high specificity and thus less damage to non-target organisms. The control of stored product pests in turkey mainly relies on fumigation which is a method of pest control using almost gaseous chemical pesticides. In Turkey, approximately 297 tons of chemical pesticides has been used for controlling of stored product pests based on nonofficial data in 1998 [22]. So, there is a need to find safer and more effective control method in combating with stored product pests. For this reason, we tested different possible entomopathogenic bacteria which were originally isolated from *A. obtectus* and *C. maculatus* and fungi from different sources against the aforementioned stored product pests.

Until now, different species of the genus of *Staphylococcus* have been isolated from different insects belonging to different orders such as Coleoptera, Lepidoptera, Diptera and, Homoptera [23-27]. However, there is no any study that *Staphylococcus* species are insect pathogen. In this study, we found that two *Staphylococcus* species (*Staphylococcus* sp. Fbe-6 and *Staphylococcus* sp. Fbe-10) showed significant mortality against *A. obtectus* under laboratory conditions. This suggest that some of *Staphylococcus* species might be entomopathogen but further studies such more detailed bioassays are certainly needed to prove this.

*E. faecalis* is a commensal bacterium inhabiting the gastrointestinal tracts of humans and other mammals [28]. There are also some studies that species of the genus of Enterococci can be found in insect digestive tracks [16,29]. Channaiah et al. (2010) isolated 154 enterococcal strains from stored product insects and, they found that *E. faecalis* comprises 7% of all isolates [29]. They also suggested that stored product insects can serve as potential vectors in disseminating antibiotic-resistant and potentially virulent enterococci. Although many Enterococci species are known as common symbionts in the gastrointestinal tracts of domestic animals, with this study, we showed for the first time that *E. faecalis* Fbe-8 has an important mor

tality value (50%) against *A. obtectus*.

The entomopathogenic bacteria belonging to the genus of *Bacillus* are natural agents which are used for biological control of many insect pests worldwide [30]. Within this genus, *B. pumilus* a gram positive, aerobic, spore forming bacillus that can be commonly found in soil <sup>31</sup>. This bacterium has been also isolated from many insect species and, it has been showed that it had pathogenic effects against insects [32-33]. Molina et al. (2010) found that some strains of *B. pumilus* showed important mortality against *Ceratitis capitata* (Wiedemann (Diptera: Tephritidae)). In this study, we also showed that *B. pumilus* Be-2 caused 57% mortality against *C. maculatus* [34].

Entomopathogenic fungi are considered environmentally safe and natural mortality agents of many insect pests such as *Corythucha ciliata* (Say) (Hemiptera: Tingidae) [19]. There is worldwide interest in the use of these fungi for the biological control of insect pests and other arthropod species [35]. There are many commercially available bioinsecticides based on entomopathogenic fungi to control insect pests such as the banana weevils (*Cosmopolites sordidus* (Germar (Coleoptera: Curculionidae)) and the pine caterpillars (*Dendrolimus* spp.) [13]. In this study, we showed that entomopathogenic fungi containing different species caused important mortality values against both *A. obtectus* and *C. maculatus*. Also, we considered and observed important mycosis values from these fungi since sporulation is an important factor for the dissemination of fungi in the field [13, 36].

In conclusion, we tested different bacteria (originally isolated from test insects) and entomopathogenic fungi against two important stored product pests under laboratory conditions. In the event, we observed promising results from both some bacterial species (especially *Staphylococcus* sp. Fbe-6, *Staphylococcus* sp. Fbe-10 and, *B. pumilus*) and entomopathogenic fungi (for all species). These microorganisms should be further investigated for the future biocontrol of *A. obtectus* and *C. maculatus*.

#### References

- [1] Rees, D. Insects of Stored Products; Collingwood VIC, Csiro Publishing: Australia, 2004; 128 p.
- [2] Campbell, J.F.; Arthur, F.H.; Mullen, M.A. Insect Management in Food Processing Facilities. Adv. Food.

[3] Rees, D. Coleoptera. In Integrated Management of Insects in Stored Products; Subramanyam, B., Hagstrum, D.W., Eds., Marcel Dekker: New York, 1996; 1-40.

[4] Özdem, A. Researches on the Biology of the Bean Weevil [*Acanthoscelides obtectus* (Say) (Col.: Bruchidae)] in Eskişehir. Bull. Crop. Proc.1997; 37(3-4), 111-118.

[5] Kang, J.K., Pittendrigh, B.R., Onstad, D.W. Insect Resistance Management for Stored Product Pests: A Case Study of Cowpea Weevil (Coleoptera: Bruchidae). J. Econ. Entomol. 2013; 106(6), 2473-2490.

[6] El-Aziz, S.E.A. Control Strategies of Stored Product Pests. J. Entomol. 2011; 8(2), 101-122.

[7] Wakefield, M.E. In Factors affecting storage insect susceptibility to the entomopathogenic fungus *Beauveria bassiana*, Proceedings of the 9th International Working Conference on Stored Product Protection, Campinas, São Paulo, Brazil, Oct 15-18, 2006; Lorini, I. et al., Eds.; Brazilian Post-harvest Association - ABRAPOS, 2006.

[8] Khetan, S.K. Microbial Pest Control. Marcel Dekker:NY, USA, 2001, 320 p.

[9] Lacey, L.A.; Frutos, R.; Kaya, H.K.; Vail, P. Insect Pathogens as Biological Control Agents: Do They Have a Future? Biol. Cont. 2001; 21, 230-248.

[10] Starnes, R.L.; Liu, C.L.; Marrone, P.G. History, Use and Future of Microbial Insecticides. Am. Entomol. 1993; 39, 83-91.

[11] Koul, O.; Dhaliwal, G.S. 2002. Microbial pesticides: An introduction. In Microbial Pesticides; Koul, O. et al., Eds., Taylor and Francis: New York, 2002; 1-11.

[12] Lacey, L.A.; Siegel, J.P. Safety and Ecotoxicology of Entomopathogenic Bacteria. In Entomopathogenic Bacteria: from Laboratory to Field Application; Charles, J.F. et al., Eds., Kluwer Academic Publisher: Dordrecht, 2000; 253-273.

[13] Goettel, M.S.; Eilenberg, J.; Glare, T. Entomopathogenic fungi and their role in regulation of insect populations. In Comprehensive Molecular Insect Science; Gilbert, L.I. et al., Eds., Elsevier: Amsterdam, 2005; 361-405.

[14] St Leger, R.; Roberts, D.W. Engineering Improved Mycoinsecticides. Trend Biotechnol. 1997; 15, 83-86.

[15] Sevim, A.; Donzelli, B.G.G.; Wu, D.; Demirbag, Z.; Gibson, D.M.; Turgeon, B.G. Hydrophobin Genes of the Entomopathogenic Fungus, *Metarhizium*

*brunneum*, are Differentially Expressed and Corresponding Mutants are Decreased in Virulence. Curr. Genet. 2012; 58, 79-92.

[16] Sevim, A.; Demirbag, Z.; Demir, I. A New Study on the Bacteria of *Agrotis segetum* Schiff. (Lepidoptera: Noctuidae) and Their Insecticidal Activities. Turk. J. Agric. For. 2010; 34, 333-342.

[17] Ben-Dov, E.; Boussiba, S.; Zaritsky, A. Mosquito Larvicidal Activity of *Escherichia coli* with Combinations of Genes from *Bacillus thuringiensis* subsp. *israelensis*. J. Bacteriol. 1995; 10, 2581-2587.

[18] Moar, W.J.; Pusztai-Carey, M.; Mack, T.P. Toxicity of Purified Proteins and the HD-1 Strain from *Bacillus thuringiensis* Against Lesser Cornstalk Borer (Lepidoptera: Pyralidae). J. Econ. Entomol. 1995; 88 (3), 606-609.

[19] Sevim, A.; Demir, I.; Sönmez, E.; Kocaçevik, S.; Demirbağ, Z. Evaluation of Entomopathogenic Fungi Against the Sycamore Lace Bug, *Corythucha ciliata* (Say) (Hemiptera: Tingidae). Turk. J. Agric. For. 2013; 37 (5), 595-603.

[20] Sevim, A.; Demir, I.; Höfte, M.; Humber, R.A.; Demirbag, Z. Isolation and Characterization of Entomopathogenic Fungi from Hazelnut-Growing Region of Turkey. BioControl. 2010; 55, 279-297.

[21] Abbott, W.S. A Method of Computing the Effectiveness of an Insecticide. J. Econ. Entomol. 1925; 18, 265-267.

[22] Emekci, M.; Ferizli, A.G. Current Status of Stored Product Protection in Turkey. IOBC WPRS Bull. 2000; 23 (10), 39-45.

[23] Danışmazoğlu, M.; Demir, İ.; Sevim, A.; Demirbağ, Z.; Nalçacıoğlu, R. An Investigation on the Bacterial Flora of *Agriotes lineatus* (Coleoptera: Elateridae) and Pathogenicity of the Flora Members. Crop Prot. 2012; 40, 1-7.

[24] Demirci, M.; Sevim, E.; Demir, İ.; Sevim, A. Culturable Bacterial Microbiota of *Plagioderia versicolora* (L.) (Coleoptera: Chrysomelidae) and Virulence of the Isolated Strains. Folia Microbiol. 2013; 58, 201-210.

[25] Sevim, E.; Çelebi, Ö.; Sevim, A. Determination of the Bacterial Flora as a Microbial Control Agent of *Toxoptera aurantii* (Homoptera: Aphididae). Biologia 2012; 67(2), 397-404.

[26] Özkan Çakıcı, F.; Sevim, A.; Demirbağ, Z.; Demir, İ. Investigating Internal Bacteria of *Spodoptera littoralis* (Boisd.) (Lepidoptera: Noctuidae) Larvae and Some *Bacillus* Strains as Biocontrol Agents. Turk. J. Agric. For. 2014; 38, 99-110.

- [27] Kuzina, L.V.; Peloquin, J.J.; Vacek, D.C.; Miller, T.A. Isolation and Identification of Bacteria Associated with Adult Laboratory Mexican Fruit Flies, *Anastrepha ludens* (Diptera: Tephritidae). *Curr. Microbiol.* 2001; 42, 290-294.
- [28] Gilmore, M. *The Enterococci: Pathogenesis, Molecular Biology, and Antibiotic Resistance*. American Society for Microbiology Press: Washington DC, USA, 2002; 439 p.
- [29] Channaiah, L.H.; Subramanyam, B.; McKinney, L.J.; Zurek, L. Stored-Product Insects Carry Antibiotic-Resistant and Potentially Virulent Enterococci. *FEMS Microbiol. Ecol.* 2010; 74, 464-471.
- [30] Hajek, A. *Natural enemies: An introduction to biological control*. Cambridge University Press: Cambridge, United Kingdom, 2004; 396 p.
- [31] Priest, F.G. Systematics and Ecology of *Bacillus*. In *Bacillus subtilis and Other Gram-Positive Bacteria: Biochemistry, Physiology, and Molecular Genetics*; Sonenshein, A.L. et al., Eds., ASM Press: Washington DC, 1993; 3-16.
- [32] Molina, C.A.; Cana-Roca, J.F.; Osuna, A.; Vilchez, S. Selection of a *Bacillus pumilus* Strain Highly Active against *Ceratitis capitata* (Wiedemann) Larvae. *Appl. Environ. Microbiol.* 2010; 76(5), 1320-1327.
- [33] Sreerag, R.S.; Jayaprakas, C.A.; Ragesh, L.; Kumar, S.N. Endosymbiotic Bacteria Associated with the Mealy Bug, *Rhizoecus amorphophalli* (Hemiptera: Pseudococcidae). *Int. Sch. Res.* 2014, DOI: 10.1155/2014/268491.
- [34] Molina, C.A.; Vilchez, S. Cooperation and Bacterial Pathogenicity: An Approach to Social Evolution. *Rev. Chil. Hist. Nat.* 2014; 87, 14.
- [35] Gul, H.T.; Saeed, S.; Khan, F.Z.A. Entomopathogenic Fungi as Effective Insect Pest Management Tactic: A Review. *Appl. Sci. Bus. Econ.* 2014; 1(1), 10-18.
- [36] Sevim, A.; Demir, İ.; Demirbağ, Z. Molecular Characterization and Virulence of *Beauveria* spp. from the Pine Processionary Moth, *Thaumetopoea pityocampa* (Lepidoptera: Thaumetopoeidae). *Mycopathologia* 2010; 170, 269-277.



## Strong Domination Number of Some Graphs

Derya Doğan Durgun<sup>1\*</sup>, Berna Lökçü<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Department of Mathematics, Faculty of Art and Science, Celal Bayar University, 45047 Manisa, Turkey,  
derya.dogan@cbu.edu.tr

<sup>2</sup>Department of Mathematics, Faculty of Art and Science, Celal Bayar University, 45047 Manisa, Turkey,  
berna.lkc15@gmail.com

\*Corresponding author

Received: 19<sup>th</sup> November 2015

Accepted: 21<sup>st</sup> December 2015

DOI: <http://dx.doi.org/10.18466/cbujos.21781>

### Abstract

In this paper, we consider strong domination number of  $P_n^k$  and  $C_n^k$ . Let  $G=(V,E)$  be a graph,  $V$  is a vertex set and  $E$  is an edge set of graph  $G$  and  $u,v \in V$ .  $u$  strongly dominates  $v$  and  $v$  weakly dominates  $u$  if (i)  $uv \in E$  and (ii)  $d(u, G) \geq d(v, G)$ . A set  $D \subset V$  is a strong-dominating set (*sd-set*) of  $G$  if every vertex in  $V-D$  is strongly dominated by at least one vertex in  $D$ . The strong domination number  $\gamma_s$  of  $G$  is the minimum cardinality of an *sd-set*.

**Keywords:** Domination Number, Strong Domination Number, Power of a Graph, Networks, *sd-set*

### 1 Introduction

Vulnerability is the most important notion in any communication network. A communication network can be modeled as a graph whose vertices represent the stations and edges represent the lines of communication. A graph  $G$  is denoted by  $G=(V,E)$ , where  $V$  and  $E$  are vertices and edges sets of  $G$ , respectively. In this paper, we only consider finite, undirected graph  $G$  without multiple edges or loops.

In graph theory, many graph parameters have been used widely in the past to describe the stability of a graph. Connectivity, integrity, domination number, etc [1,2]. Domination number is one of the important measures of vulnerability. Domination number and its various types have been studied widely.

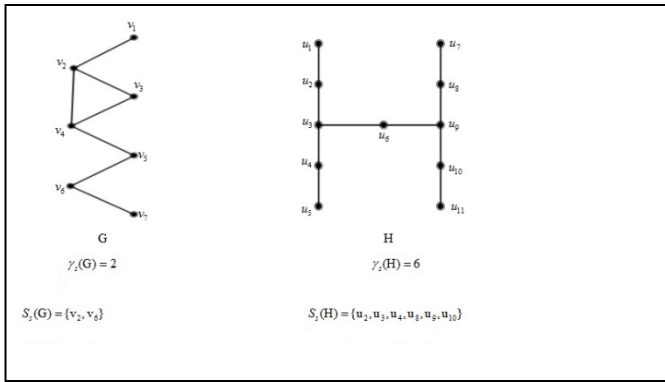
For any vertex  $v \in V$ , the open neighborhood of  $v$  is the set  $N(v) = \{u \in V \mid uv \in E\}$  and the closed neighborhood is the set  $N[v] = N(v) \cup \{v\}$ . For a set  $S \subseteq V$ , the open neighborhood is  $N(S) = \bigcup_{v \in S} N(v)$  and the closed neighborhood is  $N[S] = N(S) \cup S$ . A set  $S \subseteq V$  is a dominating set if  $N[S] = V$ , or equivalently, every vertex in

$V-S$  is adjacent to at least one vertex in  $S$ . The domination number  $\gamma(G)$  is the minimum cardinality of a dominating set in  $G$ , and a dominating set  $S$  of minimum cardinality is called a  $\gamma$ -set of  $G$ .

In this paper, we consider strong domination number of a graph which is defined by Sampathkumar and Latha in 1996 [3]. Let  $u,v \in V$ . Then,  $u$  strongly dominates  $v$  and  $v$  weakly dominates  $u$  if (i)  $uv \in E$  and (ii)  $d(u, G) \geq d(v, G)$ . A set  $D \subset V$  is a strong-dominating set (*sd-set*) of  $G$  if every vertex in  $V-D$  is strongly dominated by at least one vertex in  $D$ . The strong domination number  $\gamma_s$  of  $G$  is the minimum cardinality of an *sd-set*. Throughout this paper, we use  $S(G)$  for *sd-set* of graph  $G$ .

The maximum degree of a graph defined as,  $\Delta(G) = \max\{d(x, G), x \in V\}$ , where  $d(x, G)$  is the degree of a vertex  $x \in V$  in the graph  $G$ . Degree of a vertex is the cardinality of its neighborhood.

Below there are two examples illustrating how to calculate strong domination number of graphs.



**Figure 1.**  $S(G)$ ,  $S(H)$  sets and Strong Domination Numbers

**2 Strong Domination Number of  $P_n^k$  and  $C_n^k$**

The  $k$ -th power  $G^k$  of an undirected graph  $G$  is another graph that has the same set of vertices, but in which two vertices are adjacent when their distance in  $G$  is at most  $k$ . If a graph has diameter  $d$ , then its  $d$ -th power is the complete graph. In this paper, we consider  $P_n^k$  and  $C_n^k$ . Before consider strong domination numbers of these graphs we give some basic results.

**Proposition 2.1.**  $\gamma_s(P_n) = \lceil \frac{n}{3} \rceil$ , where  $P_n$  be the path graph of order  $n$ .

**Proposition 2.2.**  $\gamma_s(C_n) = \lceil \frac{n}{3} \rceil$  where  $C_n$  be the  $n$ -cycle.

**Proposition 2.3.**  $\gamma_s(K_n) = 1$ , where  $K_n$  be the complete graph of order  $n$ .

**Proposition 2.4.**  $\gamma_s(K_{m,n}) = 2$ , where  $K_{m,n}$  be the complete bipartite graph.

**Theorem 1.** Let  $P_n^k$  be the  $k$ -th power of the path graph of order  $n$ . Then,

$$\gamma_s(P_n^k) = \left\lceil \frac{n}{\Delta(P_n^k)+1} \right\rceil = \left\lceil \frac{n}{2k+1} \right\rceil.$$

**Proof.** Maximum degree of the graph  $P_n^k$  is  $\Delta(P_n^k) = 2k$ . A vertex which has maximum degree must be chosen to dominate maximum possible vertices and this vertex dominates  $2k+1$  vertices including itself. There is two cases.

Case 1. If we consider vertices of  $P_n^k$  as a group of  $2k+1$  number of vertices that are neighbours, then we obtain  $n/(2k+1)$  group of vertices. Middle vertex of each vertices group strongly dominates its own vertices group, so middle vertex must be element of  $S(P_n^k)$ . Therefore,  $n/(\Delta(P_n^k)+1)$  number of vertices must be element of  $S(P_n^k)$ , where every vertex of  $P_n^k$  belongs to only one of these groups.

Case 2. If we use previous process, then middle vertex of each vertices group strongly dominates its own vertices group, so middle vertex must be element of  $S(P_n^k)$ , but at most  $\Delta(P_n^k)-1$  number of vertices can not be dominated by these middle vertices. Then, one more vertex must be added to strong domination set to dominate them. Hence,  $\gamma_s(P_n^k) = n/(\Delta(P_n^k)+1)$ . Then, we obtain

$$\gamma_s(P_n^k) = \left\lceil \frac{n}{\Delta(P_n^k)+1} \right\rceil = \left\lceil \frac{n}{2k+1} \right\rceil$$

from these two cases. ■

**Theorem 2.** Let  $C_n^k$  be the  $k$ -th power of the  $n$ -cycle.

Then,  $\gamma_s(C_n^k)$  is equal to

$$\begin{cases} \left\lceil \frac{n}{k+3} \right\rceil, & \frac{n-1}{2} > k \\ 1, & \frac{n-1}{2} \leq k \end{cases}, \text{ when } n \text{ is odd and } n > 3$$

$$\begin{cases} \left\lceil \frac{n}{k+3} \right\rceil, & \frac{n}{2} > k \\ 1, & \frac{n}{2} \leq k \end{cases}, \text{ when } n \text{ is even.}$$

**Proof.** Let  $C_n^k$  be the  $k$ -th power of the  $n$ -cycle. The  $C_n^k$  is the complete graph when  $\Delta(C_n^k) = n-1$  and



$n > 3$ . Obviously, strong domination number of complete graph is 1.

$\Delta(C_n^k) = k+2$ , where  $\frac{n-1}{2} > k$ . A vertex which has maximum degree must be chosen to dominate maximum possible vertices and this vertex dominate  $k+3$  vertices including itself. If we consider vertices of  $C_n^k$  as a group of  $k+3$  number of vertices that are neighbours, then  $\gamma_s(C_n^k)$  is  $\frac{n}{k+3}$  by previous idea. If  $\frac{n-1}{2} \leq k$ , then degree of all vertices of  $C_n^k$  are maximum and  $C_n^k$  is complete graph. Similarly, if  $n$  is even and  $\frac{n}{2} > k$ , then

$\gamma_s(C_n^k) = \left\lceil \frac{n}{k+3} \right\rceil$  and when  $\frac{n}{2} \leq k$ , then  $C_n^k$  is complete graph, so  $\gamma_s(C_n^k) = 1$ .

Consequently,  $\gamma_s(C_n^k)$  is equal to

$$\begin{cases} \left\lceil \frac{n}{k+3} \right\rceil, & \frac{n-1}{2} > k \\ 1, & \frac{n-1}{2} \leq k \end{cases}, \text{ where } n \text{ is odd and } n > 3$$

$$\begin{cases} \left\lceil \frac{n}{k+3} \right\rceil, & \frac{n}{2} > k \\ 1, & \frac{n}{2} \leq k \end{cases}, \text{ where } n \text{ is even.}$$

### 3 Conclusion

In this paper, we give strong domination number of well-known graphs which are given by propositions. We consider strong domination number of  $P_n^k$  and  $C_n^k$ . For further study, we it is planned to check strong and weak dominations number of other graph classes.

### 4 References

[1] Barefoot, C.A.; Entringer, R.; Swart, H. Vulnerability in graphs a comparative survey, Journal of Combinatorial Mathematics and Combinatorial Computing. 1987; 1, 12-22.  
 [2] Haynes, T.W.; Hedetniemi, S.T.; Slater, P.J. Fundamentals of Domination in Graphs, Marcel Dekker, New York, 1998.

[3] Haynes, T.W.; Hedetniemi, S.T.; Slater, P.J. (Eds.), Domination in Graphs, Advanced Topics, Marcel Dekker, New York, 1998.  
 [4] Sampathkumar, E.; Latha L. P. Strong weak domination and domination balance in a graph, Discrete Mathematics. 1996; 161(13), 235-242.  
 [5] Rautenbach, D. Bounds on the strong domination number, Discrete Mathematics. 2000; 215, pp. 201-212.  
 [6] Rautenbach, D. Bounds on the weak domination number, Australasian Journal of Combinatorics. 1998; 18, 245-251.  
 [7] Domke G. S.; Hattingh J. H.; Markus L. R.; Ungerer E. On parameters related to strong and weak domination in graphs, Discrete Mathematics. 2002; 258, 1-11.



# Smarandache Curves of a Spacelike Curve lying on Unit dual Lorentzian Sphere $\tilde{S}_1^2$

Tanju KAHRAMAN<sup>1\*</sup>, Hasan Hüseyin UĞURLU<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Celal Bayar University, Department of Mathematics, Faculty of Science and Arts, Manisa, Türkiye,  
tanju.kahraman@cbu.edu.tr

<sup>2</sup>Gazi University, Gazi Education Faculty, Department of Mathematics Education, Ankara, Türkiye,  
hugurlu@gazi.edu.tr

\*Corresponding author / İletişimden sorumlu yazar

Received: 8<sup>th</sup> July 2015

Accepted: 14<sup>th</sup> December 2015

DOI: <http://dx.doi.org/10.18466/cbujos.11586>

## Abstract

In this paper, we give Darboux approximation for dual Smarandache curves of spacelike curve on unit dual Lorentzian sphere  $\tilde{S}_1^2$ . Firstly, we define the types of dual Smarandache curves of a spacelike curve  $\tilde{\alpha}(s)$  lying on dual Lorentzian sphere  $\tilde{S}_1^2$ . Then, we obtain the relationships between the dual curvatures of spacelike curve  $\tilde{\alpha}(s)$  and its dual Smarandache curves. Finally, we give an example for Smarandache curves of a spacelike curve on unit dual Lorentzian sphere  $\tilde{S}_1^2$ .

**Keywords** – Darboux approach, E. Study Mapping, Smarandache curve, Unit dual Lorentzian sphere.

## $\tilde{S}_1^2$ Birim Dual Lorenziyen Küre Üzerindeki Spacelike Bir Eğrinin Smarandache Eğrileri

### Özet

Bu çalışmada  $\tilde{S}_1^2$  birim dual Lorenziyen küre üzerindeki spacelike bir eğrinin Darboux yaklaşımını vereceğiz. İlk olarak, birim dual Lorenziyen küre üzerindeki bir  $\tilde{\alpha}(s)$  eğrisinin dual Smarandache eğri tiplerini tanımlarız. Daha sonra, bu  $\tilde{\alpha}(s)$  dual eğri ve dual Smarandache eğrilerinin dual eğrilikleri arasındaki ilişkileri elde ederiz. Son olarak,  $\tilde{S}_1^2$  üzerindeki bir dual spacelike eğrinin dual Smarandache eğrileri için bir örnek veririz.

**Anahtar Kelimeler** – Darboux Yaklaşımı, E. Study Dönüşümü, Smarandache eğri, Birim dual Lorenziyen küre.

## 1 Introduction

In the dual Lorentzian space  $D_1^3$ , a differentiable spacelike curve lying fully on unit dual Lorentzian sphere  $\tilde{S}_1^2$  represents a timelike ruled surface which is

a surface generated by moving of a spacelike line  $L$  along a curve  $\alpha(s)$  in  $E_1^3$  and has the parametrization  $\tilde{\varphi}(s,u) = \tilde{\alpha}(s) + u\tilde{l}(s)$ , where  $\tilde{\alpha}(s)$  is called generating curve and  $\tilde{l}(s)$ , the direction of the space-

like line  $L$ , is called ruling.

In the study of the fundamental theory and the characterizations of space curves, the special curves are an important problem. The most mathematicians studied the special curves such as Mannheim curves and Bertrand curves. Recently, a new special curve which is called Smarandache curve is defined by Turgut and Yılmaz in Minkowski space-time [9]. Ali have studied Smarandache curves in the Euclidean 3-space  $E^3$  [1]. Then, Kahraman and Uğurlu have studied dual Smarandache curves of lying curves on unit dual sphere  $\tilde{S}^2$  in dual space  $D^3$  [5].

In this paper, we give Darboux approximation for dual Smarandache curves of spacelike curve on unit dual Lorentzian sphere  $\tilde{S}_l^2$ . Firstly, we define the types of dual Smarandache curves of a dual spacelike curve  $\tilde{\alpha}(s)$  on  $\tilde{S}_l^2$ . Then, we obtain the relationships between the dual curvatures of dual spacelike curve  $\tilde{\alpha}(s)$  and its dual Smarandache curves. Finally, we give an example for Smarandache curves of a spacelike curve on unit dual Lorentzian sphere  $\tilde{S}_l^2$ .

## 2 Preliminaries

Let  $\square_1^3$  be a 3-dimensional Minkowski space over the field of real numbers  $\square$  with the Lorentzian inner product  $\langle , \rangle$  given by  $\langle \vec{a}, \vec{a} \rangle = -a_1b_1 + a_2b_2 + a_3b_3$ , where  $\vec{a} = (a_1, a_2, a_3)$  and  $\vec{b} = (b_1, b_2, b_3) \in \square_1^3$ . A vector  $\vec{a} = (a_1, a_2, a_3)$  of  $\square_1^3$  is said to be timelike if  $\langle \vec{a}, \vec{a} \rangle < 0$ , spacelike if  $\langle \vec{a}, \vec{a} \rangle > 0$  or  $\vec{a} = 0$ , and lightlike (null) if  $\langle \vec{a}, \vec{a} \rangle = 0$  and  $\vec{a} \neq 0$ . Similarly, an arbitrary curve  $\vec{\alpha}(s)$  in  $\square_1^3$  is spacelike, timelike or lightlike (null), if all of its velocity vectors  $\vec{\alpha}'(s)$  are spacelike, timelike or lightlike (null), respectively [7]. The norm of a vector  $\vec{a}$  is defined by  $\|\vec{a}\| = \sqrt{|\langle \vec{a}, \vec{a} \rangle|}$ . Now, let  $\vec{a} = (a_1, a_2, a_3)$  and  $\vec{b} = (b_1, b_2, b_3)$  be two vectors in  $\square_1^3$ . Then the Lorentzian cross product of  $\vec{a}$  and  $\vec{b}$  is given by  $\vec{a} \times \vec{b} = (a_2b_3 - a_3b_2, a_1b_3 - a_3b_1, a_2b_1 - a_1b_2)$ . By using this definition it can be easily shown that  $\langle \vec{a} \times \vec{b}, \vec{c} \rangle = -\det(\vec{a}, \vec{b}, \vec{c})$  [11].

The sets of the unit timelike and unit spacelike vectors are called hyperbolic unit sphere and Lorentzian unit sphere, respectively, and denoted by  $H_0^2 = \{ \vec{a} = (a_1, a_2, a_3) \in \square_1^3 : \langle \vec{a}, \vec{a} \rangle = -1 \}$  and  $S_1^2 = \{ \vec{a} = (a_1, a_2, a_3) \in \square_1^3 : \langle \vec{a}, \vec{a} \rangle = 1 \}$ , respectively [11].

Let  $D = \square \times \square = \{ \vec{a} = (a, a^*) : a, a^* \in \square \}$  be the set of pairs  $(a, a^*)$ . For  $\vec{a} = (a, a^*)$ ,  $\vec{b} = (b, b^*) \in D$  the following operations are defined on  $D$ :

$$\text{Equality} \quad : \vec{a} = \vec{b} \Leftrightarrow a = b, a^* = b^*$$

$$\text{Addition} \quad : \vec{a} + \vec{b} = (a + b, a^* + b^*)$$

$$\text{Multiplication} \quad : \vec{a}\vec{b} = (ab, ab^* + a^*b)$$

Then the element  $\varepsilon = (0, 1) \in D$  satisfies following relationships  $\varepsilon \neq 0$ ,  $\varepsilon^2 = 0$ ,  $\varepsilon 1 = 1\varepsilon = \varepsilon$ .

Let consider the element  $\vec{a} \in D$  of the form  $\vec{a} = (a, 0)$ . Then the mapping  $f : D \rightarrow \square$ ,  $f(a, 0) = a$  is an isomorphism. So, we can write  $a = (a, 0)$ . By the multiplication rule we have that  $\vec{a} = a + \varepsilon a^*$ . Then  $\vec{a} = a + \varepsilon a^*$  is called dual number and  $\varepsilon$  is called unit dual. Thus the set of dual numbers is given by  $D = \{ \vec{a} = a + \varepsilon a^* : a, a^* \in \square, \varepsilon^2 = 0 \}$ . The set  $D$  forms a commutative group under addition. The associative laws hold for multiplication. Dual numbers are distributive and form a ring over the real number field [4].

Dual function of dual number presents a mapping of a dual numbers space on itself. Properties of dual functions were thoroughly investigated by Dimentberg [3]. He derived the general expression for dual analytic (differentiable) function as follows  $f(\vec{x}) = f(x + \varepsilon x^*) = f(x) + \varepsilon x^* f'(x)$ , where  $f'(x)$  is derivative of  $f(x)$  and  $x, x^* \in \square$ . This definition allows us to write the dual forms of some well-known functions as follows

$$\begin{cases} \cosh(\vec{x}) = \cosh(x + \varepsilon x^*) = \cosh(x) + \varepsilon x^* \sinh(x), \\ \sinh(\vec{x}) = \sinh(x + \varepsilon x^*) = \sinh(x) + \varepsilon x^* \cosh(x). \end{cases}$$

Let  $D^3 = D \times D \times D$  be the set of all triples of dual numbers, i.e.,  $D^3 = \{ \vec{a} = (\vec{a}_1, \vec{a}_2, \vec{a}_3) : \vec{a}_i \in D, i = 1, 2, 3 \}$ . Then the

set  $D^3$  is called dual space. The elements of  $D^3$  are called dual vectors [2,4]. Similar to the dual numbers, a dual vector  $\tilde{a}$  may be expressed in the form  $\tilde{a} = \vec{a} + \varepsilon \vec{a}^* = (\vec{a}, \vec{a}^*)$ , where  $\vec{a}$  and  $\vec{a}^*$  are the vectors of real space  $\square^3$ . Then for any vectors  $\tilde{a} = \vec{a} + \varepsilon \vec{a}^*$  and  $\tilde{b} = \vec{b} + \varepsilon \vec{b}^*$  of  $D^3$ , scalar product and cross product are defined by  $\langle \tilde{a}, \tilde{b} \rangle = \langle \vec{a}, \vec{b} \rangle + \varepsilon (\langle \vec{a}, \vec{b}^* \rangle + \langle \vec{a}^*, \vec{b} \rangle)$  and  $\tilde{a} \times \tilde{b} = \vec{a} \times \vec{b} + \varepsilon (\vec{a} \times \vec{b}^* + \vec{a}^* \times \vec{b})$ , where  $\langle \vec{a}, \vec{b} \rangle$  and  $\vec{a} \times \vec{b}$  are inner product and cross product of the vectors  $\vec{a}$  and  $\vec{b}$  in  $\square^3$ , respectively.

The norm of a dual vector  $\tilde{a}$  is given by  $\|\tilde{a}\| = \|\vec{a}\| + \varepsilon \frac{\langle \vec{a}, \vec{a}^* \rangle}{\|\vec{a}\|}$ , ( $\vec{a} \neq 0$ ).

A dual vector  $\tilde{a}$  with the norm  $1 + \varepsilon 0$  is called unit dual vector. The set of unit dual vectors is given by  $\tilde{S}^2 = \{ \tilde{a} = (\vec{a}_1, \vec{a}_2, \vec{a}_3) \in D^3 : \langle \tilde{a}, \tilde{a} \rangle = 1 + \varepsilon 0 \}$  and called unit dual sphere (For details [2,4,12]).

The Lorentzian inner product of two dual vectors  $\tilde{a} = \vec{a} + \varepsilon \vec{a}^*$ ,  $\tilde{b} = \vec{b} + \varepsilon \vec{b}^* \in D^3$  is defined by  $\langle \tilde{a}, \tilde{b} \rangle = \langle \vec{a}, \vec{b} \rangle + \varepsilon (\langle \vec{a}, \vec{b}^* \rangle + \langle \vec{a}^*, \vec{b} \rangle)$ , where  $\langle \vec{a}, \vec{b} \rangle$  is the Lorentzian inner product of the vectors  $\vec{a}$  and  $\vec{b}$  in the Minkowski 3-space  $\square_1^3$ . Then a dual vector  $\tilde{a} = \vec{a} + \varepsilon \vec{a}^*$  is said to be timelike if  $\vec{a}$  is timelike, spacelike if  $\vec{a}$  is spacelike or  $\vec{a} = 0$  and lightlike (null) if  $\vec{a}$  is lightlike (null) and  $\vec{a} \neq 0$  [10].

The set of all dual Lorentzian vectors is called dual Lorentzian space and it is defined by  $D_1^3 = \{ \tilde{a} = \vec{a} + \varepsilon \vec{a}^* : \vec{a}, \vec{a}^* \in \square_1^3 \}$ .

The Lorentzian cross product of dual vectors  $\tilde{a}, \tilde{b} \in D_1^3$  is defined by  $\tilde{a} \times \tilde{b} = \vec{a} \times \vec{b} + \varepsilon (\vec{a} \times \vec{b}^* + \vec{a}^* \times \vec{b})$ , where  $\vec{a} \times \vec{b}$  is the Lorentzian cross product in  $\square_1^3$ .

Let  $\tilde{a} = \vec{a} + \varepsilon \vec{a}^* \in D_1^3$ . Then  $\tilde{a}$  is said to be dual timelike (resp. spacelike) unit vector if the vectors  $\vec{a}$  and  $\vec{a}^*$  satisfy the following equations:  $\langle \vec{a}, \vec{a} \rangle = -1$  (resp.  $\langle \vec{a}, \vec{a} \rangle = 1$ ),  $\langle \vec{a}, \vec{a}^* \rangle = 0$ .

The set of all dual timelike unit vectors is called the

dual hyperbolic unit sphere, and is denoted by  $\tilde{H}_0^2$ ,

$$\tilde{H}_0^2 = \{ \tilde{a} = (\vec{a}_1, \vec{a}_2, \vec{a}_3) \in D_1^3 : \langle \tilde{a}, \tilde{a} \rangle = -1 + \varepsilon 0 \}$$

Similarly, the set of all dual spacelike unit vectors is called the dual Lorentzian unit sphere, and is denoted by  $\tilde{S}_1^2, \tilde{S}_1^2 = \{ \tilde{a} = (\vec{a}_1, \vec{a}_2, \vec{a}_3) \in D_1^3 : \langle \tilde{a}, \tilde{a} \rangle = 1 + \varepsilon 0 \}$ . (For details see [10]).

### 3 Dual Representation and Dual Darboux Frame of a Spacelike Ruled Surface with Space-like Ruling

In the Minkowski 3-space  $\square_1^3$ , there exists a one-to-one correspondence between the spacelike vectors of unit dual Lorentzian sphere  $\tilde{S}_1^2$  and the directed spacelike lines of the Minkowski space  $\square_1^3$  [10]. This correspondence is known as E. Study Mapping. By the aid of this correspondence, the geometry of timelike ruled surfaces is represented by the geometry of dual spacelike curves lying on the unit dual Lorentzian sphere  $\tilde{S}_1^2$ .

Let now  $(\tilde{e})$  be a dual spacelike curve lying on  $\tilde{S}_1^2$  represented by the unit dual spacelike vector  $\tilde{e}(u) = \vec{e}(u) + \varepsilon \vec{e}^*(u)$ . Then, the given dual curve  $(\tilde{e})$  corresponding to the timelike ruled surface  $\varphi_e = \vec{c}(s) + v\vec{e}(s)$  may be represented by  $\tilde{e}(s) = \vec{e} + \varepsilon \vec{c} \times \vec{e}$ , where  $\langle \vec{e}, \vec{e} \rangle = -1$ ,  $\langle \vec{e}', \vec{e}' \rangle = 1$ ,  $\langle \vec{c}', \vec{e}' \rangle = 0$  and  $\vec{c}$  is the position vector of the striction curve.

The derivatives of the vectors of dual frame  $\{ \tilde{e}, \tilde{t}, \tilde{g} \}$  of a timelike ruled surface are given as follows,

$$\frac{d\tilde{e}}{ds} = \tilde{t}, \quad \frac{d\tilde{t}}{ds} = -\tilde{e} + \bar{\gamma} \tilde{g}, \quad \frac{d\tilde{g}}{ds} = \bar{\gamma} \tilde{t}, \quad (1)$$

and called dual Darboux formulae of timelike ruled surface  $\tilde{e}$  (or  $\varphi_e$ ). Then the dual Darboux vector of the trihedron is  $\tilde{d} = \bar{\gamma} \tilde{e} - \tilde{g}$ .

Dual curvature of the ruled surface is

$$\bar{\gamma} = \gamma + \varepsilon (\delta + \gamma \Delta) \quad (2)$$

where  $\gamma$  is conical curvature,  $\Delta = \det(\vec{c}', \vec{e}, \vec{t})$  and  $\delta = \langle \vec{c}', \vec{e} \rangle$ .

The functions  $\gamma(s)$ ,  $\delta(s)$  and  $\Delta(s)$  are the invariants of the timelike ruled surface  $\varphi_e$ . They determine the timelike ruled surface uniquely up to its position in the space. For example, if  $\delta = \Delta = 0$  we have  $\vec{c}$  is constant. It means that the timelike ruled surface  $\varphi_e$  is a timelike cone.

Dual radius of curvature of dual spacelike curve lying on  $\tilde{S}_1^2$  (timelike ruled surface)  $\tilde{e}(s)$  is can be calculated analogous to common Lorentzian differential geometry of curves as follows

$$\bar{R} = \frac{\left\| \frac{d\tilde{e}}{ds} \right\|^3}{\left\| \frac{d\tilde{e}}{ds} \times \frac{d^2\tilde{e}}{ds^2} \right\|} = \frac{1}{\sqrt{|\bar{\gamma}^2 - 1|}}. \tag{3}$$

The unit vector  $\tilde{d}_o$  with the same sense as the Darboux vector  $\tilde{d} = \bar{\gamma}\tilde{e} - \tilde{g}$  is given by

$$\tilde{d}_o = \frac{\bar{\gamma}}{\sqrt{|\bar{\gamma}^2 - 1|}} \tilde{e} - \frac{1}{\sqrt{|\bar{\gamma}^2 - 1|}} \tilde{g}. \tag{4}$$

Then, the dual angle between  $\tilde{d}_o$  and  $\tilde{e}$  satisfies the followings,

$$\cosh \bar{\rho} = \frac{\bar{\gamma}}{\sqrt{1 + \bar{\gamma}^2}}, \quad \sinh \bar{\rho} = \frac{-1}{\sqrt{|\bar{\gamma}^2 - 1|}} \tag{5}$$

where  $\bar{\rho}$  is the dual spherical radius of curvature. Hence,

$$\bar{R} = -\sinh \bar{\rho} \quad \text{and} \quad \bar{\gamma} = -\coth \bar{\rho}, \tag{6}$$

[8].

#### 4 Smarandache Curves of a Spacelike Curve lying on $\tilde{S}_1^2$

In this section, we first define the four different types of the Smarandache curves of a dual spacelike curve lying on unit dual Lorentzian sphere in  $D_1^3$ . Then by the aid of dual Darboux frame, we give the characterizations between these dual spacelike curve  $\tilde{\alpha}(\bar{s})$  (or timelike ruled surfaces) and its Smarandache curves. Since dual spherical curves correspond to timelike or spacelike ruled surfaces, the dual Smarandache curves can be also called Smarandache ruled surfaces. Then, using the found results and relationships we study the developable of the corresponding ruled surface and its

Smarandache ruled surface.

#### 4.1. Smarandache $\tilde{e}\tilde{g}$ -curves of a spacelike curve lying on $\tilde{S}_1^2$

**Definition 4.1.** Let  $\tilde{\alpha} = \tilde{\alpha}(\bar{s})$  be a unit speed regular dual spacelike curve lying fully on unit dual Lorentzian sphere  $\tilde{S}_1^2$  and  $\{\tilde{e}, \tilde{t}, \tilde{g}\}$  be its moving dual Darboux frame. The dual Smarandache curves defined by

$$\text{i) } \tilde{\alpha}_1 = \tilde{e} + \sqrt{2} \tilde{g} \quad \text{ii) } \tilde{\alpha}_2 = \sqrt{2} \tilde{e} + \tilde{g}$$

are called the dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{g}$ -curves of dual spacelike curve  $\tilde{\alpha}$ . Dual curves  $\tilde{\alpha}_1$  and  $\tilde{\alpha}_2$  fully lies on  $\tilde{H}_0^2$  and  $\tilde{S}_1^2$ , respectively.

Now we can give the relationships between  $\tilde{\alpha}$  and its dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{g}$ -curves as follows.

**Theorem 4.1.** Let  $\tilde{\alpha} = \tilde{\alpha}(\bar{s})$  be a unit speed regular dual spacelike curve lying on unit dual Lorentzian sphere  $\tilde{S}_1^2$ . Then the relationships between the dual Darboux frames of  $\tilde{\alpha}$  and its dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{g}$ -curves are given by

$$\begin{aligned} \text{i) } \begin{pmatrix} \tilde{e}_1 \\ \tilde{t}_1 \\ \tilde{g}_1 \end{pmatrix} &= \begin{pmatrix} 1 & 0 & \sqrt{2} \\ 0 & 1 & 0 \\ -\sqrt{2} & 0 & -1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \tilde{e} \\ \tilde{t} \\ \tilde{g} \end{pmatrix} \\ \text{ii) } \begin{pmatrix} \tilde{e}_2 \\ \tilde{t}_2 \\ \tilde{g}_2 \end{pmatrix} &= \begin{pmatrix} \sqrt{2} & 0 & 1 \\ 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & \sqrt{2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \tilde{e} \\ \tilde{t} \\ \tilde{g} \end{pmatrix} \end{aligned} \tag{7}$$

where  $\bar{\gamma}$  is as given in (2).

**Proof. i)** Let us investigate the dual Darboux frame fields of dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{g}$ -curve according to  $\tilde{\alpha} = \tilde{\alpha}(\bar{s})$ . Since  $\tilde{\alpha}_1 = \tilde{e}_1$ , we have

$$\tilde{e}_1 = \tilde{e} + \sqrt{2} \tilde{g} \tag{8}$$

Differentiating (8) with respect to  $\bar{s}$ , we get

$$\frac{d\tilde{e}_1}{d\bar{s}} = \frac{d\tilde{e}_1}{d\bar{s}_1} \cdot \frac{d\bar{s}_1}{d\bar{s}} = \tilde{t}_1 \cdot \frac{d\bar{s}_1}{d\bar{s}} = (1 - \sqrt{2}\bar{\gamma})\tilde{t}$$

and hence

$$\tilde{t}_1 = \tilde{t} \tag{9}$$

where  $\frac{d\bar{s}_1}{d\bar{s}} = 1 - \sqrt{2}\bar{\gamma}$ . Thus, since  $-\tilde{g}_1 = \tilde{e}_1 \times \tilde{t}_1$ , we

have

$$\tilde{g}_1 = -\sqrt{2}\tilde{e} - \tilde{g}. \tag{10}$$

From (8)-(10) we have (7).

The proof of the statement (ii) can be given by the same way of the proof of statement (i).

**Theorem 4.2.** The relationships between the dual Darboux formulae of dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{g}$ -curves and dual Darboux frame of  $\tilde{\alpha}$  are as follows

$$\text{i) } \begin{pmatrix} \frac{d\tilde{e}_1}{d\tilde{s}_1} \\ \frac{d\tilde{t}_1}{d\tilde{s}_1} \\ \frac{d\tilde{g}_1}{d\tilde{s}_1} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 1-\sqrt{2}\bar{\gamma} & 0 & \bar{\gamma} \\ 0 & \frac{\bar{\gamma}-\sqrt{2}}{1-\sqrt{2}\bar{\gamma}} & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \tilde{e} \\ \tilde{t} \\ \tilde{g} \end{pmatrix} \tag{11}$$

$$\text{ii) } \begin{pmatrix} \frac{d\tilde{e}_2}{d\tilde{s}_2} \\ \frac{d\tilde{t}_2}{d\tilde{s}_2} \\ \frac{d\tilde{g}_2}{d\tilde{s}_2} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ -1 & 0 & \bar{\gamma} \\ 0 & \frac{1+\sqrt{2}\bar{\gamma}}{\sqrt{2}+\bar{\gamma}} & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \tilde{e} \\ \tilde{t} \\ \tilde{g} \end{pmatrix}$$

**Proof. i)** Differentiating (8), (9) and (10) with respect to  $\tilde{s}$ , we have the desired equation (11).

The proof of the statement (ii) can be given by the same way of the proof of statement (i).

**Theorem 4.3.** Let  $\tilde{\alpha} = \tilde{\alpha}(\tilde{s})$  be a unit speed regular dual spacelike curve on unit dual Lorentzian sphere  $\tilde{S}_1^2$ . Then the relationships between the dual curvatures of  $\tilde{\alpha}$  and its dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{g}$ -curves are given by

$$\text{i) } \bar{\gamma}_1 = \frac{\bar{\gamma}-\sqrt{2}}{1-\sqrt{2}\bar{\gamma}} \quad \text{ii) } \bar{\gamma}_2 = \frac{1+\sqrt{2}\bar{\gamma}}{\sqrt{2}+\bar{\gamma}}. \tag{12}$$

**Proof. i)** Since  $\frac{d\tilde{g}_1}{d\tilde{s}_1} = \bar{\gamma}_1 \tilde{t}_1$ , from (9) and (11), we get dual curvature of the curve  $\tilde{\alpha}_1(\tilde{s}_1)$  as follows

$$\bar{\gamma}_1 = \frac{\bar{\gamma}-\sqrt{2}}{1-\sqrt{2}\bar{\gamma}}.$$

The proof of the statement (ii) can be given by the same way of the proof of statement (i).

**Corollary 4.1.** The instantaneous Darboux vector of dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{g}$ -curves are given by

$$\text{i) } \tilde{d}_1 = \frac{-\bar{\gamma}}{1-\sqrt{2}\bar{\gamma}}\tilde{e} - \frac{1}{1-\sqrt{2}\bar{\gamma}}\tilde{g} \tag{13}$$

$$\text{ii) } \tilde{d}_2 = \frac{\bar{\gamma}}{\sqrt{2}+\bar{\gamma}}\tilde{e} - \frac{1}{\sqrt{2}+\bar{\gamma}}\tilde{g}.$$

**Proof: i)** It is known that the dual instantaneous Darboux vector of dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{g}$ -curve is  $\tilde{d}_1 = \bar{\gamma}_1\tilde{e}_1 - \tilde{g}_1$ . Then, from (8), (10) and (12) we have (13).

The proof of the statement (ii) can be given by the same way of the proof of statement (i).

**Theorem 4.4.** Let  $\tilde{\alpha}(\tilde{s}) = \tilde{\alpha}$  be a unit speed regular dual spacelike curve on unit dual Lorentzian sphere  $\tilde{S}_1^2$ . If the ruled surface corresponding to dual spacelike curve  $\tilde{\alpha}$  is developable then the ruled surfaces corresponding to dual Smarandache curves are also developable if and only if

$$\text{i) } \delta_1 = \frac{-\delta}{(1-\sqrt{2}\gamma)^2} \quad \text{ii) } \delta_2 = \frac{\delta}{(\sqrt{2}+\gamma)^2}.$$

**Proof. i)** From (2) we have

$$\bar{\gamma} = \gamma + \varepsilon(\delta + \gamma\Delta) \quad \bar{\gamma}_1 = \gamma_1 + \varepsilon(\delta_1 + \gamma_1\Delta_1)$$

Then substituting these equalities into to equation (12) and separating its real and dual components, we have

$$\gamma_1 + \varepsilon(\delta_1 + \gamma_1\Delta_1) = \frac{\gamma-\sqrt{2}}{1-\sqrt{2}\gamma} - \varepsilon \frac{\delta + \gamma\Delta}{(1-\sqrt{2}\gamma)^2}$$

Since the ruled surface corresponding to dual hyperbolic curve  $\tilde{\alpha}$  is developable,  $\Delta = 0$ . Hence,

$$\delta_1 + \gamma_1\Delta_1 = \frac{-\delta}{(1-\sqrt{2}\gamma)^2}.$$

Thus, the ruled surfaces corresponding to dual Smarandache curves are developable if and only if

$$\delta_1 = \frac{-\delta}{(1-\sqrt{2}\gamma)^2}.$$

The proof of the statement (ii) can be given by the

same way of the proof of statement (i).

**Theorem 4.5.** The relationships between the radius of dual curvature of dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{g}$ -curves and the dual curvature of  $\tilde{\alpha}$  are given by

$$\text{i) } \bar{R}_1 = \frac{|1 - \sqrt{2}\bar{\gamma}|}{\sqrt{|\bar{\gamma}^2 - 1|}} \quad \text{ii) } \bar{R}_2 = \frac{|\sqrt{2} + \bar{\gamma}|}{\sqrt{|\bar{\gamma}^2 - 1|}}. \quad (14)$$

**Proof.** i) Substituting equation (12) into to equation (3), the radius of dual curvature is

$$\bar{R}_1 = \frac{1}{\sqrt{\left|1 - \left(\frac{\bar{\gamma} - \sqrt{2}}{1 - \sqrt{2}\bar{\gamma}}\right)^2\right|}} = \frac{|1 - \sqrt{2}\bar{\gamma}|}{\sqrt{\left|(1 - \sqrt{2}\bar{\gamma})^2 - (\bar{\gamma} - \sqrt{2})^2\right|}}$$

$$\text{Then, } \bar{R}_1 = \frac{|1 - \sqrt{2}\bar{\gamma}|}{\sqrt{|\bar{\gamma}^2 - 1|}}.$$

The proof of the statement (ii) can be given by the same way of the proof of statement (i).

In the following sections we define dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{t}$ ,  $\tilde{t}\tilde{g}$  and  $\tilde{e}\tilde{t}\tilde{g}$  curves. The proofs of the theorems and corollaries of these sections can be given by using the similar way used in previous section.

**4.2. Smarandache  $\tilde{e}\tilde{t}$ -curves of a spacelike curve lying on  $\tilde{S}_1^2$**

**Definition 4.2.** Let  $\tilde{\alpha}(\bar{s}) = \tilde{\alpha}$  be a unit speed regular dual spacelike curve lying fully on unit dual Lorentzian sphere and  $\{\tilde{e}, \tilde{t}, \tilde{g}\}$  be its moving Darboux frame.

The dual curve  $\tilde{\alpha}_3$  defined by

$$\tilde{\alpha}_3 = \frac{1}{\sqrt{2}}(\tilde{e} + \tilde{t})$$

is called the dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{t}$ -curve of  $\tilde{\alpha}$  and fully lies on  $\tilde{S}_1^2$ . Then the ruled surface corresponding to  $\tilde{\alpha}_3$  is called the Smarandache  $\tilde{e}\tilde{t}$ -ruled surface of the surface corresponding to dual spacelike curve  $\tilde{\alpha}$ .

Now we can give the relationships between  $\tilde{\alpha}$  and its dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{t}$ -curve  $\tilde{\alpha}_3$  as follows.

**Theorem 4.7.** Let  $\tilde{\alpha}(\bar{s}) = \tilde{\alpha}$  be a unit speed regular dual spacelike curve lying on unit dual Lorentzian sphere  $\tilde{S}_1^2$ . Then the relationships between the dual Darboux frames of  $\tilde{\alpha}$  and its dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{t}$ -curve  $\tilde{\alpha}_3$  are given by

$$\begin{pmatrix} \tilde{e}_3 \\ \tilde{t}_3 \\ \tilde{g}_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{1}{\sqrt{2}} & \frac{1}{\sqrt{2}} & 0 \\ -1 & 1 & \bar{\gamma} \\ \frac{-\bar{\gamma}}{\sqrt{4-2\bar{\gamma}^2}} & \frac{\bar{\gamma}}{\sqrt{4-2\bar{\gamma}^2}} & \frac{2}{\sqrt{4-2\bar{\gamma}^2}} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \tilde{e} \\ \tilde{t} \\ \tilde{g} \end{pmatrix}.$$

**Theorem 4.8.** Let  $\tilde{\alpha}(\bar{s}) = \tilde{\alpha}$  be a unit speed regular dual spacelike curve on unit dual Lorentzian sphere  $\tilde{S}_1^2$ . Then according to dual Darboux frame of  $\tilde{\alpha}$ , the dual Darboux formulae of dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{t}$ -curve  $\tilde{\alpha}_3$  are as follows

$$\begin{pmatrix} \frac{d\tilde{e}_3}{ds_3} \\ \frac{d\tilde{t}_3}{ds_3} \\ \frac{d\tilde{g}_3}{ds_3} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{-1}{\sqrt{2-\bar{\gamma}^2}} & \frac{1}{\sqrt{2-\bar{\gamma}^2}} & \frac{\bar{\gamma}}{\sqrt{2-\bar{\gamma}^2}} \\ \frac{-2\sqrt{2} + \sqrt{2}\bar{\gamma}^2 - \sqrt{2}\bar{\gamma}\bar{\gamma}'}{(2-\bar{\gamma}^2)^2} & \frac{\sqrt{2}\bar{\gamma}\bar{\gamma}' - \sqrt{2}\bar{\gamma}^4 + 3\sqrt{2}\bar{\gamma}^2 - 2\sqrt{2}}{(2-\bar{\gamma}^2)^2} & \frac{2\sqrt{2}\bar{\gamma}' + 2\sqrt{2}\bar{\gamma} - \sqrt{2}\bar{\gamma}^3}{(2-\bar{\gamma}^2)^2} \\ \frac{2\bar{\gamma}' - 2\bar{\gamma} + \bar{\gamma}^3}{(2-\bar{\gamma}^2)^2} & \frac{2\bar{\gamma}' + 2\bar{\gamma} - \bar{\gamma}^3}{(2-\bar{\gamma}^2)^2} & \frac{2\bar{\gamma}\bar{\gamma}' + 2\bar{\gamma}^2 - \bar{\gamma}^4}{(2-\bar{\gamma}^2)^2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \tilde{e} \\ \tilde{t} \\ \tilde{g} \end{pmatrix}.$$

**Theorem 4.9.** Then the relationship between the dual curvatures of  $\tilde{\alpha}$  and its dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{t}$ -curve  $\tilde{\alpha}_3$  is given by

$$\bar{\gamma}_3 = \frac{2\bar{\gamma}' + 2\bar{\gamma} - \bar{\gamma}^3}{(2-\bar{\gamma}^2)^{3/2}}.$$

**Corollary 4.2.** Relationship between the dual curvatures of  $\tilde{\alpha}$  and Instantaneous Darboux vector of dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{t}$ -curve is given by

$$\tilde{d}_3 = \frac{2\bar{\gamma}' + 4\bar{\gamma} - 2\bar{\gamma}^3}{\sqrt{2}(2-\bar{\gamma}^2)^{3/2}} \tilde{e} + \frac{2\bar{\gamma}'}{\sqrt{2}(2-\bar{\gamma}^2)^{3/2}} \tilde{t} - \frac{\sqrt{2}}{\sqrt{2-\bar{\gamma}^2}} \tilde{g}.$$



**Theorem 4.10.** Let  $\tilde{\alpha}(\bar{s}) = \tilde{\alpha}$  be a unit speed regular spacelike curve on unit dual Lorentzian sphere  $\tilde{S}_1^2$ . If the ruled surface corresponding to dual spacelike curve  $\tilde{\alpha}$  is developable then the ruled surface corresponding to dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{t}$ -curve is also developable if and only if

$$\delta_3 = \frac{\delta(6\gamma\gamma' - 2\gamma^2 + 4)}{(2 - \gamma^2)^{5/2}} + \frac{2\delta'}{(2 - \gamma^2)^{3/2}}.$$

**Theorem 4.11.** The relationship between the radius of dual curvature of dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{t}$ -curves and the dual curvature of  $\tilde{\alpha}$  is given by

$$\bar{R}_3 = \frac{|(2 - \bar{\gamma}^2)^{3/2}|}{\sqrt{|(2\bar{\gamma}' + 2\bar{\gamma} - \bar{\gamma}^3)^2 - (2 - \bar{\gamma}^2)^3|}}.$$

### 4.3. Smarandache $\tilde{t}\tilde{g}$ -curves of a spacelike curve lying on $\tilde{S}_1^2$

**Definition 4.3.** Let  $\tilde{\alpha}(\bar{s}) = \tilde{\alpha}$  be a unit speed regular spacelike curve lying fully on unit dual Lorentzian sphere  $\tilde{S}_1^2$  and  $\{\tilde{e}, \tilde{t}, \tilde{g}\}$  be its moving Darboux frame. The dual Smarandache curves defined by

$$\text{i) } \tilde{\alpha}_4 = \sqrt{2}\tilde{t} + \tilde{g} \quad \text{ii) } \tilde{\alpha}_5 = \tilde{t} + \sqrt{2}\tilde{g}$$

are called the dual Smarandache  $\tilde{t}\tilde{g}$ -curves of dual spacelike curve  $\tilde{\alpha}$ .  $\tilde{\alpha}_4$  and  $\tilde{\alpha}_5$  fully lies on  $\tilde{H}_0^2$  and  $\tilde{S}_1^2$ , respectively.

Now we can give the relationships between  $\tilde{\alpha}$  and its dual Smarandache  $\tilde{t}\tilde{g}$ -curves as follows.

**Theorem 4.13.** Let  $\tilde{\alpha}(\bar{s}) = \tilde{\alpha}$  be a unit speed regular timelike curve lying on unit dual Lorentzian sphere  $\tilde{S}_1^2$ . Then the relationships between the dual Darboux frames of  $\tilde{\alpha}$  and its dual Smarandache  $\tilde{t}\tilde{g}$ -curves are given by

$$\text{i) } \begin{pmatrix} \tilde{e}_4 \\ \tilde{t}_4 \\ \tilde{g}_4 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & \sqrt{2} & 1 \\ \frac{-\sqrt{2}}{\sqrt{2-\bar{\gamma}^2}} & \frac{\bar{\gamma}}{\sqrt{2-\bar{\gamma}^2}} & \frac{\sqrt{2}\bar{\gamma}}{\sqrt{2-\bar{\gamma}^2}} \\ \frac{-\bar{\gamma}}{\sqrt{2-\bar{\gamma}^2}} & \frac{\sqrt{2}}{\sqrt{2-\bar{\gamma}^2}} & \frac{2}{\sqrt{2-\bar{\gamma}^2}} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \tilde{e} \\ \tilde{t} \\ \tilde{g} \end{pmatrix}$$

$$\text{ii) } \begin{pmatrix} \tilde{e}_5 \\ \tilde{t}_5 \\ \tilde{g}_5 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & 1 & \sqrt{2} \\ \frac{-1}{\sqrt{1+\bar{\gamma}^2}} & \frac{\sqrt{2}\bar{\gamma}}{\sqrt{1+\bar{\gamma}^2}} & \frac{\bar{\gamma}}{\sqrt{1+\bar{\gamma}^2}} \\ \frac{-\bar{\gamma}}{\sqrt{1+\bar{\gamma}^2}} & \frac{-\sqrt{2}}{\sqrt{1+\bar{\gamma}^2}} & \frac{-1}{\sqrt{1+\bar{\gamma}^2}} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \tilde{e} \\ \tilde{t} \\ \tilde{g} \end{pmatrix}$$

**Theorem 4.14.** The relationships between the dual Darboux formulae of dual Smarandache  $\tilde{t}\tilde{g}$ -curves and dual Darboux frame of  $\tilde{\alpha}$  are given by

$$\text{i) } \begin{pmatrix} \frac{d\tilde{e}_4}{ds_4} \\ \frac{d\tilde{t}_4}{ds_4} \\ \frac{d\tilde{g}_4}{ds_4} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{-\sqrt{2}}{\sqrt{2-\bar{\gamma}^2}} & \frac{\bar{\gamma}}{\sqrt{2-\bar{\gamma}^2}} & \frac{\sqrt{2}\bar{\gamma}}{\sqrt{2-\bar{\gamma}^2}} \\ \frac{-\sqrt{2}\bar{\gamma}' + \bar{\gamma}^3 - 2\bar{\gamma}}{(2-\bar{\gamma}^2)^2} & \frac{-2\bar{\gamma}^2\bar{\gamma}' - \sqrt{2}\bar{\gamma}^4 + 3\sqrt{2}\bar{\gamma}^2 + 2\bar{\gamma}' - 2\sqrt{2}}{(2-\bar{\gamma}^2)^2} & \frac{2\bar{\gamma}^2 + 2\sqrt{2}\bar{\gamma}' - \bar{\gamma}^4}{(2-\bar{\gamma}^2)^2} \\ \frac{-2\bar{\gamma}' + \sqrt{2}\bar{\gamma}^2 - 2\sqrt{2}}{(2-\bar{\gamma}^2)^2} & \frac{-\bar{\gamma}^3 + 2\bar{\gamma}' + \sqrt{2}\bar{\gamma}\bar{\gamma}'}{(2-\bar{\gamma}^2)^2} & \frac{-\sqrt{2}\bar{\gamma}^3 + 2\sqrt{2}\bar{\gamma}' + 2\bar{\gamma}\bar{\gamma}'}{(2-\bar{\gamma}^2)^2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \tilde{e} \\ \tilde{t} \\ \tilde{g} \end{pmatrix}$$

$$\text{ii) } \begin{pmatrix} \frac{d\tilde{e}_5}{ds_5} \\ \frac{d\tilde{t}_5}{ds_5} \\ \frac{d\tilde{g}_5}{ds_5} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{-1}{\sqrt{1+\bar{\gamma}^2}} & \frac{\sqrt{2}\bar{\gamma}}{\sqrt{1+\bar{\gamma}^2}} & \frac{\bar{\gamma}}{\sqrt{1+\bar{\gamma}^2}} \\ \frac{\bar{\gamma}\bar{\gamma}' - \sqrt{2}\bar{\gamma} - \sqrt{2}\bar{\gamma}^3}{(1+\bar{\gamma}^2)^2} & \frac{\bar{\gamma}^4 + \sqrt{2}\bar{\gamma}' - 1}{(1+\bar{\gamma}^2)^2} & \frac{\sqrt{2}\bar{\gamma}^2 + \sqrt{2}\bar{\gamma}^4 + \bar{\gamma}'}{(1+\bar{\gamma}^2)^2} \\ \frac{-\bar{\gamma}' + \sqrt{2}\bar{\gamma}^2 + \sqrt{2}}{(1+\bar{\gamma}^2)^2} & \frac{\sqrt{2}\bar{\gamma}\bar{\gamma}' - 2\bar{\gamma} - 2\bar{\gamma}^3}{(1+\bar{\gamma}^2)^2} & \frac{\bar{\gamma}\bar{\gamma}' - \sqrt{2}\bar{\gamma} - \sqrt{2}\bar{\gamma}^3}{(1+\bar{\gamma}^2)^2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \tilde{e} \\ \tilde{t} \\ \tilde{g} \end{pmatrix}$$

**Theorem 4.15.** Let  $\tilde{\alpha}(\bar{s}) = \tilde{\alpha}$  be a unit speed regular spacelike curve on unit dual Lorentzian sphere  $\tilde{S}_1^2$ . Then the relationships between the dual curvatures of  $\tilde{\alpha}$  and its dual Smarandache  $\tilde{t}\tilde{g}$ -curves are given by

$$\text{i) } \bar{\gamma}_4 = \frac{\sqrt{2\bar{\gamma}' - \bar{\gamma}^2 + 2}}{(2 - \bar{\gamma}^2)^{3/2}} \quad \text{ii) } \bar{\gamma}_5 = \frac{\sqrt{2\bar{\gamma}^2 - \bar{\gamma}' + \sqrt{2}}}{(1 + \bar{\gamma}^2)^{3/2}}.$$

**Corollary 4.4.** The Instantaneous Darboux vectors of dual Smarandache  $\tilde{t}\tilde{g}$ -curves are given by

$$\text{i) } \tilde{d}_4 = \frac{\bar{\gamma}}{\sqrt{2 - \bar{\gamma}^2}} \tilde{e} + \frac{2\bar{\gamma}'}{(2 - \bar{\gamma}^2)^{3/2}} \tilde{t} + \frac{\bar{\gamma}^2 + \sqrt{2\bar{\gamma}' - 2}}{(2 - \bar{\gamma}^2)^{3/2}} \tilde{g}$$

$$\text{ii) } \tilde{d}_5 = \frac{\bar{\gamma}}{\sqrt{1 + \bar{\gamma}^2}} \tilde{e} + \frac{\bar{\gamma}'}{(1 + \bar{\gamma}^2)^{3/2}} \tilde{t} + \frac{\sqrt{2\bar{\gamma}' - \bar{\gamma}^2} - 1}{(1 + \bar{\gamma}^2)^{3/2}} \tilde{g}.$$

**Theorem 4.16.** Let  $\tilde{\alpha}(\bar{s}) = \tilde{\alpha}$  be a unit speed regular spacelike curve on unit dual Lorentzian sphere and  $\tilde{\alpha}_4$  and  $\tilde{\alpha}_5$  be the dual Smarandache  $\tilde{t}\tilde{g}$ -curves of  $\tilde{\alpha}$ . If the ruled surface corresponding to dual spacelike curve  $\tilde{\alpha}$  is developable then the ruled surfaces corresponding to dual Smarandache  $\tilde{t}\tilde{g}$ -curves are also developable if and only if

$$\text{i) } \delta_4 = \frac{\sqrt{2}\delta'}{(2 - \gamma^2)^{3/2}} + \frac{\delta(3\sqrt{2}\gamma\gamma' - \gamma^3 + 2\gamma)}{(2 - \gamma^2)^{5/2}}$$

$$\text{ii) } \delta_5 = \frac{\delta'}{(1 + \gamma^2)^{3/2}} + \frac{\delta(3\gamma\gamma' - \sqrt{2}\gamma^3 - \sqrt{2}\gamma)}{(1 + \gamma^2)^{5/2}}.$$

**Theorem 4.17.** The relationships between the radius of dual curvature of dual Smarandache  $\tilde{t}\tilde{g}$ -curves and the dual curvature of  $\tilde{\alpha}$  are given by

$$\text{i) } \bar{R}_4 = \frac{\left| (2 - \bar{\gamma}^2)^{3/2} \right|}{\sqrt{\left| (\sqrt{2\bar{\gamma}' - \bar{\gamma}^2 + 2})^2 - (2 - \bar{\gamma}^2)^3 \right|}}$$

$$\text{ii) } \bar{R}_5 = \frac{(1 + \bar{\gamma}^2)^{3/2}}{\sqrt{\left| (1 + \bar{\gamma}^2)^3 - (-\bar{\gamma}' + \sqrt{2\bar{\gamma}^2 + \sqrt{2}})^2 \right|}}.$$

#### 4.4. Smarandache $\tilde{e}\tilde{t}\tilde{g}$ -curves of a dual spacelike curve lying on $\tilde{S}_1^2$

**Definition 4.4.** Let  $\tilde{\alpha}(\bar{s}) = \tilde{\alpha}$  be a unit speed regular dual spacelike curve lying fully on unit dual Lorentzian sphere and  $\{\tilde{e}, \tilde{t}, \tilde{g}\}$  be its moving Darboux frame. The dual Smarandache curves defined by

$$\text{i) } \tilde{\alpha}_6 = \tilde{e} + \tilde{t} + \sqrt{3}\tilde{g} \quad \text{ii) } \tilde{\alpha}_7 = \tilde{e} + \tilde{t} + \tilde{g}$$

are called the dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{t}\tilde{g}$ -curves of dual spacelike curve  $\tilde{\alpha}$ .  $\tilde{\alpha}_6$  and  $\tilde{\alpha}_7$  fully lies on  $\tilde{H}_0^2$  and  $\tilde{S}_1^2$ , respectively.

Now we can give the relationships between  $\tilde{\alpha}$  and its dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{t}\tilde{g}$ -curves as follows.

**Theorem 4.19.** Let  $\tilde{\alpha}(\bar{s}) = \tilde{\alpha}$  be a unit speed regular dual spacelike curve lying on unit dual Lorentzian sphere  $\tilde{S}_1^2$ . Then the relationships between the dual Darboux frames of  $\tilde{\alpha}$  and its dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{t}\tilde{g}$ -curves are given by

$$\text{i) } \begin{pmatrix} \tilde{e}_6 \\ \tilde{t}_6 \\ \tilde{g}_6 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 & 1 & \sqrt{3} \\ -1 & 1 + \sqrt{3}\bar{\gamma} & \bar{\gamma} \\ \frac{-2\bar{\gamma} - \sqrt{3}}{\sqrt{2\bar{\gamma}^2 + 2\sqrt{3}\bar{\gamma} + 2}} & \frac{-\bar{\gamma} - \sqrt{3}}{\sqrt{2\bar{\gamma}^2 + 2\sqrt{3}\bar{\gamma} + 2}} & \frac{-\sqrt{3}\bar{\gamma} - 2}{\sqrt{2\bar{\gamma}^2 + 2\sqrt{3}\bar{\gamma} + 2}} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \tilde{e} \\ \tilde{t} \\ \tilde{g} \end{pmatrix}$$

$$\text{ii) } \begin{pmatrix} \tilde{e}_7 \\ \tilde{t}_7 \\ \tilde{g}_7 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 & 1 & 1 \\ -1 & 1 + \bar{\gamma} & \bar{\gamma} \\ \frac{1}{\sqrt{2\bar{\gamma} + 2}} & \frac{1 + \bar{\gamma}}{\sqrt{2\bar{\gamma} + 2}} & \frac{2 + \bar{\gamma}}{\sqrt{2\bar{\gamma} + 2}} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \tilde{e} \\ \tilde{t} \\ \tilde{g} \end{pmatrix}.$$

**Theorem 4.20.** The relationships between the dual Darboux formulae of dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{t}\tilde{g}$ -curves and dual Darboux frame of  $\tilde{\alpha}$  are given by

i)

$$\begin{pmatrix} \frac{d\tilde{e}_6}{ds_6} \\ \frac{d\tilde{t}_6}{ds_6} \\ \frac{d\tilde{g}_6}{ds_6} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{-1}{\sqrt{2\bar{\gamma}^2+2\sqrt{3}\bar{\gamma}+2}} & \frac{1+\sqrt{3}\bar{\gamma}}{\sqrt{2\bar{\gamma}^2+2\sqrt{3}\bar{\gamma}+2}} & \frac{\bar{\gamma}}{\sqrt{2\bar{\gamma}^2+2\sqrt{3}\bar{\gamma}+2}} \\ \frac{\sqrt{3}\bar{\gamma}'+2\bar{\gamma}\bar{\gamma}'-2\sqrt{3}\bar{\gamma}^3-8\bar{\gamma}^2-4\sqrt{3}\bar{\gamma}-2}{(2\bar{\gamma}^2+2\sqrt{3}\bar{\gamma}+2)^2} & \frac{\bar{\gamma}\bar{\gamma}'+\sqrt{3}\bar{\gamma}'-2\bar{\gamma}^4+2\sqrt{3}\bar{\gamma}^3-2\sqrt{3}\bar{\gamma}-2}{(2\bar{\gamma}^2+2\sqrt{3}\bar{\gamma}+2)^2} & \frac{\bar{\gamma}}{\sqrt{2\bar{\gamma}^2+2\sqrt{3}\bar{\gamma}+2}} \\ \frac{-\bar{\gamma}'+2\bar{\gamma}^3+4\sqrt{3}\bar{\gamma}^2+8\bar{\gamma}+2\sqrt{3}}{(2\bar{\gamma}^2+2\sqrt{3}\bar{\gamma}+2)^2} & \frac{\sqrt{3}\bar{\gamma}\bar{\gamma}'+\bar{\gamma}'-2\sqrt{3}\bar{\gamma}^4-14\bar{\gamma}^3-12\sqrt{3}\bar{\gamma}^2-14\bar{\gamma}-2\sqrt{3}}{(2\bar{\gamma}^2+2\sqrt{3}\bar{\gamma}+2)^2} & \frac{\bar{\gamma}}{\sqrt{2\bar{\gamma}^2+2\sqrt{3}\bar{\gamma}+2}} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \tilde{e} \\ \tilde{t} \\ \tilde{g} \end{pmatrix}$$

ii)

$$\begin{pmatrix} \frac{d\tilde{e}_7}{ds_7} \\ \frac{d\tilde{t}_7}{ds_7} \\ \frac{d\tilde{g}_7}{ds_7} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{-1}{\sqrt{2\bar{\gamma}+2}} & \frac{1+\bar{\gamma}}{\sqrt{2\bar{\gamma}+2}} & \frac{\bar{\gamma}}{\sqrt{2\bar{\gamma}+2}} \\ \frac{\bar{\gamma}'-2\bar{\gamma}^2-4\bar{\gamma}-2}{(2\bar{\gamma}+2)^2} & \frac{\bar{\gamma}'+\bar{\gamma}\bar{\gamma}'+2\bar{\gamma}^3+2\bar{\gamma}^2-2\bar{\gamma}-2}{(2\bar{\gamma}+2)^2} & \frac{\bar{\gamma}\bar{\gamma}'+2\bar{\gamma}^4+4\bar{\gamma}^3+2\bar{\gamma}^2+2\bar{\gamma}}{(2\bar{\gamma}+2)^2} \\ \frac{-\bar{\gamma}'-2\bar{\gamma}^2-4\bar{\gamma}-2}{(2\bar{\gamma}+2)^2} & \frac{\bar{\gamma}\bar{\gamma}'+\bar{\gamma}'+2\bar{\gamma}^3+6\bar{\gamma}^2+6\bar{\gamma}+2}{(2\bar{\gamma}+2)^2} & \frac{\bar{\gamma}\bar{\gamma}'+2\bar{\gamma}^3+4\bar{\gamma}^2+2\bar{\gamma}}{(2\bar{\gamma}+2)^2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \tilde{e} \\ \tilde{t} \\ \tilde{g} \end{pmatrix}$$

**Theorem 4.21.** Then the relationships between the dual curvatures of  $\tilde{\alpha}$  and its dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{t}\tilde{g}$ -curves are given by

i)  $\bar{\gamma}_6 = \frac{-\bar{\gamma}'+2\bar{\gamma}^3+4\sqrt{3}\bar{\gamma}^2+8\bar{\gamma}+2\sqrt{3}}{(2\bar{\gamma}^2+2\sqrt{3}\bar{\gamma}+2)^{3/2}}$

ii)  $\bar{\gamma}_7 = \frac{\bar{\gamma}'+2\bar{\gamma}^2+4\bar{\gamma}+2}{(2\bar{\gamma}+2)^{3/2}}$ .

**Corollary 4.6.** The instantaneous Darboux vectors of dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{t}\tilde{g}$ -curves are given by

i)  $\tilde{d}_6 = \frac{\bar{\gamma}'+2\bar{\gamma}^3+2\sqrt{3}\bar{\gamma}^2-2\bar{\gamma}+4\sqrt{3}}{(2\bar{\gamma}^2+2\sqrt{3}\bar{\gamma}+2)^{3/2}} \tilde{e} + \frac{\bar{\gamma}'+4\sqrt{3}}{(2\bar{\gamma}^2+2\sqrt{3}\bar{\gamma}+2)^{3/2}} \tilde{t} + \frac{\sqrt{3}\bar{\gamma}'-2\bar{\gamma}^2-2\sqrt{3}\bar{\gamma}+10}{(2\bar{\gamma}^2+2\sqrt{3}\bar{\gamma}+2)^{3/2}} \tilde{g}$

ii)  $\tilde{d}_7 = \frac{\bar{\gamma}'+2\bar{\gamma}^2+2\bar{\gamma}}{(2\bar{\gamma}+2)^{3/2}} \tilde{e} + \frac{\bar{\gamma}'}{(2\bar{\gamma}+2)^{3/2}} \tilde{t} + \frac{\bar{\gamma}'-2\bar{\gamma}-2}{(2\bar{\gamma}+2)^{3/2}} \tilde{g}$

**Theorem 4.22.** Let  $\tilde{\alpha}(\bar{s}) = \tilde{\alpha}$  be a unit speed regular spacelike curve on unit dual Lorentzian sphere  $\tilde{S}_1^2$  and  $\tilde{\alpha}_6$  and  $\tilde{\alpha}_7$  be the dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{t}\tilde{g}$ -curves of  $\tilde{\alpha}$ . If the ruled surface corresponding to dual spacelike curve  $\tilde{\alpha}$  is developable then the ruled surfaces corresponding to dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{t}\tilde{g}$ -curves are also developable if and only if

$$\delta_6 = \frac{\delta(6\bar{\gamma}\bar{\gamma}'+3\sqrt{3}\bar{\gamma}'-2\sqrt{3}\bar{\gamma}^3-2\bar{\gamma}^2-4\sqrt{3}\bar{\gamma}-2)}{(2\bar{\gamma}^2+2\sqrt{3}\bar{\gamma}+2)^{5/2}}$$

i)  $-\frac{\delta'}{(2\bar{\gamma}^2+2\sqrt{3}\bar{\gamma}+2)^{3/2}}$

ii)  $\delta_7 = \frac{\delta(-3\bar{\gamma}'+2\bar{\gamma}^2+4\bar{\gamma}+2)}{(2\bar{\gamma}+2)^{5/2}} + \frac{\delta'}{(2\bar{\gamma}+2)^{3/2}}$ .

**Theorem 4.23.** The relationships between the radius of dual curvature of dual Smarandache  $\tilde{e}\tilde{t}\tilde{g}$ -curves and the dual curvature of  $\tilde{\alpha}$  are given by

i)  $\bar{R}_6 = \frac{|(2\bar{\gamma}^2+2\sqrt{3}\bar{\gamma}+2)^{3/2}|}{\sqrt{|(2\bar{\gamma}^2+2\sqrt{3}\bar{\gamma}+2)^3 - (-\bar{\gamma}'+2\bar{\gamma}^3+4\sqrt{3}\bar{\gamma}^2+8\bar{\gamma}+2\sqrt{3})^2|}}$

ii)  $\bar{R}_7 = \frac{|(2\bar{\gamma}+2)^{3/2}|}{\sqrt{|(\bar{\gamma}'+2\bar{\gamma}^2+4\bar{\gamma}+2)^2 - (2\bar{\gamma}+2)^3|}}$ .

**Example.** Let consider the dual spacelike curve  $\tilde{\alpha}(\bar{s})$  lying on  $\tilde{S}_1^2$  given by the parametrization

$$\tilde{\alpha}(s) = (0, -\sin s, \cos s) + \varepsilon(-5s, \sqrt{30}s \cos s, -\sqrt{30}s \sin s).$$

The curve  $\tilde{\alpha}(s)$  represents the ruled surface

$$\varphi(s, v) = \left( -\sqrt{30} s, \sin s - 5s \cos s, -\cos s - 5s \sin s \right) + v(0, -\sin s, \cos s)$$

which is a timelike ruled surface rendered in Fig. 1. Then the dual Darboux frame of  $\tilde{\alpha}$  is obtained as follows,

$$\tilde{e}(s) = (0, -\sin s, \cos s) + \varepsilon(-5s, -\sqrt{30} s \cos s, -\sqrt{30} s \sin s)$$

$$\tilde{t}(s) = (0, -\cos s, -\sin s) + \varepsilon(-1, \sqrt{30} s \sin s, -\sqrt{30} s \cos s)$$

$$\tilde{g}(s) = (1, 0, 0) + \varepsilon(0, -\cos s - 5s \sin s, -\sin s + 5s \cos s)$$

The Smarandache  $\tilde{e}\tilde{t}$ ,  $\tilde{e}\tilde{g}$ ,  $\tilde{t}\tilde{g}$  and  $\tilde{e}\tilde{t}\tilde{g}$  curves of the dual spacelike curve  $\tilde{\alpha}$  are given by

$$\tilde{\alpha}_1(s) = \left( 0, -\frac{1}{2}(\sin s + \cos s), \frac{1}{2}(\cos s - \sin s) \right) + \varepsilon \left( \begin{array}{l} -3\sqrt{2}, \sqrt{15} s (\sin s - \cos s) \\ , -\sqrt{15} s (\cos s + \sin s) \end{array} \right)$$

$$\tilde{\alpha}_2(s) = \left( \sqrt{2}, -\cos s, -\sin s \right) + \varepsilon \left( \begin{array}{l} -1, -\sqrt{2} \cos s + (\sqrt{30} - 5\sqrt{2}) s \sin s \\ , -\sqrt{2} \sin s + (\sqrt{30} - 5\sqrt{2}) s \cos s \end{array} \right)$$

$$\tilde{\alpha}_3(s) = \left( 1, -\sqrt{2} \cos s, -\sqrt{2} \sin s \right) + \varepsilon \left( \begin{array}{l} -\sqrt{2}, -\cos s + (2\sqrt{15} - 5) s \sin s \\ , -\sin s + (5 - 2\sqrt{15}) s \cos s \end{array} \right)$$

$$\tilde{\alpha}_4(s) = \left( \sqrt{2}, -\sin s, \cos s \right) + \varepsilon \left( \begin{array}{l} -5s, (-\sqrt{2} - \sqrt{30}s) \cos s - 5\sqrt{2} s \sin s \\ , (-\sqrt{2} - \sqrt{30}s) \sin s + 5\sqrt{2} s \cos s \end{array} \right)$$

$$\tilde{\alpha}_5(s) = \left( 1, -\sqrt{2} \sin s, -\sqrt{2} \cos s \right) + \varepsilon \left( \begin{array}{l} 5\sqrt{2}s, (-1 - 2\sqrt{15} s) \cos s - 5s \sin s \\ , (-1 - 2\sqrt{15} s) \sin s + 5s \cos s \end{array} \right)$$

$$\tilde{\alpha}_6(s) = \left( \sqrt{3}, -\sin s - \cos s, \cos s - \sin s \right) + \varepsilon \left( \begin{array}{l} -1 - 5s, (-\sqrt{3} - \sqrt{30} s) \cos s + (\sqrt{30} - 5\sqrt{3}) s \sin s \\ , (-\sqrt{3} - \sqrt{30} s) \sin s + (5\sqrt{3} - \sqrt{30}) s \cos s \end{array} \right)$$

$$\tilde{\alpha}_7(s) = \left( 1, -\sin s - \cos s, \cos s - \sin s \right) + \varepsilon \left( \begin{array}{l} -1 - 5s, (-1 - \sqrt{30} s) \cos s + (\sqrt{30} - 5) s \sin s \\ , (-1 - \sqrt{30} s) \sin s + (5 - \sqrt{30}) s \cos s \end{array} \right)$$

respectively. From E. Study mapping, these dual spherical curves correspond to the following ruled surfaces

$$\varphi_1(s, v) = \left( \sqrt{30} s, -6 \cos s, -6 \sin s \right) + v \left( 0, 1/\sqrt{2} (\cos s + \sin s), 1/\sqrt{2} (\cos s - \sin s) \right)$$

$$\varphi_2(s, v) = \left( (\sqrt{30} - 5\sqrt{2}) s, \sin s, -\cos s \right) + v \left( \sqrt{2}, -\cos s, -\sin s \right)$$

$$\varphi_3(s, v) = \left( (\sqrt{30} - 5/\sqrt{2}) s, \sin s, -\cos s \right) + v \left( 1, -\sqrt{2} \cos s, -\sqrt{2} \sin s \right)$$

$$\varphi_4(s, v) = \left( \sqrt{2} + \sqrt{30}s, -5s \cos s, -5s \sin s \right) + v \left( \sqrt{2}, -\sin s, \cos s \right)$$

$$\varphi_5(s, v) = \left( 1/\sqrt{2} + \sqrt{30}s, -5s \cos s, -5s \sin s \right) + v \left( 1, -\sqrt{2} \sin s, \sqrt{2} \cos s \right)$$

$$\varphi_6(s, v) = \left( \sqrt{3} + \sqrt{30}s, (-1 - 5s) \cos s, (-1 - 5s) \sin s \right) + v \left( \sqrt{3}, -\sin s - \cos s, \cos s - \sin s \right)$$

$$\varphi_7(s, v) = \left( \sqrt{1} + \sqrt{30}s, (-1 - 5s) \cos s, (-1 - 5s) \sin s \right) + v \left( 1, -\sin s - \cos s, \cos s - \sin s \right)$$

respectively. These surfaces are rendered in Fig.2, Fig. 3, Fig. 4, Fig. 5, Fig. 6, Fig. 7 and Fig. 8 respectively.

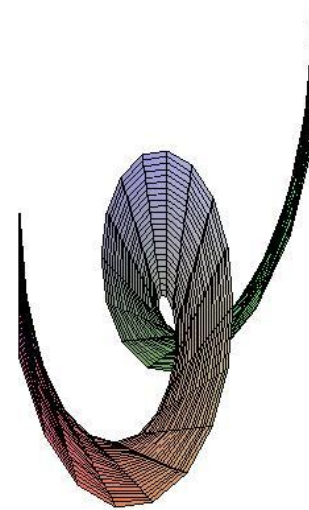
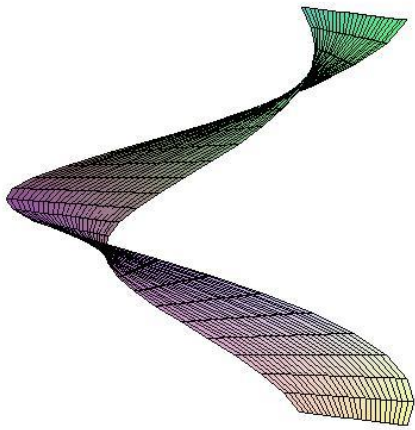
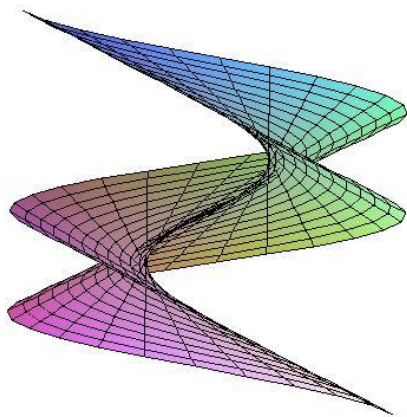


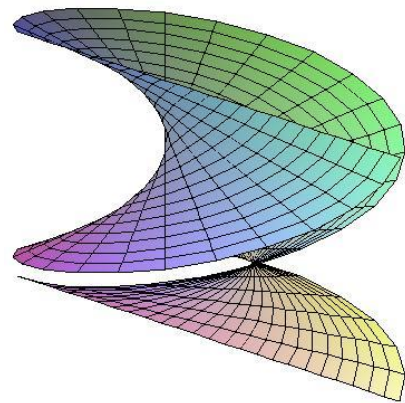
Fig. 1. Timelike ruled Surface  $\varphi(s, v)$  with spacelike ruling



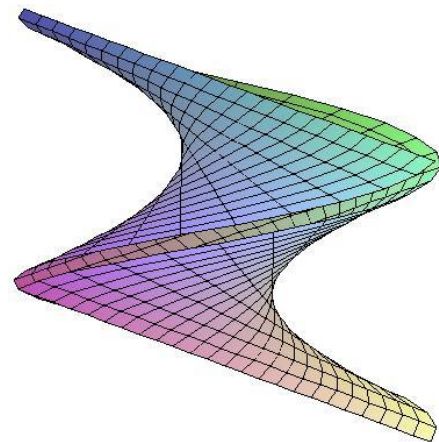
**Fig. 2.** Timelike Smarandache ruled Surface  $\varphi_1(s, v)$   
with timelike ruling



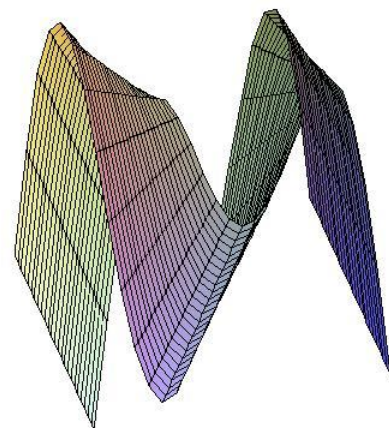
**Fig. 3.** Timelike Smarandache ruled surface  $\varphi_2(s, v)$   
with timelike ruling

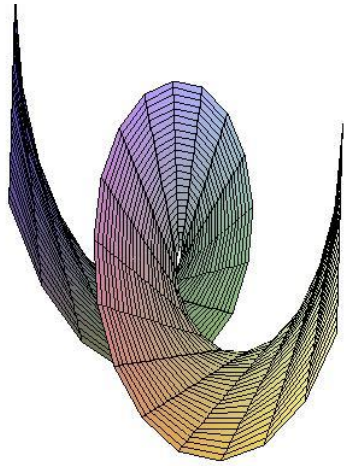


**Fig. 4.** Timelike Smarandache ruled surface  $\varphi_3(s, v)$   
with spacelike ruling

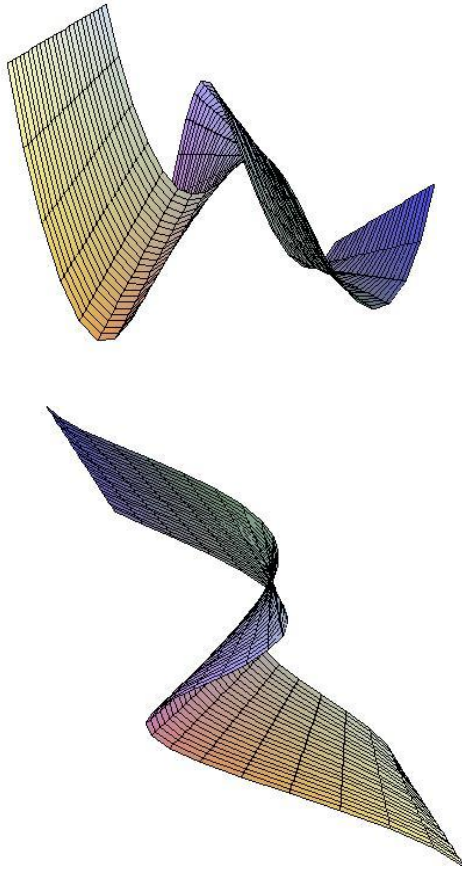


**Fig. 5.** Timelike Smarandache ruled surface  $\varphi_4(s, v)$   
with timelike ruling

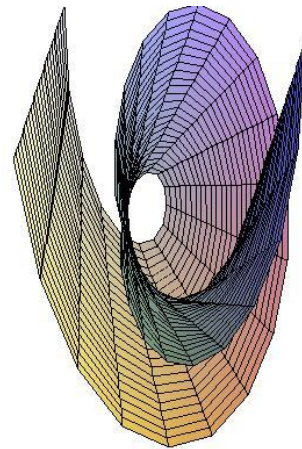
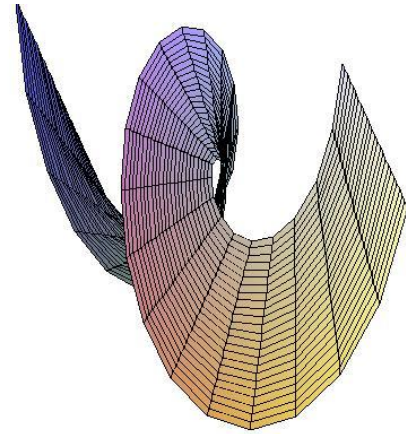




**Fig. 6.** Timelike Smarandache ruled surface  $\varphi_5(s, v)$  with spacelike ruling



**Fig. 7.** Timelike Smarandache ruled surface  $\varphi_6(s, v)$  with timelike ruling



**Fig. 8.** Timelike Smarandache ruled surface  $\varphi_7(s, v)$  with spacelike ruling

**Acknowledgment.** We would like to thank the referees for their comments and suggestions.

**References**

- [1] Ali, A. T. Special Smarandache Curves in the Euclidean Space, International Journal of Mathematical Combinatorics. 2010; 2, 30-36.
- [2] Blaschke, W. Differential Geometrie and Geometrische Grundlagen von Einsteins Relativitätstheorie Dover., New York, 1945.
- [3] Dimentberg, F.M. The Screw Calculus and its Applications in Mechanics. English translation: AD680993, Clearinghouse for Federal and Scientific Technical Information, Izdat. Nauka, Moscow, USSR, 1965.
- [4] Hacısalihoğlu, H.H. Hareket Geometrisi ve Kuarterniyonlar Teorisi. Gazi Üniversitesi Fen-Edb Fakültesi, 1983.
- [5] Kahraman, T.; Uğurlu, H. H. Dual Smarandache Curves and Smarandache Ruled Surfaces, Mathematical Sciences and Applications E-Notes. 2014; 2(1), 83-98.
- [6] Küçük A.; Gürsoy O. On the invariants of Bertrand trajec-

- tory surface offsets. *App Math and Comp.* 2004; 151, 763-773.
- [7] O'Neill, B. *Semi-Riemannian Geometry with Applications to Relativity.* Academic Press London, 1983.
- [8] Önder, M.; Uğurlu, H.H. Dual Darboux Frame of a Time like Ruled Surface and Darboux Approach to Mannheim Offsets of Timelike Ruled Surfaces, *Proc. Natl. Acad. Sci., India, Sect. A Phys. Sci.* 2013; 83(2), 163–169.
- [9] Turgut, M.; Yilmaz, S. Smarandache Curves in Minkowski Space-time, *Int. J. Math. Comb.* 2008; 3, 51-55.
- [10] Uğurlu, H.H.; Çalışkan, A. The Study Mapping for Directed Spacelike and Timelike Lines in Minkowski 3-Space  $\mathbb{R}_1^3$ . *Mathematical and Computational Applications.* 1996; 1(2), 142-148.
- [11] Uğurlu, H.H.; Çalışkan A. Darboux Ani Dönme Vektörleri ile Spacelike ve Timelike Yüzeyler Geometrisi. Celal Bayar Üniversitesi Yayınları Yayın No: 0006, 2012.
- [12] Veldkamp, G.R. On the use of dual numbers, vectors and matrices in instantaneous spatial kinematics. *Mechanism and Mach Theory.* 1976; 11, 141-156.





# Yetiştirme Ortamına *Capsicum annuum* Atığı İlavesinin *Pleurotus djamor*'un Selenyum Düzeyine Etkisi

Fatih Kalyoncu<sup>1\*</sup>, Erbil Kalmış<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Biyoloji Bölümü, Muradiye, Manisa, +90 236 2013258, fatih.kalyoncu@cbu.edu.tr

<sup>2</sup>Bilim, Sanayi ve Teknoloji Bakanlığı, Manisa İl Müdürlüğü, MOSB, Manisa, +90 236 2311581

\*İletişimden sorumlu yazar / Corresponding author

Geliş / Recieved: 6 Şubat (February) 2015

Kabul / Accepted: 15 Haziran (June) 2015

DOI: <http://dx.doi.org/10.18466/cbujos.77466>

## Özet

Bu çalışmada, üretim ortamına selenyum kaynağı olarak farklı oranlarda kırmızı biber atığı ilave edilmiş *Pleurotus djamor*'un selenyum düzeyleri belirlenmeye çalışılmıştır. Bu amaçla altı farklı kompozisyonda kompost hazırlanarak *P. djamor* miseli ile aşılanmış ve hasat edilen mantarların selenyum miktarları analiz edilmiştir. Sonuç olarak % 5 ve 10 oranlarında kırmızı biber atığı ilave edilmiş ortamda üretilen mantarların bünyesinde bir gram kuru maddede sırasıyla 0,268 ve 0,294 µg düzeyinde selenyum tespit edilmiştir. Daha yüksek oranlardaki kırmızı biber atığı ilavesi mantar miselinin gelişimi ve selenyum birikimi üzerinde negatif etki göstermiştir.

**Anahtar Kelimeler** – *Capsicum annuum*, kırmızı biber, kompost, *Pleurotus djamor*, selenyum

## Effect on Selenium Level of *Pleurotus djamor* on Enriched Media with *Capsicum annuum* Waste

### Abstract

In this study, selenium levels of *P. djamor* that different rates red pepper waste was added to the production media as a source of selenium were determined. For this purpose, six different compost group were prepared and inoculated with *P. djamor* mycelia. Selenium levels of harvested mushrooms were analyzed. In conclusion, 0.268 and 0.294 µg selenium were determined in one gram dry mushroom that red pepper waste added to compost at 5 and 10 % respectively. Mycelia growth and selenium accumulation were negatively effected by higher rates of red pepper waste.

**Keywords** – *Capsicum annuum*, compost, *Pleurotus djamor*, red pepper, selenium

## 1 Giriş

Tüm dünyada artan besin açığının kapatılmasına katkıda bulunan alanlardan birisi de kültür mantarı üretimidir. Mantarların insanların besin ihtiyacına göre içerdiği mineral ve proteinin artması ve zenginleşmesi için gıda sanayi araştırmalarına hızla devam etmektedir [1]. Diğer yandan hızla

endüstrileşen dünyamızda artan sanayi faaliyetleri bir takım artık maddelerin ve yan ürünlerin aşırı ölçülerde ortaya çıkmasına neden olmaktadır [2]. Organik ve inorganik atık maddelerin değerlendirilmesinin hem ekonomik kaynakların artmasına katkıda bulunacağı hem de ekolojik dengeyi korumaya yardımcı olacağı düşünülmektedir. Mineralce zengin olan bazı atık organik maddelerin,

gübre olarak kullanılması bu duruma bir örnek oluşturmaktadır [3].

Üretim yönünden mantarcılık, ülkemizde Avrupa ülkelerine kıyaslandığında oldukça yeni bir konu olup, genelde dikkatler kültür mantarcılığı üzerinde toplanmıştır. Kültürü yapılan diğer mantarlara göre çevre koşulları bakımından daha az seçici olan ve ülkemiz koşullarına daha uygun olan *Pleurotus* genusuna ait türler; hastalık ve zararlılara karşı dayanımı, besin değerlerinin diğer kültür mantarlarından daha yüksek olması ve üretiminde kompost fermantasyonu ve örtü toprağı kullanılmaması gibi nedenlerden dolayı üreticiler tarafından tercih edildiği görülmektedir [4].

Son yıllarda Selenyum (Se) üzerinde yapılan tıbbi çalışmalar ile insanların bu elemente olan ilgisi artmıştır. İnsan vücudunda selenyumun çok sayıda biyolojik etkisi bulunmaktadır. Yetişkin bir insanın günlük selenyum ihtiyacı 40 ila 70 mikrogram arasındadır. Selenyum eksikliğinin kas problemleri, sindirim değişiklikleri, kardiyovasküler hastalıklar ve romatizmal rahatsızlıklar hatta kanser gibi birçok hastalığa neden olabildiği bildirilmiştir [5]. Selenyum içeriğinin yüksek olduğu bilinen tarım ürünlerinden birisi de kırmızı biberdir (*Capsicum annuum* L.) [6].

Çalışmamızda, herhangi bir kullanım alanı bulunmayan kırmızı biber atıklarının *Pleurotus djamor* üretimi için hazırlanan kompostta ilave edilerek mantarın selenyum düzeyine etkisinin belirlenmesi amaçlanmıştır.

## 2 Materyal ve Metot

Çalışmamızda, atık materyal olarak biber salçası fabrikasında işlenen kırmızı biberlerin kabuk, baş kısmı ve tohumları kullanılmıştır. *P. djamor* üretimi için kontrol grubu dahil altı farklı içerikte kompost hazırlanmıştır. Kompostların bileşimi Çizelge 1’de verilmiştir. Çalışmamızda kullanılan *P. djamor* misel kültürü Ege Üniversitesi Biyomühendislik Bölümü’nden temin edilmiştir.

Çizelge 1’de bileşimleri verilen kompostlar ısıya dayanıklı torbalar içerisinde 200 gramlık karışımlar halinde hazırlandıktan sonra çeşme suyu ile nemlendirilmişlerdir. Bu şekilde bir gece bekletilen kompost materyallerine pH değişimlerini dengelemek amacıyla % 2,5 alçı ilavesi yapılmıştır. Daha sonra ağızları kapatılan torbalar 121°C’de 1 saat süre ile otoklavlanarak

sterilize edilmişlerdir [7]. Kompost karışımları soğuktan sonra % 3 oranında misel kültürü ile aşılanarak 25°C’de inkübasyona bırakılmışlardır. Bir deneme deseninde on torba hazırlanmıştır. Tüm denemeler dört tekrarlı olacak şekilde gerçekleştirilmiştir.

**Çizelge 1.** Kompostların saman, biber atığı, kepek yüzdeleri ve pH değerleri

KOD	Saman (%)	Biber (%)	Kepek (%)	pH
A	75	5	20	5.80
B	70	10	20	5.65
C	65	15	20	5.58
D	60	20	20	5.50
E	55	25	20	5.42
Kontrol	80	0	20	5.95

Hasadı yapılan mantarların selenyum düzeylerinin belirlenebilmesi için mantarlar 70°C’de 2 gece bekletilerek kurutulmuş daha sonra da ezilerek bir parçalayıcıda toz haline getirilmişlerdir. Mikrodalgada bozundurma işlemi için her bir gruptan 1’er gram alınarak öncelikle üzerlerine 2mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ve 5mL HNO<sub>3</sub> ilave edilmiştir. Daha sonra örnekler mikrodalga içinde 5 dakika boyunca 116 PCI basınç ve 180°C sıcaklık uygulamasına maruz bırakılmış ve işlem bitiminde 2 dakika bekletilerek işlem bir kez daha tekrarlanmıştır. Örnekler bu işlemlerin ardından ICP-MS cihazında analiz edilmiştir [8]. Bu analiz işlemi on tekrarlı olacak şekilde yapılmıştır.

## 3 Bulgular ve Tartışma

Aşılanan kompostların misel ile sarıldığı ve primordium ismi verilen mantar taslaklarının görülmeye başladığı günler kaydedilerek Çizelge 2’de verilmiştir.

**Çizelge 2.** Kompostların misel ile sarılma ve primordiumların görülme zamanı (gün)

KOD	Miselin Substratı Sarılma Süresi	Primordiumların Görülme Zamanı
A	13	17
B	14	19
C	16	21
D	18	23
E	18	23
Kontrol	13	17

Kompostların aşılmasından sonraki 20. ve 26. günler arasında mantar hasadı yapılmıştır. Hasat edilen

mantarların zaman ve miktar bilgileri ile biyolojik etkinlik değerleri Çizelge 3'de verilmiştir.

**Çizelge 3.** *Pleurotus djamor* için hasat değerleri

KOD	İlk Hasadın Yapıldığı Zaman (gün)	Hasat Edilen Mantar Miktarı (gr)	Biyolojik Etkinlik (%)
A	20	70	35
B	23	67	33,5
C	25	65	32,5
D	26	65	32,5
E	26	64	32
Kontrol	20	74	37

Biyolojik etkinlik aşağıda verilen eşitlik ile hesaplanmıştır [9].

$$BE = \frac{\text{Hasat edilen mantar miktarı}}{\text{Kullanılan substratın kuru ağırlığı}} \times 100$$

Çizelge 3'den de görüleceği üzere kontrol ve A grubunda aşılama 20 gün sonra ilk hasat yapılmıştır. B grubunda hasat 23. günde, C grubunda 25. günde ve D ile E gruplarında ise 26. günde yapılabilirdi. Kontrole göre D ve E gruplarında hasatta yaklaşık bir haftalık bir gecikme gözlenmiştir. Biyolojik etkinlik yüzdelere bakıldığı zaman da C, D, E gruplarında kontrole göre %5'lik bir azalmanın olduğu belirlenmiştir.

Hasadı yapılan mantarların Se analiz sonuçları da Çizelge 4'de verilmiştir.

**Çizelge 4.** *P. djamor'* da kuru madde üzerinden Se analiz sonuçları. (µg)

	Selenyum Düzeyi
Kontrol	0.114
A	0.268
B	0.294
C	0.235
D	0.137
E	0.191

Bu çalışmada, *P. djamor* için hazırlanan kompost karışımına farklı oranlarda kurutulmuş kırmızı biber atığı ilave edilmiştir. Salçalık kırmızı biberin selenyum içerdiği farklı çalışmalarda rapor edilmiştir [10].

Fungusların bünyelerinde metal birikimi yaptıkları uzun zamandır bilinmektedir [11]. Çalışmamızda kompostta ilave edilen kırmızı biberin içerdiği selenyumun mantara ne oranda geçtiği tespit edilmeye çalışılmıştır. Kompost ortamına misel aşılmasını takiben yapılan inkübasyon sırasında artan kırmızı biber oranının misel gelişimi üzerinde negatif etki yaptığı belirlenmiştir (Çizelge 2). Benzer bir durum hasat edilen ürün miktarlarında da gözlenmiştir (Çizelge 3). Bununla birlikte tüm gruplarda hasat edilen mantarların morfolojilerinde herhangi bir farklılık gözlenmemiştir (Şekil 1).



**Şekil 1.** *P. djamor* deneme grupları (A ve E grubu)

*P. djamor* için Kontrol grubu analizi 0.114 µg sonuç vermiştir. Bu denemelerde düşüş C grubundan sonra gözlenmiştir, A ve B gruplarında ciddi bir selenyum alınımları (0.268 ve 0.294 µg) tespit edilmiştir.

#### 4 Sonuç

Selenyum bir iz element olarak organizmalarda faaliyet göstermektedir ve belli bir miktarın üzerine çıktığı zamanlarda büyümeyi engelleyici özelliğe sahip olduğu bildirilmiştir [12]. Denemelerimizde de bu durum kendini göstermiştir. Belli bir düzeye kadar düzenli bir büyüme gösteren organizmalarımız daha sonra miktarın artımıyla beraber negatif yönde etkilenmişlerdir.

Taze *P. djamor'*un 1 kg'ı kurutulduğu zaman 200 gr kuru madde açığa çıkmaktadır. Deneme sonuçlarının tamamı kuru madde üzerinden 1 gr madde için geçerlidir. *P. djamor* için A grubunda 26.8 µg ve B grubunda 29.4 µg selenyum vücuda alınabilmektedir. Dikkat edilecek olursa tüm bu değerler insan sağlığı için gerekli olan 50-70 µg'ı geçmemektedir.

Sonuç olarak bir salça fabrikasının kullanmadığı atık materyalin insan sağlığı için olumlu etkiler doğurabilecek protein içeriği yüksek bir ürüne dönüştürülme potansiyeli bulunmaktadır. Çalışmamızın ileride yapılacak benzer çalışmalara ışık tutacağı düşünülmektedir.

## 5 Referanslar

- [1] Yamanaka, K. Cultivation of New Mushroom Species in East Asia. *Acta Ed. Fungi*. 2005; 12, 343-349.
- [2] Manzi, P.; Aguzzi, A.; Pizzoferrato, L. Nutritional Value of Mushrooms Widely Consumed in Italy. *Food Chem*. 2001; 73, 321 – 325.
- [3] Karaoğlu, M.M.; Kotancılar, H.G. Tahıl Ürünlerinin Sağlığımız Açısından Önemi. *Atatürk Üniv. Ziraat Fak. Derg.* 2001; 32, 101-108.
- [4] Stajic, M.; Milenkovic, I.; Brceski, I.; Vukojevic, J.; Duletic-Lausevic, S. Mycelial Growth of Edible and Medicinal Oyster Mushroom [*Pleurotus ostreatus* (Jacq.: Fr.) Kumm.] on Selenium Enriched Media. *Int. J. Med. Mush.* 2002; 4, 241-244.
- [5] Costa-Silva, F.; Marques, G.; Matos, C.C.; Barros, A.I.; Nunes, F.M. Selenium Contents of Portuguese Commercial and Wild Edible Mushrooms. *Food Chem*. 2011; 126, 91-96.
- [6] Sanmee, R.; Dell, B.; Lumyong, P.; Izumori, K.; Lumyong, S. Nutritive Value of Popular Wild Edible Mushrooms from Northern Thailand. *Food Chem*. 2003; 82, 527 – 532.
- [7] Euroala, M.; Ekholm, P.; Ylinen, M.; Koivistoinen, P.; Varo, P. Effects of Selenium Fertilization on the Selenium Content of Cereal Grains, Flour and Bread Produced in Finland. *Cereal Chem*. 1990; 67, 334-337.
- [8] Xu, X.; Yan, H.; Chen, J.; Zhang, X. Bioactive Proteins from Mushrooms. *Biotechnol. Adv.* 2011; 29, 667-674.
- [9] Kalmış, E.; Sargın, S. Cultivation of Two *Pleurotus* Species on Wheat Straw Substrates Containing Olive Mill Waste Water. *Int. Biodeterio. Biodegrad.* 2004; 53, 43-47.
- [10] Zekovic, Z.; Vidovic, S.; Mujic, I. Selenium and Zinc Content and Radical Scavenging Capacity of Edible Mushrooms *Armillaria mellea* and *Lycoperdon saccatum*. *Croatian J. Food Sci. Technol.* 2010; 2, 16-21.
- [11] Okçu, Z.; Keleş, F. Kalp-Damar Hastalıkları ve Antioksidanlar. *Atatürk Üniv. Ziraat Fak. Derg.* 2009; 40, 153-160.
- [12] Sirichakwal, P.P.; Puwastien, P.; Polngam, J.; Kongkachuichai, R. Selenium Content of Thai Foods. *J. Food Comp. Anal.* 2005; 18, 47-59.

## Türkiye’de Yayılış Gösteren *Hyparrhenia hirta* (L.) Stapf (Poaceae) Türünün Anatomik Yapısının Belirlenmesi

Okan Kocabaş<sup>1\*</sup>, Esra Kayacan<sup>2</sup>, Yurdanur Akyol<sup>3</sup>, Ersin Minareci<sup>4</sup>, Canan Özdemir<sup>5</sup>

<sup>1</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Biyoloji Anabilim Dalı, Tel: +90 236 2013302, okankocabass@gmail.com

<sup>2</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Biyoloji Anabilim Dalı, Tel: +90 236 2013302, esrakayacan92@gmail.com

<sup>3</sup>Hasan Türek Anadolu Lisesi, Manisa, Tel: +90 236 2384777, yurdanur45@gmail.com

<sup>4</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Biyoloji Bölümü, Manisa, Tel: +90 236 2013288, ersinminareci@gmail.com

<sup>5</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Biyoloji Bölümü, Manisa, Tel: +90 236 2013261, cozdemir13@gmail.com

\*İletişimden sorumlu yazar / Corresponding author

Geliş / Recieved: 13 Mayıs (May) 2015

Kabul / Accepted: 9 Kasım (November) 2015

DOI: <http://dx.doi.org/10.18466/cbujos.69198>

### Özet

Bu çalışmada, Türkiye için monotipik bir tür olan *Hyparrhenia hirta* (L.) Stapf türünün anatomik özellikleri belirlenmiştir. Çalışmalar için bitki örnekleri Manisa ilinin Muradiye ilçesinden Temmuz ayı içerisinde 2013 yılında toplanmıştır. Bitkinin taze örneklerinin bir kısmı anatomik çalışmalarda kullanılmak üzere % 70’lik etanolde fikse edilmiştir. Örneklerin bir kısmı ise kurutularak herbaryum örneği haline getirilmiştir. Kök, gövde ve yaprak kısımlarından alınan kesitlerin; Leica DM 3000 marka kameralı mikroskop ile mikrofotografı çekilmiştir. Anatomik ölçümler oküler mikrometre ile yapılarak minimum, maksimum, ortalama ve standart sapma değerleri tablo haline getirilmiştir. Çalışmada elde edilen veriler bazı Poaceae türleri ile karşılaştırılmıştır. Anatomik çalışmalarda kök enine kesitinde endodermis hücrelerinin çeperlerinin belirgin biçimde kalınlaştığı gözlenmiştir. Bu tip endodermis yapısı Monokotil bitkilerin kökleri için karakteristiktir. Çalışmanın sonucunda, *H. hirta* türünün kök örneklerinin enine kesitlerinde 4 yönlü kalınlaşma gösteren hücrelere sahip endodermis tabakası ve panikoid şeklinde korteks parankimasının varlığı gözlenmiştir. Gövde örneklerinde iletim demetlerinin epidermise ve kortekse bakan tarafında kap şeklinde yoğun biçimde yer alan sklerankima kümeleri görülmüştür. Yaprak örneklerinin enine kesitinde ise üçgen şekilli yaprak ana damarı ve bulliform yapıda hücreler gözlenmiştir. Bu özellikler Poaceae familyası için anatomik yapıdaki karakteristik özellikler olarak yorumlanmıştır.

**Anahtar Kelimeler** — Anatomi, *Hyparrhenia*, *Hyparrhenia hirta*, Monokotil, Poaceae.

## The Anatomical Study on *Hyparrhenia hirta* (L.) Stapf (Poaceae) Species in Turkey

### Abstract

In this study, *Hyparrhenia hirta* (L.) Stapf was examined anatomically which is monotypic species in Turkey. Plant specimens for the study were collected from Manisa Muradiye District in 2013. The fresh sample of the plant were fixed in 70% ethanol until being used in anatomical studies. Other plant parts were dried to prepare herbarium specimens. Cross-sections of root, stem and leaf were taken and photographed with Leica DM 3000 microscope. Anatomical measurements were performed with ocular

micrometer and minimum, maximum, and average values and standard deviations were given in the tables. Findings were compared with several Poaceae species. In anatomical studies it has been determined that the thickenings were clear on the walls of endodermal cells of the root. These types of endodermal cells are common in the roots of Monocotyledons. As results of this study, the cross-section of root with 4-sided thickened endodermis; cortex parenchyma in the form of panicoid; the cross section of stem with sclerenchyma in the form of cup shape which is located on both side of epidermis under the vascular bundle toward to cortex; the triangle shaped main in the cross section of leaf vein and the bulliform cells were observed for *H. Hirta*. These features have been interpreted as the characteristic features of the anatomical structure for the Poaceae family.

**Keywords** – Anatomy, *Hyparrhenia*, *Hyparrhenia hirta*, Monocotyle, Poaceae.

## 1 Giriş

Poaceae familyası çiçekli bitkilerin en geniş familyalarından olup, 620 cins ve 8000 tür içermektedir. Dünya'nın tüm bölgelerinde yayılış gösteren bu familya Festucoideae, Panicoideae, Eragrostoideae, Bambusoideae, Oryzoideae, Arundinoideae olmak üzere altı alt familyaya ayrılır [1, 2]. Tarımsal açıdan en önemli familyalardan biri olan Poaceae familyasına ait bitkiler, dünya gıda tüketiminin %50-60 kadarını sağlamaktadır [3, 4, 5]. *Hyparrhenia hirta* (L.) Stapf Güney Afrika ve Akdeniz Bölgesi'ne özgü, yaz mevsiminde aktif ve çok yıllık bir C<sub>4</sub> bitkisi olup; Güney Afrika'da saz otu olarak bilinmektedir [6, 7, 8]. 120 cm'ye kadar uzayabilen ve çıplak topraklarda başarılı bir şekilde gelişen *H. hirta*, özellikle erozyona uğramış yamaçlarda ve verimsiz topraklarda yayılış göstermektedir [8, 9].

Türkiye'de özellikle dış Anadolu'da yayılış göstermektedir. Doğal olarak Rizosfer'deki yüksek metal konsantrasyonunu ve maden atıklarını bünyesinde biriktirir. Düşük maden konsantrasyonlarını da sürgünlerinden içine doğru absorbe eder. Bu özelliği nedeniyle maden atıklarını dengeleyebilmek için kullanılacak önemli bir bitkidir [10, 11]. *H. hirta* türünün kuru olarak besin değeri düşüktür [12, 13]. Avusturalya'da yapılan bir çalışmaya göre, genelde hayvan yemi olarak tercih edilmez. *H. hirta* türünün yaprakları genellikle yoğun bir şekilde büyür ve gelişir. Buldukları bölgede tek tür olma istekleri vardır. Bu tip özellikleri nedeniyle, büyük ölçüde buldukları alanı işgal ederek bu alanlardaki yerli bitki türlerinin zenginliğini azaltma eğilimi göstermişlerdir [14]. Ayrıca, Pakistan'da yapılan bir çalışmada *H. hirta* türü, buğday yetiştirme alanlarında işgalci ot olarak bildirilmiştir [7, 15].

Bu çalışmanın amacı, *H. hirta* türünün anatomik özel-

liklerini ortaya koyarak, bu konuda yapılacak diğer çalışmalara kaynak oluşturmaktır.

## 2 Materyal ve Metot

Bitki örnekleri doğal popülasyonu olan (38°40'44.86"K, 27°18'23.25"D) Manisa'nın Muradiye ilçesinden Temmuz ayı içerisinde 2013 yılında toplanmıştır. Türlerin tayini "Flora of Turkey and The East Aegean Islands" adlı esere göre yaş ve kuru örnekler üzerinden yapılmıştır [16]. Bitkinin taze örneklerinin bir kısmı anatomik çalışmalarda kullanılmak üzere %70'lik etanolde fikse edildi. Örneklerin bir kısmı ise kurutularak herbaryum örneği haline getirildi. Anatomik çalışmalarda kök, gövde ve yaprak kesitleri, el kesiti metodu ile jilet kullanılarak hazırlandı. Alınan el kesitleri %96'lık etanolde hazırlanan fast-green ve %50'lik etanolde hazırlanan safranin boyalarının, 9/1 oranında fast-green / safranin şeklinde karışımı sonucu elde edilen yeni karışım ile boyandı. Boyanan kesitler, Leica DM 3000 marka kameralı mikroskop ile fotoğraflandı. Anatomik ölçümler oküler mikrometre ile yapılarak; minimum, maksimum, ortalama ve standart sapma değerleri tablo haline getirildi.

## 3 Bulgular

### 3.1 Kök

Kök enine kesitlerinde, en dışta bulunan tek sıralı epidermis tabakasının altında çeperleri kalınlaşmış, ekzodermis tabakasının varlığı gözlenmiştir. Korteks parankimasını oluşturan hücreler 6-11 sıralı olup, radyalden tetragonale doğru değişen şekildedir ve az çok hücreler arası boşluklar içermektedir. Kesitin merkezinde bulunan radyal iletim dokusunu çevreleyen 17.5-30 µm boyutlarındaki endodermis hücrelerinin çeperleri dört yönlü kalınlaşma göstermektedir. Radyal iletim dokusunda, sayıları 5-12 arasında değişkenlik gösteren ve boyutları 67.63 ile 80.34 µm ara-

sında değişen metaksilem hücreleri dikkati çekmektedir. Primer kökten (ana kök) alınan enine kesitlerde, kesitin merkezinde parankimatik öz hücrelerinin varlığı ve bu hücrelerin etrafında çeperleri kalınlaşma gösteren hücrelerin bulunduğu gözlenmiştir. Sekonder köklerden (yan kök) alınan enine kesitlerde, öz bölgesi bulunmamaktadır ve kökün merkezinde bulunan hücrelerin tamamının çeperlerinin kalınlaşmış olduğu görülmüştür (Tablo 1, Şekil 1).

### 3.2 Gövde

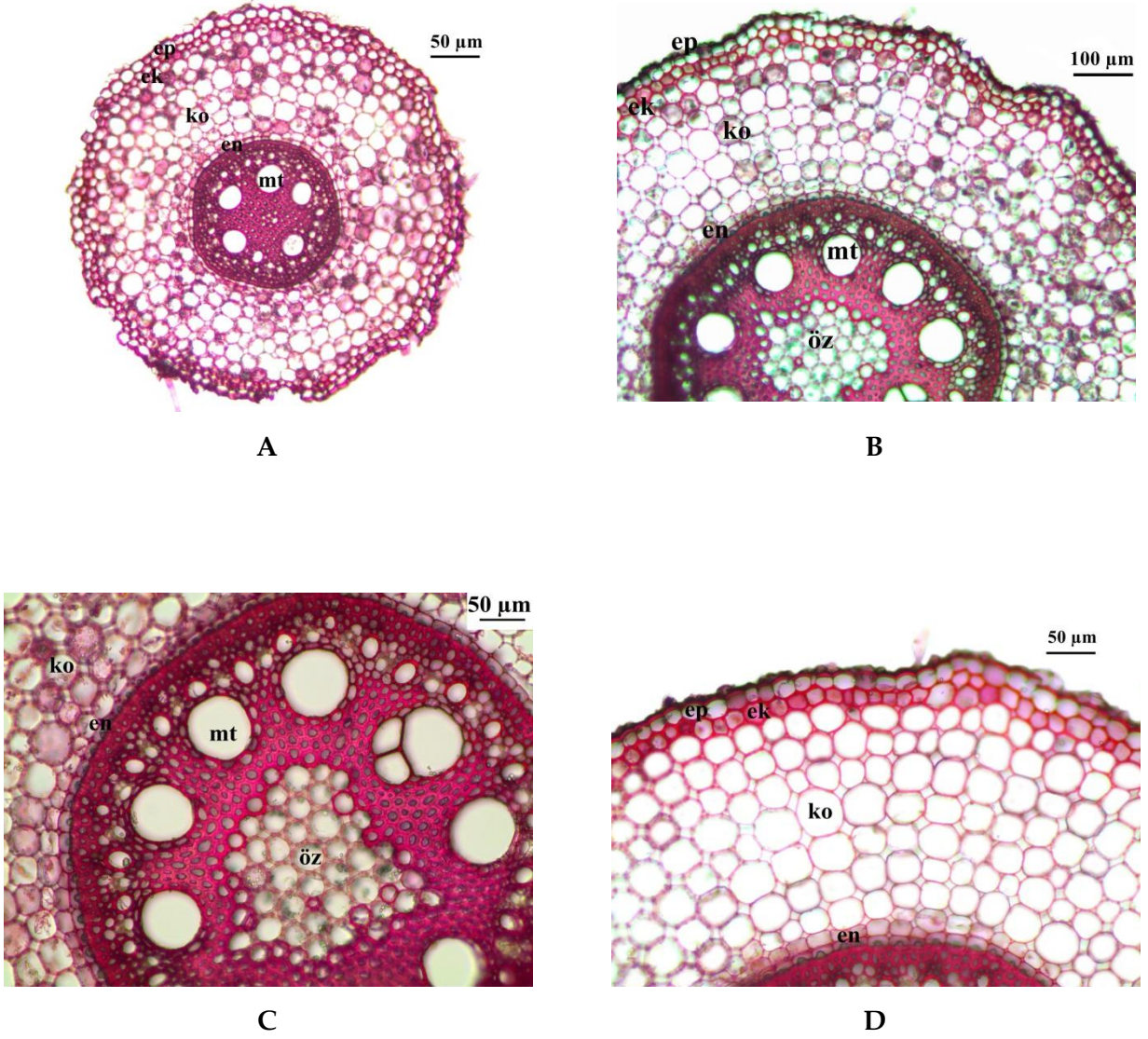
Gövdeden alınan enine kesitlerde en dışta kutikula tabakası ve onun altında tek sıralı, boyutları oldukça küçük (6.19-13.86 µm) epidermis hücrelerinin varlığı gözlenmiştir. Epidermis hücrelerinin altında, boyutları değişkenlik gösteren ve düzenli dizilmiş olan, çok sayıda kolleteral iletim demetleri bulunmaktadır. Bu demetlerin her birinin üzerinde çeperleri kalınlaşmış sklerankimatik hücrelerin varlığı görülmüştür. Boyutları diğerlerine göre büyük olan demetlerin ise hem epidermise hem de kortekse doğru yoğun biçimde sklerankimatik hücreler tarafından sarıldığı dikkati çekmektedir. Kesitin merkezine daha yakın olan ve düzensiz dizilen demetlerin etrafında, çeper kalınlaşması gösteren hücreler bulunmamaktadır. Kesitin merkezinde çapları 36.48 ile 93.43 µm arasında değişen ve dışa doğru gidildikçe boyutları azalan, parankimatik hücrelerden oluşmuş geniş bir öz bölgesi vardır (Tablo 1, Şekil 2).

### 3.3 Yaprak

Yapraktan alınan enine kesitlerde, her iki yüzeyde de kalın bir kutikula tabakası ve bu tabakanın altında tek sıralı hücrelerden oluşan epidermis tabakası gözlenmiştir. Yaprığın üst yüzeyinde bulunan epidermis hücrelerinin aralarında oldukça sık aralıklar ile yer alan ölçümleri 15.33-37.46 µm arasında değişen bulliform hücreleri dikkati çekmektedir. Yaprığın mezofil tabakasında çok sayıda kollateral iletim demetleri yer almaktadır. Bazı iletim demetlerinin üzerinde ve altında sklerankima kümelerinin varlığı görülmüştür. Kesitin her iki yüzeyinde de gramineae tip stoma gözlenmiştir. Üçgen biçimindeki yaprak ana damarında epidermis hücrelerinin altında çeperleri kalınlaşmış olan sklerankimatik hücre sırası yer almaktadır. Çeperleri kalınlaşmış olan bu hücreler, yaprağın kenarlarında küme halini almıştır. Ana damar bölgesinde bulunan mezofil hücrelerinin boyutları, yaprağın kollarına doğru gidildikçe azalmaktadır. Bu hücrelerin boyutları 19.07 ile 87.28 µm arasında değişmektedir. Yapraktan alınan yüzeysel kesitlerde epidermis hücrelerinin çeperlerinin dalgalı olduğu ve çok sayıda stoma yapısının düzenli bir şekilde yerleşim gösterdiği görülmüştür. Yaprak, iyi gelişmiş epidermis ve klorenkimatik yapıdaki küçük demet kını ile "festucoid" tip olarak adlandırılan yapıdadır (Tablo 1, Şekil 3).

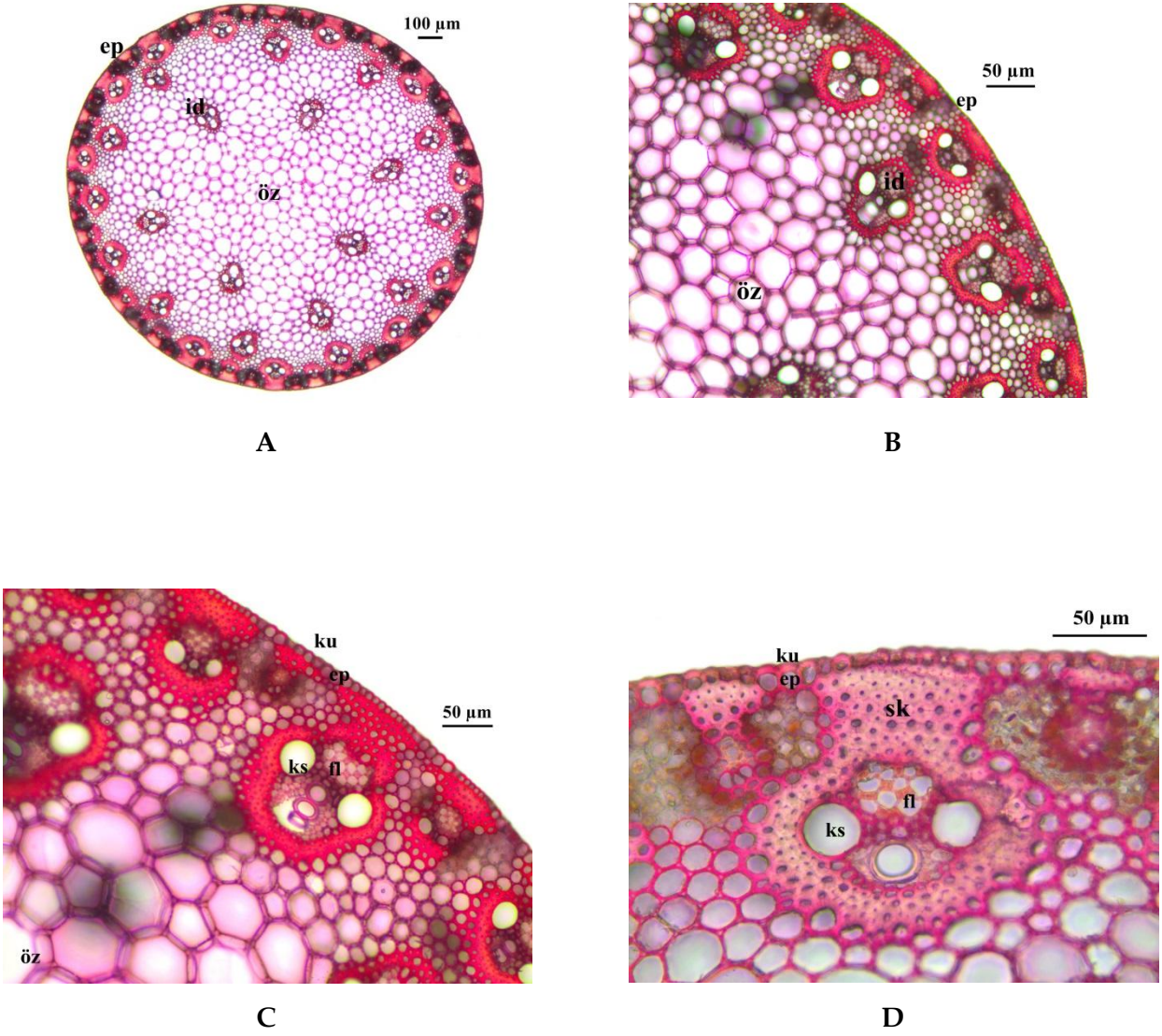
**Tablo 1.** *H. hirta* türünün anatomik ölçüm değerleri

	En (µm)					Boy (µm)				
	Min.- Mak.		Ort. ± SH			Min.- Mak.		Ort. ± SH		
<b>Kök</b>										
Epidermis	13.27	- 29.20	21.94	±	04.05	12.97	- 20.94	17.11	±	02.45
Korteks	22.71	- 53.39	37.71	±	09.91	24.18	- 56.63	35.95	±	09.82
Endodermis	17.50	- 30.00	22.25	±	03.81	07.50	- 12.50	09.25	±	02.06
Metaksilem (Çap)	67.63	- 80.34	71.28	±	04.59					
Trake (Çap)	15.02	- 28.38	19.07	±	04.66					
Öz Bölgesi	16.76	- 34.10	24.69	±	06.02	15.60	- 38.19	25.01	±	06.17
<b>Gövde</b>										
Kutikula	02.06	- 04.19	03.31	±	00.61					
Epidermis	06.19	- 13.86	09.49	±	02.61	05.31	- 12.97	08.38	±	02.46
Trake (Çap)	17.40	- 48.37	33.60	±	09.31					
Öz Bölgesi	36.48	- 93.43	64.41	±	19.40	33.57	- 96.35	66.43	±	20.08
<b>Yaprak</b>										
Üst Kutikula	01.89	- 05.97	04.04	±	01.08					
Üst Epidermis	07.96	- 21.53	13.30	±	03.94	05.60	- 20.94	11.93	±	04.59
Bulliform Hücresi	15.33	- 37.46	22.61	±	07.39	15.92	- 61.06	36.86	±	15.10
Mezofil	19.07	- 87.28	49.97	±	21.80	12.71	- 91.32	50.68	±	23.19
Trake (Çap)	10.61	- 30.67	26.43	±	04.53					
Alt Epidermis	09.70	- 24.77	17.93	±	04.71	07.37	- 20.05	14.61	±	03.91
Alt Kutikula	01.97	- 06.19	03.57	±	01.20					

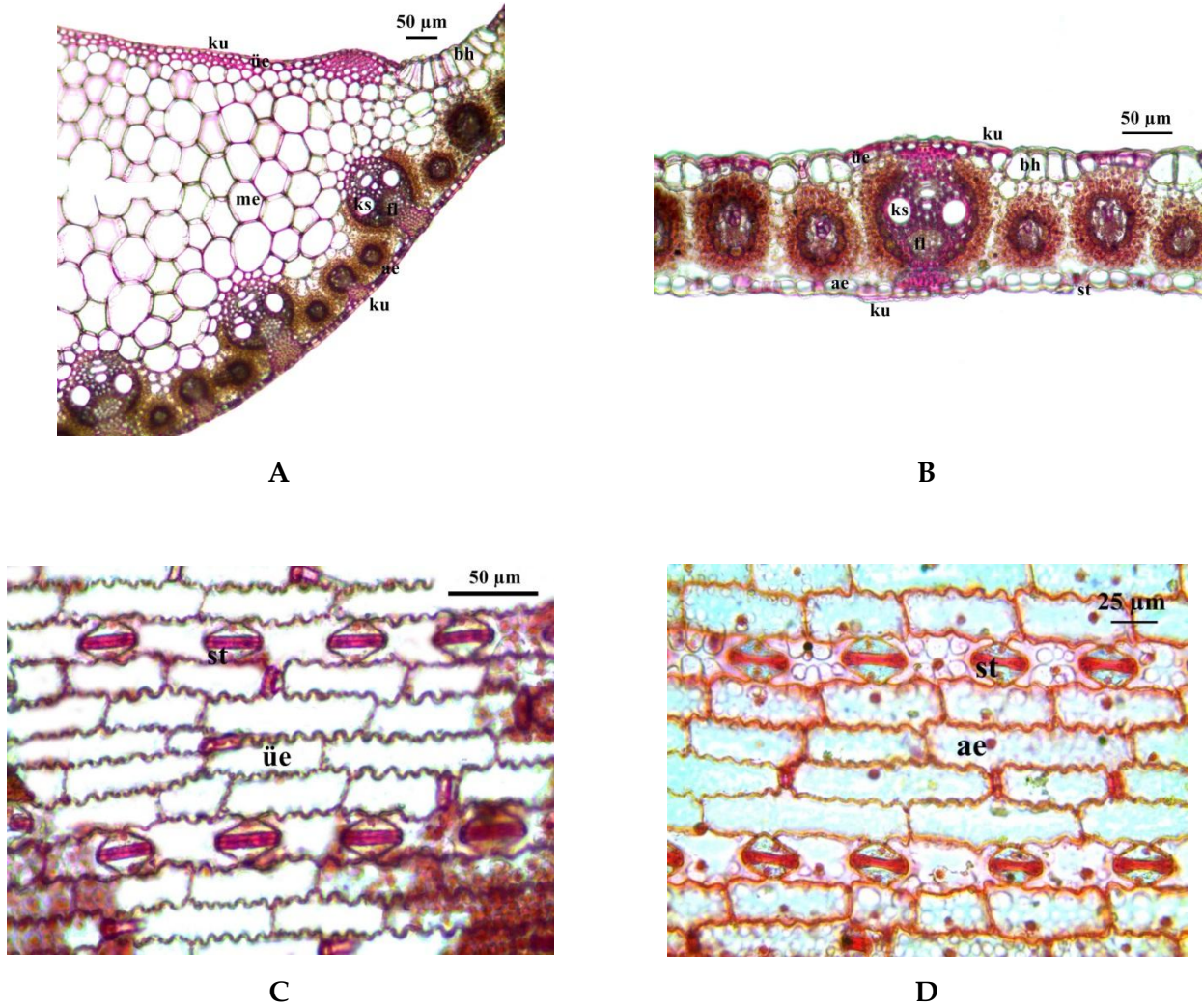


Şekil 1. *H. hirta* primer kök (B-C), sekonder kök (A) ve kök korteksi bölgesi (D) enine kesitleri ep: epidermis, ek: ekzodermis, ko: korteks, en: endodermis, mt: metaksilem, öz: öz bölgesi





**Şekil 2.** *H. hirta* gövde (A-B-C) ve gövde iletim demeti (D) enine kesitleri **ku:** kutikula, **ep:** epidermis, **id:** iletim demeti, **ks:** ksilem, **fl:** floem, **öz:** öz bölgesi, **sk:** sklerankima



**Şekil 3.** *H. hirta* yaprak (A-B) enine ve (C-D) yüzey kesitleri **ku:** kutikula, **üe:** üst epidermis, **bh:** bulliform hücresi, **me:** mezofil hücreleri, **ks:** ksilem, **fl:** floem, **ae:** alt epidermis, **st:** stoma

#### 4 Tartışma ve Sonuç

Kök enine kesitinde radyal iletim demetinde gözlenen metaksilemlerin yoğunluğu ve kesitin merkezinde öz bölgesinin bulunuşu dikkati çekmektedir. Endodermis hücrelerinin çeperleri belirgin şekilde tamamen kalınlaşma göstermiştir. Bu tip endodermis yapısı Monokotil bitkilerin kökleri için karakteristiktir [17]. Benzer özellikler araştırmacılar tarafından Bambusoideae altfamilyasına ait türlerde de gözlenmiştir [18]. Aynı çalışmada tamamen kalınlaşmış endodermis "O-şekilli" (4 yönlü), sadece üç tarafı kalınlaşmış endodermis "U-şekilli" olarak adlandırılmıştır. Bu tanımlamaya göre *H. hirta* O-şekilli endodermise sahip olup, kök anatomik yapısındaki diğer dokular da aynı özelliği gösteren türlere benzemektedir. Bunlar; ekzodermisin korteksi kesintisiz halka şeklinde sarması, korteks parankimasında bü-

yük boşlukların bulunmayışı, panikoid kortekse sahip oluşu ve metaksilemin kökün merkezinde düzgün bir sıralı halka şeklinde sıralanması olarak gösterilebilir. Goller, Poaceae familyasının köklerini panikoid, pooid ve orizoid olmak üzere üç tipte gruplandırmıştır [19]. Panikoid tip korteks hücreleri radyalden tetragonale kadar değişen şekillerde olup hücreler arası boşluklar içermektedir ve metaksilem sayısı 7-12 arasında değişmektedir. Pooid tipte korteks hücreleri üçgeni yapıda olup hücreler arası boşluklara sahiptir ve metaksilem sayısı 2-6 arasında değişmektedir. Orizoid tipte ise her iki grubun özellikleri de ortak olarak gözlenmektedir [19]. *H. hirta* türünün kök enine kesiti panikoid tipe uyumluluk göstermektedir. Yaprak enine kesitinde epidermis hücrelerinin yanında bulliform hücreleri bulunmaktadır. Bu hücreler birçok monokotil bitki familyası için karakteristiktir [20]. Bu hücrelerin bazı araştırmacılar tarafından su depo et-

me, su stresine karşı yaprakların kıvrılması gibi farklı görevler üstlendiği belirtilmektedir. Bulliform hücrelerinin yapısı, yaprak ana damarı ve omurga yapısı, omurgadaki iletim demetlerinin sayısı, "culm" denilen gövde yapısındaki sklerankimanın düzenlenişi araştırmacılar tarafından Ischaeminae subtribusuna ait bitkilerde cins düzeyinde ayırt edici karakterler olarak gözlenmiştir [21]. *Hyparrhenia* genusu Ischaeminae subtribusu ile aynı tribusa "Andropogoneae" dahildir. Bu bakımdan ortak özellikler gösterdikleri görülmüştür. *H. hirta*'nın bulliform hücreleri *Sehima nervosum* (Rottler) Stapf 'daki gibi yelpaze şeklindedir ve gövdede sklerankima hem iletim demetlerinin epidermise bakan tarafında kap şeklinde hem de kortekste iletim demetlerinin altındaki kısımda yoğun biçimde yer almaktadır. Ana damarda yaprak yapısı *Ischaemum hirtum* Hack.'da olduğu gibi üçgen şeklindedir.

Sonuç olarak panikoid yapılu kortekse sahip olan kök yapısı, gövde iletim demetlerindeki sklerankimatik yapılar ve yaprak ana damarının yapısı *H. hirta* türü'nün ayırt edici özellikleri olarak belirlenmiştir.

## 5 Referanslar

- [1] Mabberley, D.I. *The Plant Book*; Cambridge Univ. Press: Cambridge, New York, 2008.
- [2] Perveen, A.; Qaiser, M. Pollen Flora of Pakistan -Lxix. Poaceae. Pakistan Journal of Botany. 2012; 44(2), 747-756.
- [3] Dahlgren, R.M.T.; Clifford, H.T. *The Monocotyledons: a Comparative Study*; Academic Press: London, England, 1982.
- [4] Grubben, G.J.H.; Portohardjono, S.; Van Der Hoek, H.N. Introduction. In *Plant Resources of South-East Asia Cereals*; eds, Grubben, G.J.H.; Partohardjono, S. Backhuys Publishers, Leiden. 1996; 15-72 pp.
- [5] Mcdonald, M.P.; Galwey, N.W.; Colmer, T.D. Similarity and Diversity in Adventitious Root Anatomy as Related to Root Aeration Among a Range of Wetland and Dryland Grass Species. Plant, Cell and Enviroment. 2002; 25, 441-451.
- [6] Clayton, W.D. A Revision of The Genus *Hyparrhenia*. Kew Bulletin. 1969; 2, 1-196.
- [7] Chejara, V.K.; Kriticos, D.J.; Kristiansen, P.; Sindel, B.M.; Whalley, R.D.B.; Nadolny, C. The Current and Future Potential Geographical Distribution of *Hyparrhenia hirta*. European Weed Research Society. 2010; 50, 174-184.
- [8] Roberts, B.R. Common Grasses of The Orange Free State. Published by The Orange Free State Provincial Administration, 1973.
- [9] Witkowski, E.T.F.; Weiersbye, I.M. The Seed Biology of Naturally-colonizing and Introduced Vegetation on Gold Slimes Dams and Adjacent Veld. Plant Ecology and

Conservation Series No. 9, Report to Anglo-American Corporation. 1998, Pl-221

- [10] Padmavathiamma, P.K.; Li, L.Y. Phytoremediation Technology: Hyperaccumulation Metals In Plants. Water Air Soil Pollution. 2007; 184, 105-126.
- [11] Macdonald, W.T. The Use of Water Hyacinth Mulch and Sewage Sludge in Gold Tailings to Improve Soil Fertility and Stability. School of Animal, Plant and Environmental Sciences. 2012, 40.
- [12] Tanitaon, N.M. The Grass Plant and Its Reaction to Treatment. In: Veld and Pasture Management in South Africa. Shuter and Shooter: Pietermarizburg, 1981.
- [13] Parrini, F. Nutritional and Social Ecology of The Sable Antelope in A Magaliesberg Nature Reserve. A Thesis Submitted to The Faculty of Science, University of The Witwatersrand, Johannesburg, 24 November 2006.
- [14] Mcardle, S.L.; Nadolny, C.; Sindel, B.M. Invasion of Native Vegetation by Coolatai Grass *Hyparrhenia hirta*: Impacts on Native Vegetation and Management Implications. Pacific Conservation Biology. 2004; 10, 49-56 pp.
- [15] Hussain, F.; Murad, A.; Durrani, M. Weed Communities In The Wheat Fields of Mastuj, District Chitral, Pakistan. Pakistan Journal of Weed Science Research. 2004; 40, 101-108.
- [16] Mill, R.R. *Hyparrhenia*. In *Flora of Turkey and The East Aegean Islands*; Davis, P.H.; Mill, R.R.; Tan, K: Edinburgh Univ. Press, Edinburgh. Vol: 9. 1985.
- [17] Fahn, A. *Plant Anatomy*. Third Edition. Pergamon Press., Oxford, 1982.
- [18] Raechal, L.J.; Curtis, J.D. Root Anatomy of The Bambusoidae (Poaceae). Amerikan Journal of Botany. 1990; 77(4), 475-482.
- [19] Goller, H. Beitrage Zur Anatomic Adulter Gramincenwurzeln im Hinblick auf Taxonomische Verwendbarkeit. Beitrage zur Biologie der Pflanzen. 1977; 53, 217-307.
- [20] Metcalfe, C.R. *Anatomy of Monocotyledons. I. Gramineae*; Claredon Press: Oxford, 1960.
- [21] Traiperm, P.; Thaweesakdi, B.; Chantaranonthai, P.; Simpson, D.A. Vegetative Anatomy of Subtribe Ischaeminae (Poaceae) in Thailand. Tropical Natural History. 2011; 11(1), 39-54.



# Erzincan'ın Farklı Bölgelerindeki Sarıçamların (*Pinus sylvestris* L. var. *hamata* Steven) Ağaç Bileşenlerinde ve Yetiştikleri Toprakta Mineral Elementlerin Birikimi

Müjgen ELVEREN<sup>1\*</sup>, Etem OSMA<sup>2</sup>, Güven KARAKOYUN<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Erzincan Üniversitesi Fen Edebiyat Fak. Biyoloji Bölümü, 24100, Erzincan, Turkey

<sup>2</sup>Erzincan Üniversitesi Fen Edebiyat Fak. Biyoloji Bölümü, 24100, Erzincan, Turkey

<sup>3</sup>Erzincan Üniversitesi Fen Edebiyat Fak. Biyoloji Bölümü, 24100, Erzincan, Turkey

\*İletişimden sorumlu yazar / Corresponding author

Geliş / Recieved: 22 Mayıs (May) 2015

Kabul / Accepted: 7 Eylül (September) 2015

DOI: <http://dx.doi.org/10.18466/cbujos.24777>

## Özet

Bu araştırma ile dördü Erzincan şehir merkezinden (Dört Yol, Park, İstasyon, Buğday Meydanı) ve biri şehir dışından olmak üzere beş farklı lokaliteden sarıçam (*Pinus sylvestris*) bitkisine ait kabuk, dal, yaprak ve yetiştikleri topraklardan örnekler toplanarak mineral element konsantrasyonları araştırılmıştır. Toplanan bitki ve toprak örnekleri laboratuvar da ön işlemlerden geçirildikten sonra mineral element konsantrasyonları ICP-OES' te analiz edilmiştir. Elde edilen bitki ve toprak verileri istatistiksel olarak değerlendirilerek, lokaliteler arasındaki farklılıklar belirlenmiştir. Yapılan istatistiksel değerlendirmede şehir merkezi ve kontrol bölgesinden toplanan toprakların ve bitkilerin mineral element içerikleri arasında anlamlı farklılıkların olduğu gözlemlenmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Erzincan, mineral element, ICP-OES, *Pinus sylvestris*

## Accumulation of Mineral Elements in The Component of The Scots Pine (*Pinus sylvestris* L. var. *hamata* Steven) Trees and Grown in The Soil in Different Area of Erzincan

### Abstract

The aim of this research is to investigate mineral element concentration, shell, branch, leaf and soil samples of the scots pine plant (*Pinus sylvestris* L. var. *hamata* Steven) in five different localities one of which is upper centrum of Erzincan. Collected plant and soil samples were exposed to a pre-treatment in laboratory, and then their mineral element concentrations were analysed through ICP-OES device. The plant and soil datas obtained were statistically evaluated and the differences between localities were detected. Besides, the results obtained were also compared with limited values of plants and soils. Consequently, it was observed in the statistical evaluation that there were significant differences between the mineral element content of the soils and plants collected from the city center and control region.

**Keywords:** Erzincan, mineral element, ICP-OES, *Pinus sylvestris*

## 1 Giriş

Ağaçların mineral besin elementlerini nasıl kullandıkları ile ilgili bilgilerin öğrenilmesi, orman ağaç-

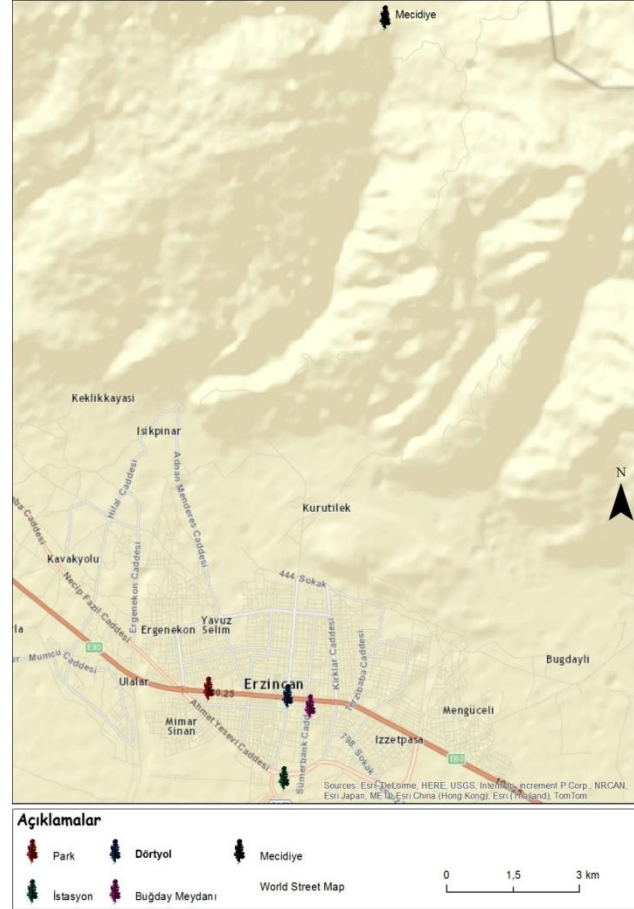
larının habitatına bağlı olarak göstermiş olduğu stres tepkilerinin anlaşılabilmesi bakımından oldukça önemlidir. Ağaçların kök, gövde ve yaprak

kısımlarına bakıldığında besin maddeleri aynı miktarda olmamaktadır. Bitki yapısının büyümesi iletim sistemi ile gerçekleşmektedir. Bitkilerin kökleri ve yaprakları vasıtasıyla su ve suda erimiş maddesel tuzlar, organik maddeler iletim boruları ile üretim organlarına ve bitkilerin büyüyen kısımlarına iletilmektedir [1]. Bitkiler gelişimlerini normal olarak devam ettirebilmeleri için, belirli miktarlarda bitki mineral elementlerine ihtiyaç duymaktadır. Doğada bulunan 92 elementin 16'sı mutlak gerekli besin elementleri olarak bilinmektedir. Mutlak gerekli besin elementleri; azot, potasyum, fosfor, çinko, kükürt, magnezyum, bakır, kalsiyum, demir, mangan, nikel, klor, molibden ve bor olarak değerlendirilmektedir [2, 3]. Fizyolojik olarak mikro ve makro elementlerin önemi bitkiler için oldukça fazladır. Elementler genel olarak bitkilerde organik madde üretimi olmak üzere, oksidasyon ve redüksiyon tepkimelerinde, enzim aktivitelerinde, enerji aktarılmasında ve elektron taşınması gibi birçok çeşitli metabolik faaliyetlerin meydana gelmesinde önemli rol oynamaktadır [4]. Bitkilerin bünyesinde işlevleri tam olarak belirlenmiş elementlerin, toprakta bulunma form ve konsantrasyonları, bitkilerin beslenmesi bakımından oldukça büyük önem taşımaktadır. Bitki besin elementlerinin bitki kökleri tarafından alınması sırasında; bitkinin türü, yaşı, kök büyümesi, toprağın fiziksel, kimyasal ve biyolojik özellikleri, toprakta yarayışlı şekilde bulunan elementlerin cins ve miktarları, uygulanan tarımsal yöntemler, hava koşulları gibi birçok faktörün etkisi bulunmaktadır [5].

Bitkiler gereksinim duydukları besin elementlerini gelişmiş oldukları ortamdan alırlar. Bu besin elementlerinin büyük bir bölümü toprak altı organları olan kök sistemleriyle alınırken, çok az bir bölümü de toprak üstü organları olan gövde, dal ve yapraklarıyla alınır [6, 7]. Besin elementlerinin büyük bir bölümü toprak altı organları olan kök sistemleriyle alınır. Bu nedenle kök sistemleri bitkiler için oldukça önemlidir [7, 8].

Bitki besin elementleri toprağın katı, sıvı ve gaz fazlarında bulunur. Temel kaynağı ise toprağın katı fazıdır. Katı faz, inorganik parçacıklara (Ca, K, Co, Mn, Fe, Na, Mg ve Zn gibi katyonlar) ve organik parçacıklara (başta N olmak üzere P ve S) kaynaklık eder. Toprağın sıvı fazı, toprak çözeltisi

olarak da bilinir. Bu faz bitki besin elementlerini temelde iyon şeklinde içerir. Bitki besin elementlerinin bitkiler tarafından alınabilmesi için, bu besin elementlerinin kök etki alanına taşınması gerekir. Daha sonra kök etki alanında, bitki kökleri ile katı faz temas haline geçer. Bu nedenle, besin elementlerinin bitki kökleri tarafından kolayca alınabilmesinde toprak çözeltisinin önemi büyüktür. Yani, toprak çözeltisi ile toprağın katı fazı sürekli denge halindedir [8, 9].



Şekil 1. Çalışma alanı

Bu çalışma ile;

- 1- Erzincan'da belirlediğimiz lokalitelerden topladığımız toprak ve sarıçamlara ait kabuk, dal ve yaprak örneklerinde mineral elementlerin (Mg, K, Ca, P, B, Mn, S, Al) konsantrasyonunu tespit etmek,
- 2- Yapılan istatistiksel analizler sonucunda kontrol lokalitesi ile şehir merkezinde belirlenmiş olan lokaliteler arasındaki farklılıkları tespit etmek,

- 3- Bitki bileşenlerinde element konsantrasyon farklılıklarını tespit etmek
- 4- Sarıçamların biyomonitör özelliklerini belirlemek gibi konular amaçlanmaktadır.

## 2 Materyal ve Yöntem

Habitatına göre 20-40 metre boylarında narın gövdeli, sivri tepeli ve ince dallar sahip veya dolgun ve düzgün gövdelidir. Bunun yanında yayvan tepeli ve kalın dallı bir ağaçtır [10]. Bitkide önemli bir anahtar özellik kabuktur. Kabuk genç bireylerde ve yaşlı ağaçların üst kesimlerinde tilki sarısı, kirli sarımsı kırmızıya da kırmızımsı kahverengi renge sahiptir İğne yaprakların boyları yetiştirme yerlerine göre 3-8 cm'dir [10, 11]. Kozalaklar 3-6 cm uzunluğundadır. Tohum küçük 3-4 mm, kanat kendisinden 3-4 kat daha uzundur [10, 13].

Sarıçam, Avrupa ve Asya kıtalarında görülebilen yaklaşık 14.700 km boyunda çok geniş bir şerit üzerinde yayılış göstermektedir. Yayılış alanlarının çeşitli ekolojik özelliklere sahip olması, sarıçamın farklı özelliklerdeki habitatlarda yaşayabildiğini göstermektedir. Sarıçamlara, 0-2700 m arası yüksekliklerde rastlanmakta, daha çok dağlık bölgelerde yayılmaktadır. Ülkemizde sarıçamın genel olarak yayılış gösterdiği bölgeler Kuzey, Kuzeydoğu, Kuzeybatı ve Orta Anadolu'dur [12, 13]. Sarıçam, ülkemizin Karadeniz kıyısının doğusunda 2000 m'ye varan yüksek yerlerde ve deniz görmeyen alanlarda bulunur. Doğu Anadolu'nun kuzeyinde Sarıkamış, Göle ve Ardahan lokalitelerinde yaklaşık 2300 m yüksekliklerde görülmekle beraber iğne yapraklı ormanların büyük bir kısmını oluşturmaktadır. Gümüşhane çevresinde Yazdar ve Dirî Dağları'nda 2400 m'de, Erzincan çevresinde Spikör Dağı'nda 2500 m'de bulunmaktadır [13, 14].

Bu çalışmada, Erzincan il sınırları içerisinde biri kontrol olmak üzere, beş farklı lokaliteden toplanan sarıçamlara ait yaprak, dal ve kabukları ile sarıçamların yetiştiği toprak örnekleri kullanılmıştır. Lokaliteler dörtyol kavşağı, park, istasyon bölgesi, buğday meydanı ve kontrol bölgesi olmak üzere beş farklı lokalite olarak belirlenmiştir (Şekil 1.). Örnekler 2013 yılının mart

ayı içerisinde toplanmıştır. Kabuk ve dal örnekleri alınırken ağaçların yaşları ve bununla birlikte morfolojik özellikleri dikkate alınmıştır. Yaprak örnekleri ise yeni oluşmuş ve morfolojik olarak birbirine yakın özelliğe sahip dalların uç kısımlarından toplanmıştır. Örneklerin teşhisi yapılarak toplandığı istasyonların lokalitesi not edilerek toplanan örnekler ayrı ayrı poşetlere konmuştur [11]. Örnek alınan örnekler, analiz çalışmalarından önce birkaç aşamadan geçirilmiştir: Öncelikle sarıçamdan toplanan yaprak örnekleri her lokalite için ikiye ayrılarak bir kısmı distile su ile yıkanmış, diğer kısmı yıkanmamıştır. Hazırlanan bu yıkanmış ve yıkanmamış yapraklar ile her lokaliteden toplanan kabuk ve dal örnekleri lokalitelerine göre ayrılarak isim verilmiş ve etüvde 80 °C'de 24 saat kurutulmuştur. Kurutulan örnekler havanda dövülerek toz hâline getirilmiş ve işlemden sonra 1,5 mm'lik elekten geçirilmiştir. Her örnekten sonra havan etil alkol ile yıkanarak kontaminasyon engellenmiş, toz hâline getirilmiş örnekler ayrı poşetlere konup isimlendirilerek saklanmıştır [15, 16].

Toprak numûneleri ise her lokaliteden yüzeyinden itibaren döküntü kısımlar temizlendikten sonra 10 cm'lik bölgeden, çapa kullanılarak ve kontaminasyonlardan korunarak yaklaşık 500 gr miktarında alınıp poşetlere konarak isimlendirilmiştir. Laboratuvar ortamına getirilen toprak örnekleri yere serilip iyice kurutulmuş ve hava kurusu haline getirildikten sonra 1,5 mm'lik elekten geçirilmiştir.

Bitki örneklerinden 0,5 gr tartılıp teflon hücrelere konularak, mikrodalga fırında örnekler içine 10 mL % 65'lik HNO<sub>3</sub> ilave edildikten sonra Nowave SA (Kanada) mikrodalga cihazında 280 PSI basınçta ve 180 °C'de 20 dakika yakılmıştır. Hücreler mikrodalgadan çıkarılarak soğumaya bırakılmıştır. Hücreler içerisindeki örnekler, deiyonize su ile üzerleri 50 mL'ye tamamlanmıştır. Filtre kağıdından süzülükten sonra Spectro blue marka ICP-OES cihazında uygun dalga boylarında okunmuştur [17, 18]. Toprak örnekleri de 0.5 gr tartılıp teflon hücrelere konularak, mikrodalga fırında örnekler içine 10 mL % 65'lik HNO<sub>3</sub> ve 3 ml HCl eklenmiştir. Nowave SA (Kanada) mikrodalga

cihazında 280 PSI basınçta ve 180 °C'de 5 dakika yakılmıştır. Hücreler mikrodalgadan çıkarılarak soğumaya bırakılmıştır. Hücreler içerisindeki örnekler, deiyonize su ile üzerleri 50 mL'ye tamamlanmıştır. Filtre kağıdından süzülükten sonra Spectro blue marka ICP-OES cihazında uygun dalga boylarında okunmuştur [17, 18].

Yapılan istatistiksel analizlerde  $p \leq 0.05$  değeri anlamlı olarak değerlendirilmiştir. SPSS 19 İstatistik Programı ile %95'lik güven aralığında ANOVA testi ve çoklu karşılaştırmalarda, farklılığın belirlenmesi için Tukey HSD testi kullanılmıştır.

### 3 Bulgular ve Tartışma

Erzincan şehir merkezindeki dört farklı lokalite ile bir kontrol bölgesinden toplanan sarıçamlara (*Pinus sylvestris*) ait kabuk, dal, yaprak (yıkamış ve yıkamamış) örnekleri ve yetiştikleri topraklardan toplanan örnekler analiz edilerek her bir elementin konsantrasyonu ölçülmüştür. Yapılan ölçümler sonucunda, önemli sonuçlar elde edilmiştir.

Yapılan çalışma sonucunda elde edilen verilere göre; Mg konsantrasyonu bitkinin dal kısımlarında, kabuk ve yapraklara göre oldukça azdır. Yıkamış ve yıkamamış yapraklar arasında da farklılıklar gözlenmiştir. Lokalitelere bakıldığında yaprak ve kabuktaki Mg konsantrasyonu en fazla istasyon bölgesinde tespit edilmiştir. Toprak örneklerine bakıldığında, Mg konsantrasyonun park bölgesinde yoğun olduğu tespit edilmiştir (Şekil 2.).

K konsantrasyonunun, özellikle dörtyol bölgesinden toplanan örneklerde öbürlerinden fazla olduğu gözlenmiştir. En az K konsantrasyonu ise kontrol bölgesinden toplanan örneklerde görülmüştür. Bitki kısımları arasında K miktarı, yapraklarda daha yoğun olarak tespit edilmiştir. Toprak analizi sonucunda, K miktarının, istasyon bölgesinden alınan toprak örneklerinde öbürlerinden daha fazla olduğu gözlenmiştir (Şekil 3.).

Ca konsantrasyonunu karşılaştırdığımızda, en fazla Ca miktarı bitkinin kabuk kısmında tespit

edilmiştir. Yıkamış ve yıkamamış yapraklar arasında Ca konsantrasyonu bakımından farklılıklar gözlenmiştir. Özellikle istasyon bölgesinden toplanan yapraklarda, yıkamış ve yıkamamış olanlarında ciddi farklılık söz konusudur. Toprak örneklerindeki Ca miktarı, en fazla istasyon bölgesinde en az ise kontrol bölgesinde tespit edilmiştir (Şekil 4.).

Fosfor konsantrasyonu, bitki kısımları arasında en fazla yapraklarda tespit edilmiştir. Yıkamış ve yıkamamış yapraklar arasında da farklılıklar gözlenmiştir. Bölgelere göre değerlendirme yapılacak olursa, kontrol bölgesinden toplanan yaprak örneklerinde, diğer bölgelere oranla fazla miktarda P içeriği tespit edilmiştir. Bitkinin yetiştiği topraklardan alınan örneklerin analizi sonucunda, en fazla fosfor içeriğine sahip toprak, dörtyol bölgesinden alınan örneklerde tespit edilmiştir (Şekil 5.).

Bor, en az dal kısımlarında gözlenmiştir. En yüksek Bor içeriğine ise yıkamamış yapraklar arasında rastlanılmıştır. Yıkamış ve yıkamamış yapraklar arasında da önemli ölçüde farklılıklar mevcuttur. Toprak analizi sonucunda, bölgeler arasında farklılıklar tespit edilmiştir. Buna göre en yüksek Bor içeriğine sahip toprak, istasyon bölgesinden alınan örnekler olarak tespit edilmiştir (Şekil 6.).

Mn konsantrasyonu bakımından, bitkinin kısımları arasında oldukça farklı veriler elde edilmiştir. Özellikle kabuk kısımlarında, Mn içeriği diğer bitki kısımlarına göre daha fazladır. İstasyon bölgesinden toplanan örneklerin kabuk kısımlarında Mn içeriği oldukça fazladır. Yıkamış ve yıkamamış yapraklar arasında da farklılıklar söz konusudur. Bölgelere göre kıyaslama yapılacak olursa, Mn birikimi, kontrol bölgesindeki bitkilerin yaprak kısımlarında en fazladır. Toprak örnekleri incelendiğinde, Mn içeriği en fazla buğday meydanı bölgesindeki örneklerde tespit edilmiştir. Toprak ve bitki kısımlarında yapılan istatistiksel değerlendirmelerde lokaliteler arasında güçlü yönde anlamlı farklılıkların olduğu tespit edilmiştir (Şekil 7.).

S konsantrasyonu kabuk kısmında, yaprak ve dala göre oldukça yüksek miktarda tespit edilmiştir.



Ayrıca yıkanmış ve yıkanmamış yapraklar arasında da S içeriği bakımından farklılıklar belirlenmiştir. Bölgelere göre kıyaslama yapıldığında, kabuk, dal ve yıkanmış yapraklarda, Dört Yol bölgesinden toplanan örneklerde diğer bölgelere göre yüksek miktarda S konsantrasyonuna rastlanılmıştır. Toprak analizi verilerine göre, bölgelerdeki S konsantrasyonu değerlendirildiğinde, en az S konsantrasyonu kontrol bölgesinden alınan topraklarda mevcut olup en fazla kükürt konsantrasyonu istasyon ve buğday meydanından alınan toprak örneklerinde gözlenmiştir. (Şekil 8.).

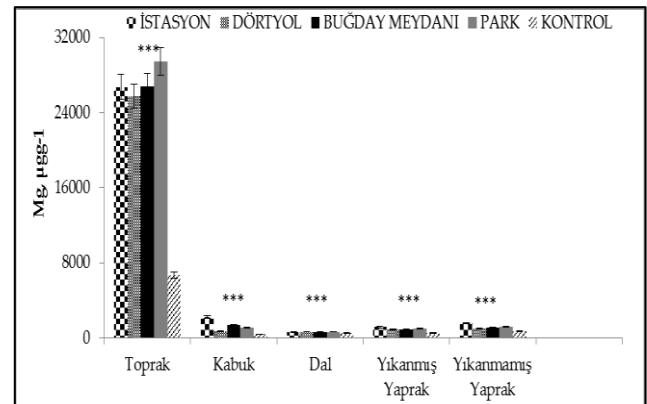
Al konsantrasyonu, bitki kısımları arasında kabukta gözlenmiş, en az ise yıkanmış yapraklarda tespit edilmiştir. Bölgelere göre değerlendirme yapıldığında, bitki kısımlarında istasyon bölgesinden toplanan örneklerde rastlanılmıştır. Al konsantrasyonu, kontrol bölgesinden alınan topraklarda daha fazladır (Şekil 9.).

Genel olarak, toprak ve bitki kısımlarında alınan örneklerde yapılan istatistiksel değerlendirmelerde lokaliteler arasında güçlü yönde anlamlı farklılıkların olduğu tespit edilmiştir. Toprakta elde edilen verilere bakıldığında kontrol bölgesinin dışında diğer lokalitelerde yüksek olup, şehir merkezinde trafik, kentleşme v.b. gibi faktörlerin etkileyebileceği düşüncesindeyiz.

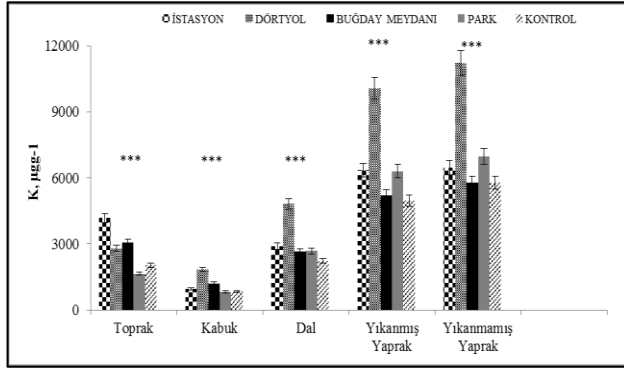
Yapılan bu çalışma sonucunda elde edilen veriler, yapılan öbür çalışmalarla kıyaslandığında; Tausz ve ark. [19], yaptıkları çalışmada inceledikleri *P. canariensis* mineral element tayini sonucunda 6 farklı mineral arasında Ca, Mn, K, Mg paralel, P yüksek ve B konsantrasyonun düşük olduğu tespit edilmiştir. Miranda ve ark. [20], yaptıkları çalışmada *Picea abies* ve *Pinus sylvestris* kabuk kısımlarında mineral element konsantrasyonlarını incelemişlerdir. Ca, Mg ve K konsantrasyonlarının bizim verilerimize göre oldukça düşük olduğu tespit belirlenmiştir. Kurczynska ve ark. [21], yaptıkları çalışmada, *Pinus sylvestris* ve yetiştiği topraktaki mineral madde içeriğini incelemişlerdir. Bunun sonucunda, bitki yapraklarında Mn yüksek, Ca düşük, Mg, K, ve S konsantrasyonları paralel iken toprak örneklerinde ise Ca, K düşük, Mg, Mn ve S paralel olarak tespit edilmiştir. Bozkurt ve ark. [22], erik ağaçlarının beslenme durumları ve bitki

besin elementi içeriği ile verim arasındaki ilişkileri belirlemek amacıyla yaptıkları bu çalışmada, bu ağaçların yetiştiği topraklarda Ca (3.356-6.650 µg/g dw) ve K (411-590 µg/g dw) miktarının fazla, Mn (220-424 µg/g dw) ve Mg (6,3-12,37 µg/g dw) miktarının yeterli düzeyde olduğunu tespit etmişlerdir. Meyve ağaçlarının yapraklarında ise K (1.130-4.800 µg/g dw) ve Mn (27-155 µg/g dw)'in düşük, Ca (1.540-5.070 µg/g dw) ve Mg (300-1.660 µg/g dw)'in paralel düzeyde olduğu görülmüştür. Ergün ve ark. [23], çalışmasında Amanoslar'da (Hatay) yetişen, *Laurus nobilis*, *Pyracantha coccinea*, bitkilerini materyal olarak kullanmışlardır. Bitki örneklerindeki mineral element ve ağır metal analizleri ICP-OES kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bizim yapmış olduğumuz çalışmamızda da *Pinus sylvestris* bitkisinde incelediğimiz element arasında, sarıçamda B elementinin yüksek olduğu tespit edilmiştir.

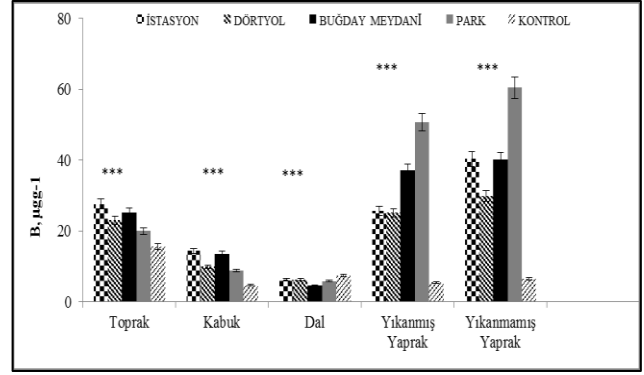
Elde ettiğimiz verileri, bitkilerde olması gereken değerler ile kıyasladığımızda Potasyum miktarı toprakta olması gereken miktardan az, bor konsantrasyonu ise bazı lokalitelerde toprakta bulunması gereken miktarın oldukça üstünde çıkmıştır. Verilerimizi, bitkide olması gereken değerlerle karşılaştırdığımızda; potasyum, fosfor, mangan, alüminyum, magnezyum ve kalsiyum miktarının belirtilen değerler aralığında bulunduğu, bor konsantrasyonunun bitki kısımlarında yüksek çıktığı, kükürt miktarının ise bitki kısımlarında düşük olduğu söylenebilir [24, 25].



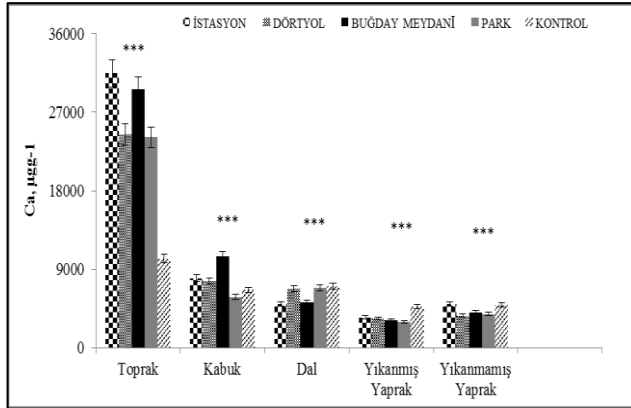
Şekil 2. Farklı lokalitelerden alınan Sarıçam (*Pinus sylvestris*) ve yetiştiği topraktaki Magnezyum konsantrasyonu (\*p<0.05; \*\*p<0.01; \*\*\*p<0.001 significant).



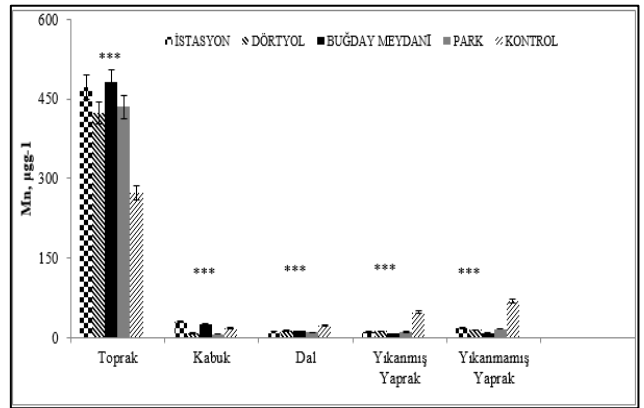
Şekil 3. Farklı lokalitelerden alınan Sarıçam (*Pinus sylvestris*) ve yetiştiği topraktaki Potasyum konsantrasyonu (\*p<0.05; \*\*p<0.01; \*\*\*p<0.001 significant).



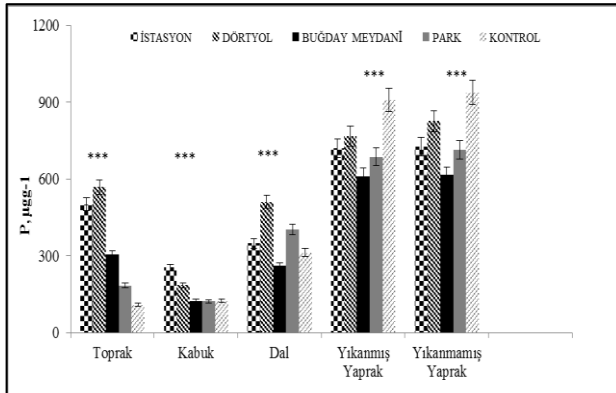
Şekil 6. Farklı lokalitelerden alınan Sarıçam (*Pinus sylvestris*) ve yetiştiği topraktaki Bor konsantrasyonu (\*p<0.05; \*\*p<0.01; \*\*\*p<0.001 significant).



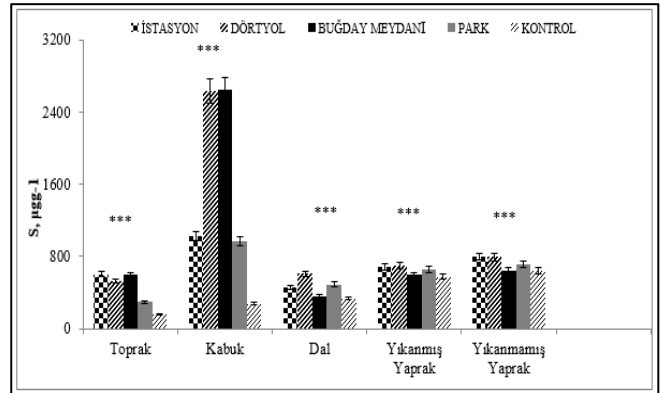
Şekil 4. Farklı lokalitelerden alınan Sarıçam (*Pinus sylvestris*) ve yetiştiği topraktaki Kalsiyum konsantrasyonu (\*p<0.05; \*\*p<0.01; \*\*\*p<0.001 significant).



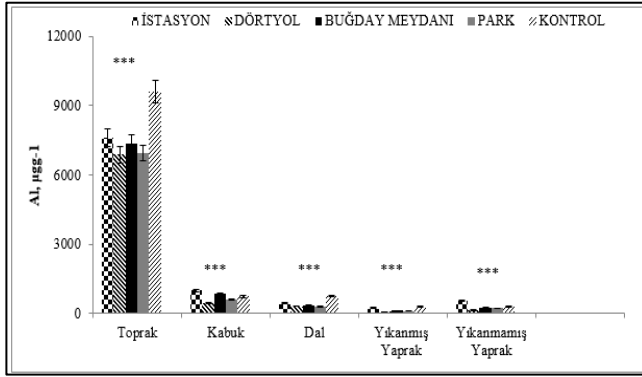
Şekil 7. Farklı lokalitelerden alınan Sarıçam (*Pinus sylvestris*) ve yetiştiği topraktaki Mangan konsantrasyonu (\*p<0.05; \*\*p<0.01; \*\*\*p<0.001 significant).



Şekil 5. Farklı lokalitelerden alınan Sarıçam (*Pinus sylvestris*) ve yetiştiği topraktaki Fosfor konsantrasyonu (\*p<0.05; \*\*p<0.01; \*\*\*p<0.001 significant).



Şekil 8. Farklı lokalitelerden alınan Sarıçam (*Pinus sylvestris*) ve yetiştiği topraktaki Kükürt konsantrasyonu (\*p<0.05; \*\*p<0.01; \*\*\*p<0.001 significant).



**Şekil 9.** Farklı lokalitelerden alınan Sarıçam (*Pinus sylvestris*) ve yetiştiği topraktaki Alüminyum konsantrasyonu (\* $p<0.05$ ; \*\* $p<0.01$ ; \*\*\* $p<0.001$  significant).

#### 4 Sonuç

Sonuç olarak, *Pinus sylvestris* bitkisinin, yapılan diğer çalışmalara bakılarak değerlendirildiğinde, bor, kükürt, kalsiyum, potasyum ve fosfor mineralleri bakımından iyi bir biomonitör bitki özelliğine sahip olduğu görülmüştür. Bitki bileşenlerinde mineral elementlerin miktarının farklı olduğu tespit edilmiştir. Bugüne kadar yapılan çalışmalar daha çok ağır metal birikiminin tespitine yönelik olmuştur. Farklı lokalitelerde mineral element konsantrasyonuna dair çok fazla çalışma yapılmamıştır. Yapılan bu çalışma ile şehir merkezindeki bitkilerin, mineral element bakımından nasıl etkilendiği belirlenmiştir. Bitkilerin yaşadıkları ortamda büyümeleri ve gelişmeleri için gerekli olan mineral elementlerin bitkiler tarafından alınması, bitkinin bünyesinde kullanılması veya biriktirilmesi gibi olaylar toprağın fiziki ve kimyasal özelliklerinin yanında bitkinin fizyolojik ve genetik yapısı ile yaşadıkları ortamın çevre koşullarına da bağlıdır. Dolayısıyla bu tür çalışmalar, çalışılan alanda besin elementi noksanlıklarının tespit edilmesinin yanında, yüksek konsantrasyonlarında toksik tehlikesi olan elementlerinde takip edilmesine olanak sağlayacak nitelikte olduğundan tarım ile uğraşanların haricinde çevrecilerin de ilgisini çekecek ve faydalı bilgiler sunacak niteliktedir.

#### Teşekkür

Bu çalışma, Erzincan Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü'nde Yüksek Lisans tezi olarak yayınlanmış olup, Erzincan Üniversitesi BAP (FEN-C-YLP-220114-0061) No'lu proje kapsamında çalışılmıştır.

#### Kaynaklar

[1] Tecimen H.B.; Makineci E. Ağaçlarda Besin Madde-lerinin Yeniden Taşınması Olayı ve Ekolojik Yönü. SDÜ, Orman Fakültesi Dergisi, 2007; 1, 134-145.

[2] Brady, N.C.; Weil, R.R. The Nature and Properties of Soils", ISBN: 978-0-13-227938-3. Pearson Prentice Hall Inc., New Jersey USA, 2008; 1-965.

[3] Kızılgöz, İ.; Sakin, E.; Öztürkmen, A.R.; Almaca, A. Tuzlu ve Tuzsuz Topraklarda Yetiştirilen Pamuk (*Gossypium hirsutum* L.) Bitkisinin Makro ve Mikro Element Kapsamlarının Karşılaştırılması. U. Ü. Ziraat Fak. Dergisi, 2011; 25(2), 19-30.

[4] Kacar, B. ve Katkat, A. V., "Bitki Besleme". Nobel Yayınları. (5. Baskı), 2011; 1-678.

[5] Kacar, B. ve Katkat, A. V., "Bitki Besleme". Nobel Yayınları. 2006.

[6] Jing, J.; Zhang, F.; Rengel, Z.; Shen, J. Localized fertilization with P plus N elicits an ammonium-dependent enhancement of maize root growth and nutrient uptake. Field Crops Res, 2012; 133, 176-185.

[7] Turan, Ş. Ülkemizde Yaygın Olarak Kullanılan Bazı Tıbbi Bitkilerin Yapraklarında Ağır Metal ve Mineral Besin Element İçeriklerinin Tayini. Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Ana Bilim Dalı, 2014.

[8] López-Bucio, J.; Hernández-Madrigal, F.; Cervantes, C.; Ortiz-Castro, R.; Carreón-Abud, Y.; Martínez-Trujillo, M. Phosphate relieves chromium toxicity in Arabidopsis thaliana plants by interfering with chromate uptake. BioMetals, 2014; 27, 363-370.

[9] Fried, M. The Soil-plant System: In Relation to Inorganic Nutrition" Elsevier, 2012.

[10] Anşin, R. Tohumlu Bitkiler: Gymnospermae (Açık Tohumlular)", K.T.Ü. Orman Fakültesi, Trabzon, 2014; 22(15), 1-296.

[11] Davis, P.H. Flora of Turkey and East Aegean Islands. Edinburgh 1, 1965.

[12] Demirci, A. Silvikültürün Temel İlkeleri. K.T.Ü. Orman Fakültesi, Ders Notları Serisi, Trabzon, 83, 2006.

[13] Pehlivan, S. Sarıçam (*Pinus sylvestris* L.) Ağaç Hacim Tablolarının Düzenlenmesi. Yüksek Lisans Tezi, K.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Orman Mühendisliği Anabilim Dalı, Trabzon, 2010.

[14] Anonim. 2008 Yılı Sürdürülebilir Orman Yönetimi Kriter ve Göstergeleri Raporu. Orman Genel Müdürlüğü, Ankara, 2009.

[15] Akgüç, N.; Özyiğit, I.I.; Yarcı, C. *Pyracantha coccinea* Roem. (Rosaceae) as a biomonitor for Cd, Pb and Zn in Mugla Province (Turkey). Pak. J. of Bot., 2008; 40 (4), 1767-1776.

[16] Karakoyun, G., Osmalı, E., "Erzincan'da Hava Kirliliğine Bağlı Olarak Sarı Çamlarda (*Pinus sylvestris* L. var. *hamata* Steven.) Ağır Metal Birikimi." Gümüşhane Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 2015; 5 (2), 67-77.

[17] Osmalı, E.; Serin, M.; Leblebici Z.; Aksoy A. Heavy Metals Accumulation in Some Vegetables and Soils in Istanbul. Ekoloji. 2012; 21(82), 1-8

[18] Osmalı, E.; Serin M.; Leblebici Z.; Aksoy A. Assessment of Heavy Metal Accumulations (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, and Zn) in Vegetables and Soils. Pol. J. Environ. Stud., 2013; 22 (5), 1449-1455.

[19] Tausz, M.; Trummer, W.; Wonisch, A.; Goessler, W.; Grill, D.; Jimenez, M.S.; Morales, D. A survey of foliar mineral nutrient concentrations of *Pinus canariensis* at field plots in Tenerife. Forest Eco. and Manage. 2004; 189, 49-55.

[20] Miranda, I.; Gominho, J.; Mirra, I.; Pereira H. Chemical characterization of barks from *Picea abies* and *Pinus sylvestris* after fractioning into different particle sizes. Ind. Crops and Prod., 2012; 36, 395-400.

[21] Kurczynska, E.U.; Dmuchowski, W.; Wloch, W.; Bytnerowicz, A. The Influence of Air Pollutants on Needles and Stems of Scots Pine (*Pinus sylvestris* L.) Trees. Environ. Poll. 1997; 98(3), 325-334.

[22] Bozkurt, M.A.; Yarılgöç, T.; Çimrin, K.M. Çeşitli Meyve Ağaçlarında Beslenme Durumlarının Belirlenmesi. Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Tarım Bilimleri Dergisi, 2001; 11(1), 39-45,

[23] Ergün, N.; Yolcu, H.; Karanlık, S.; Dikkaya, E. Amanoslar'da (Hatay) Yetişen Bazı Bitki Türlerinde Ağır Metal Birikimi ve Mineral İçerik Üzerine Bir Çalışma. Biyoloji Bilimleri Araştırma Dergisi, 2010; 3(2), 121-127.

[24] Kacar, B. İnal, A., Bitki Analizleri Nobel yayın, 2008; 213-545.

[25] Kacar, B., Toprak Analizleri Nobel yayın, 2009. 131-334.

# Ekstraksiyon Kromatografi İle Düşük Düzey Laboratuvar Atık Çözeltilerinden Uranyum Ayırımı

Ümran Hiçsönmez<sup>1\*</sup>, Meral Eral<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Celal Bayar Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, 45140, Manisa, Tel: +90 236 2013170, umran.hicsönmez@cbu.edu.tr

<sup>2</sup> Ege Üniversitesi, Nükleer Bilimler Enstitüsü, 35100, İzmir, Tel: +90 232 3113451, meral.eral@gmail.com

\*İletişimden sorumlu yazar / Corresponding author

Geliş / Recieved: 11 Ağustos (August) 2015

Kabul / Accepted: 5 Ekim (October) 2015

DOI: <http://dx.doi.org/10.18466/cbujos.10803>

## Özet

Ekstraksiyon kromatografisi, son yıllarda aktinitlerin ayırımı ve kazanımında uygulanmakta olan analitik bir tekniktir. Bu çalışmada, ekstraksiyon kromatografi tekniği ile düşük düzey radyoaktif atık çözeltisindeki uranyum(VI)'nın önderişimi ve ayırımı için bir metod geliştirilmiştir. Çalışmanın ilk kısmında, standart uranyum çözeltisi ile denemeler yapılmış olup, uranyum, trioktilfosfin oksit (TOPO) ile yüklü silika jel kolonda ekstrakte edilmiştir. Belirlenen optimum koşullarda, 1 M HNO<sub>3</sub>+1 M NaNO<sub>3</sub> ortamında uranyumun ekstraksiyon verimi %99,5±1,5 bulunmuştur. Değişik elüsyon çözeltileri ile yapılan elüsyon denemelerinde en yüksek elüsyon verimleri; 0,5 M HCl çözeltisi için % 83,6, 0,5 M H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> çözeltisi için %84,3, 1 M H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> çözeltisi için %97,6 ve 9 M HClO<sub>4</sub> çözeltisi için %92,3 olarak saptanmıştır. Metod doğrudan düşük düzey laboratuvar atık çözeltisine uygulandığında uranyum ekstraksiyon verimleri 3 M HNO<sub>3</sub> için %52,8; 1 M HNO<sub>3</sub>+1 M NaNO<sub>3</sub> için %67,3 olarak saptanmıştır. Atık çözeltisine 1:1 HClO<sub>4</sub> ve %35' lik H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ile önışlem yapıldığında, 1 M HNO<sub>3</sub>+1 M NaNO<sub>3</sub> ortamında uranyum ekstraksiyon verimi %95,7±2,3' ye ulaşmıştır. Kolondan önce, 0,5 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisi ile toryum % 89,2±3,1 ve daha sonra 9 M HClO<sub>4</sub> çözeltisi ile uranyum %94,1±1,8 verim ile elüye edilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Düşük-Düzey Radyoaktif Atık, Ekstraksiyon Kromatografisi, TOPO, Uranyum.

## The Separation Uranium From Low Level Radioactive Waste Solutions By Extraction Chromatography

### Abstract

In recent years, extraction chromatography is an analytical technique which is applied for the separation and recovery of actinides. In this study, a method for the preconcentration and separation uranium(VI) in low level radioactive waste solution has been developed using extraction chromatography. In the first stage of the work, experiments were performed by standart uranium solutions and uranium was extracted on silica gel column coated with trioctylphosphine oxide. At determined optimum conditions, the yield of the uranium extraction in 1 M HNO<sub>3</sub>+1 M NaNO<sub>3</sub> medium was found as 99.5±1.5%. Various stripping reactants tested in the experiments were as follows; 0.5 M HCl, 0.5 M H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, 1 M H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> and 9 M HClO<sub>4</sub>, 83.6%, 84.3%, 97.6% and 92.3%, respectively. By applying this method to the low-level laboratory waste solutions, uranium extraction yields in 3 M HNO<sub>3</sub> and 1 M HNO<sub>3</sub>+1 M NaNO<sub>3</sub> were found as 52.8%, 67.3%, respectively. After the pretreatment with 4 mL 1:1 HClO<sub>4</sub> and 6 mL 35% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, the uranium extraction yield reached to 95.7±2.3% in 1 M HNO<sub>3</sub>+1 M NaNO<sub>3</sub>. Firstly, thorium was eluted with 10 mL 0.5 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> and then uranium was eluted with 20 mL 9 M HClO<sub>4</sub>. The recoveries were 89.2±3.1% and 94.1±1.8%, respectively.

**Key Words:** Extraction Chromatography, Low-Level Radioactive Waste, TOPO, Uranium.

## 1 Giriş

Radyoaktif atıklar, nükleer yakıt çevrimi sırasında, endüstride ve kurumlarda ortaya çıkarlar. Endüstriyel atıklar, ilaç şirketlerinden ve izotop kullanan üreticilerden kaynaklanmaktadır. Kurumlar ise; üniversiteler, hastaneler ve araştırma laboratuvarlarını kapsamaktadır [1].

**Düşük düzey sıvı atıklar** (Low Level Waste, LLW), kimyasal çöktürme/flotasyon, buharlaştırma, iyon değiştirme ve solvent ekstraksiyon metodları ile işlenirler [2]. Bu çalışmada, ekstraksiyon kromatografi tekniği düşük düzey laboratuvar atık çözeltilerindeki uranyum ve toryum radyonüklidlerinin kazanımı ve uzaklaştırılması için uygulanmıştır.

Ekstraksiyon kromatografisinde, solvent ekstraksiyonunun ve iyon değiştiriminin avantajları birleşir. Bu teknik, solvent ekstraksiyonunun seçiciliğine ve kolon kromatografisinin kullanım kolaylığına sahiptir. Organik ve sulu faz (nötral ya da asidik) arasında ilgili katyonların dağılımı ilkesi ile radyonüklidlerin ayırımı ve kazanımını baz alır. Genellikle kullanılan asitlerin ve diğer reaktiflerin hacimleri, iyon değiştiriciden önemli derecede daha azdır. İşlemler; çoğunlukla kısa analiz zamanı, yüksek kazanımlar ve daha çok tekrarlanır sonuçlar eldesi bakımından daha iyidir. Ekstraksiyon kromatografisi ile kısa ya da uzun yarı ömürlü radyoizotopları zenginleştirmek, izole etmek, fisil materyallerin makro konsantrasyonlarından fisyon ürünlerin küçük miktarlarını ayırmak mümkün olmaktadır [3, 4].

Ekstraksiyon kromatografi tekniğinde ekstraktant olarak; asidik çözücüler (HDEDP vb.), aminler ve amonyum tuzları (Aliquat 336 vb.), P=O grupları olan organik moleküller (TBP vb.), şelat yapıcı taç eterler ve kaliksarenler, seyreltik sulu çözeltilerden metallerin ayırımı, kazanımı ve tayininde yaygın olarak kullanılmaktadır [3, 5-9].

Çalışmada, silika jelin TOPO/sikloheksan ile yüklenmesinden sabit faz elde edilmiştir.

TOPO/silika jel kolonda uranyumun

ekstraksiyonunu etkileyen parametrelerden; çözelti pH' si, HNO<sub>3</sub> konsantrasyonu, NaNO<sub>3</sub> miktarı ve akış hızı incelenmiştir. Elde edilen sonuçlar, düşük düzey laboratuvar atık çözeltilerinden uranyumun ayrılması ve kazanılması için uygulanmıştır.

## 2 Materyal ve Metod

Denemelerde materyal olarak, Ege Üniversitesi Nükleer Bilimler Enstitüsü'nde spektrofotometrik ve potansiyometrik analiz çalışmaları sırasında toplanan uranyum ve toryum içeren sulu atık çözelti kullanılmıştır.

Uygun miktarda UO<sub>2</sub>(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O (Merck)' in suda çözülmesi ile 0,1 M HNO<sub>3</sub> ortamında 1000 mgL<sup>-1</sup> uranyum stok çözeltisi hazırlanmıştır.

Silika jel 60 (70-230 mesh), dimetildiklorosilan buharlarına tabi tutularak hidrofobik hale getirilmiştir. Elde edilen hidrofobik silika jel 0,1 M TOPO/sikloheksan çözeltisi ile 1 saat mekanik olarak çalkalanarak yüklenmiştir (TOPO/silika jel).

Düşük düzey laboratuvar atık çözeltilerindeki uranyum konsantrasyonu, atık çözeltisi Dowex 1x8-100 (50-100 mesh) reçinesinden geçirildikten sonra [10] TOPO/DBM yöntemi ile spektrofotometrik olarak tayin edilmiştir [11].

Standart çözeltiler ile yapılan denemelerde uranyum, PAR yöntemi ile [12]; toryum ise, TOPO/Torin yöntemi ile spektrofotometrik olarak saptanmıştır [13]. Atık çözeltilerinin Cl<sup>-</sup> içeriği titrimetrik olarak Fajans metodu ile tayin edilmiştir. Safsızlık oluşturan bazı elementlerin analizleri Varian marka Spectra-A-10 Puls model atomik absorpsiyon spektrofotometresi (AAS) ile yapılmıştır.

0,8x20 cm cam kolon TOPO/silika jel katısı ile doldurulmuştur. Kolonda düzenli akış peristaltik ATTO Model SJ-1211 Model pompa ile sağlanmıştır.

Dağılım katsayısı D<sub>u</sub> aşağıdaki eşitliğe göre hesaplanmıştır:

$$D_u = \frac{V_{sulu}}{m} \left( \frac{C_b(sulu) - C_d(sulu)}{C_d(sulu)} \right) \text{ mLg}^{-1} \quad (2.1)$$

Burada,  $V_{sulu}$ = Sulu faz hacmi (mL),  $m$ = TOPO/silika jel miktarı (g),  $C_{b(sulu)}$ = Sulu fazdaki uranyumun başlangıçtaki konsantrasyonu,  $C_{d(sulu)}$ = Sulu fazdaki uranyumun denge konsantrasyonunu ifade etmektedir.

## 2.1 Kesikli (Batch) Sistem Denemeleri

Başlangıçta dağılma katsayısı hesaplamaları kesikli sistem denemeleri ile oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. 25 mL 200 mgL<sup>-1</sup> uranyum içeren sulu çözelti %5,6 (gg<sup>-1</sup>) TOPO içeren 0,5 g kuru silika jel ile farklı sürelerde GFL marka 1083 model mekanik çalkalayıcıda dengeye getirilmiştir. Karışım Whatman No 44 kağıdı ile süzölmüş ve çözeltilerdeki ekstrakte edilmemiş uranyum tayin edilmiştir. TOPO yüklü ve yüksüz silika jelde çalkalama süresine bağlı olarak değişen uranyumun dağılma katsayısı Çizelge 1' de verilmiştir. Yüksüz hidrofobik olmayan silika jelin bir miktar uranyumu tuttuğu görülmektedir. Ancak, uranyum için ekstraksiyonu seçici yapmak amacı ile TOPO yüklendiğinde çalkalama süresi 1 saatten fazla olduğunda yüksek ekstraksiyon verimleri elde edilmektedir. Oysa TOPO/çözgen, solvent ekstraksiyonunda kullanıldığında 10 dakika gibi kısa bir sürede büyük yüzdelerde ekstrakte etme verimi göstermektedir [11, 13]. Kesikli sistemde, TOPO'nun ekstraksiyon veriminin solvent ekstraksiyonundakinden daha az olduğu anlaşılmaktadır.

## 2.2. Kolon Denemeleri

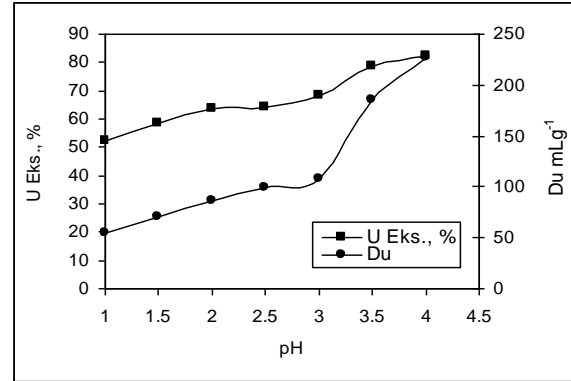
0,5 g TOPO/silika jel içeren 0,8 cm iç çaplı kolonlardan, 0,6 mLdak<sup>-1</sup> akış hızında 25 mL 200 mgL<sup>-1</sup> uranyum çözeltileri geçirilerek kolon denemeleri yapılmıştır. Tüm kolon denemeleri oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir.

Uranyum ekstraksiyonuna pH etkisini incelemek için, çözelti pH' leri 1,0' den 4,0' e kadar değiştirilmiştir. Çözelti pH ayarlamaları 1 M HNO<sub>3</sub> ya da %20 NH<sub>3</sub> çözeltileri ile yapılmıştır. Deney sonuçları Şekil 1' de gösterilmiştir. pH=1 ile 3 arasında ekstraksiyon

veriminin fazla değişmediği, pH= 3' den sonra ise artış göstererek pH= 4' de %82' ye ulaştığı belirlenmiştir.

**Çizelge 1.** Uranyum dağılma katsayısına çalkalama süresinin etkisi. 25 mL 1 M HNO<sub>3</sub>' li 200 mgL<sup>-1</sup> uranyum çözeltisi

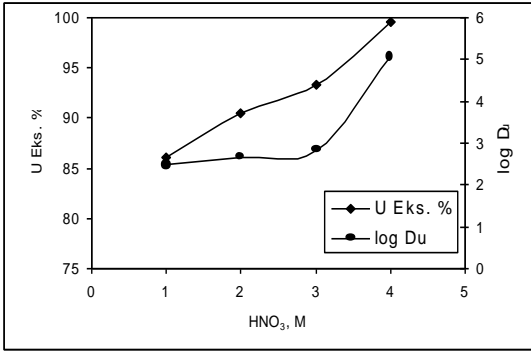
Silikajel	Süre, saat	Eks. olan U, %	D <sub>u</sub> , mLg <sup>-1</sup>
Yüksüz silika jel	1	45	40,71
0,1 M TOPO yüklü	1/2	42	39,61
0,1 M TOPO yüklü	1	78	178,03
Yüksüz silika jel	2	65	94,42
0,1 M TOPO yüklü	2	82	219,69
	4	86	303,11
0,1 M TOPO yüklü	8	91	509,28



**Şekil 1.** Sulu faz pH' sinin uranyum ekstraksiyonuna etkisi

Uranyum ekstraksiyon verimine HNO<sub>3</sub> konsantrasyonunun etkisini incelemek üzere, HNO<sub>3</sub> konsantrasyonu 1 M' dan 4 M' a kadar değiştirilerek denemeler yapılmıştır. Şekil 2' de görüldüğü gibi artan HNO<sub>3</sub> konsantrasyonu ile uranyum ekstraksiyonu artmaktadır.

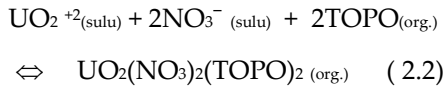
Literatürde TOPO tarafından uranyumun UO<sub>2</sub>(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>TOPO kompleksi halinde ekstrakte olduğu belirtilmektedir [14].



**Şekil 2.** HNO<sub>3</sub> konsantrasyonunun uranyum ekstraksiyonuna etkisi.

Asidik çözeltideki uranyum(VI)'nın ekstraksiyonunda tuz reaktifinin etkisi araştırılmıştır. Na, Ca ve Al' un nitrat tuzları ilave edildiğinde aktinitlerin ekstraksiyonunun arttığı bilinmektedir. Çizelge 2' de görüldüğü gibi artan nitrat iyonu konsantrasyonu ile uranyum dağılma katsayısı artmıştır.

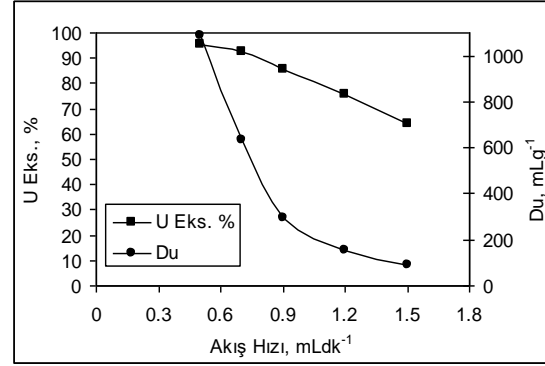
Artan nitrat konsantrasyonu, ekstraksiyon denge reaksiyonunu sağa kaydırduğunda uranyum(VI) ekstraksiyonunun arttığı söylenebilir [15] ;



**Çizelge 2.** Uranyum dağılma katsayısı üzerine tuz etkisi. Besleme çözeltisi; 25 mL 1 M HNO<sub>3</sub>' li 200 mgL<sup>-1</sup> uranyum çözeltisi

NaNO <sub>3</sub> , M	Toplam NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , mmol	Eks. olan U, %	D <sub>u</sub> , mLg <sup>-1</sup>
0,1	27,5	88,7	393
0,5	37,5	95,3	1 014
1,0	50,0	99,8	29 362

Kolondaki hareketli fazın akış hızı, sabit ve hareketli faz arasındaki temas zamanını belirlediğinden, oldukça önemlidir [16]. 0,5 mLdak<sup>-1</sup> den 1,5 mLdak<sup>-1</sup> e kadar değişen akış hızları denenmiştir. Sonuçlar Şekil 3' de verilmiştir. Uranyum ekstraksiyon verimi 0,7 mLdak<sup>-1</sup> üzerindeki hızlarda %90' dan aşağıya düşmektedir.



**Şekil 3.** Çözelti akış hızının uranyum ekstraksiyonuna etkisi

Uranyumun geri kazanımı için, 0,5 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>; 0,5, 1,0 ve 2,0 M HCl; 0,5 ve 1 M H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>; 7 ve 9 M HClO<sub>4</sub> çözeltileri denenmiştir. Farklı elüsyon reaktiflerinin 20 mL' si, uranyum ekstrakte edilmiş olan 0,5 g TOPO/silika jel kolonundan 0,8 mLdak<sup>-1</sup> elüsyon akış hızında geçirilmiş ve daha sonra her çözeltideki uranyum konsantrasyonları ölçülmüştür. Uranyum elüsyon verimleri Çizelge 3' de gösterilmiştir.

**Çizelge 3.** Bazı elüsyon reaktifleri ile uranyumun elüsyon verimleri

Elüsyon Reaktifi	Konsantrasyon, M	Elüsyon Verimi, %
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,5	32,7
HCl	0,5	83,6
	1,0	56,8
	2,0	42,4
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	0,5	84,3
	1,0	97,6
HClO <sub>4</sub>	7,0	76,8
	9,0	92,3

Standart Th çözeltileri ile ilgili parametrelerin kolon ve elüsyon denemeleri daha önceki bir çalışmada incelenmiştir [17].

### 2.3 Laboratuvar Atık Çözeltisinden Uranyumun Ayrımı ve Kazanımı

Kullanılan laboratuvar atık çözeltisinin kimyasal analiz sonuçları Çizelge 4' de verilmiştir. Laboratuvar atık çözeltisinden uranyumun TOPO/silika jel kolonunda ekstraksiyonu için, iki ayrı besleme çözeltileri hazırlanmıştır;

- 1) 3 M HNO<sub>3</sub> ortamında 25 mL laboratuvar atık çözeltisi,



- 2) 1 M HNO<sub>3</sub> ortamında, 2 g NaNO<sub>3</sub> ilave edilmiş 25 mL laboratuvar atık çözeltisi.

**Çizelge 4.** Laboratuvar atık çözeltisinin analiz sonuçları

Element	Metod	Konsantrasyon
Na	Alev fotometresi	19,20 mgmL <sup>-1</sup>
As	AAS	1,14 mgmL <sup>-1</sup>
Fe	AAS	0,10 mgmL <sup>-1</sup>
Zn	AAS	0,80 mgmL <sup>-1</sup>
Cr	AAS	<6 µgmL <sup>-1</sup>
U	UV-Görünür Spektrofotometri (Dowex 1x8-100 ile ayırma)	242,5±10,1 mgL <sup>-1</sup>
Th	UV-görünür Spektrofotometri	95,7±8,9 mgL <sup>-1</sup>
Cl <sup>-</sup>	Titrimetrik	%13,12±0,40

İki farklı besleme çözeltisi ayrı ayrı 1 g TOPO/silika jel kolonlarından 0,6 mLdak<sup>-1</sup> akış hızlarında geçirilmiştir. Bu koşullarda ekstraksiyon verimleri sırası ile %52,8 ve %67,3 olmuştur.

Her iki çözelti için de uranyum ekstraksiyon verimlerinin düşük olmasının nedeninin, atık çözeltisinin 1) çoğunlukla uranium(VI) ve az miktarda uranium(IV) ihtiva etmesi 2) organik komplekslerin mevcut olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Uranyumun iyonik değerliğini yükseltmek ve mevcut organik kompleksleri parçalamak amacı ile 25 mL besleme çözeltilerine 4 mL 1:1 HClO<sub>4</sub> ve değişen miktarlarda %35 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ilave edilmiştir. Çizelge 5' de görüldüğü üzere uygulanan ön işleme ekstraksiyon verimi %90' ın üzerine çıkarılmıştır.

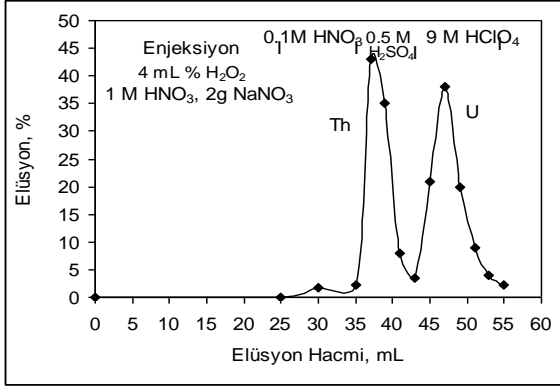
**Çizelge 5.** Ön işlem uygulanan laboratuvar atık çözeltilerindeki uranyumun ekstraksiyon verimleri

İlave Edilen %35 H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , mL	U Eks., %
2	72,2
4	93,6
6	95,7

Hazırlanan laboratuvar atık çözeltisi kolondan geçirildikten sonra, kolon 10 mL 0,1 M HNO<sub>3</sub> ile yıkanmıştır. Elüsyon eğrisinden görüldüğü üzere (Şekil 4) önce 8 mL 0,5 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ile toryum, daha sonra 12 mL 9 M HClO<sub>4</sub> çözeltisi ile de uranyum elüye edilebilmiştir. Elüsyon verimleri toryum için %89,6 ve uranyum için %94,3 olmuştur. Fraksiyon çözeltilerinin analiz sonuçları (0,1 M HNO<sub>3</sub> yıkama çözeltisinin ve 9 M HClO<sub>4</sub> sıyırma çözeltisinin analiz sonuçları) Çizelge 6' da verilmiştir. Laboratuvar atık çözeltisindeki safsızlıkların iz miktarda olduğu, uranyum ve toryumun ayrılarak konsantre edilebildiği anlaşılmaktadır.

**Çizelge 6.** Ekstraksiyon kromatografisinden sonra alınan analiz sonuçları

Element	Kolondan Geçen Atık Çözeltisi, mgL <sup>-1</sup>	Yıkama Çözeltisi 0.1 M HNO <sub>3</sub> mgL <sup>-1</sup>	Elüsyon Çözeltisi 20 mL 9 M HClO <sub>4</sub> mgL <sup>-1</sup>
Na	27 960	660	620
As	700	690	60
Fe	10	30	20
Zn	530	510	220
U	---	---	286
Th	---	---	213 (10 mL 0,5 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )



**Şekil 4.** TOPO/silika jel kolonunda toryum ve uranyum elüsyon eğrisi

### 3 Sonuç ve Tartışma

Seyreltik sulu çözeltilerdeki radyonüklidlerin tayini, kazanımı ve saflaştırılması için önkonsantre etme işlemine ihtiyaç olmaktadır. Ekstraksiyon kromatografisi, benzer özelliklerdeki elementlerin ayrımı için uygun bir metod olup; radyokimyanın, analitik kimyanın ve nükleer teknolojinin değişik alanlarında uygulamalar bulmuştur. Bu yöntem basit, kolay ve hızlıdır [18].

Çalışmamızda, uranyum dağılım katsayısının 4 M HNO<sub>3</sub> ortamında kuvvetlice arttığı görülmüştür. 1 M HNO<sub>3</sub>+1 M NaNO<sub>3</sub> ortamında uranyum ekstraksiyon verimi % 99,8±1,5 olmuştur. Uranyumun elüsyonu; 0,5 M HCl, 0,5 M ve 1 M H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> ve 9 M HClO<sub>4</sub> ile başarılı olmuştur. Elüsyon verimleri sırası ile %83,6, %84,3, %97,6 ve %92,3 dür. Laboratuvar atık çözeltilisine, 4 mL 1:1 HClO<sub>4</sub> ve %35 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ilave edildikten sonra 1 M HNO<sub>3</sub> ve 1 M NaNO<sub>3</sub> ortamı sağlandığında uranyumun ekstraksiyon veriminin arttığı gözlenmiştir. Önce atık çözeltilisindeki toryum 8 mL 0,5 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> kullanılarak %89,2±3,1, daha sonra uranyum; 12 mL 9 M HClO<sub>4</sub> kullanılarak %94,1±1,8 elüsyon verimi ile elüye edilmiştir.

Bu çalışmada geliştirilmiş olan metod, benzer kompozisyondaki atık çözeltilerine uygulandığında uranyum ve toryumun çevreye verebileceği tehlikelerinden kaçınılabilmek mümkün olabilecektir. İlaveten, toryum ve

uranyum birbirinden ayrılarak küçük hacimlerde kazanılmış olacaktır.

Bu çalışma Ege Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu BAP tarafından desteklenmiştir (Proje No 1998 NBE-002).

### 4 Kaynaklar

[1] Murray, R.L., Nuclear Energy, Elsevier Inc., Sixth Edition, USA, 2008; 363-365 pp.

[2] IAEA-Bulletin, 34, 3, Vienna, 7-11, 1992.

[3] Braun, T.; Ghersini, G. Extraction Chromatography, Elsevier Sci. Pub.; B.V., Amsterdam, 1975.

[4] Madic, C.; Bourges, J.; Koehly, G. Ten Years of Experience in Extraction Chromatographic Processes for the Recovery, Separation and Purification of Actinide Elements, Technical Committee Meeting on Inorganic Ionexchangers and Adsorbents for Chemical Processing in the Nuclear Fuel Cycle; Vienna, 12-15 Jun 1984; 157-171, 1984.

[5] Pietrelli, L.; Salluzzo, A.; Troiani, F. Actinides Removal by Means of Octy(phenyl)-N,N-Diisobutyl Carbamoyl Methyl Phosphine Oxide (CMPO) Sorbed on Silica, New Separation Chemistry Techniques for Radioactive Waste and Other Specific Applications, Eds.; Cecille, L.; Casarci, M.; Pietrelli, L., Elsevier App. Sci. Pub. Co.; London, 87-94, 1991.

[6] Pilviö, R.; Bickel, M. Actinide Separations by Extraction Chromatography, Applied Radiation and Isotopes. 2000; 53, 273-277.

[7] Horwitz, E.P.; McAlister, D.R., Dietz, M.L. Extraction Chromatography Versus Solvent

Extraction: How Similar are They?, Separation Science and Technology. 2006; 41, 2163-2182.

[8] Xu, Y.; Kim, S.; Ito, T.; Tokuda, H.; Hitomi, K.; Ishii, K. Adsorption Behavior of Platinum Group Metals onto a Silica-based (Crea+Dodec)/SiO<sub>2</sub>-P Extraction Resin from Simulated High Level Liquid Waste, Separation Science and Technology. 2015; 50, 260-266.

[9] Sankhe, R.H.; Sengupta, A.; Mirashi, N. N. Simultaneous recovery of plutonium and americium from assorted analytical waste solutions using extraction chromatography, *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. 2014; 302, 617–622.

[10] Korkish, J.; Dimitriadis, D. Anion-exchange Separation and Spectrophotometric Determination of Thorium in Geological Samples, *Talanta*. 1973; 20, 1199-1205.

[11] Kaner, J.; Byn, T. Analytical Chemistry of Uranium, *Israel Prog. for Scientific Translation*. 1963; 254-255.

[12] Leib, G.; A Guide to Practical Radiochemistry, Translated from the Russian, *Mir Publishers; Moscow*, 1984, 2, 45-46.

[13] Ross, W.J; White, J.C. Extraction and Determination of Thorium from Sulphate and Phosphate Solutions with Tri-n-octylphosphine Oxide, *Analytical Chemistry*. 1959; 31 (11), 1847-1850.

[14] Pearson, S.; Bowen, H.J.M. A Note on Absorption and Desorption of Uranium by Polyurethane foam, *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, Letters*. 1985; 96 (5), 499-502.

[15] Benedict, M.; Pigford, T.H.; Lewi, H.W. *Nuclear Chemical Engineering*, McGraw-Hill Book Company; New York, 1981; 158-168 pp.

[16] Skoog, D.A.; West, D.M.; Holler, J.F. *Fundamentals of Analytical Chemistry*, Sixth Edition, Saunders College Publishing; London, 1992; 665-689 pp.

[17] Hiçsönmez, Ü.; Eral, M. Investigation of thorium (IV) separation from cerium (IV) on a silica gel column coated with tri-octylphosphine oxide, *Journal of Alloys of Compounds*. 1998; 271-273, 620-624.

[18] Ito, T.; Nagaishi, R.; Kimura, T.; Kim, S. Study on radiation effects on (MOTDGA–TOA)/SiO<sub>2</sub>-P adsorbent for separation of platinum group metals from high level radioactive waste, *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. 2015; 305, 419–427.



## Bazı Tek Yıllık *Erodium* Taksonlarının Merikarpları Üzerinde Mikromorfolojik İncelemeler

Dilek OSKAY<sup>1\*</sup>, Özlem EŞ<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Biyoloji Bölümü, 45030 Manisa, TÜRKİYE  
dilek.oskay@cbu.edu.tr

<sup>2</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Biyoloji Anabilim Dalı, 45030 Manisa, TÜRKİYE  
\*İletişimden sorumlu yazar / Corresponding author

Geliş / Recieved: 17 Ekim (October) 2015  
Kabul / Accepted: 21 Aralık (December) 2015  
DOI: <http://dx.doi.org/10.18466/cbujos.92554>

### Özet

Bu çalışmada, *Erodium* L'Herit cinsi için sistematik çalışmalarda özellikle ayırt edici öneme sahip meyva karakterlerinden merikarp morfolojisi incelenmiştir. *Erodium hoefftianum* C.A. Meyer, *E. botrys* (Cav.) Bertol, *E. ciconium* (L.) L'Hérit, *E. malacoides* (L.) L'Hérit, *E. cicutarium* (L.) L'Hérit, sub sp. *cicutarium*, *E. moschatum* (L.) L'Hérit taksonlarının merikarp mikromorfolojisi ilk kez bu çalışma ile belirlenmiştir. *Erodium* cinsine ait bazı taksonlar tüysü tüylü merikarp aristasına sahip iken bu çalışmada incelenen taksonlar tüysü tüylü olmayan merikarp aristasına sahiptir. Bu taksonların merikarp yüzeyinde hem uzun hem kısa kıllar bulunmakta ve bu kıllar boyuna çizgili görünümündedir. *E. ciconium*' un merikarp yüzeyinde dik ve uzun kıllar bulunurken diğer beş taksonun merikarp yüzeyindeki kıllar yatık durumdadır. *E. hoefftianum*, *E. botrys*, *E. malacoides*, *E. moschatum*, *E. cicutarium* sub.sp. *cicutarium* merikarp gövdesinde pörsümüş papillalı yüzey ornamentasyonuna sahiptir. *E. ciconium* ise merikarp gövdesinde çukurcuklu yüzey ornamentasyonuna sahiptir. *E. hoefftianum* ve *E. ciconium* yalnızca merikarp çukuruna sahip iken *E. botrys* merikarp çukurunun alt kısmında derin iki oluğa, *E. malacoides* ve *E. moschatum* merikarp çukurunun aşağısında derin bir oluğa, *E. cicutarium* sub.sp. *cicutarium* ise merikarp çukurunun aşağısında sıg bir oluğa sahiptir.

**Anahtar Kelimeler** — *Erodium*, Geraniaceae, Merikarp, Mikromorfoloji, SEM, Türkiye.

## Micromorphological Investigations on Mericarp of Some Annual Taxa of *Erodium*

### Abstract

In this study, mericarp morphology of *Erodium* L'Herit genus investigated for fruit characters are especially diagnostic value for systematic studies. The mericarp micromorphology of *Erodium hoefftianum* C.A. Meyer, *E. botrys* (Cav.) Bertol, *E. ciconium* (L.) L'Hérit, *E. malacoides* (L.) L'Hérit, *E. cicutarium* (L.) L'Hérit, sub sp. *cicutarium*, *E. moschatum* (L.) L'Hérit taxa were determined for the first time. Some species of *Erodium* have plumose mericarp awns, whereas these species display non-plumose awns. Mericarp surface of these taxa were found both short and long bristles and these bristles have nearly semicircular rim surrounding each bristle. *E. ciconium* mericarps display with short and long bristles vertical on mericarp bodies, whereas both long and short bristles adpressed-setose were found other five species. *E. hoefftianum*, *E. botrys*, *E. malacoides*, *E. cicutarium* sub sp. *cicutarium*, *E. moschatum* have sloped papillose surface ornamentation on the mericarp body. *E. ciconium* has foveate surface ornamentation on the mericarp body. *E. botrys* mericarps have one pit and two deep furrows, *E. malacoides* and *E. moschatum* mericarps have one pit and one furrow, *E. cicutarium* sub.sp. *cicutarium* mericarps have one pit and one shallow furrow whereas *E. hoefftianum* and *E. ciconium* were found only one pit.

**Keywords** — *Erodium*, Geraniaceae, Mericarp, Micromorphology, SEM, Turkey.

## 1 Giriş

*Erodium* L'Herit, Geraniaceae familyasına ait 6 cinsten biridir [1-3] ve tüm kıtalarda yayılış gösteren 74 tür ile temsil edilmektedir [3]. Amerika 1, Güney Amerika 1, Avusturalya 5 ve Asya 4 türe sahipken Akdeniz Bölgesi çeşitliliğin en büyük merkezi olarak 63 türe sahiptir [3-5]. Türkiye ise 26 tür ve alt türler ile birlikte toplam 30 taksona sahip olup bunların 16'sı endemiktir [6-9]. Endemik olan tüm taksonlar ise Türkiye Bitkileri Kırmızı Kitabına göre nesli tehlike altında ya da nesli tehlikeye girmek üzere olan türlerdir [9, 10].

*Erodium* cinsinde meyva karakterleri ayırt edici öneme sahip olduğundan birçok çalışmada meyva karakterlerinden yararlanıldığını görmekteyiz. Örneğin, Mısır'da yayılış gösteren *Erodium* türlerinin revizyonunun yapıldığı bir çalışmada yaprak, çiçek durumu, çiçek ve meyva karakterlerine göre 14 *Erodium* türünün ayrımı yapılmıştır [11]. Güneybatı Asya'da yayılış gösteren 35 *Erodium* taksonunun incelendiği başka bir çalışmada *Erodium* cinsi meyva büyüklüğü ve şekline göre *Erodium* ve *Barbata* olmak üzere iki altcins altında sınıflandırılmıştır [12]. *Erodium* cinsine ait yapılan başka bir çalışmada dünyanın çeşitli yerlerinden toplanan 74 türün ayrımı yapılmış ancak morfolojik karakterlerdeki çeşitliliğin kompleks oluşunun cinse özgü bir sınıflandırma yapmayı engellediği belirtilmiştir [3]. Türkiye'de yayılış gösteren *Erodium* cinsi de henüz tam anlamıyla sistematik problemleri çözülmüş kapsamlı çalışılmış bir cins değildir [6].

Yapılan çalışma ile bazı tek yıllık *Erodium* taksonlarının meyva mikromorfolojisi incelenerek türlerin taksonomilerine katkı sağlanması amaçlanmıştır.

## 2 Materyal ve Yöntem

*Erodium* cinsinde meyva tipi merikarplara ayrılan şizokarp bir meyvadır. *Erodium* cinsindeki şizokarp meyva 5 bölmeli olup 5 adet merikarptan oluşmaktadır. Meyva uzun gaga benzeri bir uzantıya sahiptir. Bu uzantı aslında stillusun meyva olgunlaşırken uzaması sonucu ortaya çıkan bir yapıdır. Meyva olgunlaştığında stillusun dışı bakan parçaları spiral şekilde kıvrılarak merikarpların dağılımında rol oynamaktadır. Genellikle merikarpa bağlı kalan ve arista diye isimlendirilen bu yapı nadiren dökülücü formdadır. Merikarplarda her iki yüzünde olmak üzere iki merikarp çukuru bulunmaktadır. Merikarp çukurunun hemen aşağısında da türden türe değişmekle birlikte genellikle bir ya da daha fazla sayıda oluk bulunmaktadır. Meyva özellikleri, Türkiye Florasına göre verilmiştir [6].

*Erodium* taksonlarına ait örnekler farklı lokalitelerden alınmış, uygun şekilde kurutularak herbaryumları yapılmıştır (Tablo 1.). Toplanan türler Türkiye Florasına göre tayin edilmiştir [6]. Arazi çalışmalarında ayrı zarflara alınarak toplanan olgun meyvalar ise makromorfolojik ve mikromorfolojik incelemeler için kullanılmıştır.

**Tablo 1.** *Erodium* Taksonlarının Toplandığı Lokaliteler.

Takson	Yıl	Lokalite	Herbaryum Numarası
<i>Erodium hoefftianum</i>	2010	Manisa/Kula, Yol Kenarı	1364
<i>Erodium botrys</i>	2009	Manisa/Muradiye, Kampüs	1279
<i>Erodium ciconium</i>	2008	Manisa/Soma/Bakır, Demir Yolu Kenarı	1167
<i>Erodium malacoides</i>	2009	Manisa/Muradiye, Kampüs	1281
<i>Erodium cicutarium</i> sub.sp. <i>cicutarium</i>	2009	Manisa/Muradiye, Kampüs	1280
<i>Erodium moschatum</i>	2010	Manisa/Horozköy, Yol Kenarı	1366

Makromorfolojik incelemeler, stereo mikroskop altında gerçekleştirilmiş olup ölçümler cetvel ile yapılmıştır. Mikromorfolojik ölçümler ve görüntüler için taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır.

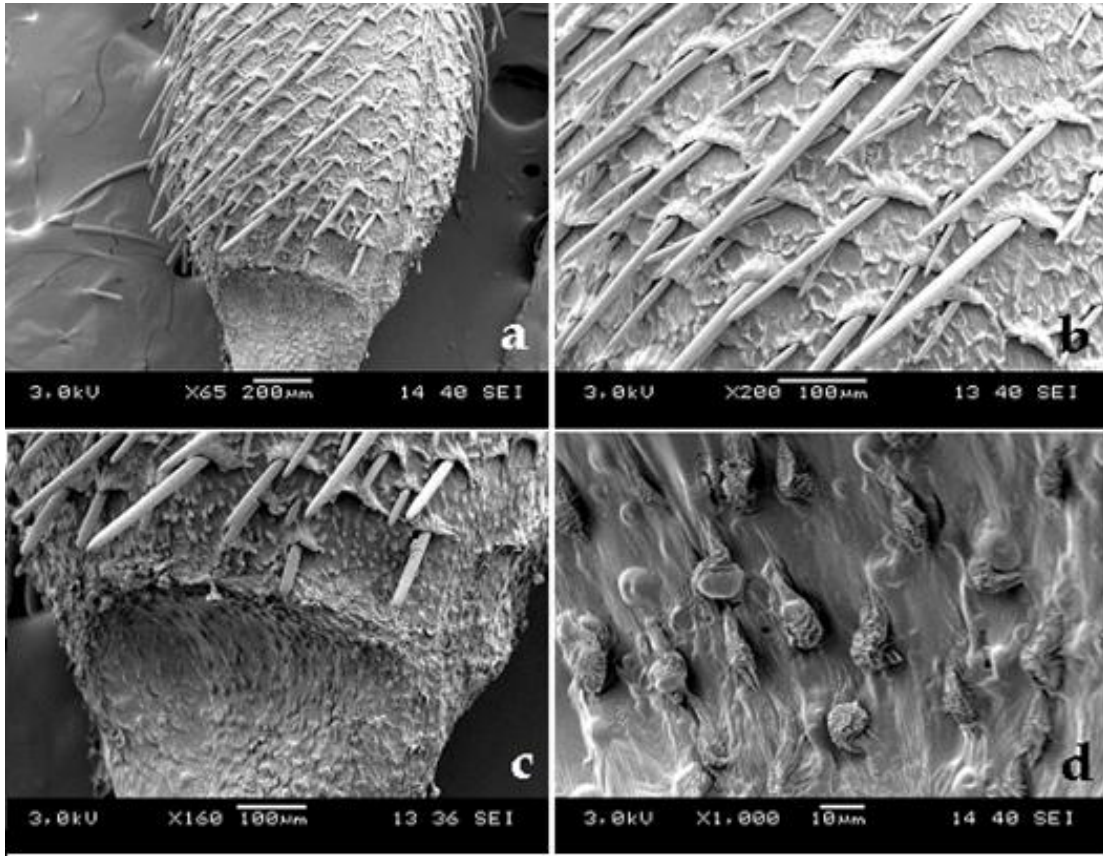
Mikromorfolojik çalışma için ayrılan merikarplar alkol serilerinden geçirilerek kurutulmuş ve üzerinde iki taraflı yapıştırıcı bant bulunan metal taşıyıcılar (stap) üzerine stereo mikroskop altında yerleştirilmiştir.

Ardından numunelerin iletken duruma geçebilmesi ve elektron mikroskobunda görüntünün sağlanabilmesi için staplar altın ile kaplanmıştır. Staplar, kaplama işleminin ardından 20 kV' da, Jeol JSM 6060 taramalı elektron mikroskobunda incelemeye alınmış ve fotoğrafları çekilmiştir. Taksonlara ait meyva morfolojisi Davis [6] ile Fiz ve ark. [3]'e göre değerlendirilmiştir.

### 3 Bulgular

Çalışma sonucunda 6 *Erodium* taksonunun merikarp makro ve mikro morfolojilerine ait bilgiler sırasıyla aşağıda verilmiştir.

#### *Erodium hoefftianum* C.A. Meyer



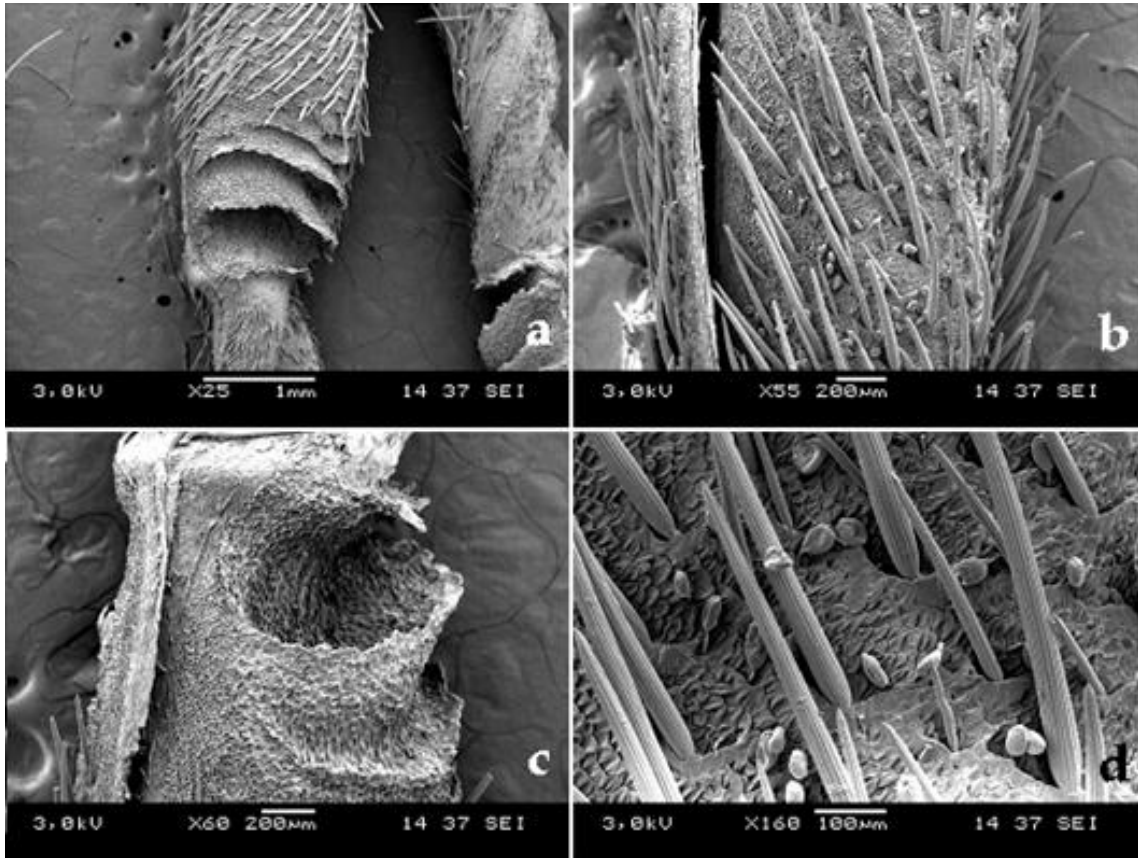
**Şekil 1.** *E. hoefftianum* Merikarp Yüzeyinin SEM Görüntüleri, a- Merikarp yüzeyi genel görünüş, b- Merikarp yüzeyi yakın çekim uzun ve kısa tüyler, c- Merikarp çukuru yakın çekim, d- Merikarp çukurunda kapitat papillalar.

#### *Erodium botrys* (Cav.) Bertol

Meyva 7-10 cm uzunlukta, merikarplar ise 8-10 mm uzunlukta olup koyu kahverengidir. Merikarp aristası tüysü tüylü değil, merikarplar yatık kılıdır. Merikarp çukuru derin olup aşağısında da iki derin oluk bu-

Meyva 6-7 cm uzunlukta, merikarplar ise 6-7.5 mm uzunlukta olup açık kahverengidir. Merikarp aristası tüysü tüylü değil, merikarplar yatık kısa kılıdır. Merikarp çukurunun aşağısında oluk bulunmamaktadır. Merikarp yüzeyindeki kıllar (sert tüyler) uzun ve kısa olmak üzere iki tip olup bu tüyler boyuna çizgili görünümündedir. Merikarp yüzeyi pörsümüş papillalar ile kaplı iken merikarp çukuru kapitat papillalar ile kaplıdır. Merikarp çukurunun kenarları ve aristanın merikarp gövdesine yakın kısımlarında salgı tüyleri mevcuttur (Şekil 1.).

lunmaktadır. Merikarp yüzeyindeki sert tüyler uzun ve kısa olmak üzere iki tip olup bu tüyler boyuna çizgili görünümündedir. Hem merikarp yüzeyi hem merikarp çukuru pörsümüş papillalar ile kaplıdır. Ayrıca tüm merikarp yüzeyinde ve merikarp çukurunda bol miktarda salgı tüyleri mevcuttur (Şekil 2.).



**Şekil 2.** *E. botrys* Merikarp Yüzeyinin SEM Görüntüleri, **a-** Merikarp yüzeyi genel görünüş, **b-** Merikarp yüzeyi uzun tüyler, kısa tüyler ve salgı tüyleri **c-** Merikarp çukuru ve oluk yakın çekim, **d-** Merikarp yüzeyi yakın çekim uzun tüyler, kısa tüyler ve salgı tüyleri.

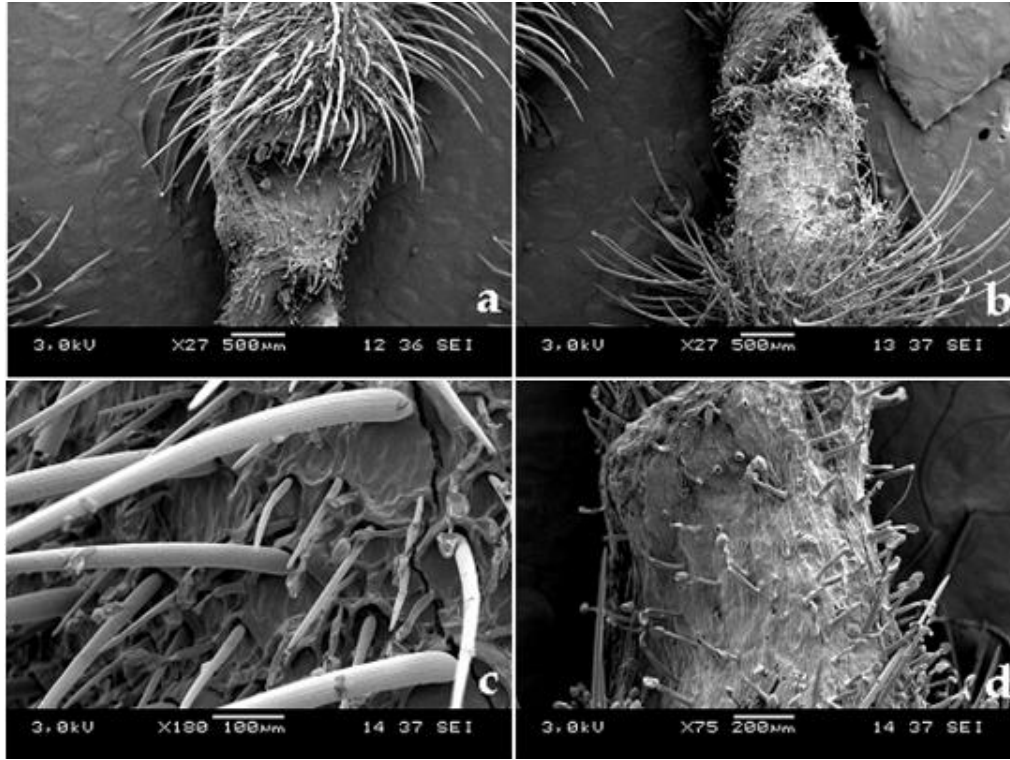
#### *Erodium ciconium* (L.) L'Hérit

Meyva 4.5-10 cm uzunlukta, merikarplar ise 8-10 mm uzunlukta olup kahverengidir. Merikarp aristası tüysü tüylü değil, merikarplar beyazımsı, dik, uzun, sert kıllıdır. Merikarp çukuru derin olup aşağısında oluk yoktur. Merikarp yüzeyindeki sert tüyler uzun ve kısa olmak üzere iki tip ve bu tüyler boyuna çizgili görünümündedir. Merikarp gövdesinin yüzeyi çukurcuklu bir yüzeye sahip iken merikarp çukuru düz bir yüzeye sahiptir. Ayrıca tüm merikarp yüzeyinde ve merikarp çukurunda bol miktarda uzun saplı salgı tüyleri bulunmaktadır (Şekil 3.).

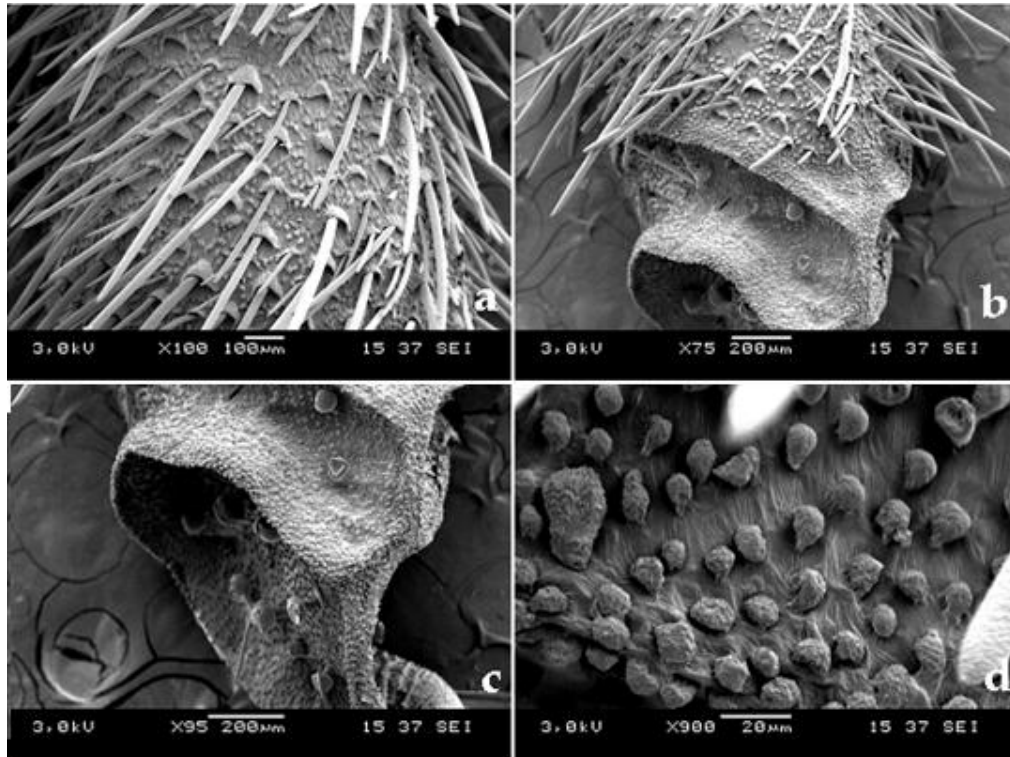
#### *Erodium malacoides* (L.) L'Hérit

Meyva 2-2.5 cm uzunlukta, merikarplar ise 4-5 mm uzunlukta olup koyu kahverengidir. Merikarp aristası tüysü tüylü değil, merikarplar yatık kıllıdır. Merikarp çukuru derin bir çanak şeklinde olup aşağısında derin bir oluk bulunmaktadır. Merikarp yüzeyindeki sert tüyler uzun ve kısa olmak üzere iki tip olup bu tüyler boyuna çizgili görünümündedir. Merikarp yüzeyi pörsümüş papillalar ile kaplı iken merikarp çukuru ve oluk kapitat papillalar ile kaplıdır. Ayrıca merikarp çukurunda ve olukta oldukça geniş ve büyük bir başa sahip kısa saplı salgı tüyleri bulunmaktadır (Şekil 4.).





**Şekil 3.** *E. ciconium* Merikarp Yüzeyinin SEM Görüntüleri, **a**-Merikarp gövdesinden bir bölüm **b**- Merikarp çukuru, **c**- Merikarp yüzeyi yakın çekim uzun tüyler, kısa tüyler ve salgı tüyleri, **d**- Merikarp çukurunda salgı tüyleri.

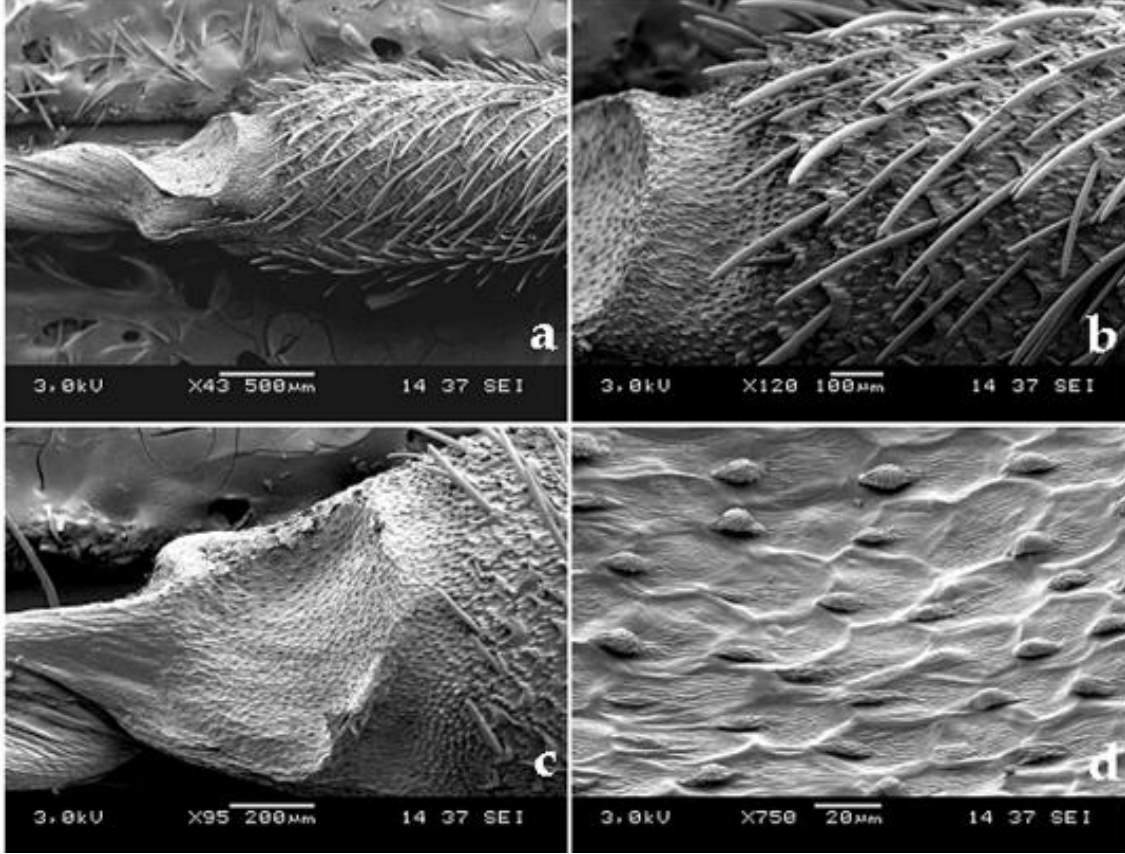


**Şekil 4.** *E. malacoides* Merikarp Yüzeyinin SEM Görüntüleri, **a**- Merikarp yüzeyi yakın çekim uzun ve kısa tüyler, **b**- Merikarp oluk geniş ve büyük başa sahip kısa saplı salgı tüyleri, **c**- Merikarp çukuru ve oluk yakın çekim geniş ve büyük başa sahip kısa saplı salgı tüyleri, **d**- Merikarp çukurunda kapitat papillalar.

***Erodium cicutarium* (L.) L'Hérit, sub sp. *cicutarium***

Meyva 2.5-3.5 cm uzunlukta, merikarplar ise 5 mm uzunlukta olup kahverengidir. Merikarp aristası tüysü tüylü değil, merikarplar yatık kısa kıllıdır. Merikarp çukurunun aşağısında sığ bir oluk bulunmaktadır. Merikarp yüzeyindeki sert tüyler uzun ve kısa olmak

üzere iki tip ve bu tüyler boyuna çizgili görünümündedir. Merikarp yüzeyi pörsümüş papillalar ile kaplı iken merikarp çukurunun yüzeyi düz olup seyrek kapitat papillalar ile kaplıdır. Merikarp yüzeyinde, çukurda ve olukta salgı tüyleri bulunmamaktadır (Şekil 5.).



**Şekil 5.** *E. cicutarium* sub sp. *cicutarium* Merikarp Yüzeyinin SEM Görüntüleri, **a**-Merikarp gövdesinden bir bölüm **b**-Merikarp yüzeyi yakın çekim uzun ve kısa tüyler, **c**- Merikarp çukuru ve aşağısında sığ bir oluk, **d**- Merikarp çukurunda kapitat papillalar.

***Erodium moschatum* (L.) L'Hérit**

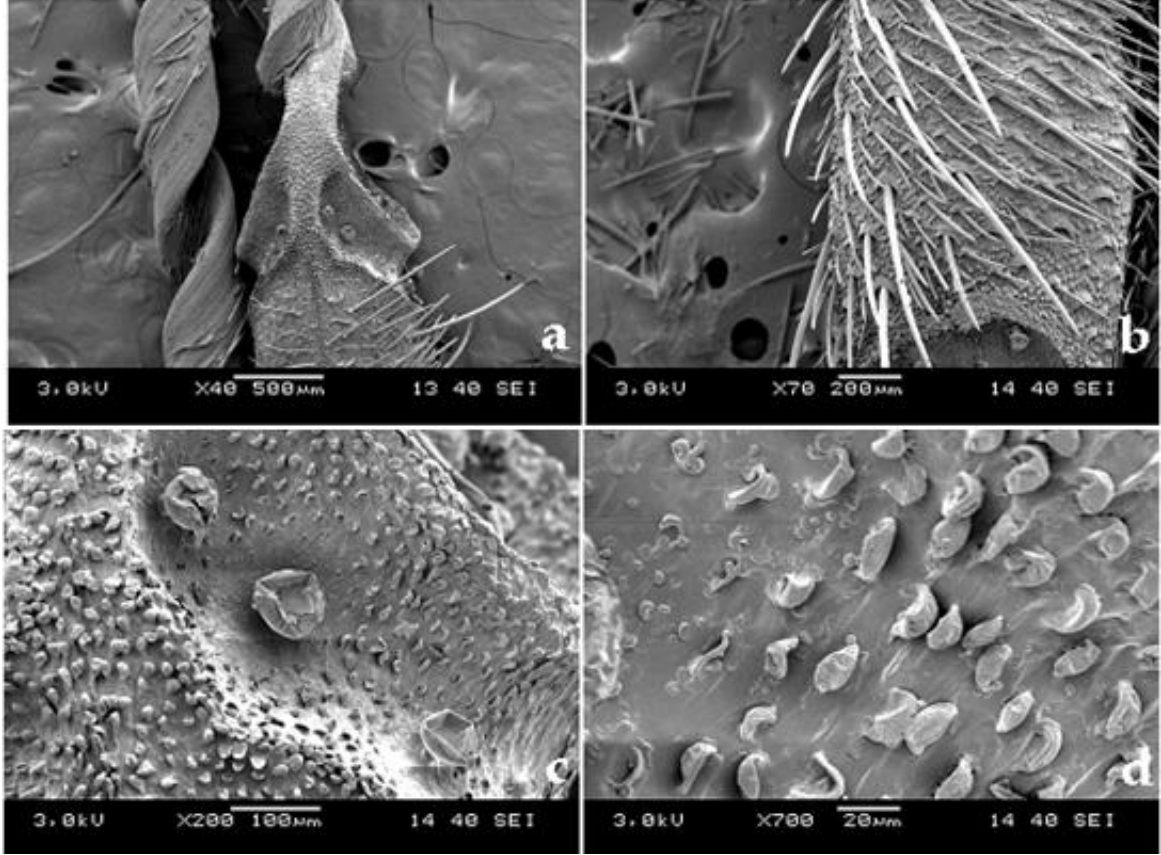
Meyva 3.5-4 cm uzunlukta, merikarplar ise 5-6 mm uzunlukta olup kahverengidir. Merikarp aristası tüysü tüylü değil, merikarplar yatık kıllıdır. Merikarp çukuru derin bir çanak şeklinde olup aşağısında derin bir oluk bulunmaktadır. Merikarp yüzeyindeki sert tüyler uzun ve kısa olmak üzere iki tip olup bu tüyler boyuna çizgili görünümündedir. Merikarp yüzeyi pörsümüş papillalar ile kaplı iken merikarp çukuru ve oluk kapitat papillalar ile kaplıdır. Ayrıca merikarp çukurunda ve olukta oldukça geniş ve büyük bir başa sahip kısa saplı salgı tüyleri vardır (Şekil 6.).

**4 Sonuç ve Tartışma**

Geraniaceae familyasında, yaprak ve meyva karakterleri oldukça değişken olmasına rağmen cins ayırımında kullanılmaz fakat cins altı taksonların ayırımında önemlidir [2]. Fiz ve ark. [3] tarafından yapılan bir çalışmada *Erodium* cinsinin filogenetik akrabalığına ve bazı gen sekanslarının cins içindeki dağılımına bakılmıştır. Bu çalışma dünya genelinde yayılış gösteren 74 adet *Erodium* taksonuna ulaşılması açısından oldukça önemlidir. Araştırmacıların filogenetik analizde kullandıkları morfolojik karakterlerin nerede ise yarısının merikarp özellikleri ile ilgili olduğu dikkat çekicidir. Biz de çalışmamızda karakterleri değerlendirirken hem bu çalışmadan hem de Türkiye Florasından yararlanmış bulunmaktayız. Yaptığımız çalışma Türkiye *Erodium*' ları için bir ilk özelliği taşıyor diyebiliriz.

İncelenen türlerden biri hariç meyva karakterleri ilk kez mikromorfolojik açıdan değerlendirilmiş ve taramalı elektron mikroskobu görüntülerine ait fotoğraflara yer verilmiştir. *Erodium* cinsine ait bazı taksonlar tüysü tüylü merikarp aristasına sahip iken bu çalışmada incelen taksonlar tüysü tüylü olmayan merikarp aristasına sahiptir. Tüm taksonların merikarp yüzeyinde hem uzun hem kısa kıllar bulunmakta ve bu

kıllar boyuna çizgili görünümündedir. *E. ciconium*' un merikarp yüzeyinde dik ve uzun kıllar bulunurken diğer beş taksonun merikarp yüzeyindeki kıllar yatık durumdadır. *E. hoefftianum*, *E. botrys*, *E. malacoides*, *E. moschatum*, *E. cicutarium* sub.sp. *cicutarium* pörsümüş papillalı *E. ciconium* ise merikarp gövdesinde çukurcuklu yüzey ornamentasyonuna sahiptir.



Şekil 6. *E. moschatum* Merikarp Yüzeyinin SEM Görüntüleri, a- Merikarpın üstten görünüşü yanlarda merikarp çukuru ve oluklar, sol tarafında ise aristadan bir bölüm b- Merikarp yüzeyi uzun ve kısa tüyler, c- Merikarp oluk yakın çekim geniş ve büyük başa sahip kısa saplı salgı tüyleri, d- Merikarp çukurunda kapitat papillalar.

İncelenen türlerdeki merikarp çukurunun yüzey ornamentasyonu ise gerek bir birlerinden gerekse de merikarp gövdesinden farklılık gösterebilmektedir. Örneğin merikarp çukurunun yüzeyi hem *E. cicutarium* sub.sp. *cicutarium* hem de *E. ciconium*' da düz iken *E. cicutarium* sub.sp. *cicutarium*' un merikarp gövdesinin yüzeyi pörsümüş papillalar ile kaplı, *E. ciconium*' un ise çukurcuklu yapıdadır. *E. hoefftianum*, *E. malacoides*, *E. moschatum* türlerinin merikarp gövdelerinin yüzeyleri pörsümüş papillalar ile kaplı iken merikarp çukurları kapitat papillalar ile kaplıdır. İncelenen taksonlar arasında sadece *E. botrys*' in merikarp çukuru ve merikarp gövdesi tek düze bir şekilde pörsümüş papillalar ile kaplıdır. Salgı tüylerinin merikarp yüzeyindeki bulunış yerleri, boyutları ve özellikleri taksonlar arasında farklılık göstermekle birlikte *E.*

*malacoides*, *E. moschatum* türlerinin hem merikarp yapıları hemde merikarp çukurunda ve olukta oldukça geniş ve büyük başa sahip kısa saplı salgı tüylerinin varlığı dikkat çekicidir. İncelenen tüm taksonlar bir adet merikarp çukuruna sahiptir. Ancak *E. hoefftianum* ve *E. ciconium* yalnızca merikarp çukuruna sahip iken *E. botrys* merikarp çukurunun aşağısında derin iki oluğa, *E. malacoides* ve *E. moschatum* merikarp çukurunun aşağısında derin bir oluğa, *E. cicutarium* sub.sp. *cicutarium* ise merikarp çukurunun aşağısında sığ bir oluğa sahiptir.

Coşkunçelebi ve ark. [13] tarafından yapılan bir çalışmada *Erodium hendrikii* Alpınar ile bu türe yakın *E. malacoides* türü yaprak ve meyva karakterleri bakımından mikromorfolojik olarak karşılaştırılmıştır.

Araştırmacılar *E. malacoides*' in merikarp çukurunda papillat tüylerin, *E. hendrikii*' nin merikarp çukurunda ise salgı tüylerinin bulunduğunu, merikarp aristasının da *E. hendrikii*' de tüylü, *E. malacoides*' de ise tüysüz olduğunu ifade etmişlerdir. Bu çalışmadaki bulgular bizim çalışmamız ile de örtüşmektedir.

Bu çalışma ile *Erodium* cinsine ait taksonlara sistematik bir katkı sağlanmasının yanı sıra merikarp yapısının mikromorfolojik açıdan değerlendirilmesi ilk ve öncül bir çalışma niteliğindedir. *Erodium* cinsine ait tür ve tür altı taksonlar kalabalık olup ileride farklı taksonlar ile yapılacak mikromorfolojik çalışmalar ile taksonların sistematığına katkı sağlanırken yakın türler arasındaki ayrımlar konusunda da, Coşkunçelebi ve ark. [13] tarafından yapılan çalışmada olduğu gibi, bu tarz bir çalışmanın çok büyük kolaylık sağlayacağına şüphe bulunmamaktadır.

### Kaynaklar

- [1] Takhtajan, A. Diversity and Classification of Flowering Plants, Columbia Univ. Press, New York, 1997.
- [2] Aldasoro, J.J.; Navarro, C.; Vargas, P.; Sa'Ez, L.L.; Aedo, C. California, A New Genus of Geraniaceae Endemic to the Southwest of North America, *Anales del Jardín Botánico de Madrid*. 2002; 59, 209–216.
- [3] Fiz, O.; Vargas, P.; Alarcon, M.L.; Aldasoro J.J. Phylogenetic Relationships and Evolution in *Erodium* (Geraniaceae) Based on trnL-trnF Sequences, *Systematic Botany*. 2006; 31, 739–763.
- [4] Guittonneau, G.G. Taxonomy, Ecology and Phylogeny of Genus *Erodium* L'Her. in the Mediterranean Region. In Vorster, P. (ed.), *Proceedings of the International Geraniaceae Symposium*, Stellenbosch, South Africa, 71–91, 1990.
- [5] Messing, S.; Byrne, R. Premission Invasion of *Erodium cicutarium* in California, *Journal of Biogeography*. 1998; 25, 757–762.
- [6] Davis, P.H. *Flora of Turkey and East Egean Islands*, 2: 475–487. Edinburgh Univ. Press, Edinburgh, UK., 1967.
- [7] Davis, P.H. *Flora of Turkey and East Egean Islands*, 10: 105–106. Edinburgh Univ. Press, Edinburgh, UK., 1988.
- [8] Güner, A.; Özhatay, N.; Ekim, T.; Başer, K. H. C. (Eds.) *Flora of Turkey and East Egean Islands*, 11: 74–75. Edinburgh Univ. Press, Edinburgh, UK., 2000.
- [9] Yıldırım, Ş.; Doğru-Koca, A. A new species from Turkey, *Erodium aytacii* Yıldırım & A. Doğru-Koca (Geraniaceae), *Ot Sistemik Botanik Dergisi*. 2004; 11, 1–6.
- [10] Ekim, T.; Koyuncu, M.; Vural, M.; Duman, H.; Aytaç, Z.; Adıgüzel, N. *Türkiye Bitkileri Kırmızı Kitabı, Türkiye Tabiatını Koruma Derneği*, Ankara, 2000.
- [11] El Hadidi, M.N.; Fayed, A.A.; El Naggar, S.M. Systematic Revision of *Erodium* (Geraniaceae) in Egypt, *Plant Systematics and Evolution*. 1984; 144, 307–314.
- [12] El-Oqlah, A. A. A revision of the genus *Erodium* L'Heritier in the Middle East, *Feddes Repertorium*. 1989; 100, 3–4.
- [13] Coşkunçelebi, K.; Terzioğlu, S.; Karaköse, M.; Güzel, M.E. Contributions to The Description and Molecular Properties of *Erodium hendrikii* Alpınar (Geraniaceae), Endemic to Turkey, *Turkish Journal of Botany*. 2012; 36, 455–461.

# Polisiklik Aromatik Hidrokarbonlar ve Gıdalarda Önemi

Pelin Günc Ergönül<sup>1\*</sup>, Deniz Kaya<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Muradiye Kampüs,  
45140, Manisa, pelingunc81@hotmail.com

<sup>2</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Muradiye Kampüs,  
45140, Manisa, saruhan-deniz@hotmail.com

\*İletişimden sorumlu yazar / Corresponding author

Geliş / Recieved: 23 Haziran (June) 2015

Kabul / Accepted: 28 Temmuz (July) 2015

DOI: <http://dx.doi.org/10.18466/cbujos.00333>

## Özet

Polisiklik aromatik hidrokarbonlar organik bileşiklerin tam yanmaması sonucu ortaya çıkan toksik, mutajenik ve kanserojenik etkiye sahip organik yapıda bileşiklerdir. Endüstriyel atıklar, tarım ilaçları, çöpler, sigara dumanı ve sanayi baca gazları gibi zararlı maddelerden çevreye yayılan kimyasallar hava, su, toprak ve gıdalara karıştıklarından dolayı insan sağlığını tehdit eden önemli çevresel kirleticilerdendir. İnsanlar kirli havayı soluyarak ya da kirlenmiş su veya gıdayı tüketerek toksik ve kanserojen maddelere maruz kalırlar. Bu derlemede PAH' ların oluşum mekanizması, gıdalarda bulunuşu ve tespit yöntemleri ele alınmıştır.

**Anahtar Kelimeler** – benzo(a)piren, gıda, HPLC-UV, PAH

## Polycyclic Aromatic Hydrocarbons and Their Importance in Foods

### Abstract

Polycyclic aromatic hydrocarbons are toxic, mutagenic and carcinogenic organic compounds originated from incomplete combustion of organic compounds. Chemical substances originated from industrial wastes, pesticides, smoke and industrial gases are important contaminants threatening human life because they contaminate air, water, soil and foods. People are exposed to toxic and carcinogenic substances who breathe polluted air or consumed contaminated foods. In this study, formation mechanisms of PAHs, their presence in foods and methods for their analyses were reviewed.

**Keywords** – benzo(a)pyrene, food, HPLC-UV, PAHs

### 1 Giriş

Polisiklik aromatik hidrokarbonlar (PAH), iki ya da daha fazla aromatik halkanın birleşmesiyle meydana gelen bileşiklerdir. Hidrokarbonların yüksek sıcaklıklarda pirolizi sonucu oluşurlar. Yapısında dörtten az benzen halkası bulunduran PAH'lar hafif PAH, dört ve daha fazla benzen halkası bulunduran PAH'lar ise ağır PAH olarak adlandırılır [1-11].

Petrol, kömür, nargile dumanı ve sanayide oluşan

dumanlar PAH'ların önemli kaynaklarıdır [12-13].

Saf bileşik halinde PAH'lar renksiz, beyaz, açık sarı, yeşil renkli, katı halde ve hafif hoş bir kokuya sahiptirler. Uçuculuk özelliği, kaynaşmış halka sayısının artmasıyla azalmaktadır. Yalnızca karbon ve hidrojen meydana gelen organik bileşiklerdir. Kesin olmamakla birlikte, molekül ağırlıkları 216 g/mol'den daha düşük olan PAH'lar kanserojen özelliğe sahip değilken, daha büyük molekül ağırlığına sahip olanlar kanserojen özelliğe sahiptirler [14-17].

PAH'lar güçlü hidrofobik özelliklerinden dolayı diğer organik kirleticilere ve ağır metallerle göre daha yüksek afiniteye sahiptirler. Suda çözünürlüklerinin düşük olması sebebiyle tespit edilmeleri zordur, bu nedenle uygun ve doğru analitik yöntemler geliştirilmelidir [18-24].

PAH'lar endüstriyel üretim yapılan bölgelerdeki kirliliğe havada bulunan bileşenler bitkisel ürünler üzerinde birikerek tahıl, sebze ve meyvelere bulaşabileceği gibi diğer yandan kavurma, tütüleme ve ızgarada pişirme gibi ısıl işlemler sonucunda da gıdalarda oluşabilmektedirler [25-31].

PAH'lar çevreye geniş çapta yayılmış ve canlılar doğada bulunan PAH'lara su, toprak ve sediment olarak doğrudan maruz kalmaktadırlar. Her yıl yaklaşık 43 000 ton PAH atmosfere ve 230 000 ton ise su ortamına yayılmaktadır. Yarı uçucu organik bileşiklerden PAH'ların bilinen en önemli özelliklerinden birisi suda az çözünür olmalarıdır. Hidrofobik olan PAH'lar suda sadece dağılır ve süspansiyon olmuş partikülleri su tarafından sarılır. Bu özelliklerinden dolayı suda bulunan PAH'ların büyük bir çoğunluğu sedimentte birikim eğilimi göstermektedirler [32-39].

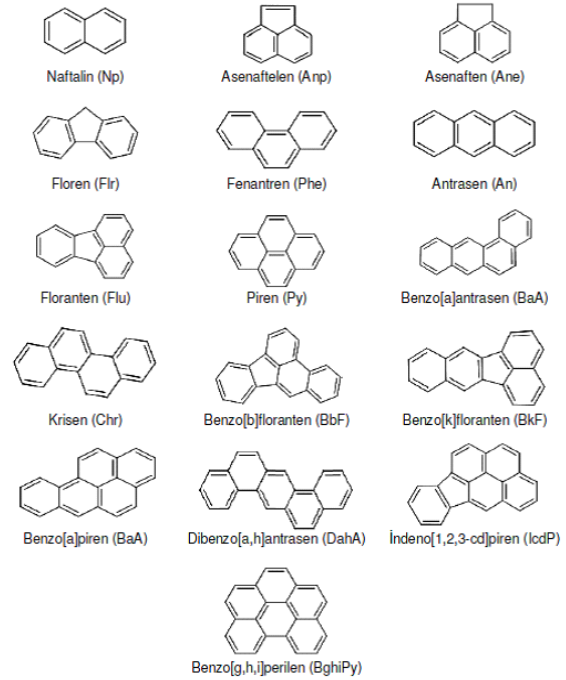
PAH'lar yağ içeren bütün vücut dokularına girebildiklerinden dolayı çoğunlukla karaciğer, yağ dokuları ve böbrekte depolanma eğilimleri vardır. PAH'ların kanserle ilişkilendirilmesi Dr. Percivall Pott'un 1775 yılında baca temizliğinde çalışan işçilerin derilerindeki istenmeyen dolayısıyla testis kanserine yakalandıklarının gözlenmesiyle olmuştur. Daha sonraları laboratuvar hayvanları ve insanlar üzerinde yapılan çalışmalar ile yağ, katran, is, duman gibi kimyasalların özellikle benzo[a]piren'i içeren zengin PAH kaynağı olduğu ortaya çıkarılmıştır. Yüzlerce çeşit PAH arasında en çok bilineni benzo[a]piren (BaP)'dir. BaP atmosferin tanecik fazında bulunmaktadır [40-41]. PAH'ların nitro, halo ve oxo türevleri de mevcuttur. Bunlar diğer PAH'lara göre daha kanserojenik ve mutajeniktirler [42-45].

Bu derlemede önemli çevre kirleticileri arasında yer alan PAH bileşiklerinin kimyasal yapıları, oluşum mekanizmaları ile gıdalara ve insanlara bulaşma yolları üzerinde durulmuştur.

## 2 PAH'ların Sınıflandırılması

Doğada 100'ün üzerinde PAH bileşiği tespit edilmiştir. Ancak kanserojen ve toksik etkisinin daha fazla olduğu düşünülen, Şekil 1'deki 6 PAH bileşiği, Amerika Birleşik Devletleri Çevre Koruma Birimi (United States Environmental Protection Agency, US-EPA) tarafından öncelikli kirleticiler arasında kabul

edilmiştir [46].



**Şekil 1.** Öncelikli kirleticiler olarak değerlendirilen polisiklik aromatik hidrokarbonların kimyasal yapıları [14].

Tablo 1'de öncelikli kirleticiler arasında yer alan 16 PAH bileşiğinin kanserojenik özellikleri verilmiştir. Verilere göre benzo(b)fluoranten, benzo(a)piren ve dibenzo(a,h) antrasen bileşikler en yüksek kanserojenik aktiviteye sahiptirler [46].

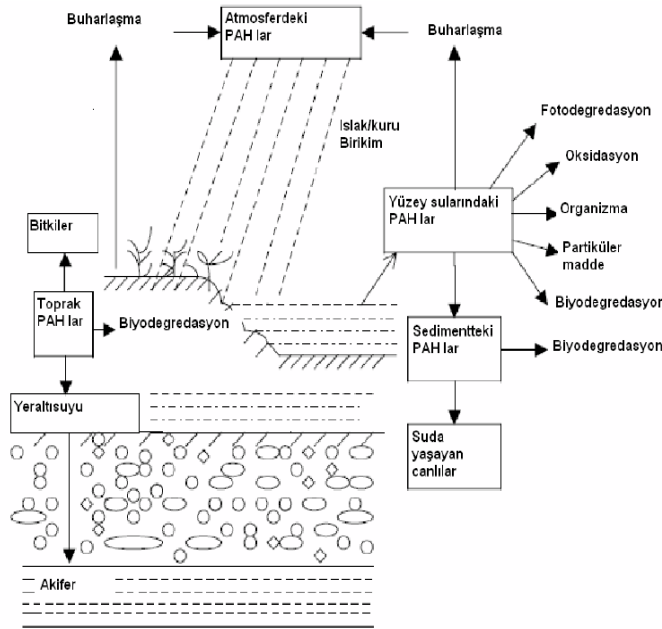
**Tablo 1:** PAH'ların kanserojen özellikleri [46].

Bileşik	Molekül Formülü	Molekül Ağırlığı (g/mol)	Kanserojenik Aktivite
Naftalin	C <sub>10</sub> H <sub>8</sub>	128	+
Fenantren	C <sub>14</sub> H <sub>10</sub>	178	-
Antrasen	C <sub>14</sub> H <sub>10</sub>	178	+/-
Floranten	C <sub>16</sub> H <sub>10</sub>	202	-
Piren	C <sub>16</sub> H <sub>10</sub>	202	-
Krisen	C <sub>18</sub> H <sub>12</sub>	228	+/-
Benzo(a)antrasen	C <sub>18</sub> H <sub>12</sub>	228	+
Benzo(b)floranten	C <sub>20</sub> H <sub>12</sub>	252	++
Benzo(k)floranten	C <sub>20</sub> H <sub>12</sub>	252	+
Benzo(e)piren	C <sub>20</sub> H <sub>12</sub>	252	+/-
Benzo(a)piren	C <sub>20</sub> H <sub>12</sub>	252	+++
Perilen	C <sub>20</sub> H <sub>12</sub>	252	+/-
Benzo(ghi)perilen	C <sub>22</sub> H <sub>12</sub>	276	+/-
Dibenzo(ah)antrasen	C <sub>22</sub> H <sub>14</sub>	278	+++
İndeno(cd)piren	C <sub>22</sub> H <sub>12</sub>	276	+
Koronen	C <sub>24</sub> H <sub>12</sub>	300	+/-

## 2.1 Polisiklik Aromatik Hidrokarbonların Atmosferde

## Döngüsü

PAH bileşikleri atmosfere salındıktan sonra atmosferdeki partiküler maddelere tutunurlar. Bu bileşiklerin atmosferde bulunma süreleri ve farklı yerlere taşınmaları partikül çapına, meteorolojik koşullara ve atmosfer fiziğine bağlı olarak değişmektedir. Örneğin, partikül çapı 1 µm'nin altında olan partiküle tutunan PAH bileşiğinin atmosferde ozon ve diğer oksidanlar tarafından fotodegradasyonu birkaç gün ile altı hafta arasında değişirken, daha büyük bir partiküle tutunmuş PAH bileşiğinin fotodegradasyon süresi birkaç gün sürmektedir [39].



Şekil 2. PAH'ların fotodegradasyon döngüsü [39].

Şekil 2'de görüldüğü üzere atmosfere salınan PAH bileşikleri kuru ve ıslak birikimle kara ve su yüzeyine taşınırlar. Su yüzeyine taşınan PAH'ların bir kısmı buharlaşarak tekrar atmosfere geri döner, diğer kısmı fotodegradasyon, oksidasyon ve biyodegradasyona uğrar, bir kısmı canlı bünyesine alınır, bir kısmı suda askıda kalır, geri kalan kısmı ise sedimentte birikir. Sedimentte biriken PAH'ların bir kısmı biyolojik olarak bozunur, kalan kısmı da suda yaşayan canlıların bünyesine alınır. Kara yüzeyine ulaşan PAH'ların bir kısmı su yüzeyindekiler gibi buharlaşır, bir kısmı biyolojik bozunmaya uğrar, geri kalan kısmı yer altı sularına karışır. Su yüzeyinde bulunan

PAH'lar için en önemli bozunma prosesleri bakterilerce gerçekleştirilen fotodegradasyon, oksidasyon ve biyodegradasyondur ve suda bulunan PAH'ların sadece %33'ü suda çözülmüş halde bulunmaktadır. Suda çözülmüş halde bulunan PAH'lar en hızlı fotooksidasyonla bozunmakta; yüksek sıcaklık, oksijen miktarı ve solar radyasyon ise bu prosesin hızını arttırmaktadır [39].

## 2.2 PAH'ların Gıdalarda Bulunuşu ve Türk Gıda Kodeksine Göre Limit Değerleri

PAH'lar gıdalarda iki nedenle bulunmaktadır. Bunlardan birincisi çevresel yolla (hava, toprak ve su ile) oluşmaları, diğeri ise gıdaların işlenmesi ve pişirilmesi esnasında oluşmalarıdır. Gıda işleme prosesleri (tütüleme, kurutma) ve yüksek sıcaklıklarda pişirilme işlemleri (kızartma, ızgara, kavurma) PAH'ların oluşmasının ana nedenleridir. Gıdanın direkt alevle teması durumunda PAH miktarı daha da yükselmektedir [47,48].

PAH'lar, Tablo 2'de verildiği üzere katı-sıvı yağ, meyve-sebze, deniz ürünleri, bebek maması, hububatlar, çay, kahve, tütülenmiş ve ızgara yapılmış gıdalar olmak üzere birçok farklı gıdada bulunabilmektedirler [15,49].

Tablo 2: PAH miktarlarına göre gıdaların sınıflandırılması [47].

Düşük	Yüksek
Domates	Bitkisel yağlar
Portakal suyu	Katı yağlar
Meyveler	Kızartmalar
Sebzeler; bezelye, fasulye, mısır	Kabuklu deniz ürünleri
Pirinç	Tütülenmiş etler
Yulaf ezmesi	Barbekü/mangalda ızgara etler
Ekmek	Kavrulmuş kahve
Mercimek	Çay

Gıda Bilimsel Komitesi (SCF,2002), BaP'in gıdalardaki PAH'ların kanserojenik etkisini belirlemede kullanıldığını ancak bunun tek başına yeterli olmadığını beraberinde kanserojenik kabul edilen 15 PAH bileşiğinin tespit edilmesi gerektiğini belirtmişlerdir [50].

Avrupa Gıda Güvenliği Otoritesi (EFSA,2008) tarafından BaP'nin tek başına yeterli bir belirteç olmadığı, bunun yerine ya 4'lü PAH sisteminin (BaA, Chr, BbF, BaP) ya da 8'li PAH sisteminin (BaA, Chr, BkF, BbF, Ip, DBahA, Bgip) kullanılması gerektiğini belirtmişlerdir [51].

Tablo 3'de, Türk Gıda Kodeksi Gıda Maddeleri Bulaşanlar Tebliği (TGK, 2011-28157) ve Avrupa Birliği (EC No: 1881/2006) Mevzuatına göre farklı gıdalar için BaP ile BaP, BaF, BaA ve krisen toplamalarının maksimum limit değerleri verilmiştir. Tütsülenmiş balık eti hariç Ulusal ve Uluslararası Mevzuatlarda belirtilen değerlerin aynı olduğunu görülmektedir.

**Tablo 3:** Türk Gıda Kodeksi Gıda Maddeleri Bulaşanlar Tebliği (TGK, 2011-28157) ve (EC) No: 1881/2006 mevzuatına göre maksimum BaP ile BaP, BaF, BaA ve krisen toplamı [52-53].

GIDA	Maksimum Limit (µg/kg)			
	BaP		BaP, BaF, BaA ve krisen Toplamı	
	TGK	EC	TGK	EC
Katı-sıvı Yağlar (Kakao ve Hindistan cevizi yağı hariç)	2	2	10	10
Kakao Çekirdekleri ve ürünleri	5	5	35	35
Hindistan cevizi yağı	2	2	20	20
Tütsülenmiş et ve et ürünleri	2	2	12	12
Tütsülenmiş balık eti	5	2	30	12
Tütsülenmiş çift kabuklu yumuşakçalar	6	6	35	35
Bebek ve küçük çocuk ek gıdaları	1	1	1	1
Bebek formülleri ve devam formülleri	1	1	1	1
Tütsülenmiş füme balık ve balık ürünleri	-	2	-	12
Tütsülenmiş ve tütsülenmemiş Küçük balıklar	-	3	-	30

### 2.2.1 Etlerde PAH

200°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda pişirilen gıdalarda yağın alevle damlaması sonucu piroliz meydana gelmekte ve PAH'lar oluşmaktadır. Bu PAH'lar uçuculukları sayesinde gıdalara bulaşmaktadır [54]. Kömür alevinde pişirilen etlerde; etin içeriğindeki yağ miktarı, pişirme sıcaklığı ve süresine bağlı olarak PAH'lar oluşabilir veya oluşan miktarları değişebilir. Etteki yağ miktarı arttıkça; pişirme sırasında daha çok yağ açığa çıkmakta ve alevle birleşerek daha çok PAH meydana gelmektedir. Bu noktada etin pişirilme tekniği, PAH oluşumu açısından farklılık meydana

getirmektedir. Yatay konumda pişirilen ette yağın doğrudan ateş kaynağına damlaması sonucu oluşan PAH miktarı, dikey konumda pişirilene göre 10-30 kez daha fazladır. Yani kömür alevi etin altında değil de yanında olursa PAH oluşma riski azaltılabilir. Aynı zamanda et direkt odun alevine tutularak da pişirilirse PAH oluşumu artmaktadır. Bu yüzden mangal yaparken odun kullanılırsa, odunun kömürleşmesini bekleyerek, kor haline geldikten sonra etleri pişirmek daha sağlıklıdır. Alev ile et arasındaki mesafe 15 cm olmalıdır [55].

Avrupa birliği EEC direktifi 88/338'e göre tütsülenmiş gıdalarda BaP miktarının bulunabileceği maksimum değer 0,03 µg/kg olarak bildirilmiştir [51].

Tütsüleme için kayın, ceviz, meşe, çam ağacı ve şeker kamışının yanması ile duman oluşturulur. Duman, en az 100 PAH bileşiği ve bunların alkilenmiş türevlerini içerir. PAH oluşumunu etkileyen en önemli faktör duman oluşumu sırasındaki sıcaklıktır. Yanma sırasında dumanda oluşan PAH miktarı duman sıcaklığının 400-1000 °C arasında olmasıyla doğrusal olarak artar. 400 °C'nin altında yapılan tütsüleme işleminin 400-1000 °C aralığında yapılan işleme göre daha düşük oranda PAH bileşiklerini içerdiği, tütsüleme süresi ve ürünün yağ içeriği arttıkça ve ateşe olan mesafesi azaldıkça PAH bileşiklerinin arttığı belirtilmiştir [48, 56].

Endüstriyel uygulamalarda en çok görülen PAH oluşumu tütsülenmiş ürünlerin üretiminde gözlenmektedir. Tütsülenmiş balık, et ürünleri, tütsülenmiş peynirler gibi ürünlerin tütsülenmesinde kullanılan odun kaynakları, tütsüleme yöntemi, tütsüleme odasındaki ürünlerin pozisyonları da PAH oluşumu ve oluşan PAH miktarlarını önemli ölçüde etkilemektedir [57,58].

Farhadian ve ark (2010), yaptıkları çalışmada dana eti, balık ve tavuk eti örneklerini kömür ateşinde, gaz alevinde ve fırın ızgara yöntemleri ile pişirmiş ve örneklerdeki floranten (Flu), benzo[b]floranten (BbF) ve benzo(a)piren (BaP) içeriklerini karşılaştırmışlardır. 3 farklı pişirme yöntemi ile elde edilen örneklerin PAH içeriklerinin istatistiki olarak önemli ölçüde farklılık gösterdiklerini, en yüksek PAH içeriğinin kömür ateşinde pişirilen örneklerde oluştuğunu, bunu sırasıyla gaz alevinde ve fırında pişirme yöntemlerinin izlediğini tespit etmişlerdir. Tavuk ve dana eti örnekleri arasında istatistiki olarak önemli bir farklılık olmadığını, farklı ısı kaynakları, farklı yağ oranına sahip örnekler ve marinasyon ingredientleri kullanılarak PAH kontaminasyonunun azaltılması ile



ilgili çalışmaların yapılması gerektiğini bildirmişlerdir [59].

Saito ve ark. (2014), mısır, alabalık, sığır eti, karides ve domuz etinin termal pişirilmesi sırasında oluşan 19 adet PAH bileşimini incelemişlerdir. Izgarada oluşan yağlar toplanmış ve GC-MS ile analiz edilmiştir. En yüksek PAH miktarı yağlarca zengin olan domuz eti, alabalık, sığır eti gibi gıdalarda bulunmuştur. Domuz eti için BaP %50 olarak tespit edilmiştir. Ayrıca PAH'ların parçacık boyutunun çok küçük olması sebebiyle akciğer alveollerine kadar ulaşabileceğini belirtmişlerdir [60].

### 2.2.2 Yağlarda PAH

Yemeklik sıvı yağlar çok fazla tüketildikleri için bu tip gıdalarda bulunan PAH miktarları çok önemlidir. Çünkü yemeklik yağlardaki PAH'lar doğal kaynaklıdır ve doğrudan yağın yapısına geçmektedir. Isısal işlemlere tabii tutulmuş ve rafine edilmemiş yağlarda yapılan araştırmalarda PAH'ların var olduğu bildirilmiştir [17].

Aynı yağlar rafine edildiğinde, ağartma ve deodorizasyon (koku giderme) işlemlerinden sonra bu oranın azaldığı görülmüştür. Bunun nedeni ağartma basamağında kullanılan ağartma toprağının PAH'ların bir kısmını adsorblayarak uzaklaştırması ve deodorizasyon basamağında da yağa istenmeyen koku ve tat veren maddeler uzaklaştırılırken PAH'ların bir kısmının uzaklaştırılmasıdır. Aktif karbon ile ağartma toprağı kombine edildiğinde, ağır PAH'ların uzaklaştırılması daha etkin olmaktadır [17].

Balaoğlu ve Bayrak (2006), 20 adet naturel zeytinyağı, 20 adet riviera zeytinyağı ve 10 adet rafine pirina yağında HPLC ile BaP miktarını tayin etmişlerdir. Analizi yapılan doğal sızma zeytinyağı örneklerinin üçünde 0,330-0,870 µg/kg arasında BaP tespit etmişler, riviera zeytinyağının 8'inde BaP kalıntısına rastlanmazken, 12'sinde 2,465µg/kg oranında BaP tespit etmişlerdir. Pirina yağının çoğunda ise oldukça yüksek miktarda BaP 'e rastlanmıştır [61].

Uluslararası zeytinyağı konseyi 2001 yılında pirina yağlarında BaP'nin bulunabileceği maksimum değeri 2 µg/kg olarak belirlemiştir, aynı miktar Gıda Güvenlik Araştırmacıları tarafından da kabul edilmiştir [61].

İspanya, İtalya, Yunanistan gibi ülkelerde ağır PAH'lar için limit değer 2 µg/kg iken, hafif PAH'lar için 5 µg/kg'dır. Alman Yağ Bilimi Topluluğu ise yenilebilir yağlarda toplam PAH miktarını 25 µg/kg olarak sınırlamıştır [61].

Bitkisel yağlarda PAH kontaminasyonu farklı şekillerde oluşabilmektedir. Bitkisel yağlarda oluşan PAH kontaminasyonlarına tohum kurutma aşamasında kullanılan sıcak hava neden olabilmektedir. Zeytinyağında saptanan PAH'ların ise, endüstriyel kökenli olduğu ve araçların egzoz dumanlarına bağlı olarak oluştuğu bildirilmiştir [62].

Şekeroğlu ve ark. (2006), marketlerden temin edilen ulusal markalara ait bitkisel yağlar ve yerel sızma zeytinyağı örneklerinde HPLC ile BaP miktarlarını belirlemişlerdir. Yağlardaki PAH bileşiklerini katı faz ekstraksiyon (SPE) metodu kullanılarak ekstrakte edilmiştir. Zeytinyağı (sızma, yerel, riviera), ayçiçek, pamuk, fındık, mısırozü ve soya yağları kullanılarak yapılan çalışmada BaP miktarı 2.7 ile 74.9 ppb arasında bulunmuştur. En düşük BaP miktarı yerel sızma zeytinyağında saptanırken en yüksek miktar riviera tipi zeytinyağında bulunmuştur [63].

Pirina yağında PAH'lar yanma gazları ile kurutma sırasında meydana gelebilmektedir. Bu gibi durumlarda kirlenme derecesi gazın türüne ve maruz kalma süresine bağlıdır. Pirina yağında bulunan PAH'ların bir kısmı rafinasyon aşamasında uzaklaştırılmaktadır [64].

Hafif PAH'lar çoğunlukla koku giderme aşamasında buharlaştırma yolu ile daha yüksek molekül ağırlıklı PAH'lar ise renk açma işlemi ile uzaklaştırılır. Deodorizasyon işlemi, yüksek moleküllü PAH'larda çok az etki gösterirken, düşük moleküllülerde kontaminasyonu azaltmaktadır. Son 5 yılda yapılan araştırmalar bitkisel yağların PAH içeriğinin maksimum sınır değeri aştığını göstermektedir [65,66].

Acuna ve ark. (2008), dokuz ağır polisiklik aromatik hidrokarbonu İspanya'da değişik orijin ve çeşitten üretilmiş sızma zeytinyağlarında analiz etmişler ve %7'sinin Avrupa Birliği limiti olan 2 ppb altında kaldığı, sadece çevre kontaminasyonunun yüksek olduğu yerlerde limitin üstünde PAH tespit ettiklerini bildirmişlerdir [67].

Ülkemizde Avrupa Birliği Düzenlemesi ile uyumlu olarak 29 Aralık 2011 tarihinde yürürlüğe giren Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Tebliği'nde (TGK, 2011-28157) katı ve sıvı yağlarda (kakao yağları ve Hindistan cevizi yağı hariç) bulunması gereken BaP miktarı 2 µg/kg'ı, BaP, BaA, BbF ve krisen toplamı 10µg/kg'ı aşmamalıdır ifadesi yer almaktadır [53].

### 2.2.3 Süt ve süt ürünlerinde PAH

Süt ürünleri düşük miktarda PAH içermektedirler. Bu nedenle margarin tereyağından, bitkisel yağ ile yapılan krema ürünleri ise kremadan daha yüksek seviyede PAH içermektedir [15].

Gul ve ark. (2015), tütülenmiş ve tütülenmemiş geleneksel ve endüstriyel olarak üretilen çerkez peynirindeki PAH miktarlarını floresan dedektörlü HPLC ile incelemiştir. Tütülenmiş geleneksel ve endüstriyel Çerkez peyniri için PAH miktarları sırasıyla 19,6 ve 6,73 mg/kg olarak belirlenirken tütülenmemiş geleneksel ve endüstriyel Çerkez peyniri için PAH miktarları sırasıyla 0,77 ve 0,49 mg/kg olarak belirlenmiştir. En baskın olarak naftalin ve asenaften belirlenmiştir. BaP ise tütülenmiş geleneksel ve endüstriyel Çerkez peyniri için sırasıyla %90 ve %30 olarak belirlenirken tütülenmemiş geleneksel ve endüstriyel Çerkez peyniri için sırasıyla %52 ve %24 olarak belirlenmiştir. 9 PAH çeşidinden 5 tanesinin kanserojenik etki gösterdiği tespit edilmiştir. Sonuçlar tütülenmiş gıdaların PAH içeriğini daha da artırdığını göstermiştir [68].

### 2.2.4 Deniz Ürünlerinde PAH

Balık ve omurgasız canlılarda BaP oluşumu su kirliliğine bağlıdır. Balık, deniz kabukluları ve diğer deniz ürünleri, denizdeki petrol kirliliği sonucu suyla temas ederek kirlenebilir. Denize rıhtımdan sızan katran, suda bulunan fabrika ve şehir atıkları, yakıtların iyi yanmaması sonucu oluşan hava kirliliği diğer bulaşma kaynaklarıdır. Su canlısının büyüklüğü, büyüme hızı, sindirim ve solunum sistemi, zar geçirgenliği ve ozmoregülasyon canlının PAH bileşiklerine maruz kalmasını etkiler [15].

### 2.2.5 Bitkisel Gıdalarda PAH (tahıllar/hububatlar, meyveler ve sebzeler)

PAH'lar sediment özelliğinde olduğundan yapraklı sebzelerin ve meyvelerin üzerinde birikerek kirletirler. Kirletmenin ana kaynağı bitkilerin büyümesi sırasında hava ile temas edecek geniş yüzeye sahip olmaları ve bu bileşikler içeren küçük hava taneciklerinin bitkiler üzerine çökmesidir. Kirletme seviyesi bitkilerin yetiştiği yer ile ilgilidir. Özellikle yol kenarına yakın yerlerde ve endüstri alanlarında yetişen bitkiler hem PAH'lar hem de nitro-PAH'lar ile daha fazla kirletirler [15].

Londono ve ark. (2015), marketten aldıkları 54 çay örneğindeki PAH miktarını Floresan ve UV-Vis de-

dektörlü HPLC ile analiz etmişlerdir. Çayda yüksek oranda 16 PAH bileşimini belirlemiştir. Bu 16 PAH'ın ortalaması yaklaşık 930,4 mg/kg olarak bulunmuştur [69].

2011 Avrupa Komisyonu (EC) Yönetmeliği'ne göre işlenmiş tahıl bazlı gıdalar için limit değer, hem 4 ağır PAH toplamı hem de BaP için 1 µg/kg olarak belirlenmiştir [52].

### 2.2.6 İşlenmiş Gıdalarda PAH

Füme balıklar fazla miktarda PAH içermesine rağmen, insanların bu bileşiklere maruz kalmasına tütülenmiş et ve balık ürünleri fazla etki etmez [15].

Yapılan bir çalışmada 6'sı kafeinli, 6'sı kafeinsiz olmak üzere 12 marketten alınan farklı ticari isimdeki hazır kahveler PAH miktarı yönünden incelenmiştir. 6 kahve örneğinin 3'ü doğal olarak kavrulmuş, diğer 3 örnek ise şeker ilave edilerek kavrulmuştur. Kafeinsiz örneklerin tümünde ve şekerle fazla kavrulmuş iki örnekte suda çözünmeyen PAH'lardan BbF, BkF, BaP bulunmuştur. Bulunan düzeyler BbF için 0,03-0,1 g/kg, diğerleri için 0,01-0,04 g/kg aralığındadır [70].

Şengör ve ark. (2007), on iki adet somon balığı, beş adet gökkuşuğu alabalığı ve dört adet uskumru balığı olmak üzere 21 adet füme balığında potansiyel PAH düzeylerini HPLC-UV dedektör kullanarak analiz etmişlerdir. Analiz sonucunda, füme balık örneklerinin hiçbirinde Gıda Kodeksi'nde sınır değeri bildirilen potansiyel kanserojenik PAH bileşiklerinden BaP'e rastlanılmamıştır. Ancak, insanlar için kanserojenik olabilecek BaA (benzo(a)antresen), uskumru balığında ortalama 3,19 ppb, BbF somon balığında ortalama 9,55 ppb, BkF uskumru balığında ortalama 1,04 ppb, gökkuşuğu alabalığında 1,83 ppb ve salmone balığında 2,61 ppb ve benzo(g,h,i)perylene uskumru balığında ortalama 2,64 ppb, somon balığında 0,04 ppb düzeyinde tespit edilmiştir. Buna ilave olarak füme balık örneklerinin toplam PAH miktarlarında farklılık belirlenmiştir. Uskumru balığının ortalama 61,01 ppb, gökkuşuğu alabalığının ortalama 23,83 ppb ve somon balığının ortalama 79,74 ppb oranında toplam PAH içerdiği tespit edilmiştir. Bundan başka balık yağları ve toplam PAH miktarları arasında iyi bir ilişki mevcuttur. Buna bağlı olarak uskumru balığı (ortalama % 9,82 yağ) ve somon balığının (ortalama % 6,57 yağ) toplam PAH düzeylerinin gökkuşuğu alabalığından (ortalama % 4,76 yağ) yüksek olduğu belirlenmiştir. Füme balık örneklerindeki toplam PAH miktarlarındaki farklılığın fırın içindeki homojen olmayan duman dağılımından kaynaklandığı ve bu

sebepten dolayı geleneksel fırınlarda homojen füme balık ürünlerinin elde edilmesinin güç olduğu tespit edilmiştir [71].

### 2.2.7 Bebek Mamalarında PAH

PAH bileşiklerinin oluşumu açısından riskli bulunan gıdalardan biri de bebek mamalarıdır. Bebek mamalarının PAH'larla kontaminasyon seviyesi hem mama üretiminde kullanılan sütün çevresel faktörler nedeniyle bu bileşikler içermesine, hem de üretim esnasında uygulanan kurutma sıcaklıklarına bağlıdır [72].

Çolak ve ark. (2013), İstanbul'daki çeşitli marketlerden temin ettikleri toplam 88 adet bebek mamasını (33 adet bebek formülü, 29 adet devam formülü, 26 adet bebek ve küçük çocuk ek gıdası) HPLC aracılığıyla BaP mevcudiyeti açısından analiz etmişlerdir. Bebek maması örneklerinin 51'inde BaP tespit edilemezken, 37 adet örnekte 0,05-0,81 µg/kg arasında değişen seviyelerde saptanmıştır. Örneklerde tespit edilen ortalama BaP miktarları bebek formüllerinde 0,14 µg/kg, devam formüllerinde 0,24 µg/kg ve bebek ve küçük çocuk ek gıdalarında ise 0,39 µg/kg olarak saptanmıştır. Elde edilen sonuçlara göre, analiz edilen örneklerdeki BaP seviyelerinin Türk Gıda Kodeksi'nde bildirilen limit değer (1,0 µg/kg) altında olduğu görülmüştür [72].

### 2.2.8 Balda PAH

Bala PAH ya doğrudan naftalinin (önemli bir PAH grubu) kullanılmasıyla ya da dolaylı olarak orman yangınlarından, sanayiye yakın yerlerdeki kovanlardan bulaşır. Naftalin çözündüğünde suya karışır ve zayıf halde toprağa bağlanır. Toprakta da yer altı sularına geçerek gıdalara bulaşır [73].

## 3 PAH' ların Tespit Yöntemleri

PAH'ların belirlenmesi, örneklemeden sonra toplanan matrikslerden ekstraksiyon, ekstrakte edilen örneğin temizlenmesi ve enstrümantal analiz gibi çok basamaklı bir prosedür gerektirir.

PAH'ların çevresel örneklerden ekstraksiyonunda genel olarak 4 tip ekstraksiyon metodu mevcuttur. Bunlar; sokslet ekstraksiyon, ultrasonik ekstraksiyon, hızlandırılmış solvent ekstraksiyonu (ASE) ve süperkritik akışkan ekstraksiyonudur [74].

Moret ve ark. (1997), zeytinyağında yukarıda anlatılan 3 ekstraksiyon işlemini karşılaştırmıştır. Ekstraksiyondan sonra, örnek saflaştırma basamağın-

da katı faz ekstraksiyonu (SPE) uygulanmış, analiz ise HPLC-FLD ile yapılmıştır. Üç ekstraksiyon yöntemi de farklı sonuçlar vermiştir. Buna göre sabunlaştırma yönteminde daha fazla skualen kalıntısı kalmış ve ilave bir saflaştırma basamağına ihtiyaç duyulmuştur. Zeytinyağında sabunlaşmayan kısmın yaklaşık %50'sini oluşturan skualen kartuştan PAH'larla birlikte elue olmuştur. Sıvı-sıvı dağılma yönteminde ise örnekte eser miktarda skualen kalmıştır. Hem saflaştırma hem analiz süresi açısından en iyi yöntemin sıvı-sıvı dağılma basamağını izleyen SPE temizleme ile sağlandığı görülmüştür [74].

PAH'lar, atmosferde düşük konsantrasyonlarda bulduklarından dolayı, belirleme çalışmaları hassas yöntemlerle yapılmalıdır. PAH'ların ekstraksiyon aşamasından sonra belirlenmesi GC, HPLC, Kapiler elektroforez (CE) ve kapiler elektrokromatografi (CEC) gibi spesifik yöntemler kullanılarak yapılır. Son iki teknik kullanım alanı çok sınırlı olan ve henüz geliştirilmemiş tekniklerdir [74].

Özellikle BaP, kimyasal yapısı gereği HPLC analizlerinde UV dedektörün yanısıra FL dedektör ile de tayin edilebilmektedir. PAH'ların gaz kromatografi ile tayininde dedektör olarak alev iyonlaşma dedektörü (GC-FID) ya da kütle spektrometresi (GC-MS) kullanılır. HPLC ile tayinlerde ise genelde UV-görünür bölge spektrometresi (HPLC-UV), Floresans spektrometresi (HPLC-FL), fotodiyotarray (PDA) ve kütle spektrometresi (HPLC-MS) dedektör olarak kullanılmaktadır. Ayrıca PAH'ların HPLC ile tayinlerinde genelde sabit fazın apolar, hareketli fazın polar olduğu ters faz kromatografi (RP-HPLC) tekniği de kullanılmaktadır. Ancak PAH'ların HPLC ile tayinlerinde sabit fazın polar, hareketli fazın apolar olduğu normal faz kromatografi (NP-HPLC) tekniği ile de yapılabileceği görülmüştür [74].

## 4 Sonuç

PAH'lar, organik maddelerin iyi yanmaması sonucu oluşan son derece tehlikeli kirleticilerdir. Bu bileşikler çevresel kirlenme ve gıda işlenmesi sırasında uygulanan ısıl işlemler ve teknolojik uygulamalara göre gıdalarda oluşurlar. PAH'ların en yaygın bulunduğu gıdalar tütsülenmiş ve ızgaralanmış etler, deniz ürünleri, sebzeler, tütsülenmiş hububatlar, bitkisel yağlar, süt ve süt ürünleridir. Bu gıdalardaki miktarları, endüstri ve trafiğe bağlı olarak şekillenen kirlilik sonucu artmaktadır.

Bu grup kanserojenlerin şekillenmesini ve maruz kalmayı önemli ölçüde azaltmak için gıdalar alev

kaynağından daha uzağa yerleştirilmeli ve bu şekilde yağların aleve damlaması engellenmelidir. Tütsülenmiş gıdalarda geleneksel (doğrudan) yöntemlerin yerine dolaylı tütsüleme yöntemlerinin kullanılması, dumanın ürün içerisine işlemesini önlemek için duman ile ürün arasına ayırıcı bir filtre konulması, odunun yanma sıcaklığının 300-400°C'ye düşürülmesi, gıdaların pişirilmesi esnasında mümkün olduğu kadar az yağ kullanılması pratikte tavsiye edilebilecek uygulamalardır.

## 5 Referanslar

- [1] Battaloğlu R. Niğde İlinden Toplanan Pekmez Toprağı Örneklerinde Pestisit Kalıntıları ve Polisiklik Aromatik Hidrokarbon (PAH) Aranması, 1.Tıbbi Jeoloji Çalıştayı, 2009.
- [2] Jarvis, I. W. H.; Dreij, K.; Mattsson, A.; Jernström, B.; Stenius, U. Interactions between polycyclic aromatic hydrocarbons in complex mixtures and implications for cancer risk assessment, *Toxicolog.* 2014; 321 27–39.
- [3] Loh, S. H.; Sanagi, M. M.; Ibrahim, W. A. W.; Hasan, M. N. Solvent-impregnated agarose gel liquid phase microextraction of polycyclic aromatic hydrocarbons in water, *Journal of Chromatography A.* 2013; 1302, 14– 19.
- [4] Koltsakidou, A.; Zacharis, C. K.; Fytianos, K. A validated liquid chromatographic method for the determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in honey after homogeneous liquid–liquid extraction using hydrophilic acetonitrile and sodium chloride as mass separating agent, *Journal of Chromatography A.* 2015; 1377, 46–54.
- [5] Yin, F.; John, G. F.; Hayworth, J. S.; Clement, T. P.; Long-term monitoring data to describe the fate of polycyclic aromatic hydrocarbons in Deepwater Horizon oil submerged off Alabama's beaches, *Science of the Total Environment.* 2015; 508, 46–56.
- [6] Delgado, C. G.; D'Annibale, A.; Pesciaroli, L.; Yunta, F.; Crognale, S.; Petruccioli, M.; Eymar, E. Implications of polluted soil biostimulation and bioaugmentation with spent mushroom substrate (*Agaricus bisporus*) on the microbial community and polycyclic aromatic hydrocarbons biodegradation, *Science of the Total Environment.* 2015; 508, 20–28.
- [7] Kim, K. H.; Jahan, S. A.; Kabir, E.; Brown, R. J. C. A review of airborne polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) and their human health effects, *Environment International.* 2013; 60, 71–80.
- [8] Alghamdi, M. A.; Alam, M. S.; Yin, J.; Stark, C.; Jang, E.; Harrison, R. M.; Shamy, M.; Khoder, M. I.; Shabbaj, I. I. Receptor modelling study of polycyclic aromatic hydrocarbons in Jeddah, Saudi Arabia, *Science of the Total Environment.* 2015; 506–507, 401–408.
- [9] Zhao, Y.; Cao, L.; Zhou, Q.; Que, Q.; Hong, B. Effects of oil pipeline explosion on ambient particulate matter and their associated polycyclic aromatic hydrocarbons, *Environmental Pollution.* 2015; 196, 440–449.
- [10] Zetterberg, L. A.; Darnerud, P. O.; Wretling, S. Low intake of polycyclic aromatic hydrocarbons in Sweden: Results based on market basket data and a barbecue study, *Food and Chemical Toxicology.* 2014; 74,107–111.
- [11] Wu, S. P.; Tao, S.; Liu, W. X. Particle size distributions of polycyclic aromatic hydrocarbons in rural and urban atmosphere of Tianjin, China, *Chemosphere.* 2006; 62, 357–367.
- [12] Li, J.; Zhang, G.; Li, X. D.; Qi, S. H.; Liu, G. Q.; Peng, X. Z. Source seasonality of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in a subtropical city, Guangzhou, South China, *Science of the Total Environment.* 2006; 355, 145– 155.
- [13] Sezer, R. E.; Pıçak, Y. K. Tütün mücadelesi için yeni bir tehdit: aromatik nargile, *Cumhuriyet Medical Journal.* 2013, 33: 133-143.
- [14] Alver, E.; Demirci, A.; Özcimder, M. Polisiklik Aromatik Hidrokarbonlar ve Sağlığa Etkileri, Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi. 2012; 3 (1): 45-52.
- [15] Keskin, F. İ.; Kaya, S. Et ve Ürünlerinin Pişirilmesi Sırasında Oluşan Zararlı Maddeler: Polisiklik Aromatik Hidrokarbonlar, 2014.
- [16] Pongpiachan, S. A preliminary study of using polycyclic aromatic hydrocarbons as chemical tracers for traceability in soybean products, *Food Control.* 2015; 47, 392-400.
- [17] Palamutoğlu, R.; Sarıçoban, C.; Kasnak, C. Polisiklik Aromatik Hidrokarbonlar (PAH) ve Et Ürünlerinde Oluşumu, *Gıda Teknolojileri Elektronik Dergisi.* 2014; 9 (3) 47-57.
- [18] Hu, X.; Kang, F.; Gao, Y.; Zhou, Q. Bacterial diversity losses: A potential extracellular driving mechanism involving the molecular ecological function of hydrophobic polycyclic aromatic hydrocarbons, *Biotechnology Reports.* 2015; 5 27–30.
- [19] Fard, V. K.; Ghanemi, K.; Nikpour, Y.; Mehrjardi, M. F. Application of sulfur microparticles for solid-phase extraction of polycyclic aromatic hydrocarbons from sea water and wastewater samples, *Analytica Chimica Acta.* 2012; 714 89– 97.

- [20] Wang, M.; Cui, S.; Yang, X.; Bi, W. Synthesis of  $g\text{-C}_3\text{N}_4/\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanocomposites and application as a new sorbent for solid phase extraction of polycyclic aromatic hydrocarbons in water samples, *Talanta*. 2015; 132, 922–928.
- [21] Zhao, Z.; Zhang, L.; Cai, Y.; Chen, Y. Distribution of polycyclic aromatic hydrocarbon (PAH) residues in several tissues of edible fishes from the largest freshwater lake in China, Poyang Lake, and associated human health risk assessment, *Ecotoxicology and Environmental Safety*. 2014; 104, 323–331.
- [22] Kim, S. J.; Lee, H.; Kwon, J. H. Measurement of partition coefficients for selected polycyclic aromatic hydrocarbons between isolated plant cuticles and water, *Science of the Total Environment*. 2014; 494–495, 113–118.
- [23] Bruna, F.; Celis, R.; Real, M.; Cornejo, J. Organo/LDH nanocomposite as an adsorbent of polycyclic aromatic hydrocarbons in water and soil–water systems, *Journal of Hazardous Materials*. 2012; 225–226, 74–80.
- [24] Sanches, S.; Leitao, C.; Penetra, A.; Cardoso, V. V.; Ferreira, E.; Benoliel, M. J.; Crespo Baretto, M. T.; Pereira, V. J. Direct photolysis of polycyclic aromatic hydrocarbons in drinking water sources, *Journal of Hazardous Materials*. 2011; 192, 1458–146.
- [25] Moazzen, M.; Ahmadvani, R.; Gorji, M. E.; Yunesian, M.; Rastkari, N. Magnetic solid-phase extraction based on magnetic multi-walled carbon nanotubes for the determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in grilled meat samples, *Talanta*. 2013; 115, 957–965.
- [26] Zhang, G.; Zang, X.; Li, Z.; Wang, C.; Wang, Z. Polydimethylsiloxane / metal-organic frameworks coated fiber for solid-phase microextraction of polycyclic aromatic hydrocarbons in river and lake water samples, *Talanta*. 2014; 129, 600–605.
- [27] Jedrychowski, W. A.; Perera, F. P.; Majewska, R.; Mrozek-Budzyn, D.; Mroz, E.; Roen, E. L.; Sowa, A.; Jacek, R. Depressed height gain of children associated with intrauterine exposure to polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) and heavy metals: The cohort prospective study, *Environmental Research*. 2015; 136, 141–147.
- [28] Rachhwal, M.; Magiera, T.; Wawer, M. Coke industry and steel metallurgy as the source of soil contamination by technogenic magnetic particles, heavy metals and polycyclic aromatic hydrocarbons, *Chemosphere*. DOI: 10.1016/j.chemosphere.2014.11.077.
- [29] Han, Y. M.; Bandowe, B. A. M.; Wei, C.; Cao, J. J.; Wilcke, W.; Wang, G. H.; Ni, H. Y.; Jin, Z. D.; An, Z. S.; Yan, B. Z. Stronger association of polycyclic aromatic hydrocarbons with soot than with char in soils and sediments, *Chemosphere*. 2015; 119, 1335–1345.
- [30] Laumann, S.; Micic, V.; Krüge, M. A.; Achten, C.; Sachsenhofer, R. F.; Schwarzbauer, J.; Hofmann, T. Variations in concentrations and compositions of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in coals related to the coal rank and origin, *Environmental Pollution*. 2011; 159, 2690–2697.
- [31] Niepceron, M.; Martin-Laurent, F.; Crampon, M.; Portet Koltalo, F.; Akpa Vincelas, M.; Legras, M.; Bru, D.; Brueau Bodilis, J. GammaProteobacteria as a potential bioindicator of a multiple contamination by polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in agricultural soils, *Environmental Pollution*. 2013; 180, 199–205.
- [32] Hessel, S.; Lampen, A.; Seidel, A. Polycyclic aromatic hydrocarbons in food – Efflux of the conjugated biomarker 1-hydroxypyrene is mediated by Breast Cancer Resistance Protein (ABCG2) in human intestinal Caco-2 cells, *Food and Chemical Toxicology*. 2013; 62, 797–804.
- [33] Gan, S.; Yap, C. L.; Ng, H. K.; Venny. Investigation of the impacts of ethyl lactate based Fenton treatment on soil quality for polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs)-contaminated soils, *Journal of Hazardous Materials*. 2013; 262, 691–700.
- [34] Pimental, I. Y.; Gonzalez, R. F.; Carballo, E. M.; Gándara, J. S. Optimization of purification processes to remove polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in polluted raw fish oils, *Science of the Total Environment*. 2014; 470–471, 917–924.
- [35] Aranda, A.; Murillo, R.; García, T.; Mastral, A. M. Simulation and optimization of tyre-based steam activated carbons production for gas-phase polycyclic aromatic hydrocarbons abatement, *Chemical Engineering Journal*. 2012; 187, 123–132.
- [36] Chauhan, A.; Bhatia, T.; Singh, A.; Saxena, P. N.; Kesavchandran, C.; Mudiam, M. K. R. Application of nano-sized multi-template imprinted polymer for simultaneous extraction of polycyclic aromatic hydrocarbon metabolites in urine samples followed by ultra-high performance liquid chromatographic analysis, *Journal of Chromatography B*. 2015; 985, 110–118.
- [37] Yuan, T. H.; Shie, R. H.; Chin, Y. Y.; Chan, C. C. Assessment of the levels of urinary 1-hydroxypyrene and air polycyclic aromatic hydrocarbon in PM 2.5 for adult exposure to the petrochemical complex emis-

sions, *Environmental Research*. 2015; 136, 219–226.

[38] Hu, C.; He, M.; Chen, B.; Zhong, C.; Hu, B. Sorptive extraction using polydimethylsiloxane/metal-organic framework coated stir bars coupled with high performance liquid chromatography-fluorescence detection for the determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in environmental water samples, *Journal of Chromatography A*. 2014; 1356, 45–53.

[39] Köseleler, M. D. Büyükçekmece Gölü'nde Polisiklik Aromatik Hidrokarbon (PAH) Konsantrasyonunun Belirlenmesi, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2008.

[40] Terzi, G.; Çelik, T. H. Polisiklik Aromatik Hidrokarbonların Bazı Gıdalarda Bulunuşu ve İnsan Sağlığı Üzerine Etkileri, *Gıda*, 2006; 31 (6), 295-301.

[41] Xu, P.; Ma, W.; Han, H.; Jia, S.; Hou B. Quantitative structure–biodegradability relationships for biokinetic parameter of polycyclic aromatic hydrocarbons, *Journal of Environmental Sciences*. 2015, DOI: doi:10.1016/j.jes.2014.07.030.

[42] Carrizo, D.; Domeño, C.; Nerín, I.; Alfaro, P.; Nerín, C. Atmospheric pressure solid analysis probe coupled to quadrupole-time of flight mass spectrometry as a tool for screening and semi-quantitative approach of polycyclic aromatic hydrocarbons, nitro-polycyclic aromatic hydrocarbons and oxo-polycyclic aromatic hydrocarbons in complex matrices, *Talanta*. 2015; 131, 175–184.

[43] Pham, C. T.; Kameda, T.; Toriba, A.; Hayakawa, K. Polycyclic aromatic hydrocarbons and nitropolycyclic aromatic hydrocarbons in particulates emitted by motorcycles, *Environmental Pollution*. 2013; 183, 175-183.

[44] Lin, Y.; Qui, X.; Ma, Y.; Ma, J.; Zheng, M.; Shao, M. Concentrations and spatial distribution of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) and nitrated PAHs (NPAHs) in the atmosphere of North China, and the transformation from PAHs to NPAHs, *Environmental Pollution*. 2015; 196, 164-170.

[45] Sun, J. L.; Jing, X.; Chang, W. J.; Chen, Z. X.; Zeng H. Cumulative health risk assessment of halogenated and parent polycyclic aromatic hydrocarbons associated with particulate matters in urban air, *Ecotoxicology and Environmental Safety*. 2015; 113, 31–37.

[46] Rubailo, A.I.; Oberenko, A.V. Polycyclic Aromatic Hydrocarbons as Priority Pollutants. *Journal of Siberian Federal University Chemistry*. 2008; 4, 344-354.

[47] Yurttagül, M.; Ayaz, A. Besinlerdeki Toksik Öğeler 2, Sağlık Bakanlığı Yayın No: 727 Ankara, 2008.

[48] Ceylan, Z.; Şengör Ünal, G. F. Tütsülenmiş Su Ürünleri Ve Polisiklik Aromatik Hidrokarbonlar

(PAH's), *Gıda ve Yem Bilimi - Teknolojisi Dergisi*. 2015; 15: 27-33.

[49] Tfouni, S. A. V.; Padovani, G. R.; Reis, R. M.; Furlani, R. P. Z.; Camargo, M. C. R. Incidence of polycyclic aromatic hydrocarbons in vegetable oil blends, *Food Control*. 2014; 46 , 539-543.

[50] SCF, Scientific Committee on Food. (2002). Opinion of the Scientific Committee on Food on the risks to human health of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in Food. 4 December 2002. Brussels: European Commission (EC).

[51] EFSA, European Food Safety Authority. Polycyclic aromatic hydrocarbons in food: Scientific opinion of the Panel on Contaminants in the Food Chain. *The EFSA Journal*. 2008; 724, 15-114.

[52] European Commission Regulation (EC) No 835/2011 of 19 August 2011 amending Regulation (EC) No 1881/2006 as regards maximum levels for polycyclic aromatic hydrocarbons in foodstuffs. *Official Journal of the European Union*. 2001; L215, 4-8.

[53] Türk Gıda Kodeksi Gıda maddeleri Bulaşanlar Tebliği (TGK, 2011-28157).

[54] Lijinsky, W.; Ross, A.E. Production of carcinogenic polynuclear hydrocarbons in cooking of food, *Food and Cosmetics Toxicology*. 1967; 5, 343:347.

[55] Saint-Aubert, B.; Cooper, J.F.; Astre, C.; Spiliotis, J.; Joyeux, H. Evaluation of the induction of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) by cooking on two geometrically different types of barbecue, *J. Food Compos. Anal.* 1992; 5:257-263.

[56] Simko, P. Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in smoked meat products and smoke flavouring food additives. *Journal of Chromatography B: Analytical Technologies in the Biomedical and Life Sciences*. 2002; 770(1-2): 3-18.

[57] Hitzel, A.; Pöhlmann, M.; Schwägele, F.; Speer, K.; Jira, W. Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) and phenolic substances in meat products smoked with different types of wood and smoking spices, *Food Chemistry*. 2013; 139, 955–962.

[58] Olatunji, O. S.; Fatoki, O. S.; Opeolu, B. O.; Ximba, B. J. Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons [PAHs] in processed meat products using gas chromatography – Flame ionization detector, *Food Chemistry*. 2014; 156, 296–300.

[59] Farhadian, A.; Jinap, S.; Abas, F.; Sakar, Z.I. Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in grilled meat, *Food Control*. 2010; 21; 606-610.

[60] Saito, E.; Tanaka, N.; Miyazaki, A.; Tsuzaki, M. Concentration and particle size distribution of polycy-

clic aromatic hydrocarbons formed by thermal cooking, *Food Chemistry*. 2014; 153, 285–291.

[61] Baloğlu, Z.; Bayrak, A. Polisiklik Aromatik Hidrokarbonlardan Benzo(A)Pirenin Sızma, Riviera Ve Prina Zeytinyağlarında Belirlenmesi, *Gıda Dergisi*. 2006; 31 (5), 239-251.

[62] Moret, S.; Conte, L. S. Polycyclic aromatic hydrocarbons in edible fats and oils: occurrence and analytical methods, *Journal of Chromatography A*. 2000; 882 (1-2), 245–253.

[63] Şekeroğlu, G.; Fadiloğlu, S.; Göğüş, F. Bitkisel Yağlarda Benzo(a)piren Miktarının Yüksek Basıncılı Sıvı Kromatografisi ile Belirlenmesi, *Türkiye 9. Gıda Kongresi, Bolu*, 2006.

[64] Ciecierska, M.; Obiedzinski, M. W. Polycyclic aromatic hydrocarbons in vegetable oils from unconventional sources, *Food Control*. 2013; 30, 556-562.

[65] Larsson, B. K.; Eriksson, A. T.; Cervenka, M. Polycyclic aromatic hydrocarbons in crude and deodorized vegetable oils, *J. Am. Oil. Chem. Soc.* 1987; 64, 365–370.

[66] Drabova, L.; Tomaniova, M.; Kalachova, K.; Kocourek, V.; Hajslova, J.; Pulkrabova, J. Application of solid phase extraction and two-dimensional gas chromatography coupled with time-of-flight mass spectrometry for fast analysis of polycyclic aromatic hydrocarbons in vegetable oils, *Food Control*. 2013; 33, 489-497.

[67] Acuna, R. R; Camino, P. M. C.; Cert, A.; Moreda, W. Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in Spanish Olive Oils: Relationship between Benzo(a)pyrene and Total Polycyclic Aromatic Hydrocarbon Content, *J. Agric. Food Chem.* 2008; 56, 10428–10432.

[68] Gul, O.; Dervisoglu, M.; Mortas, M.; Aydemir, O.; İlhan, E.; Akşehir, K. Evaluation of polycyclic aromatic hydrocarbons in Circassian cheese by high-performance liquid chromatography with fluorescence detection, *Journal of Food Composition and Analysis*. 2015; 37, 82–86.

[69] Londonoi, V. A. G.; Reynoso, C. M.; Resnik, S. L. Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) survey on tea (*Camellia sinensis*) commercialized in Argentina, *Food Control*. 2015; 50 31-37.

[70] Falcon, G. M. S.; Garnde, C. B.; Gandara, S. J. Minimal clean-up and rapid determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in instant coffee, *Food Chemistry*. 2004; 90(4): 643-7.

[71] Şengör, G.; Başak, S.; Telli Karakoç, F. Türkiye'deki Üç Farklı Füme Balıkta Potansiyel Karsinojenik Polisiklik Aromatik Hidrokarbonların (PAH) Hplc

Yöntemi İle Belirlenmesi, *Türk Sucul Yaşam Dergisi*. 2007; 5-8.

[72] Çolak, H.; Hampikyan, H.; Bingöl, E. B.; Çetin, Ö.; Akhan, M. Perakende Olarak Satışa Sunulan Bebek Mamalarında Benzo(a)piren Varlığı, *Istanbul Üniv. Vet. Fak. Derg.* 2013; 39 (2), 218-224.

[73] Toptancı, I. Çiçek ve Salgi Ballarında Polisiklik Aromatik Hidrokarbon (PAH), Pestisit Ve Antibiyotik Kalıntılarının GC/MC ve LC/MS/MS ile Belirlenmesi, *Doktora Tezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara*, 2013.

[74] Moret, S.; Piani, B.; Bortolomeazzi, R.; Conte, L. S. HPLC determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in olive oils. *Z. Lebensm Unters Forsch A*. 1997; 205, 116-120.





# Gıda Üretimi ve Depolanması Sırasında Probiyotiklerin Canlılıklarını Etkileyen Faktörler

Ecem AKAN\*<sup>1</sup> Özer KINIK<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Ege Üniversitesi Ziraat Fakültesi Süt Teknolojisi Bölümü, Tel: +90 232 3112677, ecem.akan@ege.edu.tr

<sup>2</sup>Ege Üniversitesi Ziraat Fakültesi Süt Teknolojisi Bölümü, Tel: +90 232 3111421, ozer.kinik@ege.edu.tr

\*İletişimden sorumlu yazar / Corresponding author

Geliş / Recieved: 27 Ekim (October) 2015

Kabul / Accepted: 13 Aralık (December) 2015

DOI: <http://dx.doi.org/10.18466/cbujos.83380>

## Özet

Probiyotik gıdaların vücudun dengesinin ve intestinal floranın doğal yapısının sürdürülmesi, patojenlerin gelişimine karşı direnç gösterme gibi sağlığa pek çok yararı bulunmaktadır. Probiyotik bakterilerin kullanıldığı fonksiyonel gıdalara karşı eğilim tüketicilerin bu gıdaların sağlığa olumlu etkilerinin fark etmeleri sebebiyle giderek artmaktadır. Probiyotiklerin bağırsak mikroflorasını patojenlere karşı koruma, bağışıklık sistemini güçlendirme, serum kolesterol seviyesini ve kan basıncını düşürme, antikarsinogenik etki gösterme, besin maddelerinden faydalanımın ve gıdaların besin değerinin artması gibi çok sayıda sağlığa faydası vardır. Günümüzde probiyotik bakteriler kullanılarak pek çok ürün üretimi gerçekleştirilmektedir. Probiyotiklerin sağlık üzerine olumlu etki gösterebilmesi için ürün tüketimi sırasında yeterli miktarda probiyotik bakterinin gıda ile birlikte vücuda alınması gerekmektedir. Ancak bazen probiyotik bakterilerin kullanıldığı gıdaların tüketimi sırasında vücuda yeterli dozda probiyotik alınmayabilmektedir. Çünkü ürün üretimi ve depolanması sırasında çeşitli faktörler probiyotik bakterilerin hayatta kalmalarını etkilemektedir. Gıdalarda probiyotik varlığı bazen ürün kalitesini ve duyuşal özelliklerini olumsuz yönde etkileyebilmektedir. Son yıllarda ürün üretiminden son tüketiciye ulaşana kadar probiyotiklerin canlılıklarının sürdürülmesi için farklı gıdalarda çeşitli uygulamalar yapılmaktadır. Bu uygulamalardan en önemlisi çeşitli koruyucular ilavesiyle üretim ve depolama koşullarının değişimi yoluyla enkapsülasyon tekniği yardımıyla mikroorganizmaların korunmasıdır. Bu makalede probiyotiklerin sağlığa yararlı etkileri, gıdaların üretimi ve depolanmaları sırasında gıdalarda yaşayabilirliklerini etkileyen faktörler, üretim ve depolama sırasında canlılıklarını sürdürmelerine yardımcı olabilecek teknolojik uygulamalar incelenecektir.

**Anahtar kelimeler:** Depolama, fonksiyonel gıda, probiyotik, teknolojik uygulama, üretim

## Factors Effecting Probiotic Viability During Processing and Storage of Food

### Abstract

Probiotic foods have several health benefits as they help maintain the human body balance and intestinal flora composition, and resist to pathogenic bacteria growth. The demand of probiotic functional foods is growing rapidly due to increased awareness of consumers about the impact of food on health. Probiotics provide a number of health benefits mainly through maintenance of normal intestinal microflora, protection against gastrointestinal pathogens, enhancement of the immune system, reduction of serum cholesterol level and blood pressure, anti-carcinogenic activity improved utilization of nutrients and improved nutritional value of food. During consumption of food, probiotics can't be taken to body sufficiently. Because in food production and storage, several factors can effect viability of probiotic microorganism. The presence of probiotics in food products may also adversely affect their quality and sensory properties. Several attempts have been made during the last few years to improve the viability of probiotics in different food products during their production until the time of consumption. The most important implementation is a microencapsulation technique and it enables to protect microorganism via several added

preservatives. In this article, it will be examined that the effects of probiotics on human health, factors responsible for survival of probiotic microorganisms, and recent technological advances in maintaining their viability during processing and storage.

**Keywords:** functional food, probiotic, processing, storage, technologic practice

## 1 Giriş

Probiyotikler yeterli miktarlarda vücuda alındıklarında konakçının sağlığına yarar sağlayan canlı mikroorganizmalar olarak tanımlanmaktadır [1]. Son yüzyılda farklı probiyotik bakteriler bazı hastalıkların engellenmesi ve tedavisinde probiyotik olarak kullanılmaktadır [2]. Probiyotik mikroorganizmalar kurutulmuş ya da dondurulmuş kültür konsantratları şeklinde probiyotik gıdalar (fermente ya da fermente olmamış) ile beraber veya diyet takviyeleri (toz, kapsül ve ya tablet şeklinde) olarak vücuda alınabilmektedirler.

Günümüzde en yaygın uygulama probiyotiklerin gıdalar yoluyla vücuda alınmasıdır. Pek çok probiyotik gıda fonksiyonel gıda olarak sınıflandırılmaktadır ve fonksiyonel gıdaların önemli bir kısmını oluşturmaktadır. Tüketici farkındalığının artmasıyla birlikte probiyotik fonksiyonel gıdalara ilgi de giderek artmaktadır. Küresel piyasada 2000 yılında fonksiyonel gıda ve içeceklere 33 milyar dolar harcanırken 2013 yılında bu rakam 176.7 milyar dolara ulaşmıştır. Bu rakamda gıda marketlerine harcanan miktarın %5'ine denk gelmektedir [3,4]. Fonksiyonel gıda marketlerinin %60-70'ini probiyotik gıdalar oluşturmaktadır [5,6].

Son yıllarda probiyotik bakteri içeren süt ürünlerinde (fermente sütler, dondurma, peynir çeşitleri, dondurulmuş sütlü tatlılar, peynir altı suyu içeren içecekler vb.) önemli başarılar elde edilmiştir [7]. Bununla birlikte laktoz intoleransına karşı probiyotik bakteri içeren farklı gıdalarda geliştirilmektedir. Bunlara örnek olarak vejeteryanlara yönelik ürünler, tahıl içeren gıdalar, meyve suları, soya bazlı ürünler, kahvaltılık gevrekler ve bebeklere yönelik gıdalar verilebilir [8, 9, 10, 11, 12, 13]. Probiyotik gıdalar tüketim anında yeterli miktarda probiyotik mikroorganizma içermelidir. Bu yüzden seçilen probiyotik suşların üretim ve depolama sırasında üründe canlı kalması oldukça önemlidir. Bu makalenin amacı probiyotik gıdalar ve bu probiyotik mikroorganizmaların canlılığını etkileyen faktörleri ve üretim, paketlenme ve depolama sırasında canlılıklarını sürdürebilmeleri için kullanılan son teknolojik yaklaşımları incelemektir.

## 2 Gıdalarda Probiyotik

## Mikroorganizmalar

### 2.1 Probiyotiklerin Sağlığa Faydalı Etkileri

Probiyotiklerin bağırsak mikroflorasını patojenlere karşı koruma, [14,15] bağışıklık sistemini güçlendirme [8] serum kolesterol seviyesini ve kan basıncını düşürme [16] antikarsinojenik etki gösterme [16] besin maddelerinden faydalanımın ve gıdaların besin değerinin artması [16] gibi çok sayıda sağlığa faydası vardır. Probiyotiklerin bebek ishalleri, idrar yolları iltihapı, osteoporoz, gıda alerjileri ve atopik hastalıklar, kabızlığın giderilmesi, hiperkolesterolemisi, kolon ve mesane kanserlerine karşı korumada terapatik uygulamaları mevcuttur [15, 17, 18].

Gastrointestinal ve idrar yolları rahatsızlıkları, solunum hastalıklarının engellenmesi ve tedavisinde probiyotiklerin klinik uygulamalarını destekleyen kanıtlar bulunmaktadır [19]. *Lactobacillus* sp. suşları içeren fermente içilebilir yoğurdun kan serum kolesterol seviyelerini önemli derecede düşürdüğü saptanmıştır [20]. *Lactobacillus acidophilus* ilaveli çocuk mamalarının tüketimi ile serum kolesterol seviyelerinin düştüğü gözlenmiştir [8].

Bazı araştırmacılar fermente fonksiyonel gıdaların sağlığa olumlu etkilerinin hem probiyotiklerin etkisinden hem de biyojenik etkiden kaynaklandığını savunmaktadır [20].

### 2.2 Probiyotik Gıdalarda Ticari Olarak Kullanılan Mikroorganizmalar ve Probiyotik Seçimi

Pek çok türde mikroorganizma potansiyel probiyotik [21, 22] olarak düşünülmesine rağmen *Lactobacillus* ve *Bifidobacterium* türleri probiyotik gıdalarda ticari olarak kullanılmaktadır. Bu iki bakteri suşlarının tercihinin birincil nedeni yıllardır ürünlerde güvenle kullanımları ve GRAS (genel olarak güvenilir kabul edilen) listesine dahil olmalarıdır. *Lactobacillus* ve *Bifidobacterium* türleri insan bağırsağında baskındırlar. Bununla birlikte *Lactococcus*, *Enterococcus*, *Propionibacteri*, ve *Sacchomyces* türü mayalar ve ipliksi fungusler (*Aspergillus oryzae* gibi) sağlığa etkileri sebebiyle probiyotik olarak kullanılmaktadır [13, 23].

Probiyotik bir gıda geliştirirken en önemli konu yeterli oranda uygun probiyotik suşun seçimidir.

Üretim ve depolamada, bağırsaklardan geçişi sırasında probiyotiklerin canlılıklarının sürdürülmesi uygun probiyotik seçiminde birincil nedendir [24, 25]. Farklı faktörlerden etkilenme oranları olarak karşılaştırıldığında Lactobacilli'ler Bifidobakterilerden genel anlamda daha dayanıklıdır [26,27]. Geleneksel fermente gıdalarda doğal olarak bünyelerinde bulunurlar. Lactobacilli'ler düşük pH değerlerine daha dirençlidirler süt ve diğer gıda substratlarına daha fazla adaptasyon gösterirler. Probiyotik Lactobacillus türlerinin büyük kısmı Bifidobakterilerle kıyaslandığında teknolojik işlemlere daha uygundur [28].

Probiyotiklerin sağlığa istenen faydalı etkiyi sağlayabilmeleri için tüketim anında ihtiyaç duyulan minimum canlı mikroorganizmayı içermeleri gerekmektedir. Gıda endüstrisinde genelde ürünün tüketim anında içerdiği probiyotik miktarı  $10^7$  CFU/ml'dir [29]. FDA probiyotik gıdalarda probiyotik miktarının tüketim anında en az  $10^6$  CFU/ml olmasını tavsiye etmektedir. Sindirilen miktar ve probiyotik canlılığına depolamanın etkisi dikkate alındığında insan organizmasında probiyotik etkinin görülebilmesi için gerekli miktarın en az  $10^8$ - $10^9$  olması gerektiği belirtilmiştir [8]. Sindirim sistemi içerisine yaklaşık  $10^9$  canlı probiyotik geçmesi için günlük 100 gram probiyotik ürün tüketilmesi tavsiye edilmektedir [30].

### 3 Üretim ve Depolama Sırasında Probiyotiklerin Canlılıklarının Sürdürülmesi

Probiyotik gıdaların medikal etkinlikleri tüketim sırasında ürünün tüketim miktarı ile birlikte canlı aktif hücrelerin sayısına bağlıdır [31]. Üretim ve ürünün raf ömrü boyunca probiyotiklerin canlı kalmasını sağlamak oldukça önemlidir [32, 33].

Farklı gıdaların üretimleri sırasında probiyotiklerin tüketim anına kadar canlılıklarını sürdürmelerini sağlamak için pek çok çalışma yapılmıştır. Üretim, işleme ve depolama sırasında gıda ürünlerinde probiyotik mikroorganizmaların canlılığını etkileyen çok sayıda faktör belirlenmiştir. Tanımlanan bu faktörler gıda parametreleri (pH, titre edilebilir asitlik, moleküler oksijen, su aktivitesi, tuz, şeker, hidrojen peroksit benzeri kimyasal maddeler, bakteriyosinler, yapay lezzet vericiler ve renk maddeleri), gıda işleme parametreleri (ısı uygulaması, inkübasyon sıcaklığı, ürünün soğutma oranı, paketlenme materyalleri, depolama yöntemleri) ve mikrobiyal faktörler (probiyotik suşları,

inokülasyon miktarı ve oranı) olarak sınıflandırılmaktadır.

### 3.1 İşleme Sırasında Probiyotiklerin Canlılığını Etkileyen Faktörler

#### 3.1.1 Fermentasyon Koşulları

Fermentasyon sıcaklığı probiyotik mikroorganizmaların canlılığını ve bu ürünlerin diğer kalite kriterlerini etkileyen en önemli faktörlerden biridir. Çoğu probiyotik mikroorganizmanın en iyi gelişim sıcaklığı  $37$ - $43$  °C aralığındadır [28, 29, 30]. *L. acidophilus* gibi bazı türler  $45$  °C üzeri sıcaklıklarda da gelişebilmesine rağmen en uygun sıcaklık  $40$ - $42$  °C'dir. İşlem sırasında  $45$ - $50$  °C üzeri sıcaklıklar probiyotiklerin canlılığını olumsuz yönde etkilemektedir. Probiyotiklerin canlı kalmalarını sağlamak için yüksek sıcaklığa maruz kalma sürelerinin azaltılması gerekmektedir. Isıtma/pişirme/pastörizasyon işlemlerinde işlem sonrası gıdaya probiyotik eklenmesi önerilmektedir [28].

Fermentasyon sırasında oksijenle temas oksijene duyarlı bakterilerin canlılığının kaybedilmesinde önemli rol oynamaktadır [32]. Fermentasyon sırasında oksijen içeriğini azaltmak için çeşitli yöntemler kullanılmaktadır. Bunlardan en önemlilerinden bir tanesi vakum altında fermentasyonu gerçekleştirmektir [33].

Probiyotik bakterilerin ısı stresine karşı dirençleri, kullanımlarından önce orta derecede bir ısı uygulamasıyla arttırılabilmektedir. Ölümcül olmayan ısı şok uygulaması bakterilerin ikincil ısı stresini tolere edebilmelerine izin vermekte ve ısı adaptasyonu Lactobacillilerin ısıya karşı toleranslarını arttırmaktadır [8]. Isı stresinden önce canlı mikroorganizmaların ısı adaptasyonunun Lactobacilli ve Lactococillilerin ısı toleranslarını geliştirmede olumlu etkilerinin olduğunu açığa çıkarmaktadır.

#### 3.1.2 Dondurma

Probiyotik mikroorganizmalar dondurulmuş ürünlerde uzun bir süre canlılıklarını korumaya çalışmaktadırlar. Bununla birlikte probiyotiklerin hücre membranları dondurma işlemi sırasında hücre dışında veya içindeki ortamda oluşan buz kristallerinin mekanik stresinden dolayı zarar görmektedir ve bu nedenle canlılıklarını yitirebilmektedirler. Dondurma işlemi sırasında hücreler dehidre olmaktadır ve bu yüzden hücrelerin önemli metabolik aktiviteleri azalmakta ya da zarara uğramaktadır [34]. Dondurma hızı da hücrelerin canlılığını etkilemektedir. Dondurma işlemi yavaş gerçekleştiğinde bü-

yük buz kristalleri oluşmakta ve hücreler zarar görmekte, hızlı dondurma işleminde probiyotikler canlılıklarını sürdürebilmektedirler [35-37].

### 3.1.3 Kurutma

Probiyotik gıdalar bazen raf ömürlerinin uzatılması ve dondurularak saklamadan oluşan maliyeti azaltmak için uygun sıcaklıkta kurutulmaktadır. Kurutma işlemi probiyotiklerin depolanması, işlenmesi, taşınması ve fonksiyonel gıda uygulamalarında sonradan kullanımları açısından kolaylık sağlamaktadır. Kurutma probiyotik gıdalarda probiyotiklerin canlılığını kaybetmelerine neden olabileceğinden ciddi bir uygulamadır [38].

Sıcak havada kurutma, dondurarak kurutma, sprey kurutma ve vakum kurutma gıdaları kurutmada kullanılan yaygın yöntemlerdendir. Püskürterek kurutma sıvı ürünler için en yaygın kullanılan ve ekonomik olan bir yöntemdir. Bununla beraber püskürterek kurutma işlemi çok yüksek sıcaklık, mekanik işlemler, dehidrasyon ve osmotik basınç nedeniyle probiyotik hücrelerin ölümüne neden olmaktadır.

Dondurarak kurutmada probiyotikler canlılıklarını sürdürebilmektedir ancak bu yöntemde pahalı olduğundan kullanım olanakları sınırlıdır.

Son yıllarda akışkan yatakta kurutma ve radyan enerji vakum kurutma tekniği probiyotiklerin hava stabilitelemlerini geliştirmek amacıyla başarılı bir şekilde kullanılmaktadır [12, 39]. Akışkan yatakta kurutma işlemi uygulandığında *Lactobacillus casei* CRL 431 52 hafta boyunca 25 ° C'de depolandığında 2.5 log CFU/g gibi yüksek canlılığa sahip olduğu saptanmıştır [39].

#### 3.1.3.1 Gelişim Ortamı ve Probiyotiklerin Kurutma Sırasında Canlı Kalma Oranları

Kurutma sırasında probiyotiklerin canlı kalma oranı gelişme ortamının bileşimine ve karbonhidratların varlığına bağlıdır. Koruyucu etki aslında şekerin tipine bağlı olarakta değişmektedir. Carvalho ve arkadaşları [48] ortamda bulunan mannoz ile diğer fruktoz, laktoz ve glukoz gibi şekerleri karşılaştırdıklarında *L. bulgaricus*'un mannoz bulunan ortamda dondurarak kurutma sonrasında canlılığını daha iyi sürdürdüğünü saptamışlardır. Ayrıca aynı araştırmacılar standart gelişim ortamı olarak kullanılan glukozun fruktoz ve sorbitol ile karşılaştırıldığında en az etkiye sahip standart olduğunu belirtmişlerdir.

Panoff ve arkadaşları [49] yaptıkları bir çalışmada *L. delbrueckii* sub sp. *bulgaricus*'un ortamda laktoz, sakkaroz gibi şekerler var iken kurutma işlemine adapte olup etkilenmediklerini saptamışlardır. Benzer bir şekilde hücrelerin geliştiği ortamda sakkaroz var iken *L. sakei*'nin sprey kurutma işleminden pek etkilenmediğini gözlemişlerdir [40].

#### 3.1.3.2 Hücre Koruyucular İlavesi

Koruyucular kurutma öncesi kurutma ortamına ilave edilen probiyotik hücrelerin canlılığını sürdürmelerine yardımcı olan maddelerdir. Bu maddeler yağsız süt tozu, peynir altı suyu proteinleri, gliserol, betain, adonitol, laktoz, dextran ve polietilen gliserol gibi polimerlerdir [41]. Gliserol gibi uyumlu kriyokoruyucular (donma etkisinden koruyan) probiyotiklerin ortama iyi uyum sağlayabilmeleri için dondurarak kurutma öncesinde eklenirler bu şekilde iç ve dış çevredeki osmotik basınçtaki farklılıklar azaltılır [42].

#### 3.1.4 Mikroenkapsülasyon

Mikroenkapsülasyon probiyotik mikroorganizmaların çevresinde fiziksel bir bariyer oluşturarak olumsuz çevre koşullarına karşı mikroorganizmanın canlılığını korumasını sağlama tekniği olarak tanımlanabilmektedir [43]. Probiyotik hücreleri enkapsüle etmek için aljinat, bitkisel/mikrobiyal gumlar, kitozan, nişasta, K-karregenan, selüloz asetat fitilat, jelatin, yağ ve süt proteinleri kullanılmaktadır [44, 45]. Son yıllarda suda çözünmez protein kaynaklı hidrojeller probiyotik hücrelerin enkapsülasyonunda polisakkarit hidrojellerine alternatif olarak başarılı bir şekilde kullanılmaktadır [46, 47]. Gıdalarda veya gastrointestinal geçişlerde depolama ve işleme sırasında probiyotiklerin canlılıklarını sürdürebilmek için mikroenkapsülasyon tekniğinin kullanım potansiyeli yüksektir [50]. Probiyotik hücreleri üretim, işleme ve depolama sırasında olumsuz koşullardan korumak amacıyla mikroenkapsülasyon tekniği başarılı bir şekilde uygulanmaktadır. Bu olumsuz koşullara örnek olarak ta yüksek asitlik [50], safra tuzları[51], püskürterek kurutma sırasında olabilecek ısı şoku, dondurma sırasında soğuk şoku [22], anaerobik mikroorganizmaların oksijenle karşılaşması [52], bakteriyofajlar [60], kimyasal antimikrobiyal ajanlar [53] verilebilir. Ayrıca mikroenkapsülasyon duyuusal özelliklerin [54] stabilizasyon ve gelişimine yardımcı olmaktadır.

Ding ve Shah mikroenkapsüle edilmiş 8 probiyotik bakteri suşunu asitlik, safra tuzları ve ısı toleransı

açısından karşılaştırmıştır. Mikroenkapsüle edilmiş probiyotik bakteriler serbest hücreler (kontrol grubu) ile karşılaştırıldığında canlılıklarını daha uzun süre sürdürdükleri tespit edilmiştir. Kontrol grubunun canlılığında 6.51 log CFU/ml'lik düşüş gözlenirken mikroenkapsüle edilen suşlarda 3.36 log CFU/ml'lik düşüş saptanmıştır [55].

Soğukta depolanan fermente süt ürünlerinde mikroenkapsüle edilmemiş probiyotik hücrelerinin canlılıklarında mikroenkapsülasyon tekniği uygulananlara göre 2 logdan daha fazla bir düşüş tespit edilmiştir [11]. pH değeri 4.2'den daha düşük olan fermente süt içeceklerinde *L. acidophilus* LA-5 serbest hücrelerinin sayıları 1 hafta depolamadan sonra  $10^6$  CFU/ml'nin altına düşmüştür. Benzer durum Bifidobakterilerde 2 hafta sonra depolama sonrasında görülmüştür. Enkapsüle edilmiş hücrelerde ise *L. acidophilus* ve Bifidobakterilerin canlılıklarının 42 gün depolama sonrasında dahi  $10^6$  CFU/ml'nin üzerinde olduğu saptanmıştır [11].

Ying ve arkadaşları [45] ticari *Lactobacillus rhamnosus* GG 'yi peynir altı suyu proteini ve nişasta ile emülsiyon bazlı formülasyona stabilize etmişlerdir ve püskürterek kurutma ya da dondurarak kurutma sonrasında bakterilerin canlılıkların kaybında fark saptamamışlardır.

İnülin ve oligofruktozlar da kapsülasyon tekniklerinde kullanılmaya çalışılmaktadır. Oligofruktozdan üretilen mikrokapsüller daha higroskopik iken inülin bazlı mikrokapsüllerin suda çözünmesi uzun zaman almaktadır. Prebiyotikler genellikle mikrokapsüllerin su aktivitesini düşürmektedirler. Yapılan çalışmada oligofruktozla zenginleştirilmiş inülinin Bifidobacterium BB-12'nin enkapsülasyonu için en uygun prebiyotik olduğu belirlenmiştir. İnülin sindirim enzimleri tarafından parçalanmadığı için prebiyotik suşlar için enkapsülasyonda kullanılacak önemli bir prebiyotiktir [56].

### 3.2 Depolama Sırasında Probiyotiklerin Canlılıklarını Etkileyen Faktörler

Gıdanın bileşimi, paketleme materyalinin çeşidi ve depolama koşulları (depolama sıcaklığı, nispi nem, oksijen içeriği, ışığa maruziyet vb.) probiyotiklerin canlılıklarını önemli ölçüde etkilemektedir [17].

#### 3.2.1 Gıda Bileşenleri ve Katkı Maddeleri

Gıda bileşenleri koruyucu, ürünün özelliklerini değiştirmeyen ve probiyotik stabilitesine zarar vermeyen nitelikte olmalıdır [17]. Bu yüzden farklı

gıda bileşenlerinin probiyotiklerle uyumu probiyotiklerin canlılıkları için önemli rol oynamaktadır. Gıda endüstrisinde yaygın olarak kullanılan katkı maddeleri, tatlandırıcılar, tuzlar, aroma vericiler, doğal yada yapay lezzetlendiriciler, renklendiriciler, nisin, natamisin, lizozim ve nitritlerdir. Bu katkı maddeleri ürünlerde probiyotik bakterilerin gelişim ve canlılıklarını olumsuz şekilde etkilemektedir [57]. Bu bileşenlerin yüksek miktarları probiyotiklerin depolama sırasında gelişimini engelleyebilmektedir [28, 29]. Örneğin küreme ajanlarından sodyum nitrit et karışımına koruyucu madde olarak genellikle ilave edilmekte ve etin fermentasyonunda probiyotik bakterilerin gelişiminde sıkıntılar oluşturabilmektedir [6].

Glikoz, vitamin, mineraller, kazein, peynir altı suyu protein hidrolizatları, maya ekstratları ve antioksidanlar süt ürünlerinde probiyotik türlerin (*Lactobacillus* ve *Bifidobacteria*) gelişim oranını arttırmak için ilave edilebilmektedir. Bu ilave edilen maddeler depolama sırasında probiyotik mikroorganizmaların canlılıklarını olumlu anlamda etkilemektedir [37]. Bazı protein türevleri (peynir altı suyu protein konsantratları, asit kazein hidrolizatları ve tripton) hücrelere besin sağlayarak, ortamın redoks potansiyelini düşürerek ve tamponlama kapasitesini artırarak probiyotiklerin gelişimini teşvik etmek için kullanılabilirler [11]. *L. acidophilus* ve *Bifidobacteria* hücrelerinin canlılıkları L-sistin, peynir altı suyu protein konsantratı, asit kazein hidrolizatı ve tripton ilavesiyle gelişmiştir. Kazein ve peynir altı suyu protein hidrolizatları fermente sütlerde probiyotik bakteriler *L. acidophilus* La-5 ve *L. rhamnosus* Lr-35'in gelişim oranını üretim aşamaları sırasında azaltmıştır fakat bu bakterilerin depolama sırasında canlılık oranlarının arttığı saptanmıştır [58].

Depolama sırasında disakkarit varlığı hücre membranını stabilize edebilmektedir [59, 60]. Örneğin sorbitol, membran hasarını engellemektedir ve protein yapısını ve fonksiyonelliğini stabilize etmektedir [8]. Fruktoligosakkaritler ve galaktoligosakkaritler gıdalarda probiyotik canlılığını olumlu bir şekilde etkilemektedir [61, 62]. Bu bileşenler sindirilemeyen bileşenlerdir ve prebiyotikler olarak tanımlanmaktadır.

Katı gıdalarda matriksler (örneğin peynirde jel yapısı) probiyotik hücrelerin zararlı faktörlerden etkilene düzeyini azaltmaktadır [31]. Yüksek yağ içeriği, anaerobik çevre, matriksin tamponlama kapasitesi üründe ve bağırsak geçişlerinde

probiyotiklerin yüksek oranda canlı kalmalarına yardım etmektedir [28]. Sütün tamponlama kapasitesinin artırılması fermente süt ürünlerinde depolama sırasında yüksek pH değerlerinin sürdürülmesini sağlar ve bu şekilde probiyotiklerin canlılıkları yüksek şekilde devam eder. Ayrıca ürün matriksinin kuru maddesi hidrojen iyonlarını absorblar ve bunun sonucunda çözünmeyen organik asit miktarında artış olur böylece probiyotikler üzerinde bu bileşenlerin bakterisidal etkisinde düşüşler olmaktadır [31, 63]. Yapılan bir çalışmada Cheddar peynirinin probiyotik mikroorganizmalar olan *Lactobacilli* ve *Enterococci*'nin sindirim sisteminde gıda taşıyıcısı olarak yoğurda göre daha etkili olduğu saptanmıştır [2].

### 3.2.2 Oksijen İçeriği ve Redoks Potansiyeli

Oksijen içeriği ve redoks potansiyeli ürünün depolama süresi boyunca probiyotiklerin canlılığını etkileyen önemli faktörler arasındadır [28]. Moleküler oksijen probiyotiklerin hayatta kalmasını ve gelişimini olumsuz yönde etkilemektedir. Anaerobik türler moleküler oksijenden en çok etkilenen türlerdir [64, 65]. Oksijen probiyotikleri 3 şekilde etkilemektedir. Bunlar;

- Bazı hücreler için oksijen toksiktir
- Oksijen varlığında bazı kültürler toksik peroksitler üretmektedir
- Bazı gıda bileşenlerinin (yağ) oksidasyonu sonucunda oluşan serbest radikaller probiyotik hücreler için toksiktir [31].

Probiyotik ürünlerde ambalaj içerisindeki oksijen miktarı toksisiteyi ve mikroorganizmaların gelişimini engellemek ve ürünün fonksiyonelliğini korumak için en düşük seviyede tutulmalıdır.

Probiyotiklerin farklı türleri ve suşları arasında oksijene duyarlılık derecesi çeşitlenmektedir [24, 66, 67]. Bifidobakteriler *L. acidophilus*'a göre oksijene daha duyarlıdır çünkü anaerobik yapıdadırlar. Bifidobakteriler arasında fermente sütlerden izole edilen *B. lactis* oksijene toleranslı türlerdendir. NAD-oksidaz ve NADH-peroksidaz havaya toleranslı türlerdir ve bu enzimler hücrelerarası ortamdan oksijen uzaklaştırılmasından sorumludur [68].

Ürünün oksijen içeriğine ilaveten ambalaj materyalindeki oksijende ürüne geçer. Bu durumda fermente süt ürünlerinde *L. acidophilus* ve Bifidobakterilerin canlılığı olumsuz olarak etkilenmektedir [69]. Dave ve Shah yoğurtta Bifidobakterilerin oksijen içeriği ve redoks potansiyeline bakılmaksızın 35 günden daha uzun süre

depolamada canlı kaldıklarını saptamışlardır. Yoğurtta çözünmüş oksijenin artırılması sonucunda Bifidobakteriler raf ömrü boyunca  $10^6$  cfu/g düzeylerinde kalırken, *L. acidophilus* bir haftada  $10^3$  cfu/g düzeylerine düşmüştür [70].

Lipid peroksidasyonu sonucu oluşan ürünlerin model sistemde DNA'ya zarar verdiği saptanmıştır [71]. Bu yüzden oksidasyonu minimize etmek ve depolama süresince probiyotik canlılığını maksimize etmek için vakum altında depolama ve antioksidan kombinasyonu etkili olmaktadır [72].

Probiyotik gıdaların paketlenmesi ve depolanması sırasında oksijen içeriğini azaltmak için farklı yöntemlere başvurulmaktadır. Bu yöntemler vakum paketlenme, düşük oksijen geçirgenliğine sahip ambalaj materyalleri kullanımı, antioksidan ve oksijen tutucular ilavesi ve üretim sırasında ürüne oksijen geçişini engellemek olarak değerlendirilebilir [31, 69, 70]. Kateşinler gibi antioksidan bileşenler de probiyotiklerin gelişimi ve depolanması sırasında bakterilerin oksijene maruziyeti sonucu meydana gelen olumsuz etkileri sınırlamaktadır [32]. Araştırmacılar (+) kateşin, epigallo kateşin, galat ve yeşil çay ekstratlarının farklı konsantrasyonlarının probiyotik suşların gelişimi üzerine etkilerini belirlemişlerdir. Sonuçlar kateşinlerle zenginleştirilen ortamın Bifidobakterilerin gelişimini teşvik etmediği saptanmıştır. Bununla beraber, aerobik koşullar altında yeşilçay ekstratları ilave edilen ortamda *L. helveticus*'un gelişimi sağlanmıştır. Benzer sonuçlar antioksidan olarak E vitamini ile zenginleştirmede de gözlenmiştir. *L. casei* CRL 431 25 ° C'de 20 hafta depolamada stabilitesini korumuştur [39].

### 3.2.3 Nem İçeriği/Su Aktivitesi

Probiyotik ürünlerin raf ömrünü etkileyen önemli faktörlerden biri de nem içeriğidir. Oksijen ve nem varlığında probiyotik bakterilerin hayatta kalması zorlaşmaktadır [69]. Kurutma işlemi sonrası kalan su üretim aşamaları ve depolama sırasında probiyotiklerin canlılıklarını etkilemektedir. Kurutularak dondurulmuş *L. salivarius* subsp. *salivarius* depolamada optimum nem içeriği % 2.8- 5.6 arasında değişmektedir [71]. Ürünlerin depolandığı çevrenin nispi neminin artması suyun doku içinde hareketliliğinde dolayısı ile de probiyotiklerin canlılıklarında kayıplar artışa neden olmuştur [45]. Weinbreck ve arkadaşları su aktivitesi değeri 0.7 iken 2 haftalık depolamada *L. rhamnosus* GG canlı sayılarında 10 log düşüş saptamışlardır [72].

### 3.2.4 Depolama Sıcaklığı

Probiyotik bakterilerin canlılığını etkileyen faktörlerden bir diğeri de depolama ortamının sıcaklığıdır [73]. Probiyotik gıdaların 4-5 ° C'de depolanmaları tavsiye edilmektedir [74]. Yoğurtta *L. acidophilus* LA-5 2 ° C'de 20 gün kadar depolandığında yüksek canlılık gösterirken *Bifidobacterium lactis* BB-12 için optimum depolama sıcaklığı 8 ° C tespit edilmiştir [74, 75]. Bu durum Bifidobakteri hücrelerinin düşük depolama sıcaklıklarına düşük direnç gösterdiğinin bir kanıtıdır [31]. Bununla beraber dondurularak kurutulmuş probiyotiklerde uzun süreli depolamada Bifidobakterilerin - 18° C'den daha düşük sıcaklıklarda en yüksek canlılığa sahip oldukları Bruno ve Shah [76] tarafından belirlenmiştir. Depolama sıcaklığı 20 °C olduğunda kurutulmuş ürünlerde canlı probiyotik sayısında önemli azalmalar saptanmıştır [76].

### 3.2.5 pH ve Titre Edilebilir Asitlik

Depolama sırasında probiyotiklerin hayatta kalmalarını pH ve titre edilebilir asitlik değerlerinden etkilemektedir [11]. Çok düşük pH değerleri fermente ürünlerde çözünmeyen organik asit konsantrasyonunu arttırmakta bu şekilde bu asitlerin bakterisidal etkisi artmaktadır. Meyve suları gibi düşük pH'ya sahip içeceklerde probiyotiklerin gelişimi oldukça zordur.

*Lactobacillus acidophilus* ve Bifidobakteri optimum gelişim pH aralığı 5.5-6 ve 6-7 aralığındadır [64]. Lactobacilli'ler fermente ürünlerde 3.7-4.3 aralığında gelişebilmektedirler [29]. Bifidobakteri türleri asite daha az toleranslıdır ve 4.6 pH değerinden daha düşük değerlerde canlılıklarını sürdürmeleri zorlaşmaktadır [28, 77].

*Bifidobacterium spp.*'nin aside toleransı türlerin suşuna ve substratın karakteristiğine bağlıdır. Örneğin *B. longum* asit ve safra tuzları varlığında canlılıklarını sürdürmektedir [31]. Sheehan ve arkadaşları portakal, ananas, yaban mersinli meyve sularına *Lactobacillus* ve *Bifidobacterium* ilave edildiğinde asit dirençlerinde belirgin farklılıklar görmüşlerdir [78]. Portakal ve ananas suları yaban mersiniyle karşılaştırıldığında tüm suşların daha iyi geliştiği saptanmıştır. Farklı suşlar arasında *L. casei*, *L. rhamnosus* ve *L. paracasei* portakal ve ananas sularında en az 12 hafta 6 log CFU/ml seviyelerinden üst düzeyde saptanmıştır [13]. Fermente et ürünlerinde pH düşüşleri probiyotiklerin hayatta kalmalarını olumsuz yönde etkilemektedir. Fermentasyon sonrası pH 5.6'dan 4.9'a düştüğünde fermente sosislerde *L. rhamnosus* GG ve E-97800 gelişimini etki-

lemektedir [79]. Pek çok çalışmada fermente etlerde hücre canlılığının suşa bağlı olduğu saptanmıştır [6].

Suş seçimi probiyotik gıdaların geliştirilmesinde oldukça önemlidir. Seçilen bu suşlar ürünün raf ömrü boyunca canlı kalmalı ve tüketicinin sağlığına faydalı etkiyi göstermelidir. Safraya ve asite duyarlılık probiyotik gıdalarda suşların performansını belirlemektedir [8].

### 3.2.6 Ambalajlama

Ambalajlamada ambalaj materyalinin çeşidi, kalınlığı, gazlar (O<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub> ve su buharı) ambalaj materyalinin geçirgenliği, ambalajlama tekniği (vakum, modifiye, aktif/akıllı ambalajlama sistemleri) probiyotiklerin canlılığını etkilemektedir [31]. Atmosferin sıcaklığı ve nispi nemi ambalaj materyalinden gaz geçişini böylelikle de probiyotiklerin canlılığını etkilemektedir [39]. Probiyotik süt ürünleri ve diğer ürünlerin çoğu marketlerde yüksek oksijen geçirgenliğine sahip plastik ambalajlarda depolanmakta ve satılmaktadır. Bu durum probiyotiklerin gelişimi ve hayatta kalmaları için ciddi bir problem oluşturmaktadır. Yüksek oksijen bariyer özelliğinde ve oksijen absorbe eden aktif paketler kullanımı pek çok çalışmada değerlendirilmiştir [33].

Cam ve yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE) şişelerde ambalajlanmış yoğurtlarda *L. acidophilus*'un canlılığı değerlendirilmiştir [87]. HDPE ambalajlarda çözünmüş oksijen seviyesi önemli derecede artarken cam şişelerde oksijen seviyeleri 35 gün depolama boyunca düşük düzeylerde kalmıştır. Farklı bir araştırmada araştırmacılar manda sütünü çömlekte, plastik kaplarda ve cam şişelerde fermente etmişlerdir ve 29 °C depolamada Bifidobakterilerin en iyi cam şişede daha sonra sırasıyla plastik kapta ve çömlekte geliştiğini saptamışlardır. Bakterilerin canlılıkları arasındaki farklılık ambalaj materyallerinin oksijen geçirgenlik derecesiyle ilişkili olduğu tespit edilmiştir [80]. Polimerik materyallerin geçirgenliği kristallenmenin artmasıyla azalmaktadır. Bununla beraber bakteri sayılarının ambalaj materyalinin kristallenme derecesiyle orantılı olarak değişmediği ortaya konmuştur [81]. Miller ve arkadaşları yüksek oksijen ve gaz bariyer özellikli çok katlı farklı polimerik materyalleri probiyotik yoğurt depolamasında kullanmışlardır. Araştırılan materyaller arasında depolama süresi boyunca çözünmüş oksijen seviyelerinde önemli farklılıklar saptanmıştır [82, 83]. Polistren ambalajlarda oksijen seviyesi

20'den 40 ppm'e kadar yükselirken çok katlı filmlerde oksijen seviyeleri 42 günlük depolama sonunda 10 ppm seviyelerine düşmüştür. Arzu edilen anaerobik çevrede (1 ppm'den daha az oksijen) probiyotik kültürlerin canlılıklarını geliştirmek için en iyi koşullar oksijen uzaklaştırıcı ajanlarla beraber oksijen bariyerli materyaller kullanılarak paketlenen yoğurtlarda sağlanmıştır [70, 83]. Araştırma sonuçları probiyotik gıdaların ambalajlanmasında oksijen absorbe edici maddelerin kullanımının önemini ortaya koymaktadır.

Cruz ve arkadaşları glukoz oksidaz ilave edilen ve farklı oksijen geçirgenliklerine (0.09-0.75 ml O<sub>2</sub>/gün) sahip farklı plastik ambalajlar kullanılarak ambalajlanan probiyotik yoğurtların stabilitesini değerlendirmişlerdir [84]. Düşük oksijen geçirgenliğine sahip plastik ambalajlarda çözünmüş oksijen seviyesi düşüktür ve soğukta depolama sırasında probiyotik bakterilerin canlılıkları da yüksek seviyededir. Ayrıca bu örneklerde geç asitlenme ve organik asit üretimi de olmaktadır.

Oldukça düşük oksijen geçirgenliğine sahip cam ambalajlar probiyotik kültürlerin canlılığını olumlu yönde etkilemektedir. Bununla beraber camın maliyetinin yüksekliği ve işlemede kırılma gibi tehlikelerinden dolayı probiyotik fermente ürünler plastik materyallerde ambalajlanmaktadır. Bu kapsamda vakum paketlenme, ambalaj materyaline oksijen absorbe edici bileşenler ilavesi, oksijen bariyerli aktif ambalajlar gibi alternatif yaklaşımlardan probiyotik gıdaların ambalajlanmasında yararlanılması gerekmektedir.

#### 4 Sonuç

#### 5 Referanslar

- [1] Anonymous. Evaluation of health and nutritional properties of probiotics in food including powder milk with live lactic acid bacteria. [ftp://ftp.fao.org/es/esn/food/probioreport\\_en.pdf](ftp://ftp.fao.org/es/esn/food/probioreport_en.pdf) 2011. Accessed 2013.
- [2] Lee, Y. K.; Nomoto, K.; Salminen, S.; Gorbach, S. L. Handbook of probiotics. New York, NY: JohnWiley and Sons, 1999.
- [3] Granato, D.; Branco, G. F.; Cruz, A. G.; Faria, J. A. F.; Nazzaro, F. Functional foods and nondairy probiotic food development: Trends, concepts and products. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 2010; 9, 292-302.

Probiyotikler geleneksel fermente süt ürünlerinin dışında farklı gıda sistemleri içerisinde dahil edilmişlerdir ve günümüzde pek çok probiyotik ürün market raflarında bulunabilmektedir. Üretim ve depolama sırasında probiyotiklerin canlılıkları çeşitli faktörlerden etkilendiği için tüketicilerin sağlığına yararlı etkiyi sağlayabilecek probiyotik miktarını sağlamak zor olabilmektedir. Bu çerçevede mikroenkapsülasyon tekniği kullanımı, hücre koruyucu ajanlar, gelişimi teşvik eden gıda bileşenleri ilavesi, oksijen bariyerli ambalaj materyalleri, anti-oksidanlar ve depolama ortamının modifikasyonu mikroorganizmaların canlılıklarını önemli ölçüde geliştirmekte ve korumalarına yardımcı olmaktadır.

Uygun enkapsülasyon ya da hücre koruyucu materyali seçimi oldukça önemlidir ve işlemin etkinliğini belirlemektedir. Ayrıca günümüzde sinbiyotik ürün kullanımına da giderek ilgi artmaktadır. Probiyotikler bağırsak kolonuna ulaştığında içerdikleri prebiyotikler probiyotik bakterilerin canlı kalmaları ve kolona tutunmaları için kullanılmaktadırlar.

Tek başına mikroenkapsülasyon tekniği kullanımı probiyotik canlılığını kısıtlı olarak geliştirebilmektedir. Mikroenkapsülasyonu çeşitli gıda işleme teknolojileriyle kombine etmek üretim ve depolamada probiyotiklerin canlılıklarını geliştirmelerine yardımcı olacaktır. Yüksek basınçta işleme (HPP), vurgulu elektrik alan (PEF), aktif ve akıllı paketlenme gibi yeni işlem ve ambalajlama teknolojileri gıdalarda probiyotiklerin canlılıklarını geliştirmeleri ve korumaları açısından faydalı olacaktır. Ayrıca gen teknolojisi gelecekte yeni suşlar geliştirilmesinde önemli rol oynayacaktır.

[4] Hennessy, M. What's driving growth in functional food and beverages? A convergence of nutrition, convenience and taste. <http://www.nutraingredients-usa.com/Markets/Whats-driving-growth-in-functional-food-and-beverages-Aconvergence-of-nutrition-convenience-and-taste>. 2013; Accessed 2014.

[5] Holzapfel, W.H. Introduction to prebiotics and probiotics. In I. Goktepe, V. K. Juneja, & M. Ahmedna (Eds.), *Probiotics in food safety and human health*, New York: CRC Press. 2006; 1-35,

[6] Kolozyn-Krajewska, D.; Dolatowski, Z. J. Probiotic meat products and human nutrition. *Process Biochemistry* (Barking, London, England), 2012; 47, 1761-1772.

[7] Mohammadi, R.; Mortazavian, A. M. Technological aspects of prebiotics in probiotic fermented milks. *Food Reviews International*, 2011; 27, 192-212.



[8] Tripathi, M.K.; Giri, S.K. Probiotic functional foods: Survival of probiotics during processing and storage. *Journal of Functional Foods*, 2014; 9, 225–241.

[9] Chen, M.; Mustapha, A. Survival of freeze-dried microcapsules of  $\alpha$ -galactosidase producing probiotics in a soy bar matrix. *Food Microbiology*, 2012; 30(1), 68–73.

[10] Gupta, S., Abu-Ghannam, N. Probiotic fermentation of plant based products: Possibilities and opportunities. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 2012; 52(2), 183–199.

[11] Mortazavian, A. M.; Khosrokhvar, R.; Rastegar, H.; Mortazaei, G. R. Effects of dry matter standardization order on biochemical and microbiological characteristics of freshly made probiotic Doogh (Iranian fermented milk drink). *Italian Journal of Food Science*, 2010; 22, 98–102.

[12] Noorbakhsh, R.; Yaghmaee, P.; Durance, T. Radiant energy under vacuum (REV) technology: A novel approach for producing probiotic enriched apple snacks. *Journal of Functional Foods*, 2013; 5, 1049–1056.

[13] Rivera-Espinoza, Y.; Gallardo-Navarro, Y. Non-dairy probiotic products. *Food Microbiology*, 2010; 27, 1–11.

[14] D’Aimmo, M. R.; Modesto, M.; Biavati, B. Antibiotic resistance of lactic acid bacteria and *Bifidobacterium* spp. Isolated from dairy and pharmaceutical products. *International Journal of Food Microbiology*, 2007; 115(1), 35–42.

[15] Lourens-Hattingh, A.; Viljoen, B. C. Yogurt as probiotic carrier food. *International Dairy Journal*, 2001; 11(1–2), 1–17.

[16] Rasic, J. L. Microflora of the intestine probiotics. In B. Caballero, L. Trugo, & P. Finglas (Eds.), *Encyclopedia of food sciences and nutrition*, Oxford: Academic Press, 2003; 3911–3916.

[17] Mattila-Sandholm, T.; Myllarinen, P. M.; Crittenden, R.; Mogensen, G.; Fonden, R.; Saarela, M. Technological challenges for future probiotic foods. *International Dairy Journal*, 2002; 12, 173–182.

[18] Venturi, A.; Gionchetti, P.; Rizzello, F.; Johansson, R.; Zucconi, E.; Brigidi, P. Impact on the composition of the faecal flora by a new probiotic preparation: Preliminary data on maintenance treatment of patients with ulcerative colitis. *Alimentary Pharmacology & Therapeutics*, 1999; 13(8), 1103–1108.

[19] Gardiner, G. E.; Bouchier, P.; O’Sullivan, E.; Kelly, J.; Kevin Collins, J.; Fitzgerald, G. A spray-dried culture for probiotic Cheddar cheese manufacture. *International Dairy Journal*, 2002; 12(9), 749–756.

[20] Stanton, C.; Ross, R. P.; Fitzgerald, G. F.; Van Sinderen, D. Fermented functional foods based on

probiotics and their biogenic metabolites. *Curr Opin Biotechnol*, 2005; 16(2), 198–203.

[21] Holzapfel, W. H.; Haberler, P.; Snel, J.; Schillinger, U.; Huisin’t Veld, J. H. J. Overview of gut flora and probiotics. *International Journal of Food Microbiology*, 1998; 41, 85–101.

[22] Shah, N. P.; Ravula, R. Selling the cells in desserts. *Dairy Industries International*, 2004; 69, 31–32.

[23] Vinderola, C. G.; Reinheimer, J. A. Lactic acid bacteria: A comparative “in vitro” study of probiotic characteristics and biological barrier resistance. *Food Research International*, 2003; 36, 895–904.

[24] Talwalkar, A.; Kailasapathy, K. The role of oxygen in the viability of probiotic bacteria with reference to *L. acidophilus* and *Bifidobacterium* spp. *Current Issues in Intestinal Microbiology*, 2004; 5, 1–8.

[25] Ventura, M.; Perozzi, G. Probiotic bacteria and human gut microbiota. *Genes & Nutrition*, 2011; 6, 203–204.

[26] Mättö, J.; Alakomi, H. L.; Vaari, A.; Virkajärvi, I.; Saarela, M. Influence of processing conditions on *Bifidobacterium animalis* subsp. *lactis* functionality with a special focus on acid tolerance and factors affecting it. *International Dairy Journal*, 2006; 16, 1029–1037.

[27] Ross, R. P.; Desmond, C.; Fitzgerald, G. F.; Stanton, C. Overcoming the technological hurdles in the development of probiotic foods. *Journal of Applied Microbiology*, 2005; 98, 1410–1417.

[28] Lee, Y. K.; Salminen, S. *Handbook of probiotics and prebiotics* (2nd ed.), Hoboken, NJ: John Wiley and Sons, Inc, 2009.

[29] Boylston, T. D.; Vinderola, C. G.; Ghoddusi, H. B.; Reinheimer, J.A. Incorporation of *Bifidobacteria* into cheeses: Challenges and rewards. *International Dairy Journal*, 2004; 14, 375–387.

[30] Karimi, R.; Mortazavian, A. M.; Cruz, A. G. Viability of probiotic microorganisms in cheese during production and storage: A review. *Dairy Science & Technology*, 2011; 91, 283–308.

[31] Korbekandi, H.; Mortazavian, A. M.; Iravani, S. Technology and stability of probiotic in fermented milks. In N. Shah, A. G. Cruz, & J. A. F. Faria (Eds.), *Probiotic and prebiotic foods: Technology, stability and benefits to the human health*, New York: Nova Science Publishers, 2011; 131–169

[32] Gaudreau, H.; Champagne, C. P.; Remondetto, G. E.; Bazinet, L.; Subirade, M. Effect of catechins on the growth of oxygen-sensitive probiotic bacteria. *Food Research International*, 2013; 53, 751–757.

[33] Cruz, A. G.; Faria, J. A. F.; Van Dender, A. G. F. Packaging system and probiotic dairy foods. *Food Research International*, 2007; 40, 951–956.

[34] Akin, M. B.; Akin, M. S.; Kirmaci, Z. Effects of inulin and sugar levels on the viability of yogurt and probiotic bacteria and the physical and sensory characteristics in probiotic icecream. *Food Chemistry*, 2007; 104(1), 93–99.

[35] Fowler, A.; Toner, M. Cryo-injury and biopreservation. *Annals of New York Academy of Sciences*, 2005; 1066, 119–135.

[36] Gill, C. O. Microbiology of frozen foods. In S. Da-Wen Boca (Ed.), *Handbook of frozen food processing and packaging*, Boca Raton, FL: CRC Press, 2006; 85–100,

[37] Mohammadi, R.; Mortazavian, A. M.; Khosrokhavar, R.; Cruz, A. G. Probiotic ice cream: Viability of probiotic bacteria and sensory properties. *Annals of Microbiology*, 2011; 61, 411–424.

[38] Santivarangkna, C.; Kulozik, U.; Foerst, P. Effect of carbohydrates on the survival of *Lactobacillus helveticus* during vacuum drying. *Letters in Applied Microbiology*, 2006; 42, 271– 276.

[39] Nag, A.; Das, S. Improving ambient temperature stability of probiotics with stress adaptation and fluidized bed drying. *Journal of Functional Foods*, 2013; 5, 170–177.

[40] Ferreira, V.; Soares, V.; Santos, C.; Silva, J.; Gibbs, P. A.; Teixeira, P. Survival of *L. sakei* during heating, drying and storage in the dried state when growth has occurred in the presence of sucrose or monosodium glutamate. *Biotechnology Letters*, 2005; 27, 249–252.

[41] Hubalek, Z. Protectants used in the cryopreservation of microorganisms. *Cryobiology*, 2003; 46, 205–229.

[42] Capela, P.; Hay, T. K. C.; Shah, N. P. Effect of cryoprotectants, prebiotics and microencapsulation on survival of probiotic organisms in yoghurt and freeze dried yoghurt. *Food Research International*, 2006; 39(2), 203–211.

[43] Çakır, İ. Mikroenkapsülasyon tekniğinin probiyotik gıda üretiminde kullanımı. *Bildiriler Kitabı*, pp. 693-696. Türkiye 9. Gıda Kongresi, , Bolu, Sim Matbaası, Ankara. 2006; 1012 s,

[44] Burgain, J. J.; Gaiani, C. C.; Linder, M. R.; Scher, J. J. Encapsulation of probiotic living cells: From laboratory scale to industrial applications. *Journal of Food Engineering*, 2011; 104(4), 467–483.

[45] Ying, D. Y.; Phoon, M. C.; Sanguansri, L.; Weerakkody, R.; Burgar, I.; Augustin, M. A. Microencapsulated *Lactobacillus rhamnosus* GG powders: Relationship of powder physical properties

to probiotic survival during storage. *Journal of Food Science*, 2010; 75(9), 588–595.

[46] Annan, N. T.; Borza, A. D.; Hansen, L. T. Encapsulation in alginate-coated gelatin microspheres improves survival of the probiotic *Bifidobacterium adolescentis* 15703T during exposure to simulated gastro-intestinal conditions. *Food Research International*, 2008; 41(2), 184–193.

[47] Heidebach, T.; Leeb, E.; Först, P.; Kulozik, U. Microencapsulation of probiotic cells. In *Colloids in biotechnology*, USA: CRC-Press/Taylor and Francis. ISBN: 9781439830802, 2010.

[48] Carvalho, A. S.; Silva, J.; Ho, P.; Teixeira, P.; Malcata, F. X.; Gibbs, P. Effects of various sugars added to growth and drying media upon thermotolerance and survival throughout storage of freeze-dried *Lactobacillus delbrueckii ssp. bulgaricus*. *Biotechnology Progress*, 2004; 20, 248–254.

[49] Panoff, J. M.; Thammavongs, B.; Gueguen, M. Cryoprotectants lead to phenotypic adaptation to freeze-thaw stress in *Lactobacillus delbrueckii ssp. bulgaricus* CIP 101027T. *Cryobiology*, 2000; 40, 264–269

[50] Wenrong, S.; Griffiths, M. W. Survival of *Bifidobacteria* in yogurt and simulated gastric juice following immobilization in gellan-xanthan beads. *International Journal of Food Microbiology*, 2000; 61, 17–26.

[51] Lee, K. Y.; Heo, T. R. Survival of *Bifidobacterium longum* immobilized in calcium alginate beads in simulated gastric juices and bile salts solution. *Applied and Environmental Microbiology*, 2000; 66, 869–873.

[52] Sunohara, H.; Ohno, T.; Shibata, N.; Seki, K. Process for producing capsule and capsule obtained thereby. US Patent 1995; 5: 478-570.

[53] Sultana, K.; Godward, G.; Reynolds, N.; Arumugaswamy, R.; Peiris, P.; Kailasapathy, K. Encapsulation of probiotic bacteria with alginate-starch and evaluation of survival in simulated gastrointestinal conditions and in yoghurt. *International Journal of Food Microbiology*, 2000; 62, 47–55.

[54] Gomes, A. M. P.; Malcata, F. X. *Bifidobacterium spp.* And *Lactobacillus acidophilus*: Biological, biochemical, technological and therapeutical properties relevant for use as probiotics. *Trends in Food Science & Technology*, 1999; 10, 139–145.

[55] Ding, W. K.; Shah, N. P. Acid, bile, and heat tolerance of free and microencapsulated probiotic bacteria. *Journal of Food Science*, 2007; 72(9), 446–450.

[56] Avila-Reyesa, S. V.; Garcia-Suarez, F. J.; Jiménez, M. T.; Martín- Gonzalez, M. F. S.; Bello-Perez, L. A. Protection of *L. rhamnosus* by spray-drying using two prebiotics colloids to enhance the viability. *Carbohydrate Polymers*, 2014; 102, 423–430.

[57] Vinderola, C. G.; Costa, G. A.; Regenhardt, S.; Reinheimer, J. A. Influence of compounds associated with fermented dairy products on the growth of lactic acid starter and probiotic bacteria. *International Dairy Journal*, 2002; 12, 579–589.

[58] Lucas, A.; Sodini, I.; Monnet, C.; Jolivet, P.; Corrieu, G. Probiotic cell counts and acidification in fermented milks supplemented with milk protein hydrolysates. *International Dairy Journal*, 2004; 14, 47–53.

[59] Carvalho, A. S.; Silva, J.; Ho, P.; Teixeira, P.; Malcata, F. X.; Gibbs, P.. Survival of freeze-dried *Lactobacillus plantarum* and *Lactobacillus rhamnosus* during storage in the presence of protectants. *Biotechnology Letters*, 2002; 24, 1587–1591.

[60] Öneby, K.; Pizzul, L.; Bjerketorp, J.; Mahlin, D.; Håkansson, S.; Wessman, P. Effects of di- and polysaccharide formulations and storage conditions on survival of freeze-dried *Sphingobium* sp. *World Journal of Microbiology and Biotechnology*, 2013; 29(8), 1399–1408.

[61] Nobakhti, A. R.; Ehsani, M. R.; Mousavi, S. M.; Mortazavian, A. M. Influence of lactulose and Hi-maize addition on viability of probiotic microorganisms in freshly made synbiotic fermented milk drink. *Milchwissenschaft*, 2009; 64, 191–193.

[62] Rycroft, C. E.; Jones, M. R.; Gibson, G. R.; Rastall, R. A. A comparative in vitro evaluation of the fermentation properties of prebiotic oligosaccharides. *Journal of Applied Microbiology*, 2001; 91, 878–887.

[63] Heydari, S.; Mortazavian, A. M.; Ehsani, M. R.; Mohammadifar, M. A.; Ezzatpanah, H. Biochemical, microbiological and sensory characteristics of probiotic yogurt containing various prebiotic compounds. *Italian Journal of Food Science*, 2011; 23, 153–163.

[64] De Vuyst, L. (Technology aspects related to the application of functional starter cultures. *Food Technology and Biotechnology*, 2000; 38, 105–112.

[65] Holzapfel, W. H.; Haberer, P.; Geisen, R.; Björkroth, J.; Schillinger, U. Taxonomy and important features of probiotic microorganisms in food and nutrition. *The American Journal of Clinical Nutrition*, 2001; 73, 365–373.

[66] Kawasaki, S.; Mimura, T.; Satoh, T.; Takeda, K.; Niimura, Y. Response of the microaerophilic *Bifidobacterium* species, *B. boum* and *B. thermophilum*, to oxygen. *Applied and Environmental Microbiology*, 2006; 72, 6854–6858.

[67] Talwalkar, A.; Kailasapathy, K. A review of oxygen toxicity in probiotic yogurts: Influence on the survival of probiotic bacteria and protective techniques. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 2003; 3, 117–124.

[68] Roy, D. Technological aspects related to the use of *Bifidobacteria* in dairy products. *Le Lait*, 2005; 85, 39–56.

[69] Dave, R.I.; Shah, N. P. Effectiveness of ascorbic acid as an oxygen scavenger in improving viability of probiotic bacteria in yoghurts made with commercial starter cultures. *International Dairy Journal*, 1997; 7, 435–443.

[70] Talwalkar, A.; Miller, C. W.; Kailasapathy, K.; Nguyen, M. H. Effect of packaging materials and dissolved oxygen on the survival of probiotic bacteria in yoghurt. *International Journal of Food Science & Technology*, 2004; 39, 605–611.

[71] Zayed, G.; Roos, Y. H. Influence of trehalose and moisture content on survival of *Lactobacillus salivarius* subjected to freeze drying and storage. *Process Biochemistry* (Barking, London, England), 2004; 39, 1081–1086.

[72] Weinbreck, F.; Bodnár, I.; Marco, M. L. Can encapsulation lengthen the shelf-life of probiotic bacteria in dry products? *International Journal of Food Microbiology*, 2010; 136, 364–367.

[73] Gardiner, G. E.; O’Sullivan, E.; Kelly, J.; Auty, M. A.; Fitzgerald, G. F.; Collins, J. K.; Ross, R. P.; Stanton, C. Comparative survival rates of human-derived probiotic *Lactobacillus paracasei* and *L. salivarius* strains during heat treatment and spray drying. *Applied and Environmental Microbiology*, 2000; 66, 2605–2612.

[74] Mortazavian, A. M.; Ehsani, M. R.; Mousavi, S. M.; Sohrabvandi, S.; Reinheimer, J. Effect of refrigerated storage temperature on the viability of probiotic microorganisms in yoghurt. *International Journal of Dairy Technology*, 2007a; 59, 123–127.

[75] Mortazavian, A. M.; Razavi, S. H.; Ehsani, M. R.; Sohrabvandi, S. Principles and methods of microencapsulation of probiotic microorganisms. *Iranian Journal of Biotechnology*, 2007b; 5, 1–18.

[76] Bruno, F. A.; Shah, N. P. Viability of two freeze-dried strains of *Bifidobacterium* and commercial preparations at various temperatures during prolonged storage. *Journal of Food Science*, 2003; 68, 2336–2339.

[77] Dunne, C.; O’Mahony, L.; Murphy, L.; Thornton, G.; Morrissey, D.; O’Halloran, S.; Feeney, M.; Flynn, S. In vitro selection criteria for probiotic bacteria of human origin: Correlation with in vivo findings. *The American Journal of Clinical Nutrition*, 2001; 73, 386–392s.

[78] Sheehan, V. M.; Ross, P.; Fitzgerald, G. F. Assessing the acid tolerance and the technological robustness of probiotic cultures for fortification in fruit juices. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 2007; 8, 279–284.

CBÜ Fen Bil. Dergi., Cilt 11, Sayı 2, 155-166 s

[79] Erkkila, S.; Suihko, M. L.; Eerola, S.; Petaja, E.; Mattila-Sandholm, T. Dry fermented sausages by *Lactobacillus rhamnosus* strains. *International Journal of Food Microbiology*, 2001; 64, 205–210.

[80] Jayamanne, V. S.; Adams, M. R. Survival of probiotic *Bifidobacteria* in buffalo curd and their effect on sensory properties. *International Journal of Food Science & Technology*, 2004; 39, 719–725.

[81] Janson, S. E. A.; Gallet, G.; Heft, T.; Karlsson, S.; Gedde, U. W.; Hendenqvist, M. Packing materials for fermented milk, part 2: Solute-induced changes and effects of material polarity and thickness on food quality. *Packaging Technology and Science*, 2002; 15, 287–300.

[82] Miller, C. W.; Nguyen, M. H.; Rooney, M.; Kailasapathy, K. The influence of packaging materials

CBU J. of Sci., Volume 11, Issue 2, p 155-166

on the dissolved oxygen content of probiotic yogurt. *Packaging Technology and Science*, 2002; 15, 133–138.

[83] Miller, C. W.; Nguyen, M. H.; Rooney, M.; Kailasapathy, K. The control of dissolved oxygen content in probiotic yogurts by alternative packing materials. *Packaging Technology and Science*, 2003; 16, 61–67.

[84] Cruz, A. G.; Castro, W. F.; Faria, J. A. F.; Bolini, H. M. A.; Celeghini, R. M. S.; Raices, R. S. L.; Oliveira, C. A. F.; Freitas, M. Q.; Conte Júnior, C. A.; Mársico, E. T. Stability of probiotic yogurt added with glucose oxidase in plastic materials with different permeability oxygen rates during the refrigerated storage. *Food Research International*, 2013; 51, 723–728.

# Jelatin Doku İskelesinin Mekanik Özellikleri Üzerine Gözenek Oluşturucu Ajanın Boyutu ve Bağlantı Süresinin Etkileri

Melda BÜYÜKÖZ<sup>1\*</sup>, Sacide ALSOY ALTINKAYA<sup>2</sup>

<sup>1</sup> İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Biyoteknoloji ve Biyomühendislik Bölümü, 35430, Urla, İzmir, TÜRKİYE, meldabykz@gmail.com

<sup>2</sup> İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Bölümü, 35430, Urla, İzmir, TÜRKİYE, sacidealsoy@iyte.edu.tr

\*İletişimden sorumlu yazar / Corresponding author

Geliş / Recieved: 23 Şubat (February) 2015

Kabul / Accepted: 7 Ağustos (August) 2015

DOI: <http://dx.doi.org/10.18466/cbujos.63838>

## Özet

Bu çalışmada, makrogözenekli ve gözenekleri birbirleri ile bağlantılı olarak kalıplama, ısı etkili faz ayrımı ve tanecik uzaklaştırma yöntemleri ile üretilen jelatin bazlı doku iskelelerinde gözenek oluşturucu ajan olan parafin kürelerin boyutu ve bağlantı sürelerinin doku iskelelerinin mekanik özellikleri üzerine olan etkileri incelenmiştir. Sünger formu ve açık hücreli yapıda olan doku iskelelerinin mekanik özellikleri sıkıştırma testi ile ölçülmüştür. Yapılan ölçümler parafin küre çapındaki artışın doku iskelelerinin sıkıştırma katsayısını istatistiksel olarak anlamlı bir şekilde etkilemediğini göstermiştir. Ancak, parafin kürelerin maruz bırakıldığı ısı etkileşim süresinin 100 dakikadan 400 dakikaya arttırılmasının 250-425 µm çapındaki parafin kürelerle hazırlanan doku iskelesinin elastisite değerini arttırdığı belirlenmiştir (p<0.05). Ayrıca, 425-600 µm çapındaki parafin kürelerle hazırlanan doku iskelelerinde, ısı etkileşim süresi 100 dakikadan 400 dakikaya arttırıldığında sıkıştırma katsayısı anlamlı bir şekilde azalmıştır (p<0.05). Elde edilen sonuçlar, bu tür doku iskelelerinde parafin kürelerin boyutundan çok bağlantı süresinin mekanik özellikler üzerinde etkili olduğunu göstermiştir.

**Anahtar Kelimeler** – Doku iskelesi, gözenek oluşturucu ajan, sıkıştırma testi.

## The Effects of Porogen Agent Size and Interconnection Time on the Mechanical Properties of Gelatin Scaffold

### Abstract

In this study, the effects of particle size and interconnection time of porogen agent paraffin spheres on the mechanical properties of macroporous and interconnected scaffolds prepared with combination of molding, phase separation and particle leaching methods were investigated. The mechanical properties of the open-cell foam type scaffolds were measured with a compressive test. It was determined that the increase in the size of paraffin spheres did not significantly change the compressive modulus of the scaffolds. On the other hand, elasticity of the scaffold prepared from 250-425 µm sized paraffin spheres increased significantly (p<0.05) by extending incubation time from 100 to 400 minutes. Moreover, elasticity of the scaffold prepared from 425-600 µm sized paraffin spheres decreased significantly (p<0.05) by extending incubation time from 100 to 400 minutes. The results indicated that in this type of scaffold, interconnection time of paraffin spheres has a stronger influence on the compressive modulus of scaffolds than the size of paraffin spheres.

**Keywords** – Compressive test, porogen agent, scaffold.

## 1 Giriş

Doku mühendisliği çalışmalarında hedef, hücrelerin içinde bulunduğu doğal ortamı taklit eden yapıların geliştirilmesidir. İki boyutlu hücre kültürü ortamları hücrenin doğal yaşamını taklit etmede yetersiz kalır. Bu nedenle üç boyutlu doku iskelelerinin üretimi doku mühendisliği çalışmalarının temelini oluşturur. Doku iskelesi üretiminde en sık kullanılan yöntemler; gözenek oluşturucu ajanı uzaklaştırma, faz ayrımı, gaz enjeksiyonu ile köpürtme ve elektro dokuma yöntemleridir [1]. Her bir yöntemin kendine özgü avantajları vardır. Örneğin; gözenek oluşturucu ajanı uzaklaştırma yöntemi makro gözenekli doku iskelesi hazırlamada sıkça kullanılan bir yöntemdir ([2], [3]). Bir doku iskelesinin büyük ve birbiri ile bağlantılı gözeneklere sahip olması, yeni ve fonksiyonel doku oluşumu açısından oldukça önemlidir. Gözenekler hücrelerin doku iskelesi içerisinde homojen bir şekilde dağılımını ve yeni oluşan dokunun çevre dokularla bağlantısını kolaylaştırır. Ayrıca bu gözenekler sayesinde, hücrelere besin ve oksijen taşınımı kolaylaşır, yeni doku oluşumu ve damarlanma daha çabuk gerçekleşir [4].

Doku iskelesi, hasar görmüş bir dokunun yerine yerleştirildiğinde, o bölgede mekanik ve şekilsel bir bütünlük oluşturur. Bu nedenle, üretilen doku iskelesinin mekanik özelliklerinin, hedeflenen dokunun mekanik özellikleri ile benzer olması gerekmektedir [5]. Konuyla ilgili yapılan araştırmalar doku iskelesi mekanik özelliklerinin, hücrenin kaderini belirlemedeki rolünü net bir şekilde ortaya koymuştur. Örneğin; epitel, fibroblast, kas ve sinir hücreleri gibi pek çok hücre hattı kullanılarak yapılan bir çalışmada, hücrelerin içerisine ekildikleri doku iskelesinin sertliğini hissedebildikleri ve buna bağlı olarak şekillerini ve doku iskelesi yüzeyine tutunma karakteristiklerini değiştirdikleri gözlenmiştir [6]. Yine başka bir çalışmada, mezenkimal kök hücrelerin farklılaşma eğilimlerinin, üzerinde büyüdüğü matrisin sertliğine göre değiştiği belirlenmiştir [7]. Mezenkimal kök hücreler yumuşak bir yüzeyde büyütüldüğünde, beyin hücreleri olan nöronlara, biraz daha sert bir yüzeyde büyütüldüklerinde kas hücrelerine ve daha sert bir yüzeyde büyütüldüklerinde ise kemik doku hücrelerine farklılaştıkları gözlenmiştir.

Bu çalışmada, doku yenilenmesi ve hücresel cevap için önemi bilinen doku iskelesi mekanik özelliklerinin, gözenek oluşturucu ajan boyutu ve bağlantı süresiyle

ilişkisinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla daha önce Liu ve Ma [8] tarafından geliştirilen kalıplama, ısı etkili faz ayrımı ve gözenek oluşturucu ajanı uzaklaştırma yöntemleri birlikte kullanılarak, üç boyutlu ve makro gözenekli doku iskeleleri üretilmiş ve mekanik özellikleri ölçülmüştür.

## 2 Materyal Metot

Parafin (erime noktası 53–37 °C), polivinil alkol (PVA) (molekül ağırlığı 31,000–50,000 g/mol), Tip B jelatin, 1-etil-3-(3-dimetilaminopropil) karbodiimide (EDAC), N-hidroksi-süksinimid (NHS), 2-N-morfolino-etansulfonik asit hidrat (MES Hidrat), Sigma Aldrich' den; n-Hekzan, sikloheksan, 1,4-dioksan, etanol ve aseton Merck'ten temin edilmiştir. Tüm deneylerde deiyonize su kullanılmıştır.

### 2.1. Kalıp Üretimi

Doku iskelelerinin hazırlanması için teflon bir plaka, kalıp oluşturacak şekilde tasarlanmıştır. Hazırlanan kalıp, çapları 1.7 cm ve derinlikleri 1.5 cm olan 20 kuyucuktan oluşmaktadır (Şekil 1). İki plakanın birleştirilmesi sonucu oluşan bu kalıbın üst plakası deliklerden oluşurken, alt plaka bu deliklere tam oturan yükselticiler içerir. Böylece montajı yapıldığında sıvı geçirgenliği olmayan demonte olduğunda ise oluşturulan malzemenin kolayca çıkarılabildiği bir kalıp yapısı üretilmiştir.



Şekil 1. 20 kuyucuklu teflon kalıp.

### 2.2. Gözenek Oluşturucu Ajan Üretimi

Doku iskelesi üretiminde gözenek oluşturucu ajan olarak parafin küreler kullanılmıştır. Isıtıcı tabla üzerinde 55 °C' ye kadar ısıtılmış parafin, % 1' lik PVA çözeltisi üzerine eklenmiş ve mekanik karıştırıcı (IKA) ile 578 rpm' de 1 dakika karıştırılmıştır. Daha sonra bu karışımın içerisine soğuk su ilave edilerek parafin küreciklerin katılması sağlanmıştır. Oluşturulan kürecikler birkaç kez distile su ile yıkanmış ve havada kurumaya bırakılmıştır. Elde edilen kürecikler 250

$\mu\text{m}$ , 425  $\mu\text{m}$  ve 600  $\mu\text{m}$ ' lik eleklele elenmiş, boyutlarına göre ayrılarak desikatör içerisinde saklanmıştır.

### 2.3. Jelatin Doku İskelelerinin Hazırlanması

Bu çalışmada, doku iskelesi hazırlanırken ısı etkili faz ayrımı tekniği, gözenek oluşturma tekniği ve kalıplama tekniği birarada kullanılmıştır. Doku iskelesi matrisini oluşturacak olan % 5 jelatin çözeltisi 1:1 oranında etanol su karışımı ile hazırlanmış ve 45 °C' ye ısıtılmıştır. Bu çözelti parafin küreciklerin içinde bulunduğu teflon kalıba eklenerek, faz ayrımı için -80 °C' de 5 saat bekletilmiştir. İçerisinde jelatin/parafin kompozitleri bulunduran kalıp 24 saat süresince -20 °C' de tutulmuştur. Süre sonunda jelatin/parafin kompozitler teflon kalıptan çıkarılmış ve çözücü değişimi için 1,4-dioksan içerisinde 24 saat bekletilmiştir. Ardından, 1,4-dioksanın uzaklaştırılması için azot enjeksiyonlu evaporasyon gerçekleştirilmiştir. Kompozitler dondurularak kurutulmuş ve parafin kürelerin uzaklaştırılması için jelatin/parafin kompleksi 50 ml hekzan içerisine daldırılmıştır. Doku iskelesinden hekzanı uzaklaştırmak için 50 ml siklohekzan kullanılmıştır. Doku iskelesi daha sonra dondurularak kurutulmuştur [8].

Jelatin suda çözünür bir biyopolimer olduğu için mekanik test yapılmadan önce çapraz bağlanma reaksiyonu gerçekleştirilmiştir. Çapraz bağ ajanı olarak 1-etil-3-(3-dimetilaminopropil) karbodiimide (EDAC) ile N-hidroksi-süksinimid (NHS) kullanılmıştır. Reaksiyon 0.05 M 2-N-morfolino- etansulfonik asit hidrat (MES Hidrat) içerisinde gerçekleştirilmiştir. MES Hidrat çözeltisi hazırlanırken su yerine 90/10 (v/v) oranında aseton-su karışımı kullanılmıştır. Doku iskelesi bu kimyasallarla +4 °C' de 24 saat muhafaza edildikten sonra distile suyla yıkanmış, -20 °C' de 12 saat boyunca dondurulmuş ve 3 gün süre ile dondurarak kurutma işlemine maruz bırakılmıştır.

Hazırlanan parafin küreciklerin ve doku iskelelerinin morfolojik özellikleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) (Quanta 250FEG) ile incelenmiştir. Analiz öncesinde örnekler destek üzerine yapıştırılmış daha sonra altın paladyum ile kaplanmıştır.

### 2.4. Doku İskelelerinin Mekanik Özelliklerinin Ölçümü

Hazırlanan doku iskelelerinin sıkıştırma testleri bizim doku iskelemizin dahil olduğu, sünger formu açık hücreli malzemeler için önerilen protokole uygun şekilde gerçekleştirilmiştir [9]. Bu testte, 16 mm çapında

2 mm yükseklikte silindirik şeklindeki örneklere tek yönlü sıkıştırma testi 0.5 mm/dakika hızda uygulanmıştır (Schimadzu AG-I 5 kN). Sıkıştırma testi yapılmadan önce biyolojik ortamı taklit etmek için doku iskeleleri 24 saat pH = 7.4 olan tampon çözeltisi içinde tutulmuştur. Her tip örnek için en az 5 adet doku iskelesi test edilmiş ve yapılan testlerde elastik bölgeden sıkışma bölgesine geçiş % 0.5 gerinimde gerçekleşmiştir.

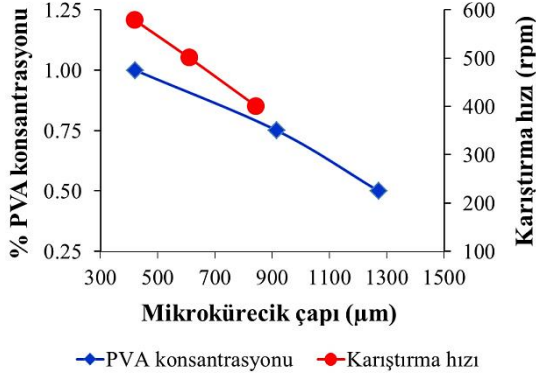
### 2.5. İstatistiksel analiz

Çalışılan örnek grupları arasındaki farkı belirlemek için eşleşmemiş t testi uygulanmıştır.  $p < 0.05$  olduğu zaman farklılıklar istatistiksel olarak anlamlı kabul edilmiştir.

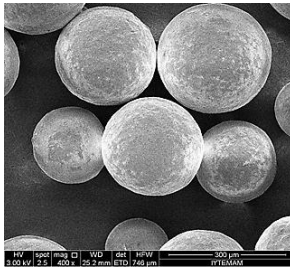
## 3 Bulgular

### 3.1. Gözenek Oluşturucu Ajan Üretimi

Bu çalışmada, gözenek oluşturucu ajan olan parafin küre üretiminde dispersiyon yöntemi kullanılmıştır. Mikro kürelerin hazırlanması için parafin önceden ısıtılmış polivinil alkol (PVA) çözeltisi içerisinde emülsifiye edilmiştir [9]. Şekil 2' deki grafikte görüldüğü gibi, PVA konsantrasyonu %0.5' ten %1.0' e arttırıldığında ortalama mikroküre çapı 1272  $\mu\text{m}$ ' den 421  $\mu\text{m}$ ' ye azalmıştır. Benzer bir etki karıştırma hızı arttırıldığında da gözlenmiştir. Mekanik karıştırıcı hızı 400 rpm' den 578 rpm' e çıkarıldığında elde edilen parafin kürelerin çapı 845  $\mu\text{m}$ ' den 421  $\mu\text{m}$ ' ye düşmüştür. Bu deneyde ayrıca iyi bir dağılıma sahip küresel tanecik hazırlamak için çözelti hacminin ve karıştırma hızının önemli olduğu sonucuna ulaşılmıştır. Parafin küre üretiminde %1.0' lik (w/v) PVA çözeltisinin hacmi 600 ml ve karıştırma hızı da 578 rpm olarak seçilmiştir. Bu karıştırma hızında 12 g parafin, tanecik halinde %100 verimlilikle elde edilebilmiştir (Şekil 3). Daha sonra parafin mikro küreler elenerek boyutlarına göre ayrılmış ve doku iskelesi hazırlanırken 250-425  $\mu\text{m}$  ve 425-600  $\mu\text{m}$ ' lik 2 farklı çap aralığındaki kürecikler kullanılmıştır.



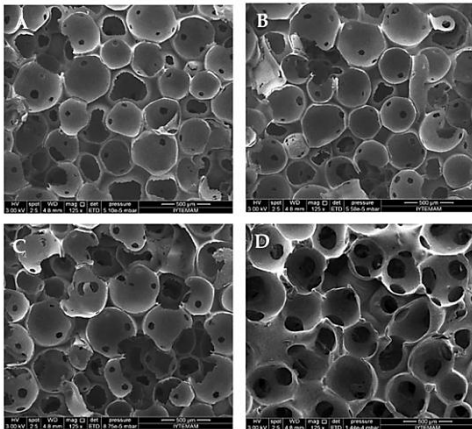
Şekil 2. PVA konsantrasyonu ve karıştırma hızının parafin mikro kürecik çapına etkisi.



Şekil 3. Hazırlanan parafin küreciklerin SEM görüntüsü.

### 3.2. Jelatin Doku İskelelerinin Hazırlanması

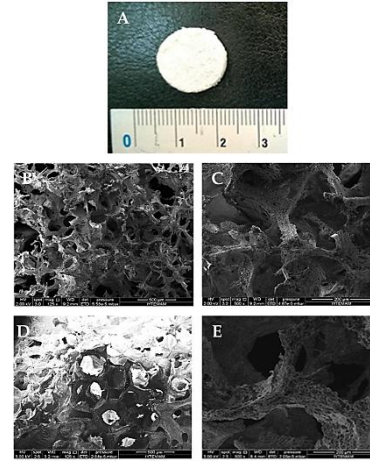
Jelatin doku iskelesi hazırlanması için 0.4 g parafin kürecik teflon kalıba aktarılmış ve birbirleriyle bağlantılı bir yapı oluşumunu sağlamaları için 37 °C' de 20, 50, 200 ve 400 dakika bekletilmiştir. Şekil 4' de farklı sürelerde ısı inkübasyonuna maruz bırakılan parafin kürelerle hazırlanmış doku iskeleleri görülmektedir.



Şekil 4. Farklı sürelerde 37 °C ısıya maruz bırakılan parafin mikro küreciklerle (250 µm - 425 µm) hazırlanmış doku iskelelerinin SEM görüntüleri (X125); A- 20 dakika, B- 50 dakika, C- 200 dakika, D- 400 dakika.

Parafin küreler hekzanla uzaklaştırıldıktan sonra oluşan gözeneklerin bağlantıları 20, 50 ve 200. dakikalar-

da çok farklı değildir. Oysa 400 dakika 37 °C' de inkübe edilen küreciklerle hedeflenen, birbirleriyle bağlantılı makro gözenek yapısı elde edilmiştir. Hazırlanan doku iskelesinin mat beyaz renkli genel yapısı Şekil 5-A'da görülmektedir. Bu yapının SEM görüntüleri ise makro gözenekli ve gözenekleri birbirleriyle bağlantılı doku iskelesi üretiminin başarılı olduğunu göstermektedir (Şekil 5B-E).



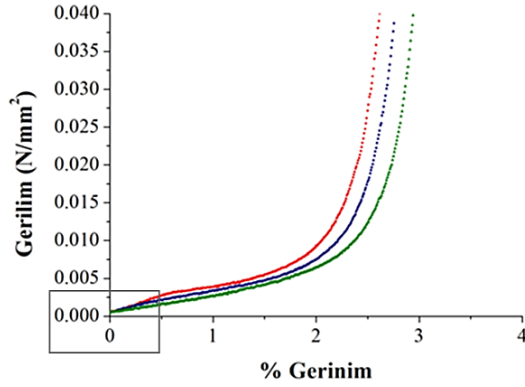
Şekil 5. A- Doku iskelesinin genel görüntüsü, B-C; 250-425 µm, D-E; 425-600 µm parafin kullanılarak hazırlanan doku iskelelerinin SEM görüntüleri (B ve D; X 125, C ve E; X 500).

### 3.3. Doku İskelelerinin Mekanik Özelliklerinin Ölçümü

Bu parametrik çalışmada jelatin konsantrasyonu % 5, parafin küreciklerin boyutları 250-425 µm ve 425-600 µm ve küreciklerde bağlantılı bir yapı oluşturmak için uygulanan ısı inkübasyon süreleri 100, 200 ve 400 dakika olarak belirlenmiştir. Doku iskelelerinin mekanik testleri önceden ıslatılmış örnekler kullanılarak sıkıştırma testi ile yapılmıştır.

Doku iskelelerinin açık hücreli süngerimsi yapılar için tipik olan bir gerilim-gerinim özelliğine sahip oldukları gözlenmiştir (Şekil 6). Bu tür yapılar genellikle gerilim-gerinim grafiğinde doğrusal elastik bir bölgenin ardından sıkışma bölgesi ve yoğunlaşma bölgesi içerir [9]. Üretilen doku iskelelerinin sıkıştırılma karşısındaki genel davranışları model alınan sisteme uyum göstermiştir. Yapılan testlerde elastik bölgeden sıkışma bölgesine geçiş % 0.5 gerinimde gerçekleşmiştir (Şekil 6).

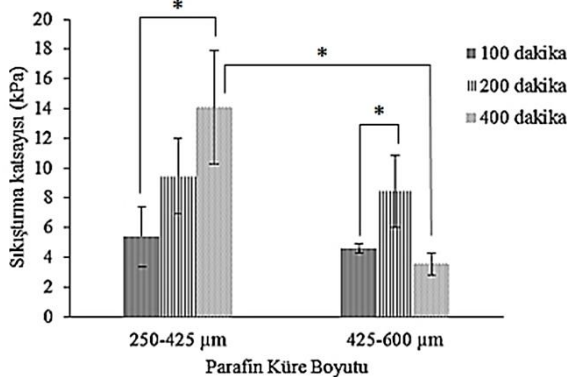




Şekil 6. Doku iskelelerinin gerilim-gerinim grafiği.

250-425 µm parafin kürelerle hazırlanan doku iskelelerinde, inkübasyon süresi 100 dakikadan 200 dakikaya çıkarıldığında sıkıştırma katsayısında önemli bir artış olmazken ( $p>0.05$ ) bu süre 400 dakikaya çıkarıldığında 100 dakika ile kıyaslandığında sıkıştırılma katsayısında istatistiksel açıdan anlamlı bir artış belirlenmiştir ( $p<0.05$ ) (Şekil 7).

425-600 µm parafin küreler kullanılarak hazırlanan doku iskelelerinin mekanik özellikleri incelendiğinde bu anlamlı artış 100 dakika ile 200 dakika inkübasyon süreleri karşılaştırıldığında gözlenmiştir. Ancak inkübasyon süresi 400 dakikaya çıkarıldığında malzemenin elastisitesinde önemli bir düşüş olmuştur. Ayrıca Şekil 7' de görüldüğü gibi gözenek oluşturucu ajan olan parafinin küre çapının 250-425 µm' den 425-600 µm' ye artırılması, 100 ve 200 dakika ısı etki süresi sonrası üretilen doku iskelelerinin sıkıştırılma katsayıları arasında anlamlı bir fark yaratmamış, ancak 400 dakika ısıya maruz bırakılan doku iskelelerinin sıkıştırma katsayısında azalma gözlenmiştir ( $p<0.05$ ).



Şekil 7. Doku iskelelerinin sıkıştırılma katsayısı sonuçları (\* $p<0.05$ ).

#### 4 Tartışma Ve Sonuçlar

Doku mühendisliği uygulamalarında kullanılacak

ideal bir doku iskelesi; doku gelişimi, besin ve oksijen transferi ve doku iskelesi içerisinde damarlanma sağlanabilmesi için büyük ve birbiri ile bağlantılı gözeneklere sahip olmalıdır. Bunun yanısıra hedef doku ile uyumlu mekanik özellikler de ideal bir doku iskelesinde aranan şartlardandır. Bu çalışma ile farklı parametreler göz önüne alınarak gözenekli ve gözenekleri birbirleriyle bağlantılı olarak üretilen doku iskelelerinin, mekanik özellikleri incelenmiştir.

Doku iskelesinde gözenekli yapı oluşturmak için parafin mikro kürecikler kullanılmıştır. Bu kürecikler mekanik karıştırıcı varlığında parafinin su içerisinde dispersiyonu ile hazırlanmıştır. Dispersiyonu kolaylaştırmak ve küre şeklinde parçacıklar elde etmek için, emulsifiye edici ajan olarak PVA kullanılmıştır. Elde edilen sonuçlar, PVA konsantrasyonu arttırıldıkça üretilen mikro küre çaplarının azaldığını göstermiştir. Bu tür sistemlerde emulsifiye edici ajan konsantrasyonu yükseltildiğinde mikro küre boyutundaki azalma beklenen bir etkidir [11]. Çünkü, PVA konsantrasyonundaki artışla daha fazla sayıda PVA molekülü partikül yüzeyini kaplayabilir ve dispersiyon esnasında partikül damlacıklarının yeniden birleşmesi ve büyümesi engellenir [12] Bu çalışmada elde edilen bir diğer sonuç da, karıştırıcı hızı arttırıldığında elde edilen mikro kürecik çapının azalmasıdır. Dispersiyon gerçekleşirken karıştırma hızı arttırılınca daha küçük çapta kürecikler elde edilmesinin nedeni; yağ fazının (parafin) küçük damlacıklara ayrılması için gerekli olan kayma kuvvetinin (shearing force) yüksek karıştırma hızı ile sağlanmasıdır [13]. Böylece parafin su fazı içerisinde daha kolay bir şekilde dağılır ve küçük çapta mikro küreler üretilir.

Bu çalışmada, gözenekleri birbiri ile bağlantılı doku iskelesi hazırlamak için farklı boyutlardaki parafin kürecikler belli sürelerde ısıya maruz bırakılmıştır. Farklı sürelerde ısıya maruz bırakılan parafin kürecikler doku iskelelerinden uzaklaştırıldıktan sonra alınan SEM görüntüleri (Şekil 4), ısı etki süresi 400 dakikaya çıkarıldığında elde edilen bağlantılı gözenek yapısının çok daha belirgin olduğunu göstermiştir.

Gözenekli ve gözenekleri birbiri ile bağlantılı olarak üretilen doku iskelelerinin mekanik özellikleri incelendiğinde, 400 dakika inkübasyon süresine sahip olan doku iskelesi hariç gözenek oluşturucu ajanın boyutundaki artış, doku iskelesinin sıkıştırma katsayısında anlamlı bir değişim sağlamamıştır. Elde edilen bu sonuç Liu ve Ma'nın [8] bulguları ile örtüşmekte-

dir. Gözenek oluşturuca ajan boyutunun doku iskelesi mekanik özellikleri üzerine olan etkisinin araştırıldığı benzer çalışmalarda, partikül boyutu 90–250  $\mu\text{m}$ ' den 250-350  $\mu\text{m}$ ' ye arttırıldığında sıkıştırma katsayısının arttığı gözlemlenmiştir. Ancak partikül boyutu 250-350  $\mu\text{m}$ ' den 420-500  $\mu\text{m}$ 'ye çıkarıldığında sıkıştırma katsayısının anlamlı olmasa da azaldığı belirlenmiştir ([14], [15]). Bu çalışmalarda, gözenek oluşturuca ajan olarak parafin kullanılmasına rağmen, sıkıştırma katsayısı sonuçları bağlantı süresi 40 dakika olan doku iskelelerinden elde edilmiştir. Bizim çalışmamızda ise parçacık boyutu 250-425  $\mu\text{m}$ ' den 425-600  $\mu\text{m}$ 'ye çıkarılıp bağlantı süresi 400 dakikaya arttırıldığında, sıkıştırma katsayısında anlamlı bir azalma belirlenmiştir. Dolayısıyla elde edilen sonuçlar ışığında bu tür doku iskelelerinde, mekanik özelliklerin belirlenmesinde baskın olan faktörün partikül boyutundan çok bağlantı süresi olduğu belirlenmiştir.

Vücudumuzdaki dokular mekanik olarak incelendiğinde; beyin dokusu 0.1-1 kPa, deri 5-10 kPa, kas dokusu 10-15 kPa, kıkırdak doku 1-10 MPa ve kemik doku 12-20 GPa sıkıştırma katsayısına sahiptir [16]. Hücrelerin davranış ve kaderinin belirlenmesinde mekanik özelliklerin büyük bir rol oynadığı gerçeği düşünüldüğünde, bu çalışmada geliştirilen, mekanik özellikleri ayarlanabilen ve yüksek gözenekliliğe sahip doku iskelelerinin farklı tip doku mühendisliği araştırmalarında kullanılabilecek potansiyele sahip olduğu görülmektedir. Ancak, jelatin bazlı doku iskelelerinin *in vivo* çalışmalarda kullanılabilmesi için biyobozunurluk, hücre tutunması, çoğalması ve farklılaşması gibi diğer özellikleri açısından da değerlendirilmesi gerekmektedir.

## Teşekkür

Bu çalışma TÜBİTAK tarafından 112M568 nolu proje ile desteklenmiştir. Doku iskelerinin üretimi ve karakterizasyonlarının gerçekleştirildiği İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü Biyoteknoloji ve Biyomühendislik Araştırma ve Uygulama Merkezi (BIOMER) ve Malzeme Araştırma Merkezi' ne katkılarından dolayı teşekkür ederiz.

## 4 Referanslar

- [1] Subia, B.; Kundu, J.; Kundu, S.C. Biomaterial scaffold fabrication techniques for potential tissue engineering applications. In *Tissue Engineering*; Eberli, D., Ed.; In Tech: Croatia, 2010; 141-157.
- [2] Ma, P.X.; Langer, R. Fabrication of Biodegradable Polymer Foams for Cell Transplantation and Tissue Engineering. In *Tissue Engineering Methods and Protocols*; Morgan, J., Yarmush, M., Eds.; Humana Press: New Jersey, 1993; 47-56.
- [3] Lu, L.; Peter, S.; Lyman, M.; Lai, H.; Leite, S.; Tamada, J.; Uyama, S.; Vacanti, J.; Langer, R.; Mikos, A. In vitro and in vivo degradation of porous poly (DL-lactic-co-glycolic acid) foams. *Biomaterials*. 2000, 21, 1595-1605.
- [4] Park, S.; Kim, G.; Jeon, Y.C.; Koh, Y.; Kim, W. 3D polycaprolactone scaffolds with controlled pore structure using a rapid prototyping system. *J. Mater. Sci. Mater. Med.* 2009, 20, 229-234.
- [5] Chan, B.P.; Leong, K.W. Scaffolding in tissue engineering: general approaches and tissue-specific considerations. *Eur. Spine. J.* 2008, 17, (Suppl 4) S467-S479.
- [6] Discher, D.E.; Janmey, P.; Wang, Y.L. Tissue cells feel and respond to the stiffness of their substrate. *Science*. 2005, 310, 1139-1143.
- [7] Engler, A.J.; Sen, S.; Sweeney, H.L.; Discher, D.E. Matrix elasticity directs stem cell lineage specification. *Cell*. 2006, 126, 677-689.
- [8] Liu, X.; Ma, P.X. Phase separation, pore structure, and properties of nanofibrous gelatin scaffolds. *Biomaterials*. 2009, 30, 4094-4103.
- [9] Ma, P.X.; Choi, J-W. Biodegradable polymer scaffolds with well-defined interconnected spherical pore network. *Tissue Eng.* 2001, 7, 23-33.
- [10] Wang, T.W.; Spector, M. Development of hyaluronic acid-based scaffolds for brain tissue engineering. *Acta Biomater.* 2009, 5, 2371-2384.
- [11] Ahlin, P.; Kristl, J.; Kristl, A.; Vrecer, F. Investigation of polymeric nanoparticles as carriers of enalaprilat for oral administration. *Int. J. Pharm.* 2002, 239, 113-120.
- [12] Bolourtchian, N.; Karimi, K.; Aboofazeli, R. Preparation and characterization of ibuprofen microspheres. *J. Microencapsul.* 2005, 22, 529-538.
- [13] Francis, L.; Meng, D.; Knowles, J.; Keshavarz, T.; Boccaccini, A.R.; Roy, I. Controlled delivery of gentamicin using poly(3-hydroxybutyrate) microspheres. *Int. J. Mol. Sci.* 2011, 12, 4294-314.
- [14] Chen, V.J.; Ma, P.X. Nano-fibrous poly(L-lactic acid) scaffolds with interconnected spherical macropores. *Biomaterials*. 2004, 25, 2065-73.

[15] Kim, H.Y.; Kim, H.N.; Lee, S.J.; Song, J.E.; Kwon., S.Y.; Chung, J.W.; Lee, D.; Khang, G. Effect of pore sizes of PLGA scaffolds on mechanical properties and cell behaviour for nucleus pulposus regeneration in vivo. *J. Tissue. Eng. Regen. Med.* 2014, [Epub ahead of print].

[16] Sartori, S.; Chiono, V.; Tonda-Turo, C.; Mattu, C.; Gianluca C. Biomimetic polyurethanes in nano and regenerative medicine. *J. Mater. Chem. B.* 2014, 2, 5128-5144.



# Filtrasyon Membranların Üretim ve Karakterizasyon Yöntemleri

Yılmaz Yürekli<sup>1\*</sup>, İlker Polatoğlu<sup>1</sup>, Suat Bahar Baştürk<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Biyomühendislik Bölümü, Muradiye Kampüsü, Yunusemre, Manisa, Türkiye, Tel: +90 236 2012454, yilmaz.yurekli@cbu.edu.tr

<sup>1</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Biyomühendislik Bölümü, Muradiye Kampüsü, Yunusemre, Manisa, Türkiye, Tel: +90 236 2012453, ilker.polatoglu@cbu.edu.tr

<sup>2</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Malzeme Mühendisliği Bölümü, Muradiye Kampüsü, Yunusemre, Manisa, Türkiye, Tel: +90 236 2012410, bahar.basturk@cbu.edu.tr

\*İletişimden sorumlu yazar / Corresponding author

Geliş / Recieved: 4 Ağustos (August) 2015  
Kabul / Accepted: 24 Ağustos (August) 2015  
DOI: <http://dx.doi.org/10.18466/cbujos.11586>

## Özet

Bu çalışma, teknolojik arıtma ve saflaştırma sistemlerinde son yıllarda yoğun bir şekilde kullanılan filtrasyon membranlarının üretim ve karakterizasyon yöntemleriyle ilgili bilgiler içermektedir. Sıvı faz ayırma sistemlerinde kullanılan ultrafiltrasyon membranlarının etkinliğinin artırılması için faz dönüşüm prensibine dayalı asimetrik yapıda üretilen membranların üretim koşulları ve membranlara fonksiyonellik kazandırmak için yapılan yüzey modifikasyon işlemleri tartışılmaktadır. Elektrostatik kuvvetlere dayalı zıt yüklü polielektrolitler ile yüzeyin kendiliğinden kat-kat kaplanması biyo-makromolekül immobilizasyonu için stabilitenin uzun süreler korunabilmesi ve bu tabakaların dinamik koşullarda akışa karşı önemli bir direnç gerçekleştirmemesi yöntemin avantajları arasında sıralanmaktadır. Yüzey modifikasyon işlemlerinin gerçekleşip gerçekleşmediğiyle ilgili uygulanan karakterizasyon metotları ayrıntılı bir şekilde değerlendirilmektedir.

**Anahtar Kelimeler** – Faz dönüşümü, filtrasyon, katman-katman kendiliğinden kaplanma, membran, yüzey karakterizasyonu.

## Fabrication and Characterization Techniques of Filtration Membranes

### Abstract

This study includes knowledge about fabrication and characterization of filtration membranes which has been recently used intensively in technological treatment and purification systems. In order to enhance the effectiveness of the ultrafiltration membranes used in liquid phase separation processes, the fabrication conditions of the asymmetric membranes produced by the phase inversion principle and surface modification treatments for providing functionalities to the membranes are discussed. For the bio-macromolecules immobilization, protecting stabilities in a prolonged time and the negligible resistance of the layers against flux under dynamic conditions are among the advantageous of the layer-by-layer self-assembly which is based on the electrostatic forces between oppositely charged polyelectrolytes. In order to understand whether or not the surface modification treatments are successfully achieved, the characterization methods applied are discussed in detail.

**Keywords** – Phase inversion, filtration, layer-by-layer self assembly, membrane, surface characterization.

## 1 Giriş

Topraktaki su ve vitaminlerin bitki hücreleri tarafından alınımı, vücut derisinin iç organları mikrobiyal patojenlere karşı koruması ve su kaybını engellemesi, akciğerdeki oksijenin kan hücrelerine taşınımı, kandaki ürenin böbrek tarafından süzülmesi gibi birçok doğal yolla gerçekleşen biyolojik membran proseslerinde seçici geçirgen zar veya biyolojik filmler kullanılır. Bu malzemeler taklit edilerek gaz veya sıvı sistemler için moleküler seviyede ayırıştırma yeteneğine sahip yapay membranlar geliştirilmiştir. Membran ayırma işlemlerinin kalbi olan seçici geçirgen faz, polimer, inorganik veya metal malzemelerden üretilirler ve istenilen molekülün geçişini kısıtlayarak çözeltideki daha küçük moleküllerin diğerlerinden ayırıştırılmasını sağlayan moleküler elekler olarak bilinirler. Membran boyunca filtre edilen saflaştırılmış çözelti ürün olabileceği gibi, filtre edilmeyen konsantrite ise ikinci ürün olarak elde edilebilir. Membran saflaştırma ve ayırma işlemleri düşük enerji maliyeti, yüksek verimlilik ve çevre dostu teknolojiler sunmaları açısından damıtma, gaz absorpsiyonu, ekstraksiyon, çöktürme, iyon değişimi ve adsorpsiyon gibi geleneksel ayırma yöntemlerine göre daha avantajlıdır.

Membran ayırma işlemleri ayrışacak bileşene uygulanan itici güce göre sınıflandırılır. Buna göre, basınç farkına dayalı bir ayırıştırma işlemi mikrofiltrasyon (MF), ultrafiltrasyon (UF), nanofiltrasyon (NF) veya ters osmoz (RO) şeklinde adlandırılırken, buhar basıncı farkına göre pervaporasyon, sıcaklık farkına göre membran distilasyon, elektriksel potansiyel farkına göre de elektrodializ diye adlandırılırlar. Bunlar arasında endüstride en yaygın olarak kullanılanları basınç ve elektriksel potansiyel farkına göre ayırıştırma gerçekleştiren sistemlerdir. Gözenek çapları, 0.1-10 µm arası MF, 0.1-0.01 µm arası UF, 0.01-0.001 µm arası NF ve 0.1-1 nm arası RO membranları için kullanılmaktadır. Gözenek çapı azaldıkça yeterli akıyı sağlamak için uygulama basıncı MF ve UF için 1-5 bar, NF için 5-10 bar ve RO membranları için 10-100 bar gibi yüksek basınçlara çıkmaktadır. Polimerik membranlar ucuz, kolay işlenebilir ve fonksiyonellik kazandırılabilirleri açısından diğerlerine göre daha çok tercih edilmektedirler. Asimetrik membranların Loeb ve Sourirajan tarafından 1960'larda keşfedilmesiyle [1] membranların ters osmoz [2], ultrafiltrasyon [3], ve sağlık alanlarındaki [4] uygulamaları hızla artmıştır. Sadece güney asya ülkelerinin 2015 yılı içindeki ticari pazar payı 2.5 milyar dolardır. Kullanım alanları her

geçen gün artan membranların ülkemizde üretimi bulunmamaktadır.

## 2 Membran Üretim Yöntemi

Membranların fiziksel yapısı veya morfolojisi tamamen yoğun veya gözeneksiz filminden tamamen açık veya gözenekli, kabuksuz, süngerimsi yapıya kadar geniş aralıklarda değişebilir. Polimer membranın morfolojisi membran boyunca taşınan kimyasal bileşenin taşınım modunu belirler ve bu yüzden taşınım hızını etkiler. İki farklı bileşenin birbirlerine karşı göreceli olarak membrandan geçme hızı membranın seçiciliği şeklinde tanımlanır. Membran üretiminde hedef, seçiciliği değiştirmeden taşınım hızını artırabilme yollarını bulmaktır. Asimetrik membran yapısı çok ince seçici geçirgen üst tabakaya sahip olup alt destek tabakası mekanik direnci artırmak için kullanılır. Akışa karşı sadece üst tabakanın direnç göstermesi, akış direncini yüksek miktarlarda düşürmektedir. Asimetrik membranlar faz dönüşüm yöntemine göre hazırlanırlar. Faz dönüşümü, bir çözgen içindeki (veya çözgen karışımı) homojen polimer çözeltisinin tek fazdan ikili faza dönüşümünü ifade eder. İkili faz sistemi, membran yapısını oluşturan katı faz (polimerce zengin) ve membranın son durumundaki gözenekleri oluşturan sıvı fazı (polimerce fakir) içerir.

Belirli sıcaklık ve kompozisyonda homojen bir çözelti oluşturabilen ve bu koşullar değiştirildiğinde iki faza ayrılan herhangi bir polimer-çözgen karışımı kullanılarak faz dönüşümü metoduyla membran üretilir. Örneğin, faz dönüşümü homojen polimer çözeltisindeki çözgenin buharlaştırılmasıyla veya sadece yüksek sıcaklıklarda homojen olan dökme polimer çözeltisinin soğutulmasıyla başlatılabilir. Faz ayırıştırması, homojen polimer çözeltisine üçüncü bir bileşenin (çözgen olmayan) dahil edilmesiyle de gerçekleştirilebilir. Bu özel değişim ıslak faz dönüşüm tekniği diye adlandırılır. Homojen polimer çözeltisi koagülasyon banyosuna konarak çözgen ile suyun yerdeğişimi sağlanır. Bu aşamada, film içindeki çözgen miktarı azaldıkça, polimer çökelmeye başlar ve polimerce zengin/fakir iki faz oluşur. İki faz oluşmaya başladığı anda membran morfolojisi artık sabitlenmiştir. Değişik polimer/çözgen/su oranları ve proses şartları ile farklı morfolojilere ve dolayısıyla transport özelliklere sahip membranlar elde edilebilir.

Faz dönüşüm işlemleri boyunca, istenilen membran yapısını elde etmek için kullanılan aşamalar karmaşık termodinamik ve kütle transferi süreç etkileşimleri içerir. Buna rağmen, bütün durumlarda temel

membran oluşum mekanizması, kimyasal potansiyel ve bileşenlerin bireysel difüzyonları, sistemin Gibbs karışım serbest enerjisi gibi benzer termodinamik ve kinetik parametreleri ile açıklanır. Faz ayrımı prosesi boyunca gerçekleşen termodinamik ve kinetik olayların daha doğru ve kesin olarak tanımlanması, membran oluşum mekanizmalarının anlaşılması için önemlidir, böylelikle membran yapısının ve transport özelliklerinin optimizasyonu mümkün hale gelebilir.

Sentetik membranların hidrofobik özelliğinin azaltılması ve biyomolekül immobilizasyonu için yüzeyin hazır hale getirilmesi için ana yapının veya sadece membran yüzeyinin istenilen özelliklere göre modifiye edilmesi gerekmektedir.

### 3 Yüzey Modifikasyon Yöntemi

Fonksiyonel organik malzemelerden ince film üretimi malzeme bilimi, temel araştırma ve teknolojilerin dikkatini çekmektedir. Çok ince filmler difüzyon direncini azaltacağı için biyosensör uygulamalarında gereksinim duyulan hızlı tepki verebilme yeteneğine sahiptirler [6]. Ayrıca, yüzeylerinde biyomoleküllerin bağlanabilecekleri spesifik fonksiyonel gruplar ihtiva ettiği için de biyokatalist immobilizasyonu uygulamalarında tercih edilirler [7]. Temel olarak proses, yüzey yüklü bir destek malzemesinin değişimli olarak zıt yüklü polielektrolit sulu çözeltilerine daldırılmasını içerir. Polielektrolitler iyonlaşabilen gruplar içeren polimerler olarak tanımlanırlar. Polar bir çözgen olan su içinde, polimer zincirlerinde kalan yükler ve çözeltiliye geçen zıt yükler şeklinde bu gruplar ayrışırlar. Polistiren sülfonat, poliakrilik ve polimetakrilik asitler ve bunların tuzları, polietilenimin, kitosan, aljinat, proteinler ve DNA polielektrolitlere örnek olarak verilebilirler. İlk defa Decher tarafından keşfedilen bu metod, kaplama yapılacak malzemenin pozitif ve negatif polielektrolit sulu çözeltilerine ardışık ve sıralı bir şekilde daldırılmasıyla malzeme yüzeyine katman-katman zıt yüklü polielektrolitlerin kaplanmasını içerir [7].

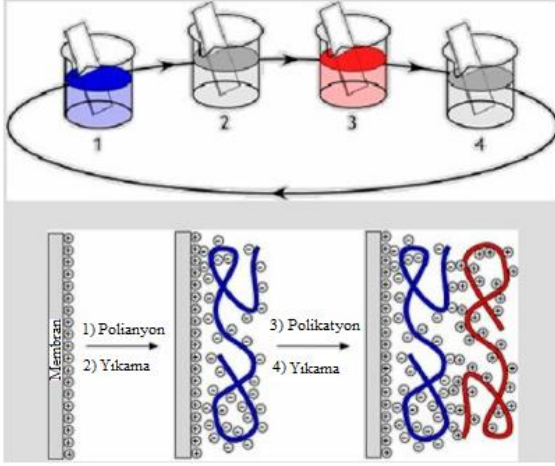
Şekil 1'de görüldüğü gibi, anyonik ve katyonik polielektrolitlerin sıralı adsorpsiyonu ile çok katmanlı film yapısı elde edilebilir. Yük çevrimi, tutunan polielektrolit yükünün yüzey yükünden aşırı olmasından dolayı gerçekleşir. Bir adsorpsiyon adımında oluşan kaplama işlemi, polielektrolitler arasında itici kuvvetten dolayı tek bir polimer tabakasının oluşumuna izin verir. Aynı prensiple farklı yüzeyler modifiye edilebilirler, fakat çözelti stokiometrisi değişiklik gösterebilir ve yüzeye tutturulacak katman sayı-

sında limit yoktur. Mesela, Ramzi ve arkadaşları [8], kitozan ve aljinat katyonik ve anyonik polielektrolitleri kullanarak çok ince çoklu polielektrolit katmanlarıyla yapılan modifikasyon işleminin selüloz asetat nanofiltrasyon membranın tuz geçirgenliğine etkisini incelemişler. Yüzeyde oluşturulan polielektrolit katman çifti sayısı 35 olarak rapor edilmiştir. X-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS) cihazıyla ölçülen her bir katman kalınlığı polietilen tereftalat (PET), PET-CO<sub>2</sub> ve PET-NH<sub>3</sub><sup>+</sup> için sırasıyla 2.0, 2.8 ve 4.1 Å gibi oldukça küçük değerler olarak rapor edilmişlerdir [9]. Çoklu tabakanın kalınlığının kontrol edilmesi, kaplama döngü sayısı ve pH, polielektrolit konsantrasyonu ve çözelti içerisine tuz ilavesi gibi parametrelerden oluşan kaplama koşullarının değiştirilmesiyle mümkün olmaktadır. Elektrotatik etkileşimlere dayalı kendiliğinden kaplama tekniğinde genellikle çözgen olarak su kullanılır ve toksik çözgen içermez. Bu yüzden çevre dostu bir metottur. Prensip olarak bu teknik hata içermeyen gözenekli yüzeyler üzerinde nano yapı katman-katman ince film oluşumunu sağlar. Eğer önceki kaplamada herhangi bir hata varsa, sonraki kaplamanın oluşumu sırasında bu hata kendiliğinden tamir edilir.

Literatürde LbL tekniği protein ve DNA gibi biyomakromolekül adsorpsiyonu öncesi yüzey modifikasyonu için genellikle tercih edilen bir yöntemdir. Nguyen ve arkadaşları, glukoz oksidaz (GOx) enziminin zıt yüklü bir membran yüzeye polielektrolit kaplayarak immobilizasyonunun uygulanabilirliğini göstermişlerdir [10]. Metodun, enzim destekli membranların hazırlanması için çok amaçlı bir yol sunduğu gösterilmiştir. Enzim aktivitesinin gözenek büyüklüğünden dolayı membran destek malzemesine bağlı olarak değiştiği sonucuna varılmıştır. Aynı metodu kullanarak, Battacharyya grubu [11, 12] mikrofiltrasyon membran gözeneklerine enzim immobilize ederek katalitik bir membran üretmişlerdir. Beklenildiği gibi, serbest GOx stabilitesine göre membran destekli enzim stabilitesinin daha yüksek olduğu sonucuna varılmıştır. Immobilize enzim miktarı ve stabilitesinin, enzim ve destek malzemesinin zıt yüklü olduğu durumlarda daha fazla olduğu rapor edilmiştir. Bu çalışmalarda, dış katman enzim ile kaplanmış ve polielektrolit kaplaması biyomakromolekül için bir tutturucu görevi üstlenmiştir.

Üreaz enzimi glutaraldehid ile aktive edilmiş poliakrilonitril-kitozan (PAN-CHI) kompozit membran yüzeyine immobilize edilmiştir [13]. Yazar, PAN-CHI membranın glutaraldehid kullanılmadığı

durumlarda daha yüksek aktiviteye ve stabiliteye sahip olduğunu ve dolayısıyla LbL kendiliğinden oluşum tekniğinin avantajını göstermiştir.

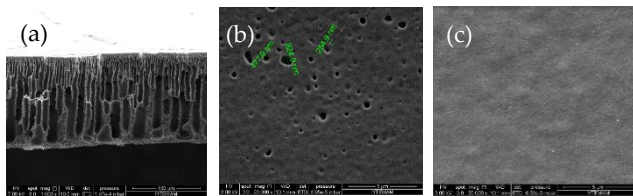


Şekil 1: LbL protokol: Membran çözelti içine daldırılır 1. Polyanyonik çözelti, 2. yıkama çözeltisi, 3. Polikasyonik çözelti, 4. yıkama çözeltisi.

## 4 Membran Karakterizasyonu

### 4.1. Elektron Taramalı Mikroskop (SEM)

Membran kesit ve yüzey morfolojisiyle ilgili nano ölçekte bilgi almak için kullanılan en gelişmiş yöntemlerden birisidir. Kesit analizi için genellikle, örnek sıvı azot içerisinde kırılarak altın ile kaplanır. Şekil 2'de, faz değişim yöntemine göre hazırlanmış asimetrik polisülfon membranın kesit, üst ve alt yüzey SEM fotoğrafları görülmektedir. Kesit görüntüsünden, gözenekliliğin kalınlık boyunca değişimi ve asıl seçici geçirgen üst tabakanın yoğunluğu ve kalınlığıyla ilgili bilgiler elde edilir. Membran üretim koşulları (polimer oranı, film kalınlığı, buharlaşma süresi, koagülasyon banyo sıcaklığı ve çözelti polaritesi) kontrol edilerek istenilen morfolojideki membranın elde edilmesi sağlanır. Yüzey görüntüleri ise membranın gözenek çapı ve yoğunluğuyla ilgili bilgi verir.



Şekil 2: Tipik bir asimetrik polisülfon membranın a) kesit, b) üst yüzey ve c) alt yüzey SEM görüntüsü.

### 4.2. Yüzey Temas Açısı Ölçer (Gonyometre)

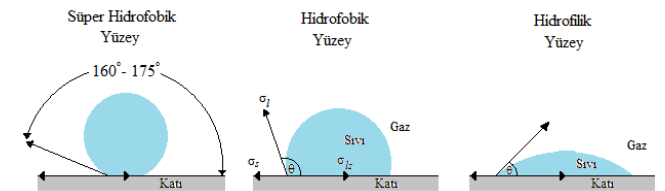
Membran filtrasyon prosesleri sulu çözeltiler için yük-

sek oranlarda kullanıldıkları için, membranın su geçirgenlik değerinin yüksek olması beklenir. Bu koşul membran yüzeyinin hidrofilik özelliğinin yüksek olması anlamına gelmektedir. Malzeme yüzeyine damlatılan çok küçük bir su damlacığının yüzeyle yaptığı temas açısı değeri, damlacık profilinin Young Laplace denklemi (Denklem 1) kullanılarak örtüştürülmesiyle hesaplanır. Bu değer 90°'nin altında yüzeyin ıslanabileceğini, 90°'nin üstünde ise yüzeyin ıslatılmayacağını gösterir. 150°'nin üzerindeki yüzeyler süper hidrofobik yüzeyler olarak bilinirler (Şekil 3).

$$\cos\theta = \frac{\sigma_s - \sigma_{ls}}{\sigma_l} \quad (1)$$

Denklem 1'deki  $\theta$ ,  $\sigma_s$ ,  $\sigma_{ls}$  ve  $\sigma_l$  sırasıyla temas açısı, katı yüzey serbest enerjisi, sıvı ve katı ara yüzey gerilmesi ve sıvı yüzey gerilmesidir. Denklem 1'de temas açısının ölçülmesi ve sıvı yüzey gerilme değerinin bilindiği durumda bile denklemde 2 tane bilinmeyen bulunmaktadır. Bu iki değer birbirleri arasındaki ilişkiyi açıklayan birçok teori türetilmiştir. Bunlar arasında Oss ve Good yüzeydeki damlacığın dağılımı, ( $\sigma_s^d \cdot \sigma_l^d$ ) ve polar bileşenlerinin ara yüzey gerilmesi üzerinde etkisinin olduğunu ifade etmişlerdir. Daha sonra polar bileşenleri de elektron verici (Lewis baz) ve alıcı (Lewis asit) olmak üzere ikiye ayırıp arayüzey gerilmesini aşağıdaki gibi tanımlamışlardır [14]. Denklem 2'den arayüzey gerilmesinin hesaplanabilmesi için sıvı yüzey gerilmesi ve asidik ve bazik polar bileşenleri bilinen 3 adet sıvının kullanılması gerekmektedir.

$$\sigma_{ls} = \sigma_s + \sigma_l - 2 \left( \sqrt{\sigma_s^d \cdot \sigma_l^d} + \sqrt{\sigma_s^+ \cdot \sigma_l^-} + \sqrt{\sigma_s^- \cdot \sigma_l^+} \right) \quad (2)$$



Şekil 3: Farklı yüzeylerin temas açısı değerleri.

Yüzeydeki asidik ve bazik polar bileşenler hakkındaki bilgi kullanılarak birbirleriyle benzer büyüklükte olan miyogloblin ve lizozim proteinlerinin çözelti pH'ını değiştirerek ayrıştırılmasının mümkün olduğu literatürdeki bir çalışmada gösterilmiştir [15].

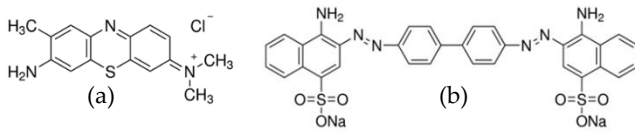


### 4.3. Furiyer Dönüşümlü Kızılötesi Spektrometre (FTIR-ATR)

Membran yüzey modifikasyon işlemlerinde, yüzeye eklenen yeni gruplar veya yüzeyde oluşan değişimler hakkında moleküler seviyede bilgi alınabilmesi, ön hazırlık gerektirmemesi ve çok kısa sürede sonuç vermesi açısından FTIR-ATR analizi 4000-400  $\text{cm}^{-1}$  dalga boyu aralığında katı, sıvı ve toz numuneler için sıklıkla tercih edilmektedir. ATR kristal yüzeyine yerleştirilen örnek için  $<1 \mu\text{m}$  kalınlıkta oluşan değişimleri takip etme olanağı sunmaktadır. Böylelikle, yüzeydeki çok ince bir filmdeki (2-5 nm) fonksiyonel grupların membran yığını içindeki (1  $\mu\text{m}$ ) varlığının tespit edilebilmesi mümkün hale gelmektedir. Örneğin yüzeyin aktive edilmesi işlemleri sonrası yüzeyde oluşabilecek  $\text{SO}_3\text{-H}$  (1030-1050  $\text{cm}^{-1}$ ) veya  $\text{-NH}_2$  grupları ve yine aynı şekilde yüzeye protein immobilizasyonu sonrası yüzeydeki amin (1650-1580  $\text{cm}^{-1}$ ), karboksilik (1690-1760  $\text{cm}^{-1}$ ), hidroksil (2400-3400  $\text{cm}^{-1}$ ) ve sülfidril grupları (2400-2600  $\text{cm}^{-1}$ ) kendi spesifik bantlarına sahiptirler ve piklerin varlığı modifikasyon işleminin başarılı olduğu anlamına gelir.

### 4.4. Membran Yüzeylerin Boyama İşlemleri

Yüzey modifikasyon işlemlerinin başarıyla gerçekleşip gerçekleşmediğinin bir başka yolu da yüzeyin katyonik ve anyonik boyar maddelerle tamamen elektrostatik etkileşimlere dayalı olarak boyanma işlemidir. Bu amaçla literatürde kullanılan boyar maddeler, kimyasal yapıları Şekil 4'te verilen toludin mavisi (TM) ve kongo kırmızısıdır (KK). Her iki boyar madde de su içerisinde 10  $\text{mg/mL}$ 'ye kadar çözünmektedir.



Şekil 4: Katyonik ve anyonik boyar maddelerin kimyasal yapıları, (a) Toludin mavisi ve (b) Kongo kırmızısı.

Bilinen konsantrasyondaki boyar madde çözeltisi içerisine daldırılan yüzey alanı belli bir membranın, yüzeyi modifiye edilmiş membrana göre adsorpsiyon kapasitelerindeki farklılığı, yüzey yük miktarları arasındaki farktan, dolayısıyla yüzey modifikasyon işleminden kaynaklandığı sonucuna ulaşılır [15]. Bu işlem aynı membran ve boyar maddesi ile farklı pH'larda denendiğinde elde edilen sonuç membran yüzeyinin yük yoğunluğuyla ilgili önemli bilgi verir ve böylelikle

le maksimum yük yoğunluğunu veren pH aynı yüklü proteinler için maksimum itici güç, farklı yükteki proteinler için maksimum çekici güç anlamına gelir. Bu koşul ise ayrıştırma işlemlerinde, maksimum seçiciliktir. Alsoy ve arkadaşları amin ve karboksilik grup içeren poliakronitril membranları TM ve KK boyalarıyla boyamışlar ve membranların KK'na göre TM ile daha çok boyandığı sonucunu elde etmişler [15]. Membran yüzey yükünün yoğunluğunun negatif yüklerden oluştuğu sonucuna varılmıştır.

### 4.5. Membran İyon Değişim Kapasitesi (IEC)

İyon değişim kapasitesi, membranın iletkenliği ve taşınım özellikleriyle ilgili önemli bir faktör olan yük yoğunluğuyla ilgili bilgi sağlar. Buna göre, belli yüzey alanına sahip anyonik bir membran önce HCl çözeltisi içerisinde doymuş hale gelene kadar bekletilip daha sonra membran yıkanıp NaCl çözeltisi içerisinde asit çözeltisiyle aynı konsantrasyondaki NaOH ile titre edilir. Membran su ile yıkanıp vakum altında kurumaya bırakılır. Kuru ağırlığı ( $W_{kuru}$ ) tartılıp IEC denklemine kullanılır.

$$IEC = \frac{ab}{W_{kuru}} \quad (3)$$

Denklem 3'te a ve b kullanılan NaOH konsantrasyonunu (mol/L) ve hacmini (L) ifade etmektedir.

### 4.6. Filtrasyon İşlemleri

Membran için seçicilik ne kadar önemliyse geçirgenlik değeri de o kadar önemlidir. Her iki değer yüksek olması membran verimliliğinin yüksek olması anlamına gelmektedir ve araştırmalar bu yönde membran üretmek için yoğunlaşmıştır. Geçirgenlik değerinin belirlenmesi için genelde laboratuvar koşullarında dikey akışlı filtrasyon modülü kullanılır. Bir azot tüpü vasıtasıyla besleme çözeltisine basınç uygulanarak sabit basınçta filtre edilen çözelti ağırlığı zamana göre kaydedilir. Aynı işlemler farklı basınçlarda da tekrarlanarak çözeltinin membran boyunca hidrolik geçirgenlik değeri aşağıdaki denklemlerden hesaplanır.

$$J_v = \frac{V_p}{A} \quad (4)$$

$$L_p = \frac{J_v}{\Delta P} \quad (5)$$

Denklem 4 ve 5'deki  $J_v$ , ( $L/m^2.h$ ) çözelti akısını,  $A$ , ( $m^2$ ) membran etkin yüzey alanını,  $V_p$ , ( $L/h$ ) membran kalınlığı boyunca filtre edilen çözeltinin hacimsel debisini,  $\Delta P$ , (bar) transmembran basıncını ve  $L_p$ , ( $L/m^2.h.bar$ ) çözelti hidrolik geçirgenlik değerini ifade etmektedir. Bu değer ticari membranların sınıflandırılmalarında önemli bir özellik olarak bilinir. Ultrafiltrasyon membranları için hidrolik su geçirgenlik değeri  $10-200 L/m^2.h.bar$  arasında değişmektedir. Yüzeyi modifiye edilmiş ve edilmemiş membran için elde edilen  $L_p$  değerleri arasındaki fark yüzeye eklenmiş yeni tabakanın kütle transferine karşı oluşturduğu direnç olarak değerlendirilir. Genellikle LbL metoduyla yüzey modifikasyon sonrası  $L_p$  değişimi ihmal edilebilir seviyelerdedir [16].

#### 4.7. Jel Geçirgenlik Kromatografisi (GPC)

Membranın seçici geçirgen tabakasındaki gözenek çapının deneysel olarak elde edilebileceği bir yöntem olarak GPC cihazı kullanılmaktadır. Farklı molekül büyüklüklerine sahip polietilen glikol (PEG) ile hazırlanmış sulu çözeltilerin membran boyunca sabit bir basınçta geçiş deneyleri yapılır. Ardından, filtre edilen çözeltideki PEG konsantrasyonları GPC cihazı kullanılarak ölçülür. Membrandan geçemeyen PEG değerinin (rejection) %90 ve üzerinde olduğu molekül ağırlığı, membran için molekül ağırlığı ayırma sınır (MWCO) değeridir. Reddedilme değeri Denklem 6 dan hesaplanır.

$$\%reddedilme = \frac{C_i - C_f}{C_i} 100\% \quad (6)$$

Denklem 6'da yer alan  $C_i$  ve  $C_f$  sırasıyla besleme ve filtrat konsantrasyonlarını ifade etmektedir. MWCO değeri bilinen bir membranın gözenek çapının hesaplanabilmesi için, PEG molekül ağırlığıyla dönme yarıçapı arasındaki ilişki kullanılır. Buna göre küresel olarak düşünülen PEG'in 0.2 ile 1200 kDa arasında dönme yarıçapı (cm) aşağıdaki korelasyonla hesaplanır [17].

$$r_{h,PEG} = \left( \frac{3\eta M_{r,PEG}}{4\pi 2.5N_A} \right)^{1/3} \quad (7)$$

Denklem 7'de,  $\eta$  ( $cm^3/g$ ), gerçek viskozite,  $M_{r,PEG}$ , ( $g/mol$ ), PEG molekül ağırlığını,  $N_A$  ( $mol^{-1}$ ) ise avogadro sabitini ifade etmektedir. Denklem 7'de elde

edilen değer membran seçici tabakasının gözenek yarıçapını verir.

Membran gözenek yarıçapı ( $\mu m$ ) filtrasyon sonuçları ve SEM görüntülerini kullanarak modifiye edilmiş Hagen-Poiseuille eşitliğinden Denklem 8'e göre hesaplanabilir [18].

$$r_m = \sqrt{\frac{(2.9 - 1.75\varepsilon) \cdot 8\mu l Q}{\varepsilon \cdot A \cdot \Delta P}} \quad (8)$$

burada,  $\mu$ ,  $l$ ,  $Q$ ,  $A$ ,  $\varepsilon$  and  $\Delta P$  sırasıyla suyun viskozitesini ( $8.9 \times 10^{-4}$  Pa.s), membranın seçici geçirgen katmanın kalınlığını (m), hacimsel debiyi ( $m^3/s$ ), membran etkin yüzey alanını ( $m^2$ ), membran gözenekliliğini ve transmembran basıncı (Pa) ifade eder.

#### 5 Sonuç

Bu çalışmada, ayırma ve saflaştırma işlemlerinde uygun bir şekilde kullanılan filtrasyon membranların üretimi ve karakterizasyonları hakkında bilgi verilmiştir. Yüzey modifikasyonları sayesinde, membranlara hidrofilik karakter kazandırılırken, basınç altında geçirgenliğin artması sağlanmış olmaktadır. Aynı zamanda, biyomakromoleküllerin kararlı bir şekilde uzun süre aktivitelerini koruyabileceği immobilizasyon koşulları sağlanmış olmaktadır. Membran yüzey yük yoğunluğuna göre benzer büyüklükteki proteinlerin ayrıştırılması da mümkün hale gelmektedir. Membran endüstrisi hızlı bir şekilde gelişirken, bu gelişimde ülke olarak bizim de yer almamız gerekmektedir.

#### 6 Referanslar

- [1] Loeb, S.; Sourirajan, S. Seawater Demineralization by Means of an Osmotic Membrane, *Adv. Chem. Ser.* 1963; 38, 117-132.
- [2] Sourirajan, S. Reverse Osmosis and Synthetic Membranes; National Research Council of Canada, Ottawa, Canada, 1977; 598 pp.
- [3] Dorgan, J.R.; Polymer Membranes For Bioseparations. In the Polymer Applications for Biotechnology; Soane, S.D. Edss; Prentice Hall; Englewood Cliffs, New Jersey. 1992; 64-97.
- [4] Ward, R.A.; Feldhoff, P.W.; Klein, E.; Membrane Materials for Therapeutic Applications in Medicine. In the Materials Science of Synthetic Membranes; Lloyd R.D. Eds.; ACS Symposium Series No.269; American Chemical Society; Washington, D.C. 1985; 99-118.

- [5] Hoogeveen, N.G.; Cohen-Stuart, M.A.; Fler, G.J.; Böhner, M.R.; Formation and Stability of Multilayers of Polyelectrolytes; *Langmuir*. 1996; 12, 3675–3681.
- [6] Ladam, G.; Schaad, P.; Voegel, J.C.; Schaaf, P.; Deche, G.R.; Cuisinier, F.; In Situ Determination of the Structural Properties of Initially Deposited Polyelectrolyte Multilayers; *Langmuir*. 2000; 16, 1249–1255.
- [7] Decher, G.; Hong, J.D.; Buildup of Ultrathin Multilayer Films by a Self-Assembly Process, 1 Consecutive Adsorption of Anionic and Cationic Bipolar Amphiphiles on Charged Surfaces; *Macromol. Chem.; Macromol. Symp.* 1991, 46, 321-327.
- [8] Lajimi, R.H.; Abdallah, A.B.; Ferjani, E.; Roudesli, M.S.; Deratani, A.; Change of the Performance Properties of Nanofiltration Cellulose Acetate Membranes by Surface Adsorption of Polyelectrolyte Multilayers; *Desalination*. 2004; 163, 193-202.
- [9] Vipavee, P.; Thomas, J.M.; Stepwise Polymer Surface Modification: Chemistry-Layer-by-Layer Deposition; *Macromolecules*. 1998; 31, 1906-1914.
- [10] Nguyen, Q.T.; Ping, Z.; Nguyen, T.; Rigal, P.; Simple Method for Immobilization of Biomacromolecules onto Membranes of Different Types; *J. Membr. Sci.* 2003; 213, 85-95.
- [11] Smuleac, V.; Butterfield, D.A.; Bhattacharyya, D.; Layer-by-layer-Assembled Microfiltration Membranes for Biomolecule Immobilization and Enzymatic Catalysis; *Langmuir*. 2006; 22, 10118-10124.
- [12] Datta, S.; Cecil, C.; Bhattacharyya, D.; Functionalized Membranes by Layer-by-Layer Assembly of Polyelectrolytes and in Situ Polymerization of Acrylic Acid for Applications in Enzymatic Catalysis. *Ind. Eng. Chem. Res.* 2008; 47, 4586-4597.
- [13] Gabrovska, K.; Georgieva, A.; Godjevargova, T.; Stoilova, O.; Manolova, N.; Poly(acrylonitrile) Chitosan Composite Membranes for Urease Immobilization; *J. Biotechnol.* 2007; 129, 674-680.
- [14] Chen, J.R.; Wakida, T.; Studies on the Surface Free Energy and Surface Structure of PTFE Film Treated with low Temperature Plasma; *J. Appl. Polym. Sci.* 1997; 63, 1733-1737.
- [15] Mahlicli, F.Y.; Altinkaya, S.A.; Yurekli, Y.; Preparation and Characterization of Polyacrylonitrile Membranes Modified with Polyelectrolyte Deposition for Separating Similar Sized Proteins; *J. Membr. Sci.* 2012; 415–416, 383–390.
- [16] Yurekli Y.; Altinkaya S.A.; Catalytic Performances of Chemically Immobilized Urease Under Static and Dynamic Conditions: A Comparative Study; *J. Mol. Catal B: Enzym.* 2011; 71, 36–44.
- [17] Sima, S.L.; Hec, T.; Tscheliessniga, A.; Muellera, M.; Tan, R.B.H.; Jungbauer, A.; Protein Precipitation by Polyethylene Glycol: A Generalized Model Based on Hydrodynamic Radius” *J. Biotechnol.* 2012; 157, 315– 319.
- [18] Huang, J.; Zhang, K.; Wang, K.; Xie Z.; Ladewig, B.; Wang, H.; Fabrication of Polyethersulfone-Mesoporous Silica Nanocomposite Ultrafiltration Membranes with Antifouling Properties” *J. Membr. Sci.* 2012; 423-424, 362-370.



# Çelik Malzemeyle Yapılmış Stadyum Tribün Çatısının Taşıyıcı Sisteme Bağlı Maliyet Karşılaştırılmasının Yapılması

Celalettin Kozanoğlu<sup>1</sup>, Recep SUK<sup>2\*</sup>

<sup>1</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat mühendisliği Bölümü, 45140, Manisa, TÜRKİYE,  
Tel:+90 236 2012301, celal.kozanoğlu@cbu.edu.tr

<sup>2</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat mühendisliği Bölümü, 45140, Manisa, TÜRKİYE,  
Telefon: +90 236 201 2301, recepsuk@hotmail.com

\*İletişimden sorumlu yazar / Corresponding author

Geliş / Recieved: 29 Mayıs (May) 2015

Kabul / Accepted: 1 Eylül (September) 2015

DOI: <http://dx.doi.org/10.18466/cbujos.21274>

## Özet

Bu çalışmada, çelik malzeme ile yapılması planlanan bir stadyum tribün çatısının makaslı ve dolu gövdeli taşıyıcı sistemlerle dizayn edilmesi ve buna bağlı maliyet karşılaştırmaları ortaya konulmaktadır. Ele alınan yapının statik hesapları, Yapı Elemanlarının Boyutlandırılmasında Alınacak Yüklerin Hesap Değerleri (TS498)'de yer alan yükler ve Deprem Bölgelerinde Yapılacak Binalar Hakkında Yönetmelik (DBYBHY-2007)'de yer alan Eşdeğer deprem yükü yöntemi ve mod birleştirme yöntemi kullanılarak yapılmış ve elde edilen sonuçlar karşılaştırılmıştır. Analizlerde Sap 2000 programından yararlanılmıştır. Yapılan karşılaştırma sonucu çelik yapılarda taşıyıcı sistem seçiminin maliyeti önemli derecede etkilediği ortaya konulmuştur.

**Anahtar Kelimeler** – Stadyum, çelik yapı, Makaslı sistem, Dolu gövdeli sistem, maliyet.

## Structural Cost Comparison of Steel Stadium Roof

### Abstract

In this study, that is put forward that designing a steel stadium tribune roof with truss and solid webbed system and comparing related cost. The statical calculation of aforementioned building has been accomplished with design loads taken from Design Loads for Buildings (TS498) and Equivalent seismic load method and mode superposition method taken from Turkish Earthquake Code 2007 (DBYBHY-2007) and the results obtained have been compared. Sap 2000 program has been used in the analyses. As a result of comparison, it is established that choosing load-bearing system in steel constructions affects the cost of structure significantly.

**Keywords** – Stadium, steel Construction Truss system, Solid webbed system, Cost.

### 1 Giriş

Bir yapının taşıyıcı sisteminin belirlenmesinde yapının kullanım amacı, zemin durumu, yapının bulunduğu bölgenin depremselliği, yük durumu, yapının yapılacağı bölge ve o bölgenin kaynakları gibi pek çok faktör etki etmektedir.

Stadyum çatıları, çoğu zaman hem büyük açıklık geçen konsollu yapıları hem de maruz kaldıkları yükler göz önüne alındığında çok büyük iç gerilmelere maruz kalırlar. Bu

bakımdan bu iç kuvvetlere karşı koyacak taşıyıcı sistemlerinin seçimi çok büyük önem kazanmaktadır. Günümüzde gelişen yapı teknolojisi ve bilgisayar yazılımları sayesinde büyük zorlamalara maruz kalan bu yapılar ön germeli, art germeli, betonarme, asma sistemler veya çelik sistemlerle geçilebilmektedir. Bu sistemlerin seçiminde etkili olan en büyük faktör maliyet olmaktadır.

Ülkemizde ve Dünyada stadyum çatılarına bakıldığı zaman genellikle çelik yapıların tercih edildiği görülmektedir. Bunun başlıca sebebi çelik malzemenin dış yüklere karşı yüksek dayanımının yanında dizaynda bol miktarda çeşitliliğe olanak sağlamasıdır. Bu sebepten dolayı statik açıdan problem oluşturmayan doğru geometrinin seçilmesi çoğu zaman maliyette büyük avantajlar sağlayabilmektedir.

Bu çalışmada, çelik stadyum çatısı hem makaslı hem de dolu gövdeli olarak tasarlanmıştır. Zati ,kar, ve rüzgar yükleri TS498'de belirtildiği gibi deprem yükleri ise DBYBHY-2007'e uygun olarak alınmıştır. Yapı elemanlarında oluşan gerilmeler ve deplasman değerleri Sap2000 programı yardımıyla hesaplanmıştır[1,2,3].

Çelik yapının maliyetinin hesaplanmasında Çevre ve Şehircilik Bakanlığı 2015 yılı yapı işleri inşaat birim fiyat tarifleri eki fiyat listesinde yer alan Y.23.101 poz numaralı birim fiyat analiz ve yapım şartları esas alınmıştır. Y.23.101 numaralı poz uyarınca, her çeşit profil, çelik çubuk, çelik, saçlarla projesine göre her yükseklik ve açıklıkta karkas inşaat yapılması, parçaların perçin, bulon ve kaynakla eklenmesi, bütün aksamın yerine monte edilmesi, her türlü malzeme ve zayiatı, inşaat yerindeki yükleme, yatay ve düşey taşıma, taşıyıcı iskele veya kaldırma tertibatı, boşaltma, işçilik, müteahhit genel giderleri ve kârı dâhil, (boya bedeli hariç) yapılması ve yerine konulması, 1 kilogram fiyatı: yaklaşık 4tl dir [9].

## 2 Yapı Hakkında Bilgi

Maliyet karşılaştırmalarını yapmak üzere makaslı ve dolu gövdeli taşıyıcı sisteme ait iki çelik stadyum çatısı incelenmiştir. Yapı yarım daire formunda 22 m konsol uzunluğuna sahip, 22 m yüksekliğinde, 5 açıklıklı ,her bir açıklık arası 8m olan X yönünde alt ucu zemine ve konsol başlangıç noktasından serbest mesnetle bağlı, Y yönünde merkezi çaprazlı bir sistemden oluşmaktadır.

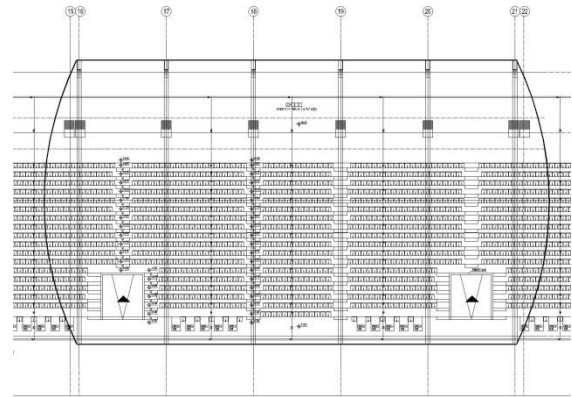
Makaslı ve dolu gövdeli sistemde, X yönündeki ana taşıyıcı konsollar yekpare

elemanlar olarak düşünülmüştür, fakat boyutları taşıma ve montaj için çok büyük olduğu için belli bölgelerde moment aktaran ekler oluşturulmalıdır. Y yönünde bulunan tüm çaprazlar moment aktarmayan birleşim araçları kullanılarak bağlanmıştır. Her bir konsol taşıyıcı ayağının orta noktasında bulunan kolon ile çatı birleşimi moment aktaracak şekilde düşünülmüştür. Makaslı Sistemde, makas aralarındaki tüm elemanlar mafsallı olarak düşünülmüştür.

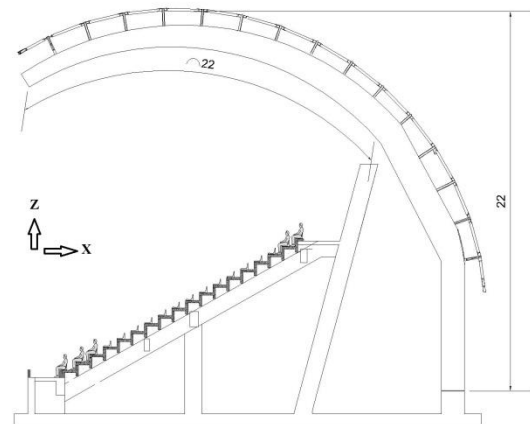
Yapının yapılacağı bölgenin depremselliği, zemin durumu ,denizden yüksekliği ile ilgili bilgiler aşağıdaki gibidir.

Deprem bölgesi =1  
Zemin sınıfı =Z3  
Yapının denizden yüksekliği =300 m

Tüm Çelik yapı elemanlarında St 37 çeliği kullanılmıştır. Yapının plan ve kesit görünüşü aşağıdaki gibidir. Global eksen takımı Şekil 2'de gösterilmiştir.



Şekil 1. Stadyum tribün çatısı plan görünüşü



Şekil 2. Stadyum tribün çatısı kesit görünüşü

### 3 Yapıya Etki Eden Yükler

#### 3.1 Zati Yükler

Stadyum çatısını oluşturan tüm çelik elemanlar ve birleşim elemanları zati yük olarak alınmıştır. Çelik birleşim elemanlarının ağırlığı tüm yapı ağırlığının %10'u olduğu kabul edilmiştir. Kaplama olarak membran kullanıldığından kaplama yükü  $0,10 \text{ kN/m}^2$  olarak alınmıştır.

#### 3.2 Hareketli Yükler

Hareketli yükler, yapı elemanlarına zaman zaman etkiyen ve yer değiştiren yüklerdir[2]. Stadyum çatılarına etkiyen en önemli hareketli yüklerden biri kar yüküdür. Kar yükleri yapının bulunduğu bölgenin meteorolojik ve coğrafi şartlarına bağlıdır[2].

Kar yüklerinin ( $p_k$ ) hesaplanmasında aşağıdaki denklemler kullanılır.

$$P_k = m \times p_{k0} \quad (3.1)$$

Burada,  $m = 1 - \frac{\alpha - 30^\circ}{40^\circ}$   $\alpha = \text{çatı eğimi}$ ,  $30^\circ$  den az eğimli çatılarda  $m=1$  alınır.

TS EN 1991-1-4'de tarif edilen Çift eğimli Sundurma çatı çözümünden yola çıkılarak, Kıırma çatıya benzetilen stadyum çatının her iki taraftaki eğimi  $\alpha = 23^\circ$  olarak hesaplanmıştır [12]. (Şekil 4),  $\alpha = 30^\circ$  'nin altında olduğu için  $m=1$ , yapının denizden yüksekliği 300 m ve 1. Bölgede yer almasından dolayı  $p_{k0} = 0,75 \text{ kN/m}^2$  alınmıştır.(TS498 Çizelge 4)

$P_k = m \times p_{k0}$  formülünden,

$P_k = 1 \times 0,75 = 0,75 \text{ Kn/m}^2$  olarak alınmıştır.



Şekil 3. Kar yükünden dolayı çökmüş stadyum çatısı

#### 3.3 Rüzgar Yükleri

Rüzgar yükü hesabı yapının geometrisine bağlıdır. Basınç, emme ve Sürtünme etkileri

birleştirilerek hesaba alınır. Bir yapının bütününde rüzgar yükü bileşkesinin büyüklüğü [2];

$$W = C_f \cdot q \cdot A \quad \text{kN} \quad (3.2)$$

Formülü ile bulunur.

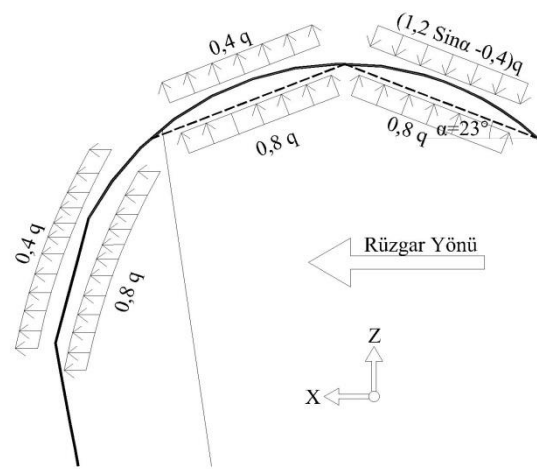
Burada;

$C_f =$  Aerodinamik yük katsayısı

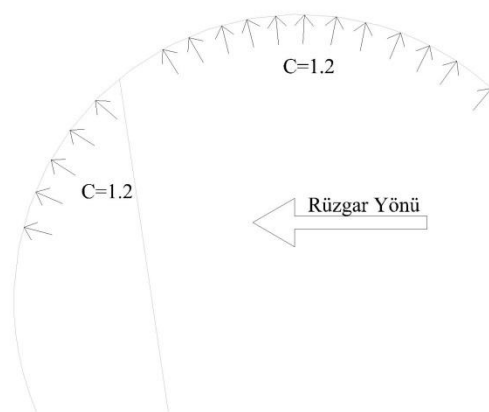
$q =$  (Emme hız basıncı)  $\text{Kn/m}^2$

$A =$  Etkilenen yüzey alanı,  $\text{m}^2$

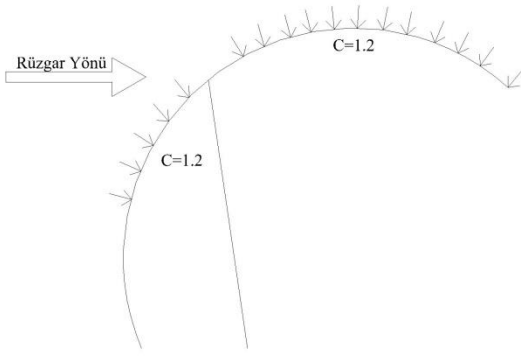
$C_f =$ Yük katsayısı'nın belirlenmesi yapı geometrisine ve rüzgar esiş yönüne bağlıdır.



Şekil 4. Stadyum çatısı için ( $C_f$ ) kat sayısı gösterimi [8].



Şekil 5. Rüzgar yönü saha içerisinden tribüne doğru



**Şekil 6.** Rüzgar yönü saha dışarısından tribüne doğru

Yapının şekline ve rüzgar yönüne bağlı olarak  $C_f$  katsayıları, Şekil 5'deki gibi rüzgarın saha içerisinden tribüne doğru esme durumunda iç tarafta oluşan basınç ve dış tarafta oluşan emme toplanarak  $C_f=0,8+0,4=1,2$  olarak hesaplanmıştır. Şekil 6'daki gibi rüzgarın saha dışarısından tribüne doğru esme durumunda ise  $C_f=0,4+0,8=1,2$  olarak hesaplanmıştır. Eğimli çatıya benzetilmiş olan yüzeyler de rüzgarın ilk eğimli yüzeye temas ettiği kısımda  $C_f=(1,2 \sin\alpha-0,4)$  değeri kadar basınç veya emme oluşmaktadır.  $\alpha=23^\circ$  için,  $C_f=1,2 \times \sin 23 - 0,4=0,069$  olarak hesaplanır. Fakat rüzgarın saha dışından esmesi durumunda aynı yüzeyde  $C_f=0,4$  kadar emme oluşmaktadır. Emniyetli tarafta kalmak için x yönünde esen rüzgar için eğimli yüzeylerde  $C_f=0,4$  emme olarak kabul edilmiştir. Bu bölgelerde toplam  $C_f=0,8+0,4=1,2$  olarak alınmıştır. Rüzgarın y yönünde esmesi durumunda  $C_f$  katsayıları daha olumsuz bir durum oluşturmayacaktır.

**Çizelge 1.** Yüksekliğe bağlı olarak rüzgar hızı ve emme [2].

Zeminden Yükseklik m	Rüzgar Hızı V m/s	Emme q Kn/m <sup>2</sup>
0-8	28	0,5
9-20	36	0,8
21-100	42	1,1
>100	46	1,3

Yapının zeminden yüksekliği yaklaşık 20 m olmasından dolayı Çizelge 1'den  $q=0,8$  kN/m<sup>2</sup> olarak alınır.

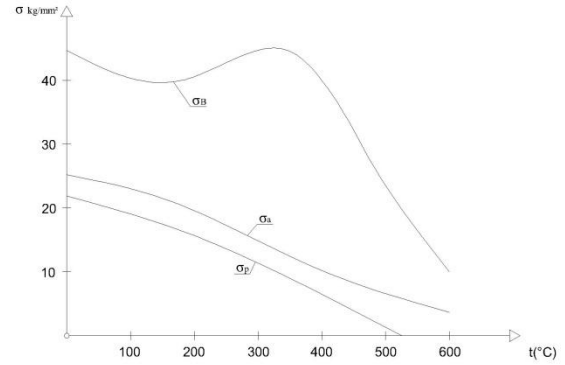
Rüzgar yükleri aşıklara yayılı yük olarak atanmıştır. İki aşık arası mesafe 2,5 m ise, bir aşığa gelen rüzgar yükü ortalama, denklem (3.2)'den  $W=1,2 \cdot 0,8 \cdot 2,5=2,4$  kN/m olarak hesaplanır.

### 3.4 Aydınlatma Yükleri

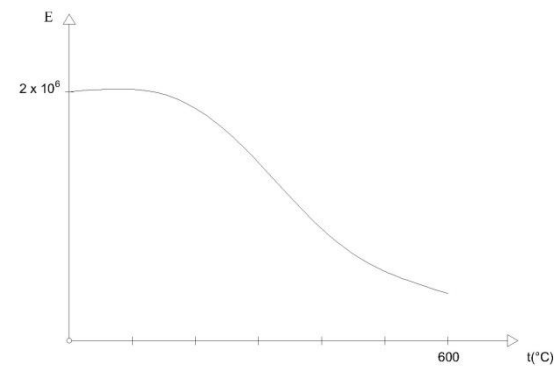
Stadyum yapılarında aydınlatma ekipmanlarının bir kısmı çatılara yerleştirildiğinden, aydınlatma yükleri ölü yük olarak alınmıştır. Aydınlatma yükü çatı uç bölgesi boyunca 0,5 kN/m olarak alınmıştır.

### 3.5 Isı Farklılıkları

Çelik malzemesinde, ısı yükseldikçe mukavemetinde ve elastik modülünde hızlı düşüşler görülür [4].



**Şekil 7.** Gerilme - Sıcaklık ilişkisi [4].



**Şekil 8.** Elastisite modülü - Sıcaklık ilişkisi [4].

Çelik iyi bir ısı ileticisi olduğundan, ısı nedeniyle mukavemeti zayıflayan bölge hızla yayılır. Bu sebepten dolayı sıcaklık ve ısı farklılıkları çelik yapıda hesaba katılmıştır [4].



Yapının yapılacağı ilde yaşanan hava koşulları göz önüne alınarak, en yüksek sıcaklık 30° ve en düşük sıcaklık -1 ° olarak ölçülmüştür. ısı farklılığı 31° olarak alınmıştır.

### 3.6 Deprem Yükleri

Binaların ve bina türü yapıların deprem hesabında kullanılacak yöntemler Eşdeğer Deprem Yüğü Yöntemi, Mod Birleştirme Yöntemi ve Zaman tanım Alanında hesap yöntemleridir. Verilen yöntemler, tüm binaların ve bina türü yapıların deprem hesabında kullanılabilir[1].

Deprem yükleri, DBYBHY-2007 madde 2.8.5'e göre eşdeğer ve mod birleştirme yöntemlerine göre hesaplanıp, taban kesme kuvvetleri dengelenecektir. Yapının dizaynı mod birleştirme yöntemine göre yapılacaktır.

#### 3.6.1. Eşdeğer deprem yöntemi

$$V_t = W \cdot S(T) \cdot A_0 \cdot I / R \quad (3.3)$$

Burada,

- $V_t$  = Taban kesme kuvveti.  
 $W$  = Yapı ağırlığı  
 $S(T)$  = Spektrum katsayısı.  
 $A_0$  = Etkin yer ivmesi katsayısı.  
 $I$  = Bina Önem katsayısı.  
 $R$  = Taşıyıcı sistem davranış katsayısı.

$W$  yapı ağırlığı;

$$W = g + n \cdot q \quad (3.4)$$

Denklemlerle hesaplanmaktadır.  $g$ , yapının zati ağırlığı ve ölü yükler toplamıdır.

**Çizelge 2.** Hareketli yük katılım katsayısı ( $n$ ) [1].

Binanın Kullanım Amacı	$n$
Depo, antrepo, vb.	0.80
Okul, öğrenci yurdu, spor tesisi, sinema, tiyatro, konser salonu, garaj, lokanta, mağaza, vb.	0.6
Konut, işyeri, otel, hastane, vb.	0.3

Çizelge 3'den spor tesisleri için hareketli yük katılım katsayısı  $n=0,6$  olarak alınır.

$W = g + 0,6q = 408,9557$  ton bulunur.

Spektrum katsayısı  $S(T)$ , yerel zemin koşullarına ve bina doğal periyodu  $T$ 'ye bağlı olarak aşağıdaki gibi hesaplanır[1].

$$S(T) = 1 + 1.5 T / T_A \quad (0 \leq T \leq T_A) \quad (3.5)$$

$$S(T) = 2.5 \quad (T_A < T \leq T_B) \quad (3.6)$$

$$S(T) = 2.5 (T_B / T)^{0.8} \quad (T_B < T) \quad (3.7)$$

$$T_1 = 2\pi \left( \frac{\sum_{i=1}^N m_i d_{fi}^2}{\sum_{i=1}^N F_{fi} d_{fi}} \right)^{1/2} \quad (3.8)$$

Doğal titreşim periyodu ( $T$ ), denklem (3.8) aracılığı ile

$$T_x = 0,2397 \text{ sn}$$

$$T_y = 0,8280 \text{ sn} \text{ olarak bulunmuştur.}$$

**Çizelge 3.** Spektrum karakteristik periyotları ( $T_A, T_B$ ) [1].

Yerel zemin sınıfı	$T_A$ (saniye)	$T_B$ (saniye)
Z1	0.10	0.30
Z2	0.15	0.40
Z3	0.15	0.60
Z4	0.20	0.90

Yapının yerel zemin sınıfı Z3 olduğu için  $T_A=0,15$   $T_B=0,60$  olarak alınmıştır.

$T_x=0,2397$  sn ve  $T_A < T_x < T_B$  olduğundan, denklem (3.6)'dan  $S(T) = 2,5$  olarak bulunur.

$T_y=0,8280$  sn. ve  $T_B < T_y$  olduğundan Denklem (3.7)'den  $S(T) = 2,5 \cdot (0,60/0,8280)^{0.8} = 1,932$  olarak bulunur.

**Çizelge4.** Etkin yer ivmesi katsayısı ( $A_0$ ) [1].

Deprem Bölgesi	$A_0$
1	0,40
2	0,30
3	0,20
4	0,10

Yapının Yapıldığı bölge 1. Derece deprem bölgesinde yer aldığından dolayı  $A_0=0.40$  olarak alınmıştır.

**Çizelge 5.** Bina önem katsayısı (I) [1].

Bina kullanım amacı veya türü	Bina önem katsayısı (I)
<b>3. İnsanların kısa süreli ve yoğun olarak bulunduğu binalar</b> Spor tesisleri, sinema, tiyatro ve konser salonları, vb.	1.2

Spor tesisleri için Bina önem katsayısı (I)=1,2 alınmıştır.

Yapının Süneklik düzeyi;

Birinci ve ikinci deprem bölgelerinde, bina önem katsayısı  $I = 1,2$  ve  $I=1$  olan çelik binalarda  $H_N \leq 16$  m olmak koşulu ile, sadece süneklik düzeyi normal çerçevelerden oluşan taşıyıcı sistemler kullanılabilir. Bu koşul dışında kalan çelik binalarda süneklik düzeyi yüksek kabul edilecektir[1].

Taşıyıcı sistem davranış katsayısı (R);

Her iki yönü de süneklik düzeyi yüksek olarak kabul edilen yapıda taşıyıcı sistem davranış katsayısı (R) aşağıdaki gibi belirlenmiştir.

Ele alınan stadyum çatısı x yönünde, *DBYBHY-2007 Tablo 2.5*. Çelik yapılar için Taşıyıcı sistem davranış katsayısı (R)'de belirtildiği gibi, "Deprem yüklerinin tamamının, üstteki bağlantıları mafsalı olan kolonlar tarafından taşındığı tek katlı binalar" gibi düşünülebilir[1]. Bu duruma bağlı olarak Süneklik düzeyi yüksek sistemler için x yönünde, taşıyıcı sistem davranış katsayısı  $R=4$  alınmıştır.

y yönde deprem yüklerinin tamamı çaprazları merkezi sistemle taşındığı süneklik düzeyi yüksek binalar için  $R=5$  alınmıştır. [1].

$V_t = W.S(T).A_0.I/R$  formülünden,

$$V_{tx} = 408,955.2,5.0,4.1,2/4 = 122,69 \text{ Ton.}$$

$$V_{ty} = 408,955.1,932.0,4.1,2/5 = 75,85 \text{ Ton.}$$

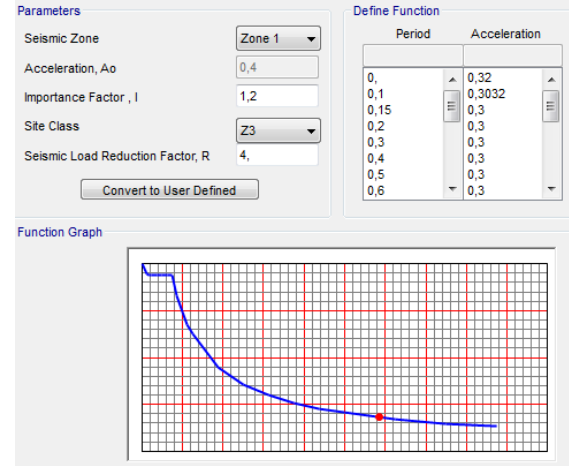
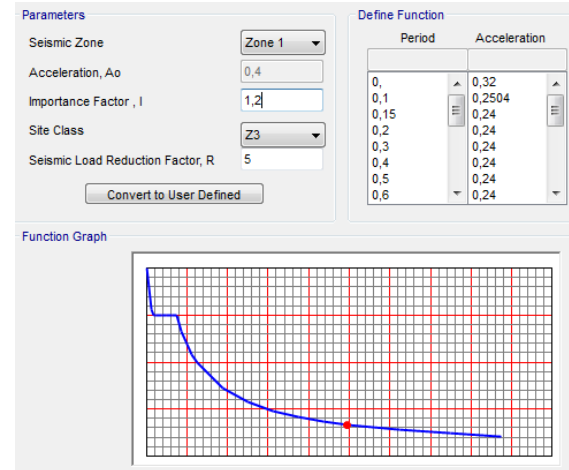
Olarak hesaplanmıştır.

### 3.6.2. Mod Birleştirme Yöntemi

Bu yöntemde maksimum iç kuvvetler ve yer değiştirmeler, binada yeterli sayıda doğal

titreşim modunun her biri için hesaplanan maksimum katkıların istatistiksel olarak birleştirilmesi ile elde edilir[1].

Modal analiz için sap 2000 programında tanımlanmış olan "response spectrum TSC-2007" modülü kullanılmıştır.

**Şekil 9.** X yönü için ivme spektrumu [3].**Şekil 10.** Y yönü için ivme spektrumu [3].

$R=4'$  için Şekil 9,  $R=5'$  için Şekil 10 kullanılmıştır.

Hesaba katılması gereken yeterli titreşim modu sayısı, y, göz önüne alınan birbirine dik x ve y yatay deprem doğrultularının her birinde, her bir mod için hesaplanan etkin kütlelerin toplamının hiçbir zaman %90'ından daha az olmaması gerekmektedir[1].

$$\sum_{n=1}^Y M_{xn} = \sum_{n=1}^Y \frac{L_{xn}^2}{M_n} \geq 0.90 \sum_{i=1}^N m_i$$

$$\sum_{n=1}^Y M_{yn} = \sum_{n=1}^Y \frac{L_{yn}^2}{M_n} \geq 0.90 \sum_{i=1}^N m_i \quad (3.9)$$

Mod birleştirme yöntemine göre elde edilen taban kesme kuvvetleri;

$V_{bx}=20,176$  ton.

$V_{ty}=8,40$  ton.

Mod birleştirme yönteminde elde edilen değerler, eşdeğer deprem yöntemine kıyasla çok küçük çıkmıştır. Eşdeğer taban kesme kuvvetleri ile mod birleştirme taban kuvvetlerinin dengelenmesi aşağıdaki gibi yapılacaktır.

Göz önüne alınan deprem doğrultusunda, bina toplam deprem yükü  $V_{tB}$ 'nin, eşdeğer deprem yükü yönteminde bina toplam deprem yükü  $V_t$ 'ye oranının aşağıda tanımlanan  $\beta$  değerinden küçük olması durumunda ( $V_{tB} < \beta V_t$ ), Mod Birleştirme yöntemine göre bulunan tüm iç kuvvet ve yer değiştirme büyüklükleri, Denk.(3.10)'e göre büyütülecektir[1].

$$B_D = \frac{\beta V_t}{V_{tB}} B_B \quad (3.10)$$

A1, B2 veya B3 türü düzensizliklerden en az birinin binada bulunması durumunda Denk.(10)'da  $\beta=0.90$ , bu düzensizliklerden hiçbirinin bulunmaması durumunda ise  $\beta=0.80$  alınacaktır[1].

Yapıda A1 Düzensizliğinin araştırılması; Birbirine dik iki deprem doğrultusunun herhangi biri için, herhangi bir katta en büyük görelî kat ötelenmesinin o katta aynı doğrultudaki ortalama görelî ötelenmeye oranını ifade eden burulma düzensizliği kat sayısı  $\eta_{bi}$ 'nin 1,2 den büyük olması durumu.  $\eta_{bi}=(\Delta i)_{max}/(\Delta i)_{ort} >1,2$ . Görelî kat ötelenmelerinin hesabı  $\pm\%5$  ek dış merkezlilik etkileride göz önüne alınarak yapılmıştır[1].

$$\eta_{bi}=(\Delta i)_{max}/(\Delta i)_{ort} >1,2 \quad (3.11)$$

X yönü için;

$$(\Delta i)_{max}=0,009452 \text{ m}$$

$$(\Delta i)_{min}=0,008776 \text{ m}$$

$$(\Delta i)_{ort}=0,009114 \text{ m}$$

$$\eta_{bi}=0,009452/0,009114=1,03 < 1,2$$

Y yönü için;

$$(\Delta i)_{max}=0,000157 \text{ m}$$

$$(\Delta i)_{min}=0,00144 \text{ m}$$

$$(\Delta i)_{ort}=0,0001505 \text{ m}$$

$$\eta_{bi}=0,000157/0,0001505=1,04 < 1,2$$

A1 Düzensizliği yoktur.

B2 Düzensizliğinin araştırılması;

Birbirine dik iki deprem doğrultusunun herhangi biri için, herhangi bir i'inci kattaki ortalama görelî kat ötelenmesi oranının bir üst veya bir alt kattaki ortalama görelî kat ötelenmesi oranına bölünmesi ile tanımlanan Rijitlik Düzensizliği Katsayısı;

$$\eta_{ki}=(\Delta i/h_i)_{ort}/(\Delta_{i+1}/h_{i+1})>2.0 \quad (3.12)$$

veya

$$\eta_{ki}=(\Delta i/h_i)_{ort}/(\Delta_{i-1}/h_{i-1})>2.0 \quad (3.13)$$

Görelî kat ötelenmelerinin hesabı  $\pm\%5$  ek dış merkezlilik etkileri de göz önüne alınarak yapılmıştır[1]. Tek katlı yapıda B2 düzensizliği yoktur.

B3 Düzensizliği araştırılması;

Söz konusu yapıda, taşıyıcı sistemin düşey elemanlarının (kolon veya perdelerin) bazı katlarda kaldırılarak kirişlerin veya guseli kolonların üstüne veya ucuna oturtulması, yada üst kattaki perdelerin altta kolonlara oturtulması durumu olmadığı için B3 düzensizliği yoktur.[1].

Yapıda, A1,B2, veya B3 düzensizliklerinden hiçbirini bulunmadığı için  $\beta=0.80$  alınmıştır.

Mod birleşmede kullanılacak taban keme kuvvetleri Eşdeğer deprem yükünün  $\%80$ ' i olacak şekilde aşağıdaki gibi hesaplanmıştır.

Buna göre, x yönünde,  $V_{tB} = 122,69$  ton olarak bulunmuştur. Bu değer denklem (3.10)'da belirtildiği gibi dengelenerek  $122.67 \times 0,80 = 98,136$  ton. Olarak hesaplanmıştır.

y yönünde,  $94,81 \times 0,80 = 75,848$  ton olarak hesaplanmıştır.

Sap 2000 programında hesaplanan, mod birleştirme yöntemine ait taban kesme kuvvetleri artırılarak yukarıda hesaplanan değerlere yaklaştırılmıştır. Ayrıca kütle katılım oranı %90'ın üzerinde olacak şekilde mod sayısı düzenlemiştir.

#### 4 Kombinasyonlar

Kombinasyonlar, yapının maruz kalacağı en olumsuz durumlar göz önüne alınarak aşağıdaki gibi yapılmıştır.

##### Düşey Yük Birleşimleri

$$G+Q \quad (4.1)$$

$$G+1s1 \quad (4.2)$$

##### Düşey yük + Deprem Birleşimleri

$$G+Q \pm E_{x1} \pm 0,3E_y \quad (4.3)$$

$$G+Q \pm E_{x2} \pm 0,3E_y \quad (4.4)$$

$$G+Q \pm 0,3E_x \pm E_{y1} \quad (4.5)$$

$$G+Q \pm 0,3E_x \pm E_{y2} \quad (4.6)$$

$$0,9G \pm E_{x1} \pm 0,3E_y \quad (4.7)$$

$$0,9G \pm E_{x2} \pm 0,3E_y \quad (4.8)$$

$$0,9G \pm 0,3E_x \pm 0,3E_{y1} \quad (4.9)$$

$$0,9G \pm 0,3E_x \pm 0,3E_{y2} \quad (4.10)$$

##### Düşey yük + Rüzgar birleşimleri

$$G+Q \pm W_x \quad (4.11)$$

$$G+Q \pm W_y \quad (4.12)$$

$$0,9G \pm W_x \quad (4.13)$$

$$0,9G \pm W_y \quad (4.14)$$

Burada,

G = Sabit yüklerden oluşan iç kuvvetler.

Q = Hareketli yüklerden oluşan iç kuvvetler.

$E_{x1}, E_{x2} = (x)$  Doğrultusunda kat kütle merkezinin, bu doğrultuya dik doğrultudaki bina genişliğinin +%5'i ve -%5'i kadar kaydırılması ile belirlenen noktalara uygulanan deprem yüklerinden oluşan iç kuvvetler.

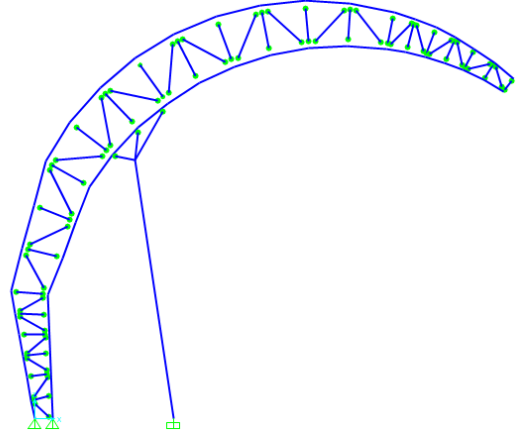
$E_{y1}, E_{y2} = (y)$  Doğrultusunda kat kütle merkezinin, bu doğrultuya dik doğrultudaki bina genişliğinin +%5'i ve -%5'i kadar kaydırılması ile belirlenen noktalara uygulanan deprem yüklerinden oluşan iç kuvvetler.

$W_x, W_y =$  Sırasıyla (x) ve (y) doğrultularındaki rüzgar yüklerinden oluşan iç kuvvetlerdir[11].

## 5 Taşıyıcı Sistem Dizaynı

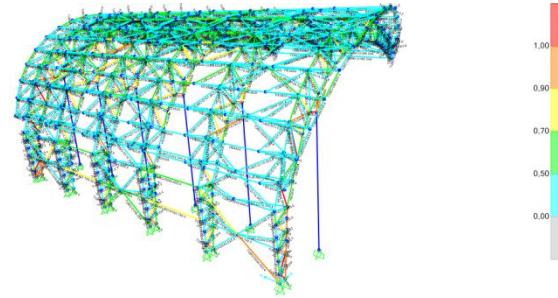
### 5.1 Makaslı Sistem Dizaynı

Yapının taşıyıcı sistemini oluşturan dairesel kolonlar Şekil 11'de görüldüğü gibi makaslı tasarlanmıştır. Makasın iç kısmındaki elemanlar mafsalı olarak teşkil edilmiştir.



Şekil 11. Makaslı sistem taşıyıcı kolon

Makaslı sistem gerilme ve deplasmanları, bölüm 3'de bahsedilen yükler, ve bölüm 4'de yer alan kombinasyonlar kullanılarak Sap 2000 programında analiz edilmiştir. Dizayn kodu olarak AISC-ASD89 kullanılmıştır. Gerilme sonuçları Şekil 12'de verilmiştir.



Şekil 12. AISC-ASD89'a göre gerilme dağılımı

Gerilmelerin 1'in altında olduğu görülmektedir.

Konsol uç deplasmanları için British National Annex 1993-1-1 den faydalanılmıştır. Buna göre, konsol ucunda düşey ve yatay deplasman limiti, Değişken yükler altında L/180, ayrıca sabit yükler altında ise yine L/180 olarak kabul edilmiştir[6].

$$L/180 \quad (5.1)$$

Burada, L konsol boyudur.

L : 2200 cm

Deplasman limiti :  $2200 / 180 = 12,22$  cm dir.

Yatay Deplasman limitleri, DBYBHY-2007, madde 2.10 a göre belirlenmiştir.

$$\Delta_i = d_i - d_{i-1} \quad (5.2)$$

Burada  $\Delta_i$ , ardaşık iki kat arasındaki yer değiştirme farkını ifade eden azaltılmış görelî kat ötelenmesidir.  $d_i$  ve  $d_{i-1}$ , her bir deprem doğrultusu için  $i$ 'inci ve  $(i-1)$ 'inci katlarında herhangi bir kolon veya perdenin uçlarında azaltılmış deprem yüklerine göre hesaplanan yatay yer değiştirmeleri göstermektedir.

$$\delta_i = R \Delta_i \quad (5.3)$$

Burada  $\delta_i$ , her bir deprem doğrultusu için binanın  $i$ 'inci katındaki kolon veya perdeler için etkin görelî kat ötelenmesidir.

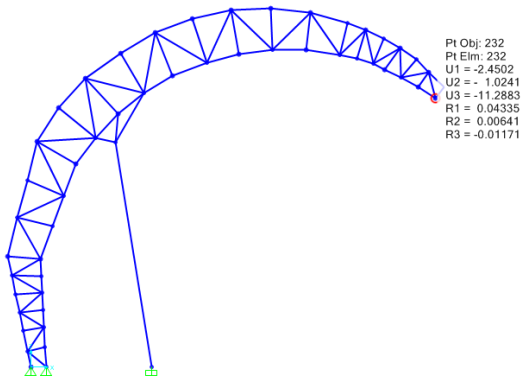
$$\frac{(\delta_i)_{\max}}{h_i} \leq 0.02 \quad (5.4)$$

$h_i = 2200$  cm,  $R = 5$

$\Delta$  limit =  $2200 \times 0,02 / 5 = 8,8$  cm

Denklem (5.4)'de verilen koşulun binanın herhangi bir katında sağlanmaması durumunda, taşıyıcı sistemin rijitliğini arttırarak deprem hesabı tekrarlanacaktır.

Şekil 13'de yapının yapının y yönündeki deplasmanı  $U_2 = 1,024$  cm,  $\Delta$  limit=8,8 cm'den küçük olduğu için uygundur.



Şekil 13. Deplasman değerleri

Makaslı sistem için yapılan analiz sonrasında gerilmelerin ve deplasman değerlerinin uygun olduğu görülmüştür.  $U_3$  düşey deplasman değeri 11,28 cm sınır değeri olan 12,22 cm ye çok yakındır.

## 5.2 Dolu Gövdeli Sistem Dizaynı

Bu bölümde sistemdeki aşklar ve yükler değişmeden, sadece ana taşıyıcı kolonlar dolu gövdeli olarak dizayn edilecektir. Kolon kesitlerinin değişken olmadığı kabul edilecektir.

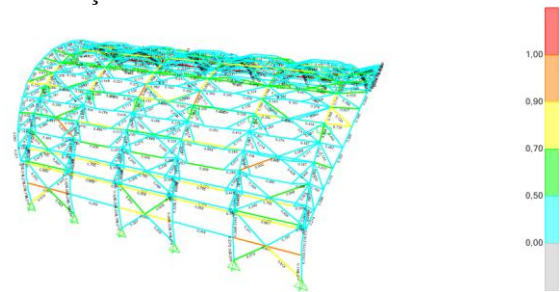
Deprem yükü hesabı sistemin ağırlığına bağlı olduğu için, taban kesme kuvvetleri yeniden hesaplanmıştır.

Dolu gövdeli makas dizaynında, deplasmanlar makaslı sistemin deplasmanı ile yakın olacak şekilde dizayn edilmiştir.

En uygun Profilin tespitinin yapılabilmesi için gerilme ve deplasmana bağlı denemeler yapılmıştır.

I 1300/500/50 yapma profilin gerilme ve deplasman hesapları,

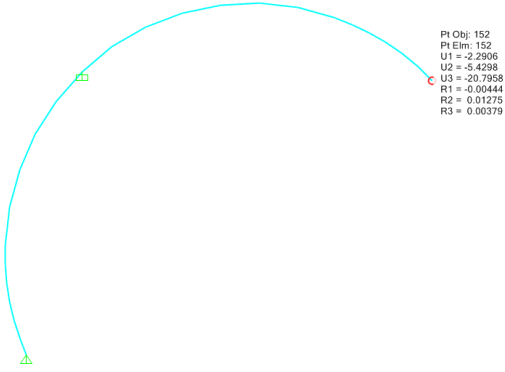
Bölüm 4'de belirtilen kombinasyonlar altında sap 2000 programında statik hesabı yapılan sistemin gerilme dağılımı şekil 14'de verilmiştir.



Şekil 14. 1300/500/50 Profiline göre gerilme dağılımı

Şekil 14'de gerilme dağılımı 1' in altında olduğu görülmektedir.

I 1300/500/50 profili kullanılan sistemde deplasman değerlerinin araştırılması,

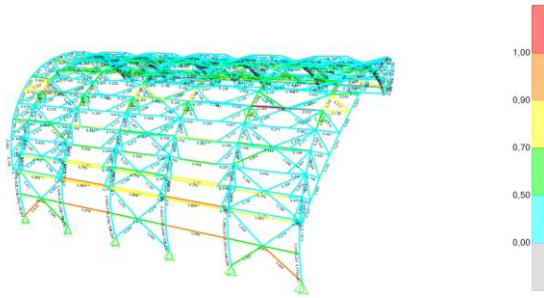


Şekil 15. 1300/500/50 Profiline deplasman

Konsolda oluşan deplasman  $U_3 = 20,79$  cm olduğu görülmektedir. Bu değer Sınır değer olan  $L/180$ ,  $2200/180 = 12,22$  cm den fazla olduğu görülmektedir.

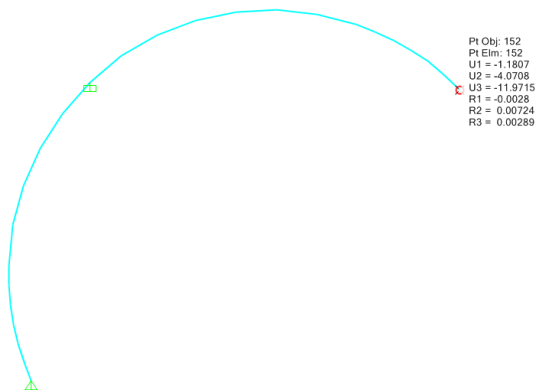
Deplasman değerinin düşürülebilmesi için profil kalınlaştırma yoluna gidilmiştir.

I 1500/500/50 profilli kullanılarak gerilmeler ve deplasmanlar kontrol edilecektir.



Şekil 16. 1500/500/50 Profiline Göre gerilme dağılımı

Şekil 16'ya göre I 1500/500/50 yapma profilinde gerilmelerin 1'in altında olduğu görülmektedir.



Şekil 17. 1500/500/50 Profiline deplasman

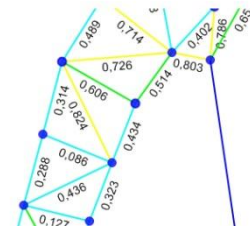
Konsolda oluşan deplasman  $U_3 = 11,97$  cm olduğu görülmektedir. Bu değer Sınır değer olan  $L/180$ ,  $2200/180 = 12,22$  cm den az

olmasından dolayı uygun olduğu görülmektedir.

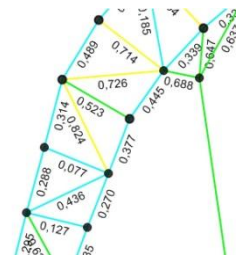
## 6 Yapının Farklı Bir Koşulda Analiz Edilmesi Durumu

Ele alınan yapı, zemin sınıfı "Z3" ve 2. Dereceden deprem bölgesi için analiz edilmiş ve zemin sınıfının "Z3" olduğu 1. Derece deprem bölgesi durumuyla kıyaslanmıştır.

2. Derece deprem bölgesinin seçilmesi durumunda özellikle depremleri kombinasyonlardan etkilenen çubukların gerilmelerinde bir miktar düşüş olduğu görülmüştür. Bunun başlıca sebebi 2. Derece deprem bölgelerinde etkin yer ivme katsayısı ( $A_0$ ) = 0,30 olarak alınmasıdır.  $A_0$  değerine bağlı olarak taban kesme kuvveti ve yapıya etkileyen toplam deprem yükü azalmaktadır. Deplasman değerleri kontrol altında tutulmak şartıyla gerilme değerleri düşen elemanların kesitleri düşürülerek maliyet bir miktar daha düşürülebilmektedir.



Şekil 18. 1.Derece deprem bölgesinde oluşan gerilme dağılımı



Şekil 19. 2.Derece deprem bölgesinde oluşan gerilme dağılımı

Şekil 18 ve 19'da aynı elemanların farklı zeminlerdeki gerilmeleri görülmektedir.

## 7 Bulgular

Ele alınan yapıda, yapılan dizayn sonucunda makaslı ve dolu gövdeli sisteme ait çelik miktarları ve 2015 birim fiyatlarına göre maliyetleri aşağıdaki tabloda verilmiştir.

**Çizelge 6.** Makaslı sistemde tonaja bağlı maliyet

Çelik Türü	Çelik Ağırlığı (Kg)	2015 (Malzeme + İşçilik Birim Fiyat) (TL)	Fiyat (TL)
St 37	89388	4	357.552

**Çizelge 7.** Dolu Gövdeli sistemde tonaja bağlı

Çelik Türü	Çelik Ağırlığı (Kg)	2015 (Malzeme + İşçilik Birim Fiyat) (TL)	Fiyat (TL)
St 37	271093	4	1.084.372

Makaslı ve dolu gövdeli sistemlerle yapılan hesaplar sonucunda, makaslı sistemin maliyet fiyatı 357.552 tl, dolu gövdeli sistemin fiyatı 1.084.372 tl olarak bulunmuştur. Dolu gövdeli sistemin maliyet fiyatı yaklaşık 3 kat daha fazla olduğu görülmüştür.

Bu fiyatlar, çelik yapının yapılacağı bölgeye göre de değişiklik göstermektedir. Çeliğin kolay temin edildiği bölge veya ülkelerde çelik yaygın olarak kullanıldığı için daha zor temin edilen bölgelere kıyasla daha ucuza temin edilebilmektedir.

## 8 Sonuçlar

Bu çalışmada, 22 m'lik konsol boyu ve yükleriyle büyük gerilmelere maruz kalan bir çelik stadyum çatısından yola çıkılarak, çelik yapılarda seçilen taşıyıcı sisteme bağlı maliyetin ne derece önemli olduğu ortaya konulmuştur.

Dolu gövdeli sistemde gerilmelerin çok düşük olmasına karşın konsol boyundan kaynaklanan yüksek deplasman değerleri kesitlerin arttırılmasına sebep olmuştur. bu durum maliyeti bir miktar daha arttırmıştır.

Dolu gövdeli sistem, bu tarz bir yapıda ekonomik çıkmamış olsa da başka mimari şekillerde daha ekonomik çıkabilir. Bu sebepten dolayı pek çok taşıyıcı sistem çeşitliliğine sahip olan çelik yapılarda maliyet açısından en uygun taşıyıcı sistemin araştırılmasında fayda olacaktır.

Farklı deprem bölgelerinde aynı yük ve şartlara maruz kalan yapılar üzerine yapılan

analiz sonucunda, deprem bölgesi durumu ve yapıda oluşan gerilme miktarlarının doğru orantılı olduğu görülmüştür. Diğer bir deyişle bir bölgenin depremselliği arttıkça gerilmelerde ona bağlı artmaktadır. Buna bağlı olarak aynı koşullara sahip yapıların farklı deprem bölgelerinde maliyetleri farklılık göstermektedir.

## 9 Referanslar

- [1] Bayındırlık ve iskan bakanlığı, Deprem Bölgelerinde Yapılacak Binalar hakkında Yönetmelik , 2007; 159.
- [2] TS498, 2000. Türk Standartları Ensütüsü, Yapı Elemanlarının Boyutlandırılmasında Alınacak Yüklerin Hesap Değerleri, Ankara, 2000; 20.
- [3] SAP2000. Integrated finite element analysis and design of structures basic anlysis reference manual, computers and Structures Inc. Berkeley (CA,USA).
- [4] Odabaşı, Y. Ahşap ve Çelik yapı Elemanları. Çağlayan Beta basım yayım dağıtım, İstanbul, 2000; 138.
- [5] TS648, 2000. Türk Standartları Ensütüsü, Çelik Yapıların Hesap ve Yapım Kuralları, Ankara, 1980;48.
- [6] BS NA EN 1993-1-1, British Standard, UK National Annex to Eurocode 3. Design of steel structures. General rules and rules for buildings, U.K, (2005), 18s.
- [8] Topçu, A. Betonarme 2, Eskişehir Osman Gazi Üniversitesi, Eskişehir, 2008; 50.
- [9] 2015 yılı İnşaat Birim Fiyat Analizleri, T.C Çevre ve Şehircilik Bakanlığı, 2014 yılı Yapı işleri inşaat Birim Fiyat Tarifleri eki Fiyat Listesi, Ankara, 2014; 90.
- [10] Özmen, G., Orakdöken, E., Darılmaz, K. Örneklerle Sap 2000-V12. Birsen Yayınevi , İstanbul, Türkiye, 2009; 490.
- [11] Aydınoglu, N., Celep, Z., Sucuoğlu, H. Deprem Bölgelerinde Yapılacak Binalar Hakkında Yönetmelik Açıklamalar Ve Örnek Kitabı. Bayındırlık Ve İskan Bakanlığı , İstanbul, Türkiye, 2009; 639.
- [12] TS EN-1991-1-4, Türk Standartları Ensütüsü, Yapılar Üzerindeki etkiler-Genel etkiler-Rüzgar etkileri , Ankara, 2007; 122.





# Polimer Katkılı Harçlarda Farklı Kür Koşullarının Dayanıma Etkisi

Gözde İNAN SEZER<sup>1</sup>, Şemsi YAZICI<sup>2\*</sup>

<sup>1</sup>Ege Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, Bornova/İZMİR, gozde.sezer@ege.edu.tr

<sup>2</sup>Ege Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, Bornova/İZMİR, semsiyazici@gmail.com

\*İletişimden sorumlu yazar / Corresponding author

Geliş / Recieved: 13 Mart (March) 2015  
Kabul / Accepted: 21 Temmuz (July) 2015  
DOI: <http://dx.doi.org/10.18466/cbujos.57196>

## Özet

Bu çalışmada, farklı kür koşullarının polimer katkıli harçların eğilme ve basınç dayanımına etkisi incelenmiştir. Bu amaçla, normal portland çimentosu ve stiren-akrilik polimer emülsiyonu kullanılmıştır. Polimer ağırlıkça %0, 5, 10 ve 15 oranlarında çimento yerine ikame edilerek standart harç karışımları hazırlanmıştır. Çalışma kapsamında örneklerin kürlenmesi için üç farklı kür yöntemi kullanılmıştır. Bunlar, su kürü, etüv+su ve etüv+hava kürüdür. Hazırlanan harç örneklerinin üç farklı kür sonrası 7, 28 ve 90 günlük basınç ve eğilme dayanımları belirlenmiştir. Polimer katkıli harçlarda meydana gelen dayanım değişimleri kontrol harcı ile kıyaslamalı olarak değerlendirilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Polimer, Dayanım, Kür koşulu

## Effect of Different Curing Conditions on Strength of Polymer-Incorporating Mortars

### Abstract

In this study, effect of different curing conditions on compressive and flexural strength of polymer-incorporating mortars was investigated. In this aim, normal portland cement and styrene-acrylic polymer emulsion were used. Mortar mixtures were prepared by replacing 0, 5, 10 and 15% polymer with by weight of cement. Three different curing conditions were used for curing the specimens. These are water curing, oven+water curing and oven+air curing. After these different curing conditions 7, 28 and 90 days compressive and flexural strength values of prepared mortar mixtures were determined. Strength variations of polymeric mortar mixtures were comparatively evaluated with control mortar mixture.

**Keywords:** Polymer, Strength, Curing conditions

## 1 Giriş

Yapısal amaçla kullanılan betonlarda öncelikle mekanik dayanım ve dayanıklılık özelliklerinin yüksek olması istenmektedir. Ancak yalnızca çimento ile hazırlanan geleneksel harç ve betonlarda mikro çatlakların başlaması, ilerlemesi kolay olduğundan ve düşük çekme mukavemeti sebebiyle dayanıklılık özellikleri de düşük olmaktadır. Beton özelliklerini etkileyen en önemli parametrelerden birisi geçirimsizliğidir. Geçirimsizlik iyileştirildiği takdirde betonun dayanım ve dayanıklılık özellikleri de önemli ölçüde iyileşmektedir [1-4]. Bir takım yeni malzemelerin betona ilavesiyle bu amaca ulaşabilmektedir. Bu malzemelerden biri de

polimerlerdir. Genel olarak polimerler betonda; çimento yerine bağlayıcı olarak, sertleşmiş betona polimer emdirmek veya enjekte etmek suretiyle kullanılmaktadır [5-8]. Genellikle betonda kullanılan polimerler etilen-vinil asetat kopolimer, poliakrilik ester, stiren-akrilik kopolimer v.b. dir. Bunların içerisinde stiren-akrilik kopolimer harçların eğilme dayanımını, aderansını artırmakta ve aynı zamanda daha az kirliliğe yol açmakta ve daha düşük maliyet gerektirmektedir [9-12]. Polimer içeren harçlar sadece yüksek mekanik performans elde etmek için değil aynı zamanda kullanım esnasındaki bakım maliyetlerini düşürmek amacıyla da kullanılmaktadır [13, 14]. Polimer

kullanımı ile en sık yapılan uygulamalar zemin, köprü, boru hattı ve endüstriyel zemin kaplamaları ile prefabrik elemanların üretimidir [13, 15, 16].

Bu çalışmada, farklı oranlarda polimer katkıli harçlarda değişik kür koşullarının ve zamanının harçların dayanımına etkisi incelenmiştir. Yapılan çalışma sonucunda en uygun kür yöntemini belirlemek hedeflenmiştir.

## 2 Materyal ve Metot

### 2.1 Materyal

Deneyisel çalışmada CEM I 42,5 R tipi normal portland çimentosu kullanılmıştır. Çimentonun fiziksel ve kimyasal özellikleri Çizelge 1'de verilmiştir.

Çizelge 1. Çimentonun fiziksel ve kimyasal özellikleri

Kimyasal Kompozisyon %	CEM I 42,5 R
SiO <sub>2</sub>	18.40
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4.51
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3.16
CaO	63.90
MgO	1.6
Na <sub>2</sub> O	0.46
K <sub>2</sub> O	0.75
SO <sub>3</sub>	3.62
Kızdırma Kaybı	3.20
Serbest CaO	1.7
<b>Fiziksel Özellikler</b>	
Özgül Ağırlık	3.1
Özgül Yüzey (cm <sup>2</sup> /gr)	3630
0,09 mm elek üstü (%)	0.6
0,032 mm elek üstü (%)	16.5
Hacim Sabitliği (mm)	0.5

Harç karışımlarının hazırlanmasında 0-5 mm kırma kireçtaşı tercih edilmiştir. Kırma kireçtaşı agregasının elek analizi ve bazı fiziksel özellikleri Çizelge 2 de sunulmuştur.

Çizelge 2. Agreganın özellikleri

Elek Açıklığı (mm)	Geçen (%)
8	100
4	95
2	75
1	51
0,5	31
0,25	20
0,125	12
<b>Fiziksel özellikler</b>	
Özgül ağırlık (kyd)	2.70
Su emme oranı (%)	0.29
Gevşek birim ağırlık (kg/m <sup>3</sup> )	1660

Harç karışımlarında, katı içeriği yaklaşık %58, 20 °C' de pH değeri ortalama 7.5 ve vizkositesi 300-1000 cps olan stiren-akrilik esaslı polimer emülsiyon

kullanılmıştır. Bu bilgiler üreticisi tarafından sağlanmıştır.

### 2.2 Metot

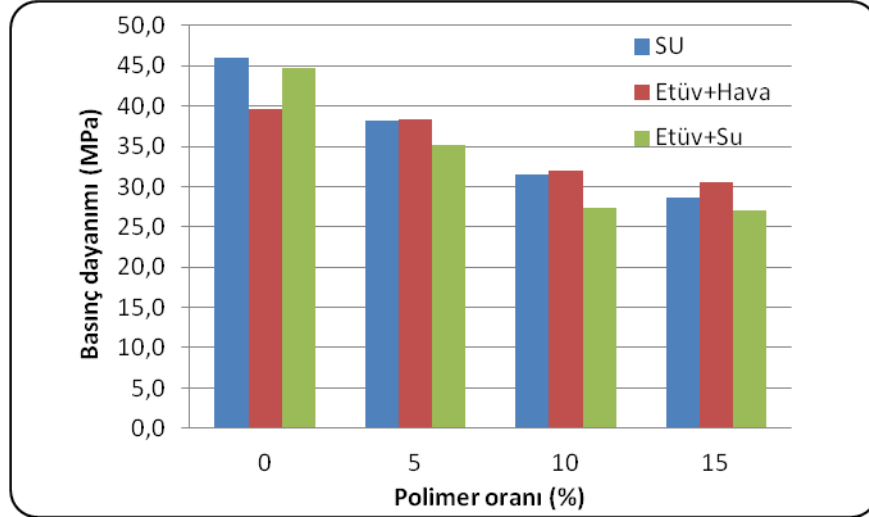
Çalışmada (1 adet kontrol, 3 adette polimer içeren) toplam 4 adet standart harç karışımı hazırlanmıştır. Polimer katkıli harç karışımlarında polimer %5, %10 ve %15 oranında çimento yerine kullanılarak 40x40x160 mm ölçülerinde prizmatik örnekler hazırlanmıştır. Hazırlanan örnekler 7, 28 ve 90 günlük kür işlemleri sonunda eğilme ve basınç dayanımı testlerine tabi tutulmuştur. Çalışmada örneklere 3 farklı kür uygulanmıştır:

- Kalıp süresi sonrasında suda kür (su)
- Kalıp süresi sonrasında 24 saat 50 °C etüvde bekletildikten sonra suda kür (etüv + su)
- Kalıp süresi sonrasında 24 saat 50 °C etüvde bekletildikten sonra havada kür (etüv + hava)

## 3 Bulgular ve Tartışma

Değişik oralarda polimer katkıli harç karışımlarının 7 günlük eğilme ve basınç dayanımları değişik kür koşullarında ölçülmüş ve Şekil 1'de basınç dayanımları, Şekil 2'de eğilme dayanımları verilmiştir.

Elde edilen 7 günlük basınç dayanım sonuçları incelendiğinde; kontrol harcının basınç dayanımının su kürü uygulanmış durumda 46.1 MPa, etüv + hava kürü uygulanmış durumda 39.7 MPa ve etüv + su kürü uygulanmış durumda 44.8 MPa olduğu tespit edilmiştir. Bu sonuçlara bakıldığında en uygun kür yönteminin su kürü olduğu, etüvde bekletmenin her hangi bir olumlu etkisinin olmadığı görülmüştür. Bu durum etüvde kür esnasında bekletilen örneklerdeki hidrasyon için gerekli olan suyun kaybedilmesine ve bunun sonucunda hidrasyonun yavaşlaması yada durmasına bağlanabilmektedir. %5 Polimer içeren harç karışımlarında; basınç dayanımının su kürü uygulanmış durumda 38.2 MPa, etüv + hava kürü uygulanmış durumda 38.3 MPa ve etüv + su kürü uygulanmış durumda 35.1 MPa olduğu tespit edilmiştir. Benzer şekilde %10 polimer içeren harç karışımlarında; basınç dayanımının su kürü uygulanmış durumda 31.5 MPa, etüv + hava kürü uygulanmış durumda 32 MPa ve etüv + su kürü uygulanmış durumda 27.4 MPa olduğu görülmüştür. Yine %15 Polimer içeren harç karışımlarında; basınç dayanımının su kürü uygulanmış durumda 28.7 MPa, etüv + hava kürü uygulanmış durumda 30.5 MPa ve etüv + su kürü uygulanmış durumda 27.1 MPa olduğu saptanmıştır.

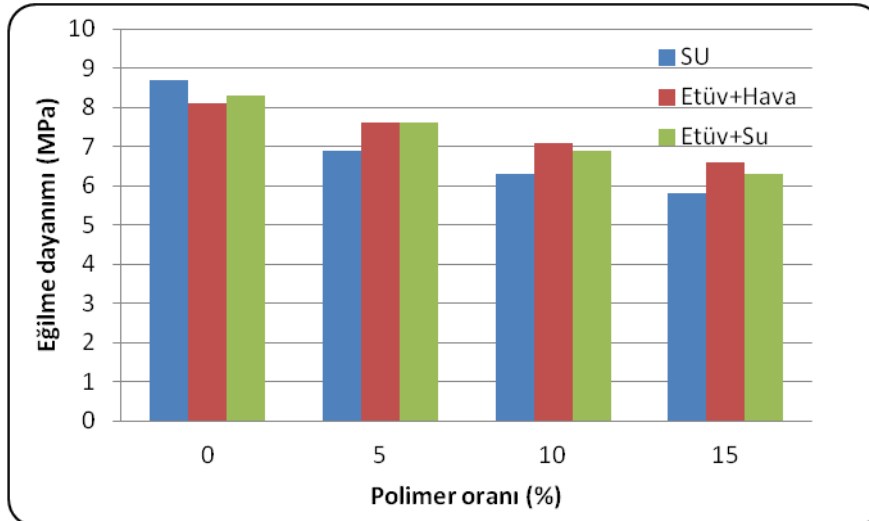


Şekil 1. Polimer katkılı harç karışımlarının 7 günlük basınç dayanımları

7 günlük eğilme dayanım sonuçları incelendiğinde; kontrol harcının eğilme dayanımının su kürü uygulanmış durumda 8.7 MPa, etüv + hava kürü uygulanmış durumda 8.1 MPa ve etüv + su kürü uygulanmış durumda 8.3 MPa olduğu tespit edilmiştir. Bu sonuçlara bakıldığında kontrol harcında su kürü uygulamasının diğer kür uygulamalarına kıyasla %7 ye varan oranda daha yüksek eğilme dayanımı elde edilmiştir.

%5 Polimer içeren harç karışımlarında; eğilme dayanımının su kürü uygulanmış durumda 6.9 MPa, etüv + hava kürü uygulanmış durumda 7.6

MPa ve etüv + su kürü uygulanmış durumda 7.6 MPa olduğu tespit edilmiştir. Benzer şekilde %10 polimer içeren harç karışımlarında; eğilme dayanımının su kürü uygulanmış durumda 6.3 MPa, etüv + hava kürü uygulanmış durumda 7.1 MPa ve etüv + su kürü uygulanmış durumda 6.9 MPa olduğu görülmüştür. Yine %15 Polimer içeren harç karışımlarında; eğilme dayanımının su kürü uygulanmış durumda 5.8 MPa, etüv + hava kürü uygulanmış durumda 6.8 MPa ve etüv + su kürü uygulanmış durumda 6.3 MPa olduğu saptanmıştır.

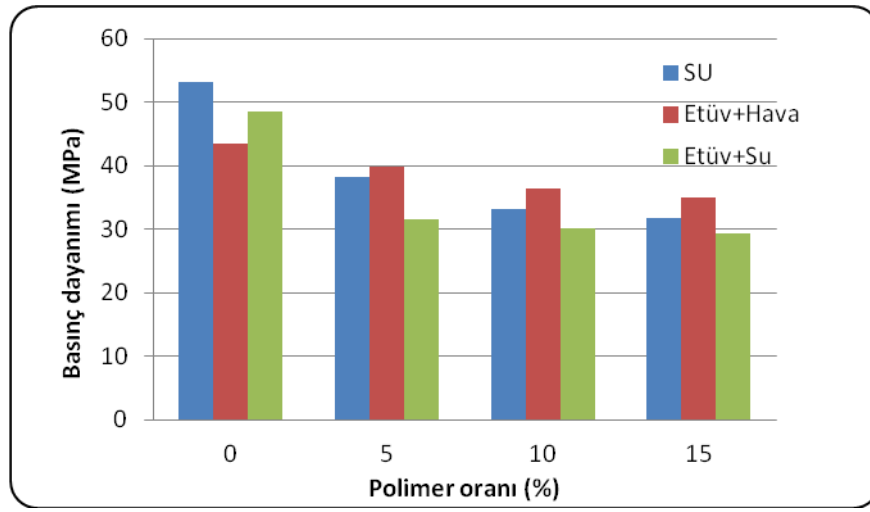


Şekil 2. Polimer katkılı harç karışımlarının 7 günlük eğilme dayanımları

Değişik oralarda polimer katkı harç karışımlarının 28 günlük eğilme ve basınç dayanımları değişik kür koşullarında ölçülmüş ve Şekil 3'de basınç dayanımları, Şekil 4'de eğilme dayanımları verilmiştir.

28 günlük basınç dayanım sonuçları incelendiğinde; kontrol harcının basınç dayanımının su kürü uygulanmış durumda 53.1 MPa, etüv + hava kürü uygulanmış durumda 43.5 MPa ve etüv + su kürü uygulanmış durumda 48.5 MPa olduğu tespit edilmiştir. Bu sonuçlara göre, en uygun kür yönteminin su kürü olduğu, etüvde bekletmenin her hangi bir olumlu etkisinin olmadığı görülmüştür.

%5 Polimer içeren harç karışımlarında; basınç dayanımının su kürü uygulanmış durumda 38.3 MPa, etüv + hava kürü uygulanmış durumda 39.8 MPa ve etüv + su kürü uygulanmış durumda 31.5 MPa olduğu tespit edilmiştir. Benzer şekilde %10 polimer içeren harç karışımlarında; basınç dayanımının su kürü uygulanmış durumda 33.2 MPa, etüv + hava kürü uygulanmış durumda 36.5 MPa ve etüv + su kürü uygulanmış durumda 30.2 MPa olduğu görülmüştür. Yine %15 Polimer içeren harç karışımlarında; basınç dayanımının su kürü uygulanmış durumda 31.8 MPa, etüv + hava kürü uygulanmış durumda 34.9 MPa ve etüv + su kürü uygulanmış durumda 29.3 MPa olduğu saptanmıştır.

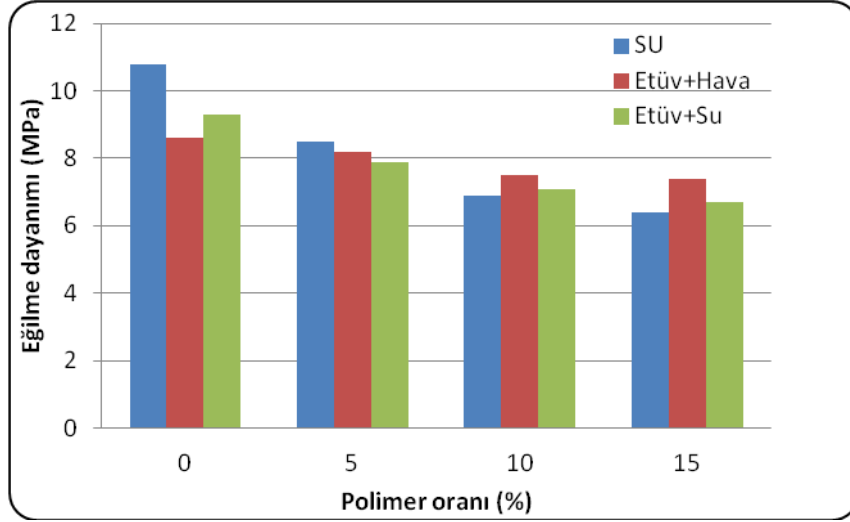


Şekil 3. Farklı harç karışımlarının farklı kür koşullarında 28 günlük basınç dayanımları

28 günlük eğilme dayanım sonuçları incelendiğinde; kontrol harcının eğilme dayanımının su kürü uygulanmış durumda 10.8 MPa, etüv + hava kürü uygulanmış durumda 8.6 MPa ve etüv + su kürü uygulanmış durumda 9.3 MPa olduğu tespit edilmiştir. Bu sonuçlar kontrol harcında su kürü uygulamasıyla diğer kür uygulamalarına kıyasla %20 ye varan oranda daha yüksek eğilme dayanımı elde edilmiştir.

%5 Polimer içeren harç karışımlarında; eğilme dayanımının su kürü uygulanmış durumda 8.5 MPa, etüv + hava kürü uygulanmış durumda 8.2

MPa ve etüv + su kürü uygulanmış durumda 7.9 MPa olduğu tespit edilmiştir. Benzer şekilde %10 polimer içeren harç karışımlarında; eğilme dayanımının su kürü uygulanmış durumda 6.9 MPa, etüv + hava kürü uygulanmış durumda 7.5 MPa ve etüv + su kürü uygulanmış durumda 7.1 MPa olduğu görülmüştür. Yine %15 Polimer içeren harç karışımlarında; eğilme dayanımının su kürü uygulanmış durumda 6.8 MPa, etüv + hava kürü uygulanmış durumda 7.4 MPa ve etüv + su kürü uygulanmış durumda 6.7 MPa olduğu saptanmıştır.

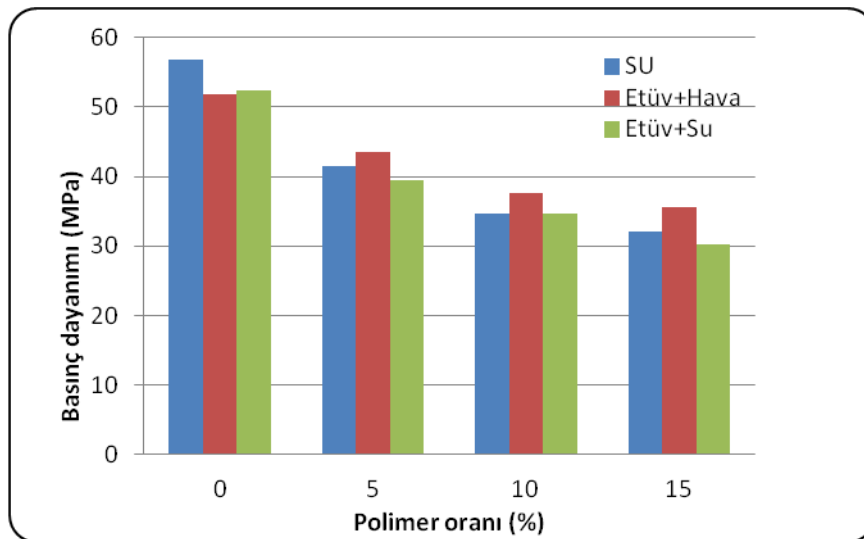


Şekil 4. Farklı harç karışımlarının farklı kür koşullarında 28 günlük eğilme dayanımları

Değişik oralarda polimer katkılı harç karışımlarının 90 günlük eğilme ve basınç dayanımları değişik kür koşullarında ölçülmüş ve Şekil 5'de basınç dayanımları, Şekil 6'da eğilme dayanımları verilmiştir.

90 günlük basınç dayanım sonuçları incelendiğinde; kontrol harcının basınç dayanımının su kürü uygulanmış durumda 56.8 MPa, etüv + hava kürü uygulanmış durumda 51.9 MPa ve etüv + su kürü uygulanmış durumda 52.3 MPa olduğu tespit edilmiştir. Bu sonuçlara göre, en uygun kür yönteminin su kürü olduğu, etüvde bekletmenin her hangi bir olumlu etkisinin olmadığı görülmüştür.

%5 polimer içeren harç karışımlarında; basınç dayanımının su kürü uygulanmış durumda 41.5 MPa, etüv + hava kürü uygulanmış durumda 43.6 MPa ve etüv + su kürü uygulanmış durumda 39.5 MPa olduğu tespit edilmiştir. Benzer şekilde %10 polimer içeren harç karışımlarında; basınç dayanımının su kürü uygulanmış durumda 34.7 MPa, etüv + hava kürü uygulanmış durumda 37.6 MPa ve etüv + su kürü uygulanmış durumda 34.7 MPa olduğu görülmüştür. Yine %15 Polimer içeren harç karışımlarında; basınç dayanımının su kürü uygulanmış durumda 32.1 MPa, etüv + hava kürü uygulanmış durumda 35.5 MPa ve etüv + su kürü uygulanmış durumda 30.3 MPa olduğu saptanmıştır.

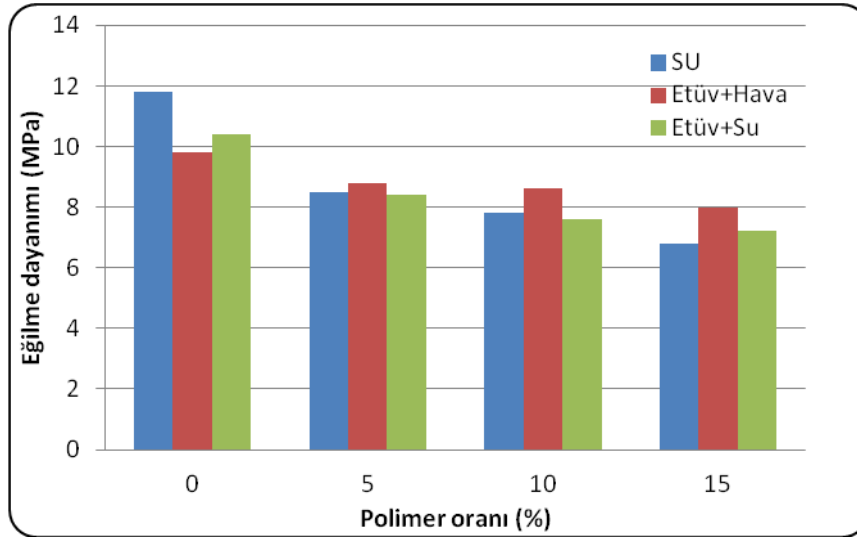


Şekil 5. Farklı harç karışımlarının farklı kür koşullarında 90 günlük basınç dayanımları

90 günlük eğilme dayanım sonuçları incelendiğinde; kontrol harcının eğilme dayanımının su kürü uygulanmış durumda 11.8 MPa, etüv + hava kürü uygulanmış durumda 9.8 MPa ve etüv + su kürü uygulanmış durumda 10.4 MPa olduğu tespit edilmiştir. Bu sonuçlar kontrol harcında su kürü uygulamasıyla diğer kür uygulamalarına kıyasla %17 ye varan oranda daha yüksek eğilme dayanımı elde edilmiştir.

%5 polimer içeren harç karışımlarında; eğilme dayanımının su kürü uygulanmış durumda 8.5 MPa, etüv + hava kürü uygulanmış durumda 8.8

MPa ve etüv + su kürü uygulanmış durumda 8.4 MPa olduğu tespit edilmiştir. Benzer şekilde %10 polimer içeren harç karışımlarında; eğilme dayanımının su kürü uygulanmış durumda 7.8 MPa, etüv + hava kürü uygulanmış durumda 8.6 MPa ve etüv + su kürü uygulanmış durumda 7.6 MPa olduğu görülmüştür. Yine %15 polimer içeren harç karışımlarında; eğilme dayanımının su kürü uygulanmış durumda 7.2 MPa, etüv + hava kürü uygulanmış durumda 8 MPa ve etüv + su kürü uygulanmış durumda 7.2 MPa olduğu belirlenmiştir.



Şekil 6. Farklı harç karışımlarının farklı kür koşullarında 90 günlük eğilme dayanımları

Bu sonuçlara göre; harçlara çimento yerine polimer ikame edilmesi durumunda hem basınç hem de eğilme dayanımı için en iyi sonuçların etüv+hava kürü koşulunda elde edildiği görülmektedir. Bu kür koşulunda su kürüne kıyasla 7, 28 ve 90 günlük basınç dayanımlarında sırasıyla %6, %10, %11 oranlarında artış görülmüştür. Yine aynı kür koşulunda 7, 28 ve 90 günlük eğilme dayanımlarında sırasıyla %14, %16, %18 oranlarında artış tespit edilmiştir. Bu sonuçlara göre; polimerli harçların suda bekletilmesinin kuru halde uygulanan küre kıyasla daha düşük dayanımlara yol açtığı ifade edilebilir. Buda polimerizasyonun gelişmesi için kuru bir ortamın gerekli olduğunun göstergesidir [19-21].

Harçlarda değişik oranlarda çimento yerine polimer kullanımı ile tüm yaşlarda basınç ve eğilme dayanımlarının düştüğü anlaşılmaktadır. Polimer oranındaki artışa bağlı olarak 7, 28 ve 90 günlük basınç dayanımlarındaki düşüşler sırasıyla %40, %40 ve %43, 7, 28 ve 90 günlük eğilme

dayanımlarındaki düşüşlerin ise sırasıyla %33, %41 ve %42 oranlarında olduğu görülmüştür.

Çimento yerine değişik oranlarda polimer kullanımı eğilme dayanımlarında basınç dayanımlarına kıyasla daha etkili değişimler yaratmıştır. Bu durum polimerin agrega ile çimento hamuru arasındaki ara yüzeyi güçlendirmesi ve agrega ile çimento arasındaki aderansı artırması ile açıklanabilir.

## 7 Sonuçlar

Yapılan bu çalışma sonucunda; harçlara çimento yerine %5-%15 arasında polimer ikame edilmesi durumunda hem basınç hem de eğilme dayanımı açısından en iyi kür koşulunun etüv+hava kürü olduğu, en kötü kür koşulunun da suda kür koşulu olduğu görülmüştür.

Ayrıca, harçlarda çimento yerine kullanılan polimer oranının artmasına bağlı olarak tüm kür koşullarında basınç ve eğilme dayanımlarının düştüğü tespit edilmiştir. Çalışmada kullanılan polimer tip, oranı ve kür koşulları için çimento

yerine polimer kullanımının mekanik özelliklerde bir iyileşme sağlamadığı görülmüştür. Harçlarda değişik oranlarda polimer kullanılması durumunda çalışılan kür koşulları için harçların eğilme dayanımlarının basınç dayanımlarına kıyasla daha az olumsuz etkilendiği belirlenmiştir.

## 8 Kaynaklar

- [1] Ramli, M.; Tabassi A.A. Effects of polymer modification on the permeability of cement mortars under different curing conditions: A correlational study that includes pore distributions, water absorption and compressive strength. *Construction and Building Materials*. 2012; 28, 561–570.
- [2] Rai, U.S.; Singh, R.K. Effect of polyacrylamide on the different properties of cement and mortar. *Materials Science and Engineering A*. 2005; 392, 42–50.
- [3] Ghrici, M.; Kenai, S.; Said-Mansour, M. Mechanical properties and durability of mortar and concrete containing natural pozzolana and limestone blended cements. *Cement and Concrete Composites*. 2007; 29, 542–9.
- [4] Nazari, A.; Riahi, S. The effects of Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles on strength assessments and water permeability of concrete in different curing media. *Materials Science and Engineering A*. 2011; 528, 1173–82.
- [5] Del Vecchio, F.J.C.; Reis, J.M.L.; da Costa Mattos, H.S. Elasto-viscoplastic behaviour of polyester polymer mortars under monotonic and cyclic compression. *Polymer Testing*. 2014; 35, 62–72.
- [6] Fowler, D.W. Polymers in concrete: a vision for the 21st century. *Cement and Concrete Composites*. 1999; 21, 449–452.
- [7] Gorninski, J.P.; Dal Molin, D.C.; Kazmierczak, C.S. Study of the modulus of elasticity of polymer concrete compounds and comparative assessment of polymer concrete and Portland cement concrete. *Cement and Concrete Research*. 2004; 34, 2091–2095.
- [8] Ohama, Y. Recent progress in concrete-polymer composites, review article. *Advanced Cement Based Materials*. 1997; 5, 31–40.
- [9] Shao-jie, L.; Qian-qian, H.; Feng-qing, Z.; Chu X. Utilization of steel slag, iron tailings and fly ash as aggregates to prepare a polymer-modified waterproof mortar with a core-shell styrene-acrylic copolymer as the modifier. *Construction and Building Materials*. 2014; 72, 15–22.
- [10] Zhong, S.Y.; Tan, M.H. Chloride diffusivity of styrene-acrylate latex modified mortars. *Journal of Building Materials*. 2012; 5, 394–398.
- [11] Huang, Y.W.; Liu, W.Q. Study on functional styrene-acrylate emulsion modified cement based materials. *Chemistry and Adhesion*. 2006; 28, 320–323.
- [12] Peng, C.Y.; Wen, Z.Y. Preparation and properties of styrene-acrylate latex modified mortars. *Chemistry of Building Materials*. 2002; 7, 21–23.
- [13] Del Vecchio, F.J.C.; Reis, J.M.L.; da Costa Mattos, H.S. Elasto-viscoplastic behaviour of polyester polymer mortars under monotonic and cyclic compression. *Polymer Testing*. 2014; 35, 62–72.
- [14] Novoa, P.J.R.O.; Ribeiro, M.C.S.; Ferreira, A.J.M.; Marques, A.T. Mechanical characterization of lightweight polymer mortar modified with cork granulates. *Composites Science and Technology*. 2004; 64, 2197–2205.
- [15] Rebeiz, K.S. Precast use of polymer concrete using unsaturated polyester resin based on recycled PET waste. *Construction and Building Materials*. 1995; 10, 215–220.
- [16] Rebeiz, K.S. Time-temperature properties of polymer concrete using recycled PET. *Cement and Concrete Composites*. 1995; 17, 111–124.
- [17] Aggarwal L.K.; Thapliyal, P.C.; Karade, S.R. Properties of polymer-modified mortars using epoxy and acrylic emulsions. *Construction and Building Materials*. 2007; 21, 379–383.
- [18] Ohama, Y. Principle of latex modification and typical properties of latex modified mortar and concrete. *ACI Materials Journal*. 1987; 86, 511–518.
- [19] Popovic, S. Strength losses of polymer modified concrete under wet conditions., In *Polymer modified concrete*; David W.F., Eds.; ACI SP-99, 1987, 165–189.





# Mikro-CT Çözünürlüğünün Voksel Tabanlı Model ve Analiz Sonuçları Üzerindeki Etkileri

Osman Berat Güner<sup>1\*</sup>, Gökhan Altıntaş<sup>2</sup>, Abdulkerim Ergüt<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, 45140, Manisa, Türkiye, obguner@gmail.com

<sup>2</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, 45140, Manisa, Türkiye, gokhan.altintas@cbu.edu.tr

<sup>3</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, 45140, Manisa, Türkiye, abdulkerim.ergut@cbu.edu.tr

\*İletişimden sorumlu yazar / Corresponding author

Geliş / Recieved: 1 Temmuz (July) 2014  
Kabul / Accepted: 1 Aralık (December) 2015  
DOI: <http://dx.doi.org/10.18466/cbujos.46138>

## Özet

Çalışma konusu bilimin pek çok alanında kullanılan yöntemlerin bir arada kullanılmasını gerektiren güncel bir konudur. Tıp, malzeme ve uçak-uzay teknolojilerinin kullanıldığı pek çok alanda bu konu kapsamında kullanılan metotlar kullanılmaktadır. Öncelikle iki boyutlu tomografi taraması yapılan malzemelerin, elde edilen görüntüleri piksel piksel işlenerek üç boyutlu solid model haline getirilmesi işlemi yapılmıştır. Bu işlem aşamasının ilk kısmı ağırlıklı olarak treshhold segmentasyonunun ve algoritmasının kullanılmasıyla yapılmıştır. Her iki algoritmanın seçinlik parametreleri ve sonlu eleman modellerinin geometrik morfolojisi ayrıntılı olarak incelenmiştir. Sonlu elemanlar modellerinin çözümleri ABAQUS® paket programı yardımıyla yapılmıştır. Farklı çözünürlük seçimi ile elde edilen modellerin analizleri sonucunda doğal frekansın, burkulma yükünün ve statik analiz değerlerinin değiştiği gösterilmiştir.

**Anahtar Kelimeler** — Tersine mühendislik, Vokselizasyon, Mikro-BT, Sonlu elemanlar metodu, Burkulma.

## Effect of Micro-CT Resolutions of Voxel Based Model and Analysis Results

### Abstract

The subject of paper is a contemporary subject that requires the use of a combination of the methods used in many fields of science. Medicine, material and air space technologies used in the methods used within the scope of this paper is used in many areas. Within the scope of this paper the images, obtained from materials subjected to two dimensional tomography scanning, were processed pixel by pixel into three-dimensional solid model. Phase of the first part of this process required the usage of predominantly Threshold segmentation and flood fill algorithm. The optional parameters and the geometric morphology of finite element models of both algorithms were examined in detail. ABAQUS® software program was carried out using solutions of finite element models. The change of the natural frequencies, buckling loads and the values of static analysis of the models, obtained from selection of different resolution, are presented by the results.

**Keywords** — Reverse Engineering, Voxelization, Micro-CT, Finite Elements Method, Buckling

## 1 Giriş

Bu çalışma kapsamında kullanılan yöntemler bilimin pek çok alanında kullanılan yöntemlerin bir arada kullanılmasını gerektiren güncel bir konudur. Tıp, malzeme ve uçak-uzay teknolojilerinin kullanıldığı pek çok alanda bu proje kapsamında kullanılan metotlar kullanılmaktadır.

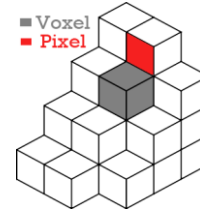
Gelişen teknoloji ile birlikte hesaplama kapasitesinin ve ölçüm tekniklerinin hassasiyetinin artması ile tersine mühendislik uygulamaları günümüzde her zamankinden daha çok kullanılmakta olup giderek artan bir öneme sahiptir. Tersine mühendislik uygulamaları bilgisayar destekli tasarımın popüler hale gelmesiyle birlikte daha sık kullanılmaya başlamıştır. Tersine mühendislik üç boyutlu bilgisayar destekli tasarım, bilgisayar destekli üretim ve bilgisayar destekli mühendislik için var olan parçaların üç boyutlu sanal modellerinin oluşturulması için kullanılan bir metot haline gelmiştir. Tersine mühendislik işlemi bir objenin ölçümü ve ardından üç boyutlu model olarak oluşturulmasını içerir. Bu modellerin oluşturulması için birçok görüntüleme teknikleri kullanılmaktadır. Son yıllardaki gelişmelerle beraber en çok kullanılan görüntüleme teknikleri bilgisayarlı tomografi (CT) ve manyetik rezonans (MR) dır. Bu görüntüleme yöntemleriyle meso ölçeğin yanı sıra nano ve mikro ölçekteki geometrilerde de incelemeler yapılabilmektedir.

Bu çalışma kapsamında yapılan incelemelerin daha iyi anlaşılabilmesi için kısa bir literatür taraması yapıldığında son yıllarda çalışma konusunun popüler bir konu olduğu görülmektedir [1-9]. Griffith ve Genant çalışmalarında kemik yoğunluğunun kemik mukavemetine olan etkisinin önemli olduğunu belirtmekle birlikte bunun tek başına yeterli olmadığını özellikle kemik mikro mimarisine ait özelliklerinde kemik mukavemetinde mutlaka dikkate alınması gereken parametreler olduğunu ortaya koymuşlardır [10]. Lai ve Ark. çalışmalarında kemik yapısının mikro mimarisinin detayları ile ilgili çalışma yapmıştır [11]. Genant ve Jiang çalışmalarında trabecular yapıdaki kemik dokusunu esas alarak non invaziv görüntüleme tekniklerini birbirleri ile karşılaştırmışlardır. Sonuçlar özellikle trabecular kemik dokusunun incelenmesi sırasında kullanılması gereken çözünürlük değerleri hakkında bilgilendiricidir[12]. Teo ve ark. CT dilim yoğunluğunun domuz vertebra süngerimsi kemiğinin mikro yapısının ve mekanik özelliklerine olan etkilerini incelemiştir [13]. Altıntaş ise yapmış olduğu çalışmada Micro-CT ile taranmış trabeküler kemik mo-

dellerinde dilim kalınlığı değişiminin serbest titreşim özelliklerine olan etkilerini incelemiştir[14].

## 2 Materyal ve Metod

Bu çalışmada kullanılan malzeme ve metotlar hakkında bilgi vermeden önce, CT ve MR dan elde edilen görüntülerin detaylarına değinelim. CT görüntüleri büyütüldüğünde bir takım karelere ulaşılır. Bu kareler, voksel ve piksellerden (şekil-1) oluşmaktadır. Bilgisayarda ki görüntüler voksel ve pikseller sayesinde olmaktadır. Voksel bir pikselin 3 boyutlu karşılığıdır; piksel bir noktayı 2 boyutlu olarak tanımlarken, voksel bir noktayı 3 boyutlu uzamda tanımlayan grafik bilgisidir. Voksel bir birim hacimdir ve sayısal resim elemanı olan piksele üçüncü bir boyut ekler. Pikselleri bir görüntüdeki kare birim elemanları olarak düşünürsek, vokseller de 3B uzayda kübik birim elemanlar olarak düşünülebilir. Vokseller, 3B uzaydaki her noktanın geometrik, fiziksel ve radyometrik özelliklerini tanımlar. Bu veriler üç boyutlu bir matriste saklanır. Her voksel, renk, matlık, yoğunluk ve ısı gibi bazı ölçülebilir özellikleri ifade eden sayısal bir değere sahiptir.



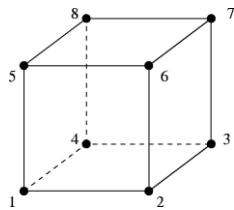
Şekil 1 Voksel ve pikselin gösterimi

Voksel elemanlar birleşerek üç boyutlu sonlu eleman modelinin oluşmasına yardımcı olurlar. Bu aşamada hesaplamaların yapılabilmesi için analiz yapılacak olan modelin tek parça olarak ABAQUS® programına aktarılması gerekmektedir. Rijitlik matrisi sağlanmaz ise program çözüm yapmamaktadır. Bu nedenle seçilen örneklere floodfill algoritması uygulanmış olup böylelikle örneğin kendi içerisinde bir bütünlük sağlanmıştır. Floodfill algoritması sayesinde bağlantısı olmayan parçalar tespit edilerek, modelden ayrılır. Bu sayede model tek parça halinde ABAQUS® programına aktarılabilir.

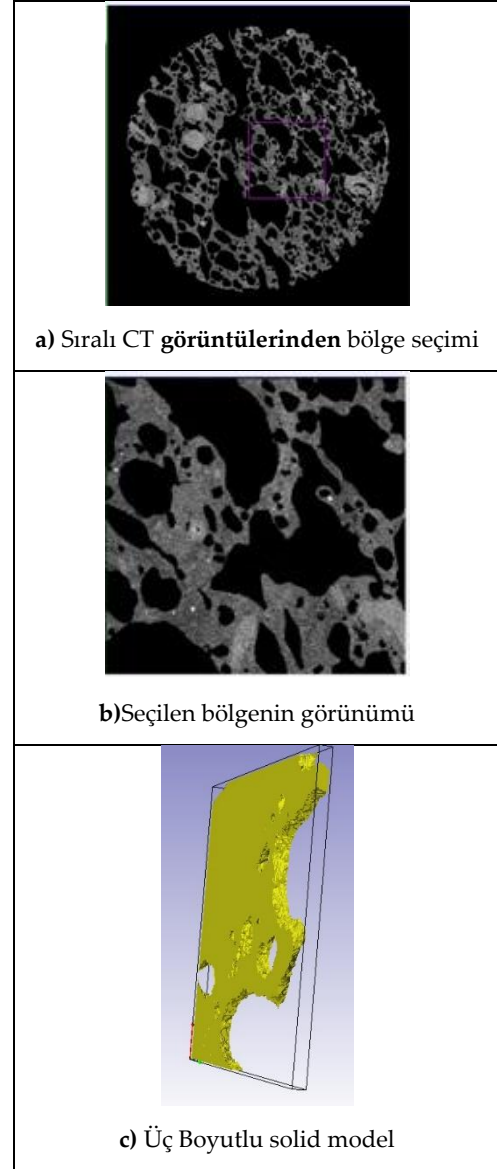
Analizlerin yapılabilmesi ABAQUS® programı tarafından çözümlenmesi yapılacak bir sonlu eleman modeline dönüştürülmesi bir dizi görüntü işlem,

vokselizasyon ve format dönüşümü işleminin uygulanması ile mümkündür. Bu amaçla Altıntaş tarafından CUBOID-SI2FE isimli bir MATLAB® scripti geliştirilmiştir[14, 15, 16, 17]. CUBOID-SI2FE bünyesinde threshold, rekonstrüksiyon ve kendine özgü bir floodfill algoritmasını barındıran kompakt bir yazılım olup, sıralı MR görüntüsü dosyalarını direkt olarak ABAQUS® programının kullanabileceği hale getirmektedir. CUBOID-SI2FE tarafından gerçekleştirilen işlemler aşağıda anlatılmaktadır.

Micro-CT data setlerinde yer alan görüntü dataları ilk olarak piksellere dilim kalınlığı belirtilerek 3B voksel elemanlar oluşturulur. Oluşturulan voksellerin köşe nokta numaraları ABAQUS® girdi dosyalarının data yapısına uygun olarak verilir ve piksellerin gri skaladaki değerleri ilgili vokselere atanır. Piksellerin skala ki değerleri 0 ile 255 arasındadır. Tam siyah eşik değeri 0, tam beyazın ise 255'dir. Göz ile kontrol edilerek, uygun olduğu düşünülen bir eşik değer numunelerin dokusuna ait voksellerin belirlenmesinde kullanılır ve bu işlem sayesinde numunelerin dokusu diğer dokulardan ayrılırlar(şekil-3 ve şekil-4). Numune dokusu olarak işaretlenmiş voksel elemanların bu aşamada analizlerde kullanmak için ABAQUS® girdi dosyasına çevrilmesi, CUBOID-SI2FE Matlab scripti tarafından voksel elemanlarının, doğrusal hexahedral eleman tipi C3D8 (şekil-2) olarak tanımlanması yapılarak eleman ve düğüm nokta numaraları yeniden düzenlenerek, datanın ABAQUS® programında işlenebilecek hale gelmesi sağlanmış olur.



Şekil-2 Doğrusal hexahedral eleman tipi C3D8



Şekil-3 CT görüntülerinin işlenerek 3B solid modelin elde edilmesi

Bu çalışma kapsamında temel olarak çözünürlük değerlerine bağlı olarak modellerin yapısı ve özellikleri ile söz konusu modellerin analizlere verdikleri cevaplar incelenmiştir. Tablo2 kullanılan numune özellikleri verilmektedir. Sadece çözünürlüğün diğer parametrelerden etkilenmeden analizlerini yapabilmek için surface smooting yapılmadan doğrudan voxel tabanlı sonlu elemanlar metodu değişiklik yapmadan kullanılmıştır.

**Tablo-1** Malzeme özellikleri

Malzeme Özellikleri	Numune-3
Yoğunluk (t/mm <sup>3</sup> )	2,65E-10
Elastisite (N/mm <sup>2</sup> )	32000
Poisson	0,31

### 3 Analiz

Çalışma kapsamında çözünürlüğün voksel tabanlı model ve analiz sonuçları üzerindeki etkileri ele alınacaktır. Sonlu eleman modeli oluşturulacak numunenin çoğu kez görüntü dataları farklı dilim kalınlığında olmaktadır. Bu dilim kalınlığının modelin mekanik davranışlarını etkilediği düşünülmektedir. Çünkü dilim kalınlığı arttıkça numunenin yapısındaki detaylar hakkındaki bilgi azalmaktadır, var olan görüntüler ortadan kalkmakta veya olmayan yeni bağlantılar ortaya çıkabilmektedir. Bu durumların model üzerindeki etkileri, doğal frekans analizi ve burkulma analizi üzerindeki etkileri dört ayrı başlık altında aşağıda incelenmiştir.

#### 3.2.1 Model Üzerindeki Etkileri

Bu bölümde, numuneye ait Micro-CT data setinde bulunan ardışık CT görüntü dosyaları eşit aralıklar ile sıralanarak planda çalışma alanları seçilmiştir. Numune modeli için iki farklı dilim kalınlığı değeri alınarak incelemeler yapılmıştır.

Bu analizde kullanılan numunemizin boyutları 1,3979mm\*1,3979mm\*2,2027 mm boyutlarına sahip dikdörtgen bir parçadır. Bu parçanın malzeme özellikleri ise yoğunluk= 2,65E-10(t/mm<sup>3</sup>), elastisite= 31500 (N/mm<sup>2</sup>) ve poisson = 0,31 olarak belirlenmiştir. Threshold değeri 70-255 olan ve dilim kalınlıkları 0,04236mm ve 0,02118mm alınarak elde edilen numunelerin toplam nokta sayısı, eleman sayısı ve yaklaşık hacimleri tablo-2 de verilmiştir.

**Tablo-2** İki farklı dilim kalınlığındaki nokta sayısı, eleman sayısı ve yaklaşık hacim

Dilim Kalınlığı	0,04236 mm	0,02118mm
Toplam Nokta Sayısı	34800	210431
Eleman Sayısı (hexahedral C3D8)	17422	136705
Toplam Model Hacmi (yak.)	1,3242 mm <sup>3</sup>	1,2989 mm <sup>3</sup>

Tablo-2 de iki farklı dilim kalınlığı için elde edilen değerlere bakıldığında dilim kalınlığı azaldığı zaman nokta sayısının yaklaşık 6 kat arttığı, eleman sayısının yaklaşık 7,8 kat arttığı fakat yaklaşık hacmin 0,02 kat azaldığı görülmektedir.

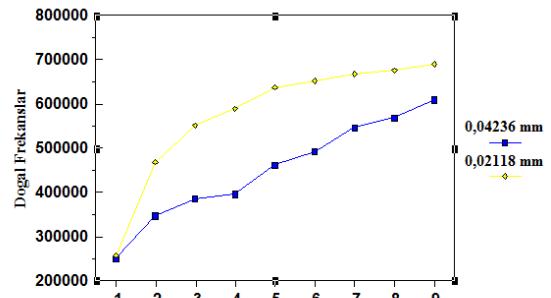
#### 3.2.2 Doğal Frekans Üzerindeki Etkileri

Bu aşamada farklı dilim kalınlıkları seçimi ile oluşturulan modelin doğal frekanslara olan etkileri incelenmiştir. Dilim kalınlıkları 0,04236mm ve 0,02118mm için elde edilen numunelerin ayrı ayrı ABAQUS® programında üç boyutlu solid modelleri oluşturulmuş ve oluşan elemanların ilk dokuz doğal frekans değerleri hesaplanmıştır. Hesaplanan değerler tablo-3 de verilmiştir.

**Tablo-3** İlk dokuz mod için doğal frekans değerleri

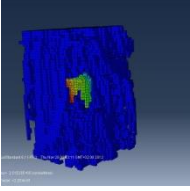
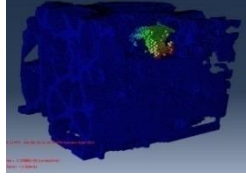
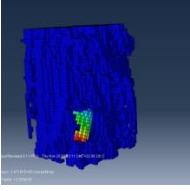
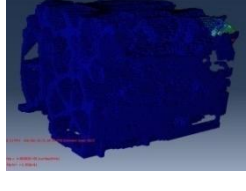
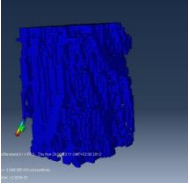
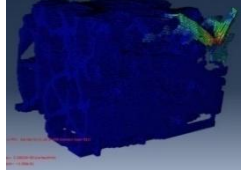
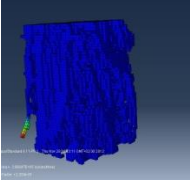
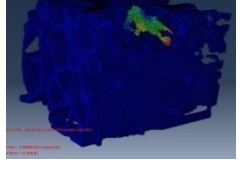
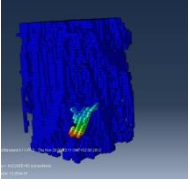

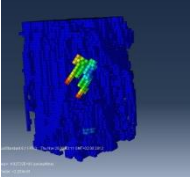
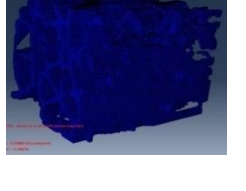
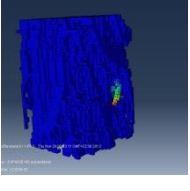
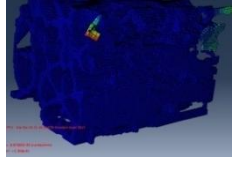
Dilim Kalınlığı	0,04236mm	0,02118mm
1.Doğal Frk.	251523 HZ	257666 HZ
2.Doğal Frk.	347181 HZ	468363 HZ
3. Doğal Frk.	386839 HZ	551631 HZ
4. Doğal Frk.	396547 HZ	589629 HZ
5. Doğal Frk.	462205 HZ	638568 HZ
6. Doğal Frk.	492722 HZ	652906 HZ
7. Doğal Frk.	547403 HZ	667502 HZ
8. Doğal Frk.	570040 HZ	675201 HZ
9. Doğal Frk.	609193 HZ	689653 HZ

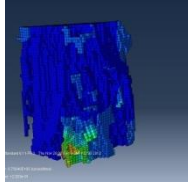
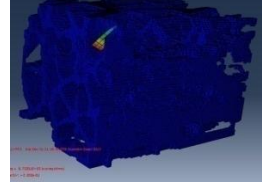
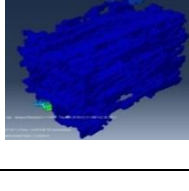

Şekil-4 de 2 farklı dilim aralığı için elde edilen numunelerin ilk dokuz modunda oluşan doğal frekans değerleri verilmiştir. Dilim kalınlığı küçük olan (0,02118mm) değerinde doğal frekanslar en büyük çıkmıştır. Dilim kalınlığının düşmesiyle birlikte doğal frekans değerlerinin düştüğü görülmektedir

**Şekil-4** İlk dokuz mod için doğal frekans değerleri

Şekil-4'deki grafiğe ait doğal frekans değerleri, mod şekilleri ve mod şekillerinin en büyük şekil değişimlerinin olduğu bölgeler tablo-4' de sunulmuştur.

**Tablo-4** İlk dokuz mod şekilleri

Dilim Kalınlıkları	0,04236mm	0,02118mm
Mod1		
Mod2		
Mod3		
Mod4		
Mod5		
Mod6		
Mod7		

Mod8		
Mod9		

Tablo-4'e bakıldığında aynı modelin sadece eşik dilim kalınlıkları farklı alınmasıyla oluşturulmuş modellerinde doğal frekans değerlerinin değiştiği görülmektedir, Buna ek olarak aynı mod numarasında mod şekillerinin ve bu mod şekillerinin en büyük şekil değişimlerinin olduğu bölgelerinin aynı olmadığı görülmektedir. Bunların aynı mod olabilmesi için tam olarak aynı bölgesinin aynı hareketi yapması gerekmektedir.

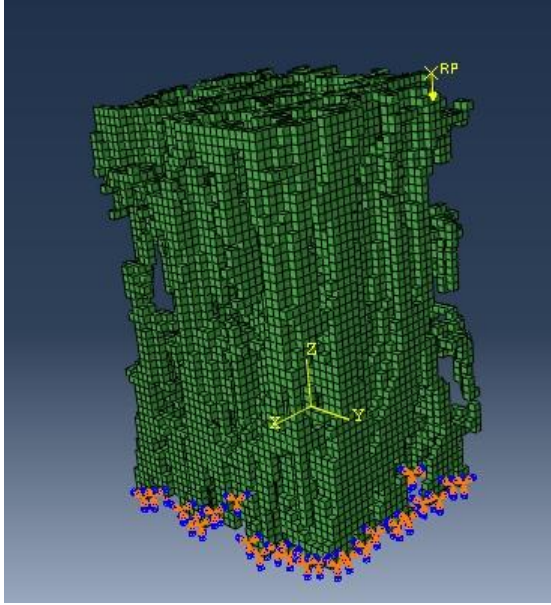
5. moda bakıldığında, mod numarası aynı olmasına rağmen tüm mod şekillerinin ve mod şekillerinin en büyük şekil değişimlerinin olduğu yerin birbirinden farklı olduğu görülmektedir.

Kısaca özetlersek, bir cisim araya bir diğerinde olmayan ilave mod almıştır. Bu durumun oluşması, dilim aralıklarının farklı seçiminin doğal titreşim davranışı üzerindeki etkisinin sadece sayısal değer olarak değil, aynı zamanda mod yapılarının sıralamalarını değiştirecek kadar önemlidir.

### 3.2.3 Burkulma Davranışı Üzerindeki Etkileri

Bu aşamada farklı dilim kalınlıkları seçimi ile oluşturulan modellerin burkulma davranışına olan etkileri incelenmiştir. İncelenen modlarda doğrudan anizotropik vokseller kullanılmıştır. Bu sebeple önceki titreşim örneğinden farklı olarak sonuçlar sonlu eleman boyut etkisinden arındırılmamıştır. Bu durum güncel problemlerde gözardı edilerek yapılan analizlere karşılık gelmektedir. 3.2.1 de özellikleri verilen numuneler için ilk beş moda karşılık gelen burkulma yükleri incelenecektir.

Numunenin threshold aralık değeri 70-255 olarak alınmış olup dilim kalınlıkları 0,04236mm ve 0,02118mm için burkulma yükleri incelenmiştir.



Şekil-5 Numunenin yüklenmiş ve mesnetlenmiş görünümü

Şekil-5 de görüldüğü gibi sistem altta x,y,z yönünde hem dönme hem de deplasman değeri sıfır olacak şekilde sınır koşulları verilmiştir. Sistem üstte ise x,y,z yönünde dönme sıfır ve x,y yönünde deplasman sıfır olacak şekilde sınır koşulları verilmiştir. Daha sonra z yönünde 1 N luk yük uygulanarak tablo37 de verilen ilk beş moda karşılık gelen burkulma yükleri hesaplanmıştır.

Tablo-5 İlk beş moda karşılık gelen burkulma yükleri

D.K.	0,04236mm	0,02118mm
Burkulma yükleri (N)	79,202	24,588
	102,4	33,011
	106,02	38,819
	111,86	53,906
	125,58	55,789

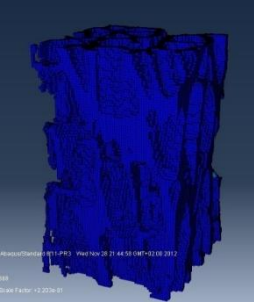
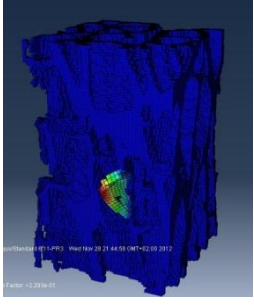
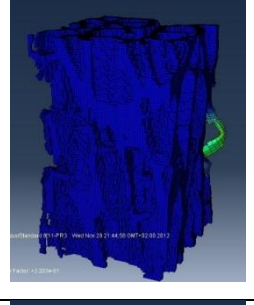
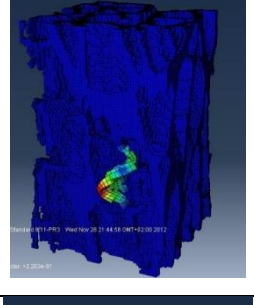
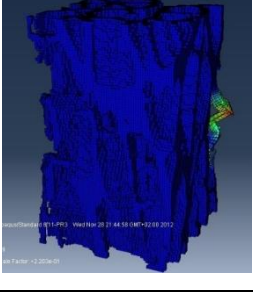
Tablo-5 e bakıldığında 1., 2. ve 3.moda karşılık gelen burkulma yükü dilim kalınlığı azaldıkça yaklaşık 0,65 kat azalmaktadır. Diğer modlara karşılık gelen burkulma yükleri ise dilim kalınlığı azaldıkça yaklaşık 0,50 kat azalmaktadır.

Tablo-6 da mod şekilleri ve o modlara karşılık gelen kuvvetler görülmektedir. Dilim kalınlığının değişmesiyle mod şekillerini etkilendiği tablo-6 da açıkça görülmektedir.

Tablo-5a İlk beş moda karşılık gelen burkulma yükleri ve şekilleri

$\mu = 0.04236 \text{ mm}$	
Mode 1-79,202 N.	
Mode 2-102,4 N.	
Mode 3-106,02 N.	
Mode 3-111,86 N.	
Mode 3-125,58N.	

**Tablo-5b** İlk beş moda karşılık gelen burkulma yükleri ve şekilleri

$\mu = 0.02118 \text{ mm}$	
Mode 1-24,588 N.	
Mode 2-33,011 N.	
Mode 3-38,819 N.	
Mode 3-53,906 N.	
Mode 3-55,789 N.	

## 4 Sonuçlar

Çalışma kapsamında mikro yapıların tersine mühendislik yöntemleri ile sonlu elemanlar yöntemi kullanılarak modellenmiş ve model geometrileri incelenmiştir.

Çözünürlüğün voksel tabanlı model ve analiz sonuçları üzerindeki etkisi de oluşturulan 5 ayrı numune üzerinde ele alınmıştır. Farklı dilim kalınlıkları alınarak oluşturulan modellerde dilim kalınlığının artırılmasıyla nokta sayısının 0,84 kat azaldığı, model eleman sayısının 0,86 kat azaldığı ve model hacminin ise 0,02 oranında azaldığı elde edilmiştir. Farklı dilim kalınlığı seçiminin eşik değer seçimine göre model nokta sayısında ve eleman sayısında çok daha fazla etkin olduğu ama model hacminde çok fazla değişikliğe neden olmadığı görülmüştür. Doğal frekans için yapılan analizlerde dilim kalınlığı büyük olan değerde doğal frekanslar en büyük çıkmıştır. Dilim kalınlığının düşmesiyle birlikte doğal frekans değerlerinin düşmüştür. Yapılan burkulma analizlerinde dilim kalınlığının artmasıyla burkulma yükü artmıştır.

## 5 Kaynaklar

[1]Berger M., Levine J.A., Nonato L.G., Taubin G., Silva C.T. An End-to-End Framework for Evaluating Surface Reconstruction, SCI Technical Report, No. UUSCI-2011-001, SCI Institute, University of Utah, 2011.

[2]CIBC. Note: BioImage: A SCIRun Power App for processing and visualizing medical image volumes. Scientific Computing and Imaging Institute (SCI), 2011.

[3]CIBC. Note: BioPSE: Problem Solving Environment for modeling, simulation, image processing, and visualization for biomedical computing applications. Scientific Computing and Imaging Institute (SCI), 2011.

[4]Ha .L.K., Krueger J., Comba J., Joshi S., Silva C.T. Optimal Multi-Image Processing Streaming Framework on Parallel Heterogeneous Systems. In Proceedings of Eurographics Symposium on Parallel Graphics and Visualization 2011

[5]Kim S.H., Fonov V., Piven J., Gilmore J., Vachet C., Gerig G., Collins D.L., Styner M. Spatial Intensity Prior Correction for Tissue Segmentation in the Developing human Brain. In Proceedings of IEEE ISBI 2011, pp. (to appear). 2011.

[6]Valerio P., Xavier T., Hans H., Julien T. Topological Methods in Data Analysis and Visualization: Theory, Algorithms, and Applications (Mathematics and Visualization). Springer, 2011.

[7]Rosen P., Popescu V. An Evaluation of 3-D Scene Exploration Using a Multiperspective Image Framework. In Visual Computer 27 (Computer Graphics International 2011), Vol. 27, No. 6-8, Springer-Verlag New York, Inc., pp.

[8]Schott M., Grosset A.V.P, Martin T., Pegoraro V., Smith S.T., Hansen C.D. Depth of Field Effects for Interactive Direct Volume Rendering. In Proceedings of Eurographics/IEEE Symposium on Visualization 2011, Vol. 30, No. 3

[9]Shi F., Shen D., Yap P.-T., Fan Y., Cheng J.-Z., An H., Wald L.L., Gerig G., Gilmore J.H., Lin W. CENTS: Cortical Enhanced Neonatal Tissue Segmentation. In Human Brain Mapping HBM, Vol. 32, No. 3, Note: ePub 5 Aug 2010, pp. 382--396. March, 2011

[10]Griffith J. F. and Genant H. K. Bone mass and architecture determination: state of the art, J. Clin. Endocrinol.Metab.,2008,22(5), pp. 737-764 .

[11]Lai Y. M., Quinb H.Y., Lee K.K.H. And Chan K.M. Regional differences in trabecular BMD and micro-architecture of weight-bearing bone under habitual gait loading—A pQCT and microCT study in human cadavers. Bone, 2005,37, pp. 274 – 282 .

[12]Genant H.K.and Jiang,Y. Advanced imaging assessment of bone quality, Annals New York Academy of Sciences,2006, 1068,pp.410–428 .

[13]Teo J.C.M., Si-Hoe K.M., Keh J.E.L. and Teoh S.H. Relationship between CT intensity, micro-architecture and mechanical properties of porcine vertebral cancellous bone, Clin.Biomech,2006, 21, pp.235-244.

[14]Altintas G. Effect of slice thickness variation on free vibration properties of micro-ct based trabecular bone models, 2nd International Symposium on Computing in Science & Engineering, June 1-4 (2011) Kuşadası – TURKEY.

[15]Altintas G., Erdem R. T. Effect of micro-ct slice intensity on natural vibration behavior of cancellous bone models based on reverse engineering techniques, Procedia Technology, 1, 2012 , 318 – 322,

[16]Altintas G. Effect of slice step size on prediction of natural vibrationproperties of bone tissue. Mathematical and Computational Applications,2012, 17(3), pp. 235-243.

[17]Altintas G. Node-id based non-recursive flood fill algorithm for non-uniform discrete solid domains . 2nd World Conference On Information Technology, November23-27 Antalya, Turkey (2011).

[18]ABAQUS® Analysis User's Manual



# Belirsiz Katsayılar Metodu ile PWM Kontrollü Buck Tipi Dönüştürücü Devre Analizi

Anıl Kuç<sup>1\*</sup>, Mustafa Nil<sup>2\*</sup>, İlker Kılıç<sup>3</sup>, Yücel Koçyiğit<sup>4</sup>

<sup>1</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Elektrik-Elektronik Mühendisliği, Manisa, Türkiye, Tel: 05542042986, Fax:+90 236 241 21 43, anil\_kuc@hotmail.com<sup>1</sup>

<sup>2</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Elektrik-Elektronik Mühendisliği, Manisa, Türkiye, Tel: +90 236 201 21 55, Fax: : +90 236 241 21 43, mustafa.nil@cbu.edu.tr<sup>2\*</sup>

<sup>3</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Elektrik-Elektronik Mühendisliği, Manisa, Türkiye, Tel:+90 236 201 2153, Fax: +90 236 241 21 43, ilker.kilic@cbu.edu.tr<sup>3</sup>

<sup>4</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Elektrik-Elektronik Mühendisliği, Manisa, Türkiye, Tel:+90 236 201 2154, Fax: +90 236 241 21 43, yucel.kocyyigit@cbu.edu.tr<sup>4</sup>

\*İletişimden sorumlu yazar / Corresponding author

Geliş / Recieved: 8 Nisan (April) 2015

Kabul / Accepted: 15 Eylül (September) 2015

DOI: <http://dx.doi.org/10.18466/cbujos.25222>

## Özet

Bu çalışmada DC-DC Buck dönüştürücü devresinin akım ve çıkış geriliminin diferansiyel denklemleri, devreye ait durum denklemleri kullanılarak elde edilmiştir. Bu denklemler Belirsiz Katsayılar Metodu (BKM) ile çözülerek bir periyot için çıkış gerilim değeri hesaplanmıştır. Farklı PWM kontrol değerleri için hesaplanan çıkış gerilimi sonuçları grafik olarak gösterilmiştir. Önerilen bu çalışma ile Buck dönüştürücü devresine ait Matlab Simulink benzetim sonuçları da gösterilmiştir.

**Anahtar Kelimeler** - Belirsiz Katsayılar Metodu, Buck Dönüştürücü, Hibrit, PWM

## PWM controlled Buck type converter circuit analysis by Method of Undetermined Coefficients

### Abstract

In this paper, the differential equations of the current and the output voltage of the DC-DC Buck converter circuit are defined by using the state equations of the circuit. The output voltage is determined by the method of undetermined coefficients for a period. The graphical results of the output voltage for different PWM control values are shown moreover, the MATLAB Simulink analysis results regarding the Buck converter circuit are shown in the proposed work.

**Keywords** - Buck Converter, Hybrid, Method of Undetermined Coefficients, PWM

## 1 Giriş

Güç elektroniğinin önemi her geçen gün ilerleyen teknoloji ve denetim teorisinin gelişmesiyle artmaktadır. Güç denetimi başlangıçtan bu güne farklı yöntemlerle yapılmaktadır. İlk zamanlar klasik yöntemler kullanılmasına karşılık yarıiletken teknolojisinin gelişmesiyle yerini güç elektroniği

düzenlerine bırakmıştır [1].

Üretime dayalı endüstrilerde üretim maliyetlerini aşağı çekmek ve kusurlarını en düşük seviyelere indirmek için yüksek kalitede üretim gerçekleştirmek her geçen gün daha fazla önem kazanmaktadır. Bu bağlamda bu hedefleri gerçekleştirmek ve çeşitli ek avantajlar elde

edebilmek için otomasyon sistemlerinin kullanılması kaçınılmazdır. Üretim endüstrisinin otomasyon sistemleri ile buluşturulması sonucunda maliyetler düşmekte verimlilik artmaktadır [2].

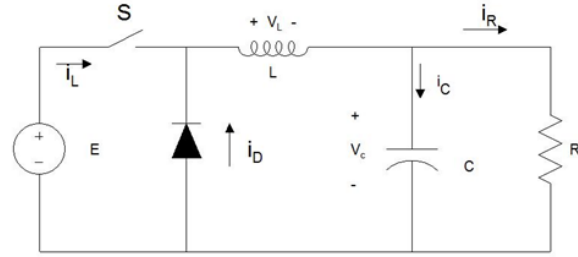
Güç elektroniği devrelerinin bilgisayar ile analizi günümüzde çok önem taşımaktadır. Lineer devrelerden farklı olarak, anahtarlama yapılarından dolayı güç elektroniği devrelerinin analizi oldukça zordur. Temel problemler, yarıiletken anahtarların modellenmesi, anahtarlama sonucu oluşan değişken devre yapılarının belirlenmesi ve geçici durumların analiz edilmesidir. Bu doğrultuda gerçekleştirilen bilgisayarla analizin temeli; devre modellemesi ve sayısal hesaplara dayanmaktadır [3].

Hibrit elektrikli araçlar (HEA), enerjinin iki ya da daha fazla enerji deposundan sağlandığı ve bu enerji depolarından en az bir tanesinin elektrik enerjisi verdiği bir araç olarak tanımlanmıştır. Bu araçlar içten yanmalı motor, batarya, süperkondansatör ve yakıt pili ünitelerinden oluşmaktadır. Hibrit elektrikli araç uygulamalarında genellikle farklı gerilim seviyesine bağlı sistemlerin (yakıt pili, akü grubu veya alçak gerilim beslemesine ihtiyaç duyan elektronik devreler vb.) birbirine bağlanması ve DC motor kontrolü amacıyla DC-DC dönüştürücüler kullanılmaktadır [4].

## 2 Darbe Genişlik Modülasyonlu PWM Kontrollü Buck Dönüştürücü

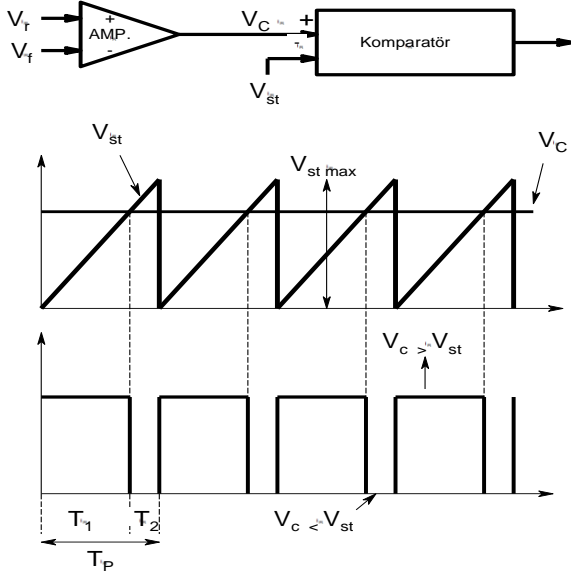
Anahtarlama temel DC - DC dönüştürücülerinde giriş ve çıkış gerilim kaynakları, güç anahtarları ve güç diyotu ile endüktans ve kondansatör ideal, ayrıca endüktanstan geçen akımın kesintisiz olduğu kabul edilmektedir. Kararlı rejimde çalışan temel dönüştürücülerin hepsinde ortalama olarak endüktans akımı daima güç anahtarı ve güç diyotu akımlarının toplamına eşittir. Endüktans gerilimi ve kondansatör akımı ortalama olarak daima sıfırdır. Endüktans akımı ile kondansatör gerilimindeki artma ve azalma miktarları daima birbirine eşittir. DC çıkış gerilimi, ortalama

endüktans geriliminin sıfır olmasından veya endüktans akımındaki artma ve azalma miktarlarının birbirine eşitliğinden bulunabilir [5]. Hibrit araçlarda iki tip DC-DC çeviriciye ihtiyaç vardır. Bunlardan biri batarya gerilimini aracın ihtiyacı olan gerilime indiren DC-DC çevirici, diğeri batarya gerilimini elektrik motorunun çalışma gerilimine çeviren yüksek güçlü DC-DC çeviricilerdir. Batarya sisteminin gerilimi, elektrik motoru için gerekli çalışma gerilimini sağlıyorsa yüksek güçlü DC-DC çeviriciye gerek yoktur. Enerji kaynağı süper kapasitör olan araçlarda gerilim değişimi yüksek olduğu için yüksek güçlü DC-DC çeviriciye ihtiyaç duyulur [6].



Şekil 1. Buck tipi DC-DC dönüştürücü [5]

Düşürücü (Buck) Dönüştürücünün devre şeması Şekil 1'de verilmiştir. Bu dönüştürücüde temel olarak güç anahtarı iletimde iken giriş gerilim kaynağı hem çıkışı besler hem de endüktansa ilave bir enerji enjekte eder ve güç diyotu iletimde iken endüktanstan bu ilave enerji çıkışa aktarılır [5]. En kolay yöntem olarak bilinen DC darbe genişlik modülasyonu (DC PWM) yönteminin prensip dalga şekilleri Şekil 2'de verilmiştir [5].



Şekil 2 Darbe genişlik modülasyonu [5]

Bu kontrolde, Doluluk oranı, Darbe / Periyot oranı veya Bağlı üretim süresi;

$$\lambda = \frac{T_d}{T_p} = \frac{V_c}{V_{ST}} \quad (1)$$

olarak tanımlanır. Doluluk oranının değiştirilmesi ile güç kontrolü sağlanır. Bu dönüştürücülerde genellikle pozitif sinyal kullanılır. Bazen tersine de ihtiyaç duyulur. Doluluk oranının kontrolü genellikle frekansın sabit tutulması ve darbe genişliğinin değiştirilmesi ile sağlanır ki buna Darbe Genişlik Modülasyonu adı verilir [7].

PWM değerine bağlı olarak çıkış gerilimi aşağıdaki gibidir:

$$V_o = \lambda V_i \quad [7] \quad (2)$$

Yapılan çalışmada çeşitli PWM değerlerinde Matlab ortamında sonuçları Bölüm 4’de verilmiştir.

### 3 Belirsiz Katsayılar Metodu ve Sisteme Ait Diferansiyel Denklemlerin Elde Edilmesi ve Çözümü

Homojen olmayan bir diferansiyel denklemi çözmenin en basit yolu belirsiz katsayılar metodudur.

$$y'' + P(x)y' + Q(x)y = F(x) \quad (3)$$

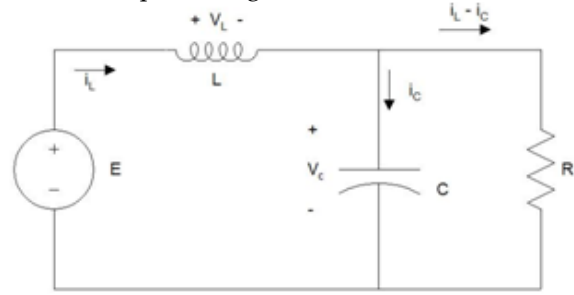
Diferansiyel denklemi sabit katsayı halde yazılırsa,

$$y'' + by' + c = F(x) \quad (4)$$

dir.  $F(x)$  teriminin alacağı bazı özel haller için bu yöntem son derece kullanışlıdır.

$F(x) = k \rightarrow$  sabit ,  $F(x) = P(x) \rightarrow n$  x’e bağlı bir polinom ,  $F(x) = Ae^{kx} \rightarrow$  üstel fonksiyon ,  $F(x) = A \sin ax$  veya  $B \cos ax$ ’dır [8].

S anahtarı kapalı olduğu durumda;



Şekil 3 S anahtarının kapalı olması durumunda eşdeğer devre [3]

Devreye ait durum denklemleri şu şekildedir[3];

$$\frac{di_L(t)}{dt} = -\frac{V_C(t)}{L} + \frac{E}{L} \quad (5)$$

$$\frac{dV_C(t)}{dt} = -\frac{V_C(t)}{RC} + \frac{i_L(t)}{C} \quad (6)$$

Her iki denklemden  $i_L(t)$  ve  $V_C(t)$  ye bağlı ifadeler aşağıdaki gibi elde edilir.

$$\frac{d^2V_C}{dt^2} + \frac{1}{RC} \frac{dV_C}{dt} + \frac{1}{LC} V_C(t) = \frac{E}{LC} \quad (7)$$

$$\frac{d^2i_L}{dt^2} + \frac{1}{RC} \frac{di_L}{dt} + \frac{1}{LC} i_L(t) = \frac{E}{RLC} \quad (8)$$

Başlangıç koşulları;

$$V_C(0) = 0 \quad V_C'(0) = 0 \quad (9)$$

$$i_L(0) = 0 \quad i_L'(0) = 0 \quad (10)$$

S anahtarı açık olduğu durumda;

Şekil 4 S anahtarının açık olması durumunda eşdeğer devre [3]

Devreye ait durum denklemleri şu şekildedir [3];

Devreye ait durum denklemleri şu şekildedir:

$$\frac{di_L(t)}{dt} = -\frac{V_C(t)}{L} \quad (11) [3]$$

$$\frac{dV_C(t)}{dt} = -\frac{V_C(t)}{RC} + \frac{i_L(t)}{C} \quad (12) [3]$$

Eşitlikleri ile kapasiteye ait diferansiyel denklem bulunur [9].

$$\frac{d^2V_C}{dt^2} + \frac{1}{RC} \frac{dV_C}{dt} + \frac{1}{LC} V_C = 0 \quad (13)$$

Başlangıç koşulları;

$$V_C(0) = V \quad V'_C(0) = V' \quad (14)$$

$$i_L(0) = i \quad (15)$$

$V_C(0) = V$  Kapasite geriliminin ulaştığı son değerdir.

$i_L(0) = i$  Bobin akımının ulaştığı son değerdir.

İkinci dereceden bir diferansiyel denklemin Belirsiz Katsayılar Metodu (BKM) ile çözümü için iki adet başlangıç değerine ihtiyaç vardır.

Bilinmeyen  $V'_C(0) = V'$  değerinin elde edilmesi için (16)'da  $V_C(0) = V$  ve  $i_L(0) = i$  yerine koyulur [9].

$$\frac{dV_C(0)}{dt} = -\frac{V_C(0)}{RC} + \frac{i_L(0)}{C} \quad (16) [9]$$

Bu denklemden elde edilen  $V'_C(0) = V'$  değeri ve bilinen  $V_C(0) = V$  değeri kullanılarak BKM metodu yardımı ile çözümü yapılmış ve Şekil 5 , Şekil 6 ve Şekil 7'de örtüştüğü görülmüştür.

#### 4 Farklı PWM Kontrollü Değerler İçin Benzetim Sonuçları

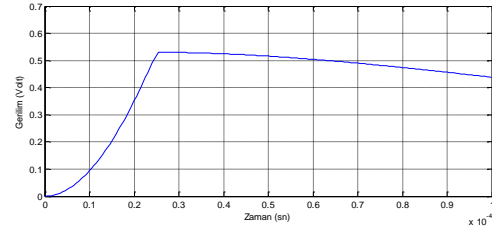
Kullanılan devreye ait eleman değerleri Tablo 1'de verilmiştir.

**Tablo 1.** Buck dönüştürücü devresine ait parametreler

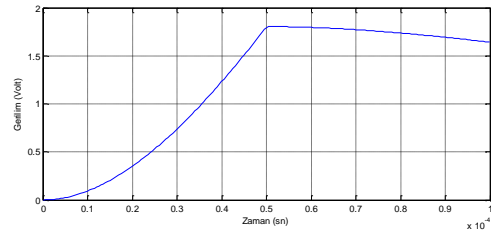
Parametreler	Değer
E	20 V
F <sub>a</sub>	10 KHz
D	0.25 0.50 0.75
R	5 Ω
L	1 mH
C	10 μF

Farklı PWM değerlerinde çözümleri ile bir tam periyot için elde edilen çıkış gerilimi değerleri

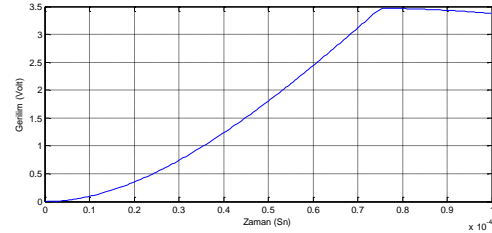
MATLAB ortamında grafiksel olarak Şekil 4, Şekil 5 ve Şekil 6'da verilmiştir.



Şekil 5  $\lambda = 0.25$  PWM kontrol değeri için çıkış gerilimi



Şekil 6.  $\lambda = 0.50$  PWM kontrol değeri için çıkış gerilimi



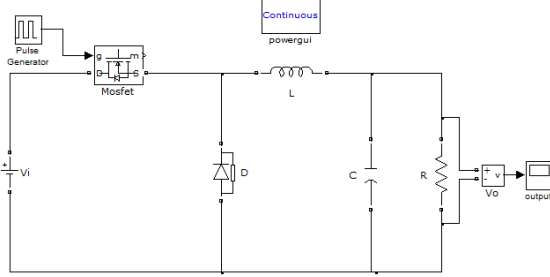
Şekil 7.  $\lambda = 0.75$  PWM kontrol değeri için çıkış gerilimi

Elde edilen sonuçlarda görüldüğü üzere PWM değeri arttıkça çıkış gerilimi artmaktadır. Düşük PWM değerlerinde gerilim yükselmesi, gerilim düşmesine göre daha kısa sürmektedir. Aynı süre için gerilim düşmesi, gerilim yükselmesine göre daha az sürede olmaktadır. Bu durumda devrede kapasite ve bobin etkisinin ne kadar önemli olduğunu göstermektedir.

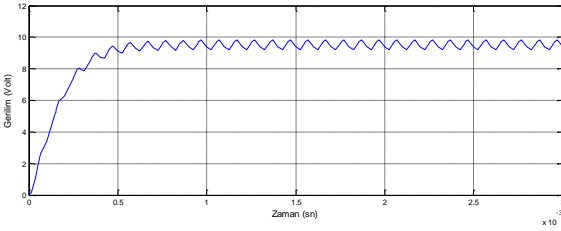
HEA'larda kullanılan DC-DC dönüştürücü yardımcı enerji kaynakları ile araç iletim barasına bağlanarak istenilen gücü karşılamaktadır. DC-DC dönüştürücü içten yanmalı motor ile veya tek başına gücü kontrol ünitesine iletmektedir [10].

Şekil 8'de MATLAB Simulink ortamında çizilmiş hibrit elektrik araçlarında kullanılan Buck

Dönüştürücü devresi görülmektedir. BKM ile yapılan çözümler birden fazla periyot değerleri için tekrarlanırsa elde edilen grafiğin Şekil 8'deki gibi olması beklenir.



Şekil 8 MATLAB Simulink ortamında hibrit elektrikli araçlarda kullanılan Buck dönüştürücü devresi [10]



Şekil 9 MATLAB Simulink ortamında hibrit elektrikli araçlarda kullanılan Buck dönüştürücü devresine ait çıkış gerilimi [10]

## 5. Sonuçlar

DC dönüştürücüler sabit bir DC gerilimi düşürmek veya yükseltmek amacıyla DC transformatör gibi kullanılırlar. Dönüştürücüler anahtarlamalı regülatörler olarak ve bir DC kaynaktan başka bir DC kaynağa enerji aktarmak amacıyla da kullanılabilir. Ancak, dönüştürücünün giriş ve çıkışlarında harmonikler üretilir. Bu harmonikler giriş ve çıkış süzgeçleriyle azaltılabilir. Dönüştürücüler sabit frekansla veya değişken bir frekansla anahtarlanabilir [11].

DC-DC çeviriciler anahtarlamalı güç kaynakları ve DC motor sürüş sistemlerinde oldukça geniş kullanım alanına sahiptir. Hibrit elektrikli araç uygulamalarında genellikle farklı gerilim seviyesine sahip DC sistemlerin birbirlerine bağlanması amacıyla kullanılırlar [12].

Güç elektroniği terimi çok geniş bir alanda elektronik devreleri içine almaktadır. 1950'lerden bu yana yarıiletken güç elemanlarının icat edilmesiyle güç elektroniği; haberleşme, ulaşım, aydınlatma, otomotiv, ısıtma, uzay sistemleri, kesintisiz güç kaynağı, motor kontrolü gibi birçok alanda uygulama bulmuştur [13]. Hatta bir uzay aracının güneş pilleri çıkışının uzay araçındaki değişik güç sistemlerinde kullanılmak üzere dönüşümü de buna ait bir uygulama olarak düşünülebilir [14]. Pille çalışan cihazların artmasıyla birlikte verimli düşük güçlü DC-DC dönüştürücülere olan ihtiyaç daha önce hiç olmadığı kadar artmıştır [15]. Düşük güçlerde verimli ve anahtarlama frekansı yüksek olan MOSFET teknolojisi DC-DC çeviricilerde kullanılmaktadır. Çeviricilerin verimleri genellikle %90'ların üzerindedir. Hacim, ağırlık ve maliyette kazanç sağlamak için batarya şarj sistemiyle birleştirilerek tek bir yapı haline getirme üzerinde çalışılabilir [6].

Bu çalışmada DC-DC Buck dönüştürücü devresi durum denklemleri kullanılarak bobin akımı ve kapasite gerilimine ait diferansiyel denklemler elde edilmiştir. Kullanılan anahtarlama elemanları ve diyotlar ideal kabul edilmiştir. Bobin akımı ve kapasite gerilimine ait denklemler Belirsiz Katsayılar Metodu ile çözümlenerek çıkış gerilim değeri elde edilmiştir. BKM ile elde edilen çıkış gerilimi değerlerinin grafiksel olarak gösteriminde Matlab programı kullanılmıştır.

Buck dönüştürücü devresinde Tablo 1'deki değerler için BKM sonuçları Şekil 5, Şekil 6 ve Şekil 7'de verilmiştir. PWM kontrol değeri arttıkça çıkış gerilimi yükselmektedir. Düşük PWM değerlerinde gerilim yükselmesi, gerilim düşmesine göre daha kısa olduğu grafiklerden anlaşılmaktadır. Aynı süre için gerilim düşmesi, gerilim yükselmesine göre daha kısa sürmektedir. Bu durum devredeki kapasite ve bobin etkisinden kaynaklanmaktadır.

Şekil 8'de Matlab Simulink ortamında çizilmiş Buck dönüştürücü devresi görülmektedir. Devreye ait benzetim sonucu Şekil 9'da verilmiştir. BKM ile

yapılan çözüm birden çok periyot için tekrarlanırsa sonucun Şekil 9'daki gibi olması beklenir.

## 6 Kaynaklar

- [1] Abut, N., Güç Elektroniği; Birsen Yayıncılık, 2004; 2 pp.
- [2] Karaçor M.; Nil M.; Onduk A.; Bir Durum İncelemesi: PLC mi? Micro-Denetleyici mi?, Endüstri Otomasyon Dergisi, Ocak 2013, 14-16.
- [3] Ertay, M. M.; YILDIZ, A. B.; Buck Dönüştürücü Devresinin Durum Değişkenleri Yöntemi ile Analizi, Proceedings of the 6th International Advanced Technologies Symposium, (IATS'11), Elazığ, Turkey, pp. 293-296, May 2011.
- [4] Tuna M.; Ergün A. A.; Ak, M.; Hibrit Elektrikli Araçlarda Kullanılan Yükselten DC-DC Dönüştürücünün Karşılaştırmalı Analizi, Genç Araştırmacılar Sempozyumu (UMES'07), pp. 212-215, 2007.
- [5] Bodur, H., DC - DC Dönüştürücülerde Yumuşak Anahtarlama Teknikleri Ders Notları, Yıldız Teknik Üniversitesi Yayınları, 2005, 15 pp.
- [6] Yıldız, M.; Topçu, N. T. Hibrit ve Tümü Elektrikli Araçlarda Kontrol ve Enerji Yönetimi Sistemleri, [www.melihyildiz.com.tr/wp-content/uploads/2012/10/RAPOR.pdf](http://www.melihyildiz.com.tr/wp-content/uploads/2012/10/RAPOR.pdf) (Ziyaret Tarihi: 20 Mart 2015).
- [7] Bodur H.; Güç Elektroniği, Birsen Yayıncılık, 2010; Bölüm 5, 181 – 182 pp.
- [8] Engin, T.; Çengel, Y. A., Mühendisler için DiferansiyelDenklemler, [http://mim.bilecik.edu.tr/Dosya/Icerik/148/DosyaEki/2\\_muhendisler\\_icin\\_dif\\_denk\\_yunus\\_cengel.pdf](http://mim.bilecik.edu.tr/Dosya/Icerik/148/DosyaEki/2_muhendisler_icin_dif_denk_yunus_cengel.pdf), Sakarya Üniversitesi - Mak. Müh. Bölümü, Sakarya, Eylül 2008 (Ziyaret Tarihi: 20 Mart 2015).
- [9] Irwin, J. D., Nelms, R. M; Basic Engineering Circuit Analysis, Chapter 7; pp. 323 – 324.
- [10] Köklükaya E.; Yıldız M.; Bağcı S. Hibrit Araçlarda Güç Elektroniği Sistemlerinin Genelleştirilmiş Durum Uzay Ortalama Yöntemiyle Modellenmesi, Fırat Üniversitesi Elektrik Elektronik Bilgisayar Sempozyumu (FEEB 2011), Elazığ, Türkiye, Cilt 1, pp. 36-41, Ekim 2011.
- [11] Rashid M. H. (Çev: Sünter S.;Aydemir M. T.), Güç Elektroniği, \*Nobel Yayıncılık, Pearson, 2015; 211 pp.
- [12] N. Ünlü, Ş. Karahan, O. Tür, H. Uçarol, E. Özsu, A. Yaşar, L. Turhan, F. Akgün, M. Tırıs, “ Elektrikli Araçlar”, [http://www.normenerji.com.tr/menus/elektrikli-araclar\\_190220120138391025288910.pdf](http://www.normenerji.com.tr/menus/elektrikli-araclar_190220120138391025288910.pdf) (Ziyaret Tarihi: 01 Nisan 2015).

- [13] Aziz Mamur, Yüksek Lisans Tezi, “FPGA Denetimli Düşürücü DA – DA Dönüştürücünün Tasarımı ve Gerçekleştirilmesi” , Fırat Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, s.1, 2012.
- [14] Gürdal, O. Güç Elektroniği; Seçkin Yayıncılık, 2008; 2 pp.
- [15] Nuber, M. K. F.; Bretthauer, G. Variable Frequency Digital PWM Controller for Low-Power Buck Converters, Proceedings of IEEE International Conference on Industrial Technology (ICIT), pp. 1227-1231, 2015.

# Alüminyum Bal Peteği Yapılarda Oluşan Eğilme Kuvvetlerinin Çoklu Regresyon İle İncelenmesi

Harun AKKUŞ<sup>1\*</sup>, Hayrettin DÜZCÜKOĞLU<sup>2</sup>, Ömer Sinan ŞAHİN<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Amasya Üniversitesi, Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu, Otomotiv Teknolojisi Programı, Amasya, harunakkus@windowslive.com

<sup>2</sup>Selçuk Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Konya, hayduzcukoglu@selcuk.edu.tr

<sup>3</sup>Selçuk Üniversitesi, Mühendislik Mimarlık Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Konya, ossahin@selcuk.edu.tr

\*İletişimden sorumlu yazar / Corresponding author

Geliş / Recieved: 14 Nisan (April) 2015

Kabul / Accepted: 3 Haziran (June) 2015

DOI: <http://dx.doi.org/10.18466/cbujos.36340>

## Özet

Bu çalışmada, altıgen yapılı bal peteği kompozit yapıların çoklu regresyon tahmin modeli oluşturulmuştur. Saf epoksi ve %1 çok duvarlı karbon nano tüp (mwcnt) takviyeli yapıştırıcı ile farklı hücre genişliği ve farklı yükseklikteki numuneler yapıştırılarak üretilen alüminyum bal peteklerinin üç nokta eğilme deneyleri ASTM E1556-08 standardına göre gerçekleştirilmiştir. Deney sonucu eğilmeye sebep olan maksimum kuvvet(F) değerleri ölçülmüştür. Deney sonuçlarında hücre genişliği sabit tutulduğunda hücre yüksekliği arttırıldığında eğilme kuvvetinde artma olduğu gözlemlenmiştir. Aynı hücre yüksekliği için bakıldığında hücre genişliği arttıkça eğilme kuvvetinde azalma olduğu gözlemlenmiştir. %1 mwcnt ile takviye edilen yapıştırıcı eğilme kuvvetlerinde azalmaya sebep olmuştur.  $F_{epoksi}$  için en iyi sonuçlar logaritmik regresyon denklemiyle,  $F_{CNT}$  için en iyi sonuçlar I. dereceden regresyon denklemiyle elde edilmiştir.  $F_{epoksi}$  ve  $F_{CNT}$  bağımlı değişkenine en çok etkiye sahip olan bağımsız değişkenin hücre genişliği olduğu tespit edilmiştir.

**Anahtar Kelimeler** – Alüminyum bal peteği, Epoksi, MWCNT, Üç nokta eğilme testi, Çoklu regresyon denklemi.

## Investigation of Bending Strength with Multiple Regression Model in Aluminum Honeycomb Structures

### Abstract

In this study, honeycomb hexagonal of composite structure is created of multiple regression model prediction. Three point bending tests of aluminum honeycomb, samples which have different cell diameters and heights adhesively produced with the pure epoxy and 1% multi-walled carbon nanotubes (mwcnt) reinforced adhesives, were performed according to ASTM standard E1556-08. Values of forces(F) that obtained from experimental results, were measured. Bending strength increased in case of cell diameter was constant and the cell height was increased. On the other hand bending strength decreased in case of cell diameter increases for the same cell height. Also 1% mwcnt which adds into the adhesive, caused to decrease of bending strength. The best results were obtained for  $F_{epoksi}$  and  $F_{CNT}$  with the logarithmic regression equation and the regression equation of first degree respectively. Cell diameter was found as of independent variable that has the most impact to dependent variables  $F_{CNT}$  and  $F_{epoksi}$ .

**Keywords** – Aluminum honeycomb, Epoxy, MWCNT, Three-point bending test, Multiple regression equation.

## 1 Giriş

Artan malzeme talebiyle yeni ve alternatif malzemelere ihtiyaç duyulmaktadır. Dolayısı ile araştırmalar farklı malzemelerin birleştirilmesi ile oluşturulan kompozit malzemelere yönelmiş ve bu alanda başarılı sonuçlar elde edilmiştir[1]. Yeni malzeme arayışı sonucu ortaya çıkan bilim dünyası tarafından ilgi gören, hakkında birçok bilimsel çalışma yapılan malzemelerden biriside bal peteği kompozit yapılarıdır. Bal peteği kompozit yapılar iki sert yüzey arasına yapıştırılan hafif çekirdek malzemeden oluşmaktadır[2]. Bal peteği yapılar ağırlık/mukavemet oranının önemli olduğu yerlerde(demiryolu, otomotiv, uçak sanayi gibi) kullanılır[3]. Geniş üretim sürecine sahip olması nedeniyle bal peteği yapıların mekanik davranışlarının belirlenmesi zor bir durumdur. Bal peteği yapıların kullanılmaları için mekanik özelliklerinin belirlenmesi gerekir[4]. Mekanik özelliklerinin belirlenebilmesi için basma, darbe, eğilme, çekme, soyulma gibi testler yapılmaktadır[3-6]. Testler yapıldıktan sonra elde edilen sonuçlar yorumlanarak çeşitli tahmin ve simülasyon modelleri oluşturularak mekanik özellikleri geliştirilmeye çalışılmaktadır.

Kompozit malzemelerin birleştirilmesinde kullanılan yapıştırıcılar nano parçacıklar gibi içerisine katılan katkı maddeleri ile güçlendirilmeye çalışılmaktadır. Yüzey pürüzlülüğü ve yapıştırıcıya parçacık takviyesinin kopmayı geciktirdiği, yeterli yapışkan miktarının mukavemeti arttırdığını belirlenmiştir[7, 8]. Bal peteği kompozit yapıların basma mukavemetlerinin iyi olmasına rağmen eğilme ve kesme mukavemetlerinin iyi olmadığı hasarların uygulanan yüke bağlı olarak genelde yapışma noktalarında ayrılma şeklinde meydana geldiği bilinmektedir[9]. Darbe ve eğilme direnci çekirdek yapısına, uygulanan yüke, panel geometrisine, yapışma özelliğine bağlı olarak yapıda yayılmaktadır[10]. Saf epoksi ve farklı oranlarda mwcnt ilaveli (%0,5-1-1,5) yapıştırıcılarla birleştirilen alüminyum levha bindirmelerin darbe deneyi sonucu dayanımı en fazla %1 mwcnt ilavelinin arttırdığı belirlenmiştir [11].

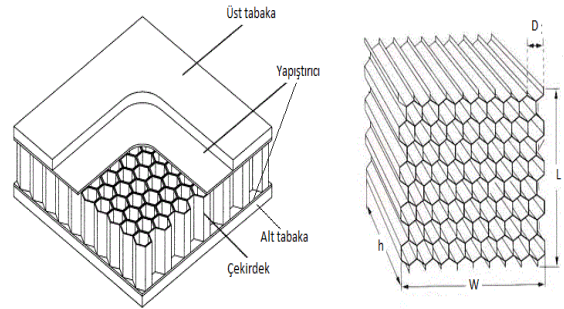
Regresyon analizi için kurulan model, bağımlı (açıklanan) değişken ve bağımsız (açıklayan) değişkenleri içeren bir modeldir. Böyle bir modelde; bağımlı değişkendeki değişim, bağımsız değişkenler ile açıklanmaya çalışılır[12]. Regresyon denklemleri sonucunda elde edilen belirtme katsayısı( $R^2$ ) olarak bilinen bağımsız değişkenlerin bağımlı değişkeni açıklama oranı ise modeldeki açıklama miktarının açıklanamayan mikta-

ra olan oranıdır. Regresyon sonuçlarında belirtme katsayısı ( $R^2$ ) 1' e yakın bulunursa bağımlı değişkendeki değişimin büyük bir kısmı bağımsız değişken tarafından açıklanabilmektedir[13-15].

Çalışmamızda saf epoksi ve %1 mwcnt takviyeli yapıştırıcılarla üretilen alüminyum bal peteği kompozit yapılarda üç nokta eğilme deneyi sonucu oluşan kuvvet değerleri ölçülmüştür. Deneysel çalışmalarda arttan deney sayısı maliyet ve zaman yönünden engel oluşturmaktadır. Çalışmamızda her hücre yüksekliği ve her hücre genişliği için deneylerin yapılması yerine bu engelleri ortadan kaldırmak, deney parametreleri arasındaki ilişkiyi ölçmek ve tahmin modeli oluşturmak için çoklu regresyon modelleri oluşturulmuştur.

## 2 Materyal ve Metot

Şekil 1'de alt-üst katman arasına yerleştirilmiş çekirdek yapının yapıştırıcı ile birleştirilmiş hali gösterilmiştir. Şekildeki ölçülerden D hücre genişliğini, h hücre yüksekliğini, W boyu, L genişliği ifade etmektedir. Deneylerde kullanılan numuneler iki farklı hücresel yükseklikte(10-30 mm) dört farklı hücre genişliğinde (6,78-10,39-14,17-17,32 mm) altıgen yapıya sahip 0,05 mm et kalınlığında alüminyum 3000 serisi çekirdek ve 0,5 mm kalınlığa sahip alüminyum 1000 serisi alt-üst katmandan oluşturulmuştur. Numunelerin genişlikleri 50 mm ve boyları 210 mm ebatlarında deney ölçülerine getirilmiştir. Deney listesi Çizelge 1'de verilmiştir.



Şekil 1. Altıgen bal peteği yapıların ebatları

Birinci yapıştırıcı olarak saf epoksi ve ikinci yapıştırıcı olarak %1 mwcnt ilaveli epoksi kullanılmıştır. İkinci yapıştırıcı için ilk olarak aseton içerisinde çözündürülen mwcnt'ler ultrasonic karıştırıcı yardımıyla 30 dakika karıştırılarak soğutma banyosunda, sonra aseton uçurma işlemi için 65 °C sıcaklıktaki fırında vakum ortamında 24 saat bekletildi. Epoksi içerisine katılan mwcnt'nin çapı 50 nm, boyu 10-30 µm boyutlarda



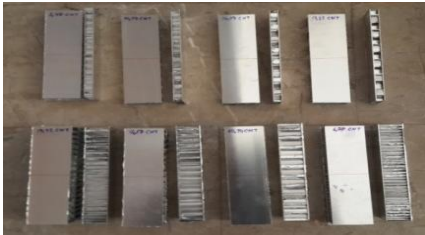
Times Nano Company şirketinden temin edilmiştir. Yapıştırıcı sürülmeden önce alt üst katmanlarda çekirdeğin daha iyi tutunması için P100 zımpara ile yüzey pürüzlülüğü oluşturuldu. Zımpara işleminden sonra yüzeyde meydana gelen zımpara tozları Sika Aktivator 205 (Sika Cleaner 205) ile bez yardımı ile silindi.

Ağırlıkça 2 birim yapıştırıcı ve 1 birim sertleştirici ile karıştırılarak (2:1 oranında) bir rahle yardımı ile önce alt tabakaya sürüldü ve üzerine çekirdek oturtuldu daha sonra yapıştırıcı sürülmüş üst tabakaya çekirdek üstüne kapatıldı. Oluşturulan bal peteği kompozit yapılar ilk kürleşme için oda sıcaklığında 3 saat, son kürleşme için 15 bar basınçta oda sıcaklığında bir gün preste bekletildi. 1x1 m' lik alüminyum tabakalara dört farklı hücre genişliğinde yapıştırılan numuneler testere ile kesilerek 50x210 mm ebatlarında deney ölçülerine getirildi.

Üç nokta eğilme testleri Selçuk Üniversitesi Makine Mühendisliği Laboratuvarında ASTM E1556-08 standardına göre gerçekleştirilmiştir[16]. Deneylerde Instron marka 8081 model çekme cihazı kullanılmıştır. Üretilen numuneler ve numunelerin test cihazına bağlanması Şekil 2'de gösterilmiştir.

Çizelge 1. Deney listesi

Deney No	D(mm)	h(mm)
1	6,78	10
2	10,39	10
3	14,17	10
4	17,32	10
5	6,78	30
6	10,39	30
7	14,17	30
8	17,32	30



Şekil 2. Üretilen numuneler ve numunelerin test cihazına bağlanması

### 3 Bulgular

Üç nokta eğilme deneyleri sonucunda eğilmeye sebep olan maksimum kuvvet değerleri ölçüldü. Deneyler üç tekrar olarak yapıldı ve ortalama değerleri hesaplandı. Elde edilen değerler Çizelge 2'de verilmiştir.

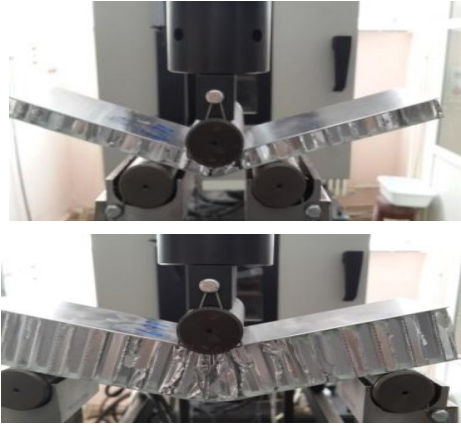
Çizelge 2'de hücre genişliği sabit tutulup hücre yüksekliği arttırıldığında eğilme kuvvetinde bir artma meydana geldiği tersi durumda azalma olduğu sonucuna varılmaktadır. Arttan hücre yüksekliği burkulma dayanımını arttırdığı için eğilmeye zorlayan kuvvet değerleri artmaktadır. Çizelge 2'de aynı hücre yüksekliği için bakıldığında hücre genişliği arttıkça eğilme kuvvetinde bir azalma tersi durumda ise bir artış olduğu görülmektedir. Arttan hücre genişliği yapıda boşluklar meydana getirdiğinden eğilme kuvvetleri azalmaktadır.

Çizelge 2. Deney sonucu elde edilen kuvvet değerleri

Deney No	F <sub>epoksi</sub> (N)	F <sub>CNT</sub> (N)
1	678,81	538,07
2	498,08	457,15
3	350,16	346,37
4	319,19	259,35
5	887,85	819,43
6	652,71	639,43
7	406,16	401,50
8	364,01	353,67

Çizelge 2 incelendiğinde yapıştırıcıya %1 mwcnt ilavesi eğilme kuvvetini düşürdüğü görülmektedir. Yapıştırıcı içerisine katılan katı parçacıklar yüzey tutunmasını engellediğinden dolayı kuvvet değerleri mwcnt için düşmüştür. Basma ve darbe deneylerinde yapıştırıcımız içerisine katılan %1 mwcnt'nin kuvvet değerlerini arttırdığını daha önceki çalışmalarımızda

elde edilmiştir [14, 15]. Şekil 3'te deney sonucu numunede meydana gelen şekil değişikliği görülmektedir.



Şekil 3. Deney sonucu numunede meydana gelen şekil değişikliği

### 3.1 Regresyon denklemlerinin elde edilmesi

Birinci dereceden regresyon ve logaritmik regresyon denkleminde bağımlı değişken T, bağımsız değişken x, y, z kabul edilirse lineer regresyon eşitliği denklem (1)'de ve logaritmik regresyon eşitliği denklem (2)'deki gibi ifade edilir. Burada  $k_0$  sabit;  $k_1$ ,  $k_2$ ,  $k_3$  ise x, y, z bağımsız değişkenlerinin katsayılarıdır.

$$T = k_0 + k_1 x + k_2 y + k_3 z \quad (1)$$

$$T = k_0 + k_1 \log(x) + k_2 \log(y) + k_3 \log(z) \quad (2)$$

Bu çalışmada çoklu regresyon modellerinden birinci ve logaritmik regresyon denklemleri elde edilen verilere uyarlanmış, sonucunda deney sonuçları ile çoklu regresyon arasındaki ilişki incelenmiştir. Çoklu regresyon modellerinin oluşturulmasında MINITAB 14 programından faydalanılmıştır.

#### 3.1.1 $F_{epoksi}$ için çoklu regresyon denklemleri

##### $F_{epoksi}$ için I. dereceden regresyon denklemi

$F_{epoksi}$  değerleri için elde edilen I. derece regresyon denklemi denklem (3)'te verilmiştir.  $F_{epoksi}$  için I. dereceden regresyon denklem katsayıları Çizelge 3'de verilmiştir

$$F_{epoksi} = 931 - 43,4 D + 5,81 h \quad (3)$$

Çizelge 3.  $F_{epoksi}$  için I. derece regresyon denklem katsayıları

	Katsayılar	Düzeltilmiş katsayılar	T	P
Sabit	930,95	89,54	10,40	0,000
D	-43,358	5,951	-7,29	0,001
h	5,806	2,357	2,46	0,057

$F_{epoksi}$  için I. dereceden regresyon denkleminde belirtme katsayısı %92,2'dir. 1'e yakın olduğu içinde değişkenler arasında kuvvetli bir ilişkiden söz edilebilir. Bağımlı değişkendeki değişimin % 92,2'si bağımsız değişkenler tarafından açıklanabilir.  $F_{epoksi}$  bağımlı değişkenine I. dereceden denklemde en çok etkiye sahip olan bağımsız değişken  $P < 0,5$  olduğu için hücre genişliğidir.

##### $F_{epoksi}$ için logaritmik regresyon denklemi

$F_{epoksi}$  değerleri için elde edilen logaritmik regresyon denklemi denklem (4)'te verilmiştir.  $F_{epoksi}$  için logaritmik regresyon denklem katsayıları Çizelge 4'te verilmiştir.

$$F_{epoksi} = 1424 - 1138 \log(D) + 243 \log(h) \quad (4)$$

Çizelge 4.  $F_{epoksi}$  için logaritmik regresyon denklem katsayıları

	Katsayılar	Düzeltilmiş katsayılar	T	P
Sabit	1423,6	160,1	8,89	0,000
D	-1137,8	119,9	-9,49	0,001
h	243,38	77,25	3,15	0,025

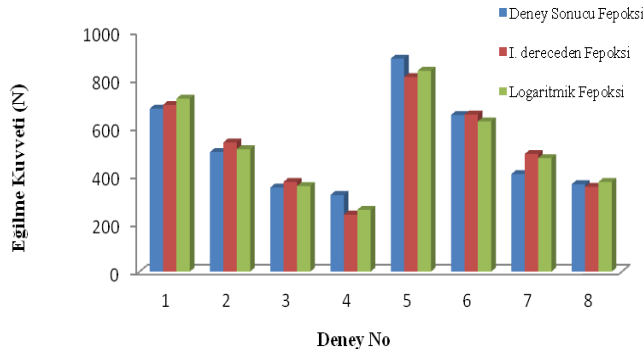
$F_{epoksi}$  için logaritmik regresyon denkleminde belirtme katsayısı %95,2'dir. 1'e yakın olduğu içinde değişkenler arasında kuvvetli bir ilişkiden söz edilebilir. Bağımlı değişkendeki değişimin %95,2'si bağımsız değişkenler tarafından açıklanabilir.  $F_{epoksi}$  bağımlı değişkenine logaritmik denklemde en çok etkiye sahip olan bağımsız değişken  $P < 0,5$  olduğu için hücre genişliğidir.

##### $F_{epoksi}$ için sonuçların kıyaslanması

$F_{epoksi}$  için I. dereceden ve logaritmik regresyon denklemleriyle yapılan hesaplamaların sonuçları Çizelge 5'te verilmiştir. Çizelge 5 değerlendirildiğinde logaritmik regresyon denklemi deney sonuçlarına daha yakın olduğu görülmektedir. Şekil 4'te elde edilen sonuçlar sütun grafiği olarak gösterilmiştir.

**Çizelge 5.**  $F_{epoksi}$  için deneysel, I. dereceden regresyon ve logaritmik regresyon sonuçları

Deney No	Deney Sonucu $F_{epoksi}$ (N)	I. dereceden $F_{epoksi}$ (N)	Logaritmik $F_{epoksi}$ (N)
1	678,81	694,848	721,06
2	498,08	538,174	510,09
3	350,16	374,122	356,74
4	319,19	237,412	257,53
5	887,85	811,048	837,00
6	652,71	654,374	626,03
7	406,16	490,322	472,68
8	364,01	353,612	373,47



**Şekil 4.**  $F_{epoksi}$  için deneysel ve regresyon sonuçlarının karşılaştırılması

### 3.1.2 $F_{CNT}$ için çoklu regresyon denklemleri

#### $F_{CNT}$ için I. dereceden regresyon denklemi

$F_{CNT}$  değerleri için elde edilen I. derece regresyon denklemi denklem (5)'te verilmiştir.  $F_{CNT}$  için I. dereceden regresyon denklem katsayıları Çizelge 6'da verilmiştir.

$$F_{CNT} = 769 - 36,6 D + 7,66 h \quad (5)$$

**Çizelge 6.**  $F_{CNT}$  için I. derece regresyon denklem katsayıları

	Katsayılar	Düzeltilmiş katsayılar	T	P
Sabit	769,97	79,97	9,62	0,000
D	-36,633	5,315	-6,89	0,001
h	7,664	2,105	3,64	0,0015

$F_{CNT}$  için I. dereceden regresyon denkleminde belirtme katsayısı %92,4'tür. 1' e yakın olduğu içinde değişkenler arasında kuvvetli bir ilişkiden söz edilebilir. Bağımlı değişkendeki değişimin % 92,4'ü bağımsız değişkenler tarafından açıklanabilir.  $F_{CNT}$  bağımlı değişkenine I. dereceden denklemde en çok etkiye sahip

olan bağımsız değişken  $P < 0,5$  olduğu için hücre genişliğidir.

#### $F_{CNT}$ için logaritmik regresyon denklemi

$F_{CNT}$  değerleri için elde edilen logaritmik regresyon denklemi denklem (6)'da verilmiştir.  $F_{CNT}$  için logaritmik regresyon denklem katsayıları Çizelge 7'de verilmiştir.

$$F_{CNT} = 1079 - 943 \text{ Log}(D) + 321 \text{ Log}(h) \quad (6)$$

**Çizelge 7.**  $F_{CNT}$  için logaritmik regresyon denklem katsayıları

	Katsayılar	Düzeltilmiş katsayılar	T	P
Sabit	1078,5	184,3	5,85	0,002
D	-943,5	138,0	-6,84	0,001
h	321,24	88,90	3,61	0,015

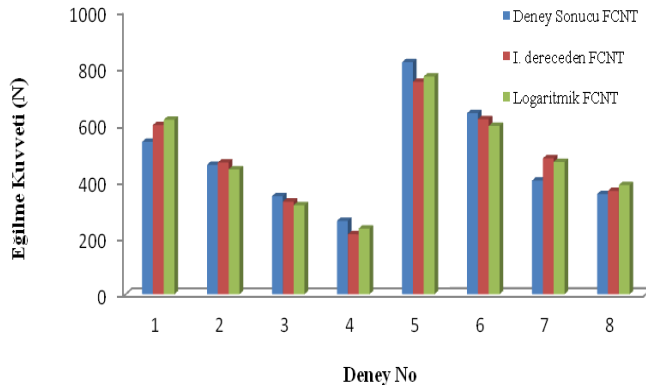
$F_{CNT}$  için logaritmik regresyon denkleminde belirtme katsayısı %92,3'tür. 1' e yakın olduğu içinde değişkenler arasında kuvvetli bir ilişkiden söz edilebilir. Bağımlı değişkendeki değişimin %92,3'ü bağımsız değişkenler tarafından açıklanabilir.  $F_{CNT}$  bağımlı değişkenine logaritmik denklemde en çok etkiye sahip olan bağımsız değişken  $P < 0,5$  olduğu için hücre genişliğidir.

#### $F_{CNT}$ için sonuçların kıyaslanması

$F_{CNT}$  için I. dereceden ve logaritmik regresyon denklemleriyle yapılan hesaplamaların sonuçları Çizelge 8'de verilmiştir. Çizelge 8 değerlendirildiğinde I. dereceden regresyon denkleminin deney sonuçlarına daha yakın olduğu görülmektedir. Şekil 5'te elde edilen sonuçlar sütun grafiği olarak gösterilmiştir.

**Çizelge 8.**  $F_{CNT}$  için deneysel, I. derece regresyon ve logaritmik regresyon sonuçları

Deney No	Deney Sonucu $F_{CNT}$ (N)	I. dereceden $F_{CNT}$ (N)	Logaritmik $F_{CNT}$ (N)
1	538,07	597,45	616,15
2	457,15	465,33	441,33
3	346,37	326,98	314,26
4	259,35	211,69	232,05
5	819,43	750,65	769,31
6	639,43	618,53	594,49
7	401,50	480,18	467,41
8	353,67	364,89	385,21



**Şekil 5.** FCNT için deneysel ve regresyon sonuçlarının karşılaştırılması

#### 4 Tartışma ve Sonuç

Bu çalışmada, altıgen yapılı bal peteği kompozitlerin eğilme davranışları üç nokta eğilme testi ile deneysel olarak incelenmiş ve daha sonra elde edilen kuvvet değerleri çoklu regresyon ile matematiksel olarak modellenmiştir. Deneyler ve yapılan regresyon modeli ile ilgili şu sonuçlara varılmıştır.

- ✓ Hücre genişliği sabit tutulup hücre yüksekliği arttırıldığında eğilme kuvvetinde bir artma meydana geldiği tersi durumda azalma olduğu görülmüştür.
- ✓ Yapıştırıcıya %1 mwcnt ilavesi eğilme kuvvetini düşürdüğü sonucu elde edilmiştir.
- ✓ F<sub>epoksi</sub> için en iyi regresyon denklemi %95,2'lik belirtme katsayısı ile logaritmik regresyon denklemdir. F<sub>epoksi</sub> bağımlı değişkenine logaritmik denklemde en çok etkiye sahip olan bağımsız değişkenin hücre genişliği olduğu tespit edilmiştir.
- ✓ F<sub>FCNT</sub> için en iyi regresyon denklemi %92,4'lük belirtme katsayısı ile I. dereceden regresyon denklemdir. F<sub>FCNT</sub> bağımlı değişkenine I. dereceden denklemde en çok etkiye sahip olan bağımsız değişkenin hücre genişliği olduğu tespit edilmiştir.
- ✓ Farklı yapıştırıcı, farklı malzemeler, farklı hücre ölçüleri ve farklı tahmin modelleri kullanılarak sistemin geliştirilmesi önerilir.

#### 5 Teşekkür

Bu çalışma Selçuk Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri tarafından desteklenmiştir. (Proje no: 13201066, 15401026 ve 15401128).

#### 6 Referanslar

- [1] Engin, Z.F. Balpeteği sandviç kompozitlerin darbe analizinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum, 2011.
- [2] Aktay, L.; Johnson, A.F.; Kröplin, B.H. Numerical modelling of honeycombs core crush behavior, Engineering Fracture Mechanics. 2008; Vol. 75, p. 2616-2630.
- [3] Asadi, M.; Shirvani, H.; Sanaei, E.; Ashmead, M. A simplified model to simulate crash behavior of honeycomb, Proceedings of the International conference on Advanced Design and Manufacture, 8<sup>th</sup>-10<sup>th</sup> January, Harbin, China, 2006; p. 119-123.
- [4] Asadi, M.; Walker, B.; Shirvani, H. Development of the advanced finite element model for ODB impact barrier, LSDYNA User Conference, Japan, 2008.
- [5] Asadi, M.; Walker, B.; Shirvani, H. An investigation to compare the application of shell and solid element honeycomb model in ODB, 7<sup>th</sup> European LS-DYNA Conference, 2009.
- [6] Solmaz, M.Y.; Kaman, M.O.; Turan, K.; Turgut, A. Petek yapıları kompozit levhaların eğilme davranışlarının incelenmesi, Fırat Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi. 2010; Sayı 22, s. 1-11.
- [7] Zhai, L.; Ling, G.; Li, J.; Wang, Y. The effect of nanoparticles on the adhesion of epoxy adhesive, Materials Letters. 2006; Vol. 60, p. 3031-3033.
- [8] Jen, Y.M.; Ko, C.W.; Lin, H.B. Effect of the amount of adhesive on the bending fatigue strength of adhesively bonded aluminum honeycomb sandwich beams, International Journal of Fatigue. 2009; Vol. 31, p. 455-462.
- [9] Zhou, G.; Hill, M.D. Impact damage and energy absorbing characteristics and residual in-plane compressive strength of honeycomb sandwich panels, Journal of Sandwich Structures and Materials. 2009; Vol. 11, p. 329-356.
- [10] Crupi, V.; Epasto, G.; Guglielmino, E. Comparison of aluminium sandwiches for lightweight ship structures: Honeycomb vs. foam, Marine Structures. 2013; Vol. 30, p. 74-96.
- [11] Akkuş, H.; Ekrem, M.; Karabulut, S.E.; Düzcükoğlu, H.; Şahin, Ö.S.; Avcı, A. Impact behavior of mwcnt reinforced epoxy adhesive bonded joints made with aluminium, 15<sup>th</sup> International Materials Symposium (IMSP), Bildiriler Kitabı s.742-748, 15-17 Ekim, Denizli, Türkiye, 2014.
- [12] Mandal, N.; Doloi, B.; Mandal, B.; Das, R. Optimization of flank wear using Zirconia Toughened Alumina (ZTA)

cutting tool: Taguchi method and Regression analysis, Measurement. 2011; p. 2149-2155.

- [13] Akkuş, H. Tornalama işlemlerinde yüzey pürüzlülüğünün istatistiksel ve yapay zeka yöntemleriyle tahmin edilmesi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya, 2010.
- [14] Akkuş, H.; Düzcükoğlu, H.; Şahin, Ö.S. Prediction model for compressive strength value of aluminum honeycomb materials joined with %1 mwcnt reinforced epoxy adhesive, Journal of Engineering and Fundamentals. 2015; Vol. 2(1), pp. 13-20.
- [15] Akkuş, H.; Düzcükoğlu, H.; Şahin, Ö.S.; Asiltürk, İ. Development of regression model for strength prediction of aluminium honeycombs produced by carbon nanotube modified epoxy adhesives, 1. Uluslararası Katılımlı Savunma Sanayi Sempozyumu, Bildiriler Kitabı s. 38-39, 9-10 Nisan, Kırıkkale, Türkiye, 2015.
- [16] Standard Specification for Epoxy Resin System for Composite Skin, Honeycomb Sandwich Panel Repair. 15.03.2015 tarihinde <http://www.astm.org/DATABASE.CART/HISTORICAL/E1556-08.htm> adresinden erişildi.



# Çok Girişli Çok Çıkışlı Sistemlerde Etkileşimin Yok Edilmesi: Proses Kontrol Sistemi Uygulaması

Mehmet Ali Üstüner<sup>1\*</sup>, Sezai Taşkın<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Elektrik-Elektronik Mühendisliği Bölümü, 45140 Manisa, TÜRKİYE, 0 236 2012161, 0 236 2412143, mehmetali.ustuner@cbu.edu.tr

<sup>2</sup> Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Elektrik-Elektronik Mühendisliği Bölümü, 45140 Manisa, TÜRKİYE, 0 236 2012160, 0 236 2412143, sezai.taskin@cbu.edu.tr

\*İletişimden sorumlu yazar / Corresponding author

Geliş / Recieved: 20 Nisan (April) 2015

Kabul / Accepted: 10 Temmuz (July) 2015

DOI: <http://dx.doi.org/10.18466/cbujos.74191>

## Özet

Bu çalışma, bir proses kontrol sistemi üzerinde çok girişli çok çıkışlı (Multi-Input Multi-Output-MIMO) sistemlerdeki etkileşimin yok edilmesi konusu üzerinedir. Sistem üzerindeki akış hızı ve basınç değişimini aynı anda kontrol etmek amacı ile LabVIEW grafiksel programı tabanlı bir kontrolör uygulaması gerçekleştirilmiştir. PID kontrolör parametrelerinin belirlenmesinde Ziegler-Nichols yöntemi kullanılmıştır. Bu yöntemle göre belirlenen parametrelere göre kontrol edilen değişkenlerin proses sistemi üzerindeki etkileri gözlemlenmiş ve etkileşim miktarıyla orantılı değişen kontrolör parametrelerinin MIMO sistemlere daha uygun olabileceği sonucuna varılmıştır.

**Anahtar Kelimeler** – Etkileşimli Sistemler, MIMO, PID, Ziegler-Nichols

## Decoupling Of Multi-Input Multi-Output Systems: A Process Control System Application

### Abstract

This study is about decoupling for multi-input multi-output (MIMO) process control systems. Flow rate and pressure variations on the process control system are being controlled simultaneously using by a configured controller which is based on LabVIEW graphical programming. Ziegler-Nichols method is used for determining the parameters of the PID controller. Finally, impacts on the process system of the determined controller parameters are observed, and it is concluded that the controller parameters that changing with coupling rate can be more suitable for MIMO systems.

**Keywords** – Decoupling, PID, MIMO, Ziegler-Nichols

## 1 Giriş

Bir çıkışın bir değişkene bağlı kontrol edildiği sistemler tek-girişli tek-çıkışlı (single-input single-output, SISO) sistemler olarak adlandırılır [1]. Endüstride kullanılan birçok sistem, bir çıkışın sadece bir değişkenle kontrol edilebildiği yapıya uymaz. Sistemler birden fazla giriş ve çıkışa sahip olabilirler. Bu tip sistemler, çok girişli-çok çıkışlı (Multi-Input Multi-Output-MIMO) ya da çok değişkenli sistemler olarak

tanımlanır. Çok girişli - çok çıkışlı sistemlerin kontrolünde çeşitli problemlerle karşılaşılabilir. Bu problemlerin başında, sistem çıkışlarından birinin diğer çıkışlardan ya da diğer çıkışlara bağımlı girişlerden olumsuz yönde etkilenmesi gelmektedir. Bugüne kadar çeşitli kontrol yapıları bu sistemlerin kontrolünde uygulanmıştır. Seviye, basınç, akış ve sıcaklık gibi kontrol işlemlerinin bir arada bulunduğu üniteler için tasarlanan kontrolörler, genelde her bir işlemi bağımsız olarak kontrol etmektedir [2]. Bu sistemlerde

kontrolörler aynı anda genellikle sadece bir çevrimi kontrol ederler. MIMO sistemlerde ise birden fazla çevrim olduğundan, tasarlanan kontrolör bu çevrimlerin hepsini kontrol etmek zorundadır. Hem SISO hem de MIMO sistemler için yaygın olarak kullanılabilen kontrolör algoritmalarından birisi de hatadaki değişime karşın oransal-integral-türev katsayılarına göre bir çıkış kontrol sinyali üreten PID (Proportional-Integral-Derivative) kontrolörlerdir [3].

MIMO sistemler için yapılmış literatürde rastlanılan bazı çalışmalardan örnekler şu şekilde özetlenebilir: Q.-G. Wang ve ark. [4] PID kontrolü ile birlikte iki girişli iki çıkışlı (TITO) sistemler için etkileşimi ortadan kaldıracak kontrolör üzerine çalışmışlardır. A.F. Gilbert [5] PI kontrollü 2x2 MIMO sistemlerdeki etkileşim üzerine çalışmıştır. D. Vrančić [6] çok değişkenli sistemlerde etkileşimi gidermek için çoklu entegrasyon tekniği ve optimum büyüklük kriteri üzerine bir çalışma yapmıştır. L. Zhai ve T. Chai [7] etkileşimsiz akıllı PID kontrol konusunda çalışmışlardır.

Kapalı çevrim bir sistemde, PID kontrolör hatayı sıfırlamak için sürekli değişen bir sinyal üretir. Böylece sistemi kararlı bir şekilde referansa yaklaştırır. Bu tür sistemlerde bozucu etki doğrudan kontrol edilen girişi etkiler. Fakat MIMO sistemlerde bu bozucu etkiler, bozucu etki verilmek istenen girişin yanında diğer girişleri de etkilemektedir. Dolayısıyla herhangi bir girişe verilen bozucu etkiden tüm sistem etkilenmektedir. Sistemdeki bu etkileşim, kontrol edilen giriş üzerinde ani artma veya azalmalara sebep olur.

## 2 Materyal ve Metot

### 2.1 Proses Kontrol Sistemi

Bu çalışmada, Festo marka MPS-PA Compact Workstation deney seti uygulama aracı olarak kullanılmıştır. Deney seti Şekil 1'de gösterilmiştir. Bu deney setinde endüstriyel uygulamaları temsil eden, farklı deneysel çalışmalara ve senaryolara imkan veren dijital ve analog sensörlerle birlikte 4 farklı kapalı çevrim sistemi bulunmaktadır. Bunlar; (i) Seviye kontrol, (ii) Akış kontrol, (iii) Basınç kontrol, (iv) Sıcaklık kontrol sistemidir.

Herhangi bir kontrolör ile bu kapalı çevrimleri ayrı ayrı veya kaskat kontrol şeklinde gerçekleştirmek mümkündür [8]. Sistem mevcut halde bir PLC donanımı üzerinden yukarıda sayılan her bir kapalı çevrim

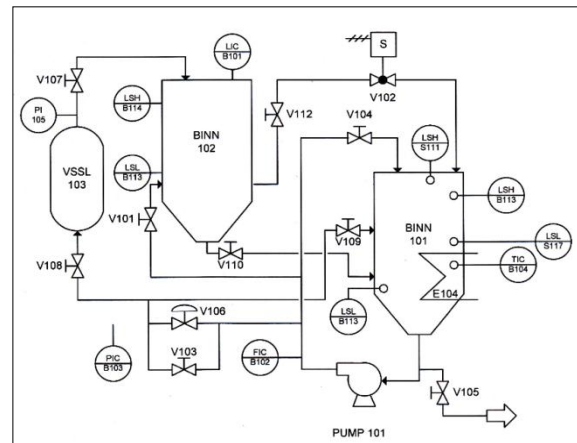
için tek giriş tek çıkışlı olarak kontrol edilebilmektedir. Kullanıcının kontrolör parametrelerine erişimi bir operatör paneli üzerinden sağlanmaktadır.

Deney setinin PI diyagramı Şekil 2'de gösterilmiştir. Çalışmada deney setindeki BINN 101 tankı, pompa (PUMP 101), akış sensörü (FIC B102), oransal vana (V106) ve piezorezistif basınçölçer (PIC B103) elemanları kullanılmıştır.



Şekil 1. MPS-PA Compact Workstation Deney seti; 1) Basınç sensörü, 2) Oransal vana, 3) Akış sensörü, 4) Pompa motoru

Manuel vanalar olan V103, V104 ve V109 vanaları, sıvının oransal vana tarafından da deneye uygun olarak akması için yaklaşık %50 açık olacak şekilde ayarlanmıştır. Akış sensörü pompanın hemen çıkışında olup frekans sinyali ile anlık olarak sıvının akış hızını ölçmektedir. Piezorezistif basınçölçer bulunduğu borudaki sıvı basıncını ölçmektedir ve bu basınç oransal vananın geçirdiği sıvı miktarına göre değişir.



Şekil 2. PI Diyagram MPS-PA Compact Workstation (ISA 5.5 / ISA 5.1 Standart)



## 2.2. Kontrolör ve Yazılımı

Bu çalışmada sistemi kontrol etmek amacıyla Şekil 3'te gösterilen National Instrument Compact Field Point (NI-cFP) cFP-2200 gerçek zamanlı donanımı ve NI LabVIEW grafiksel programı tercih edilmiştir. NI Compact Fieldpoint programlanabilir otomasyon kontrolör (Programmable Automation Controller – PAC), gelişmiş gömülü kontrol, veri giriş ve ağ bağlantısı gerçekleştiren endüstriyel kontrol uygulamaları için tasarlanmıştır [9]. Bir PC'nin yazılımı, esnekliği ve işlevselliği ile PLC'nin teknik özelliklerini ve güvenilirliğini birleştirebilen bir cihaz olduğu için tercih edilmiştir.



Şekil 3. NI cFP-2200

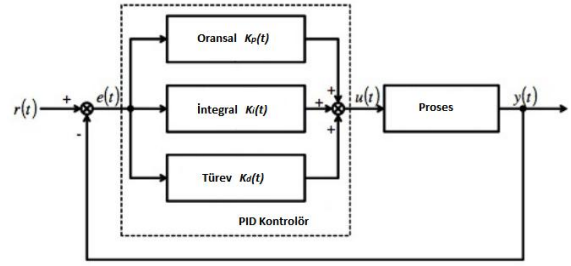
## 2.3. PID Kontrol Prensipleri

PID kontrolör oransal-integral-türev kontrolör olarak da bilinir. Şekil 4'te bir PID kontrolöre ait blok diyagramı gösterilmektedir.

PID kontrol referans sinyali  $r(t)$  ile çıkış değeri  $y(t)$  arasındaki hatayı  $e(t)=r(t)-y(t)$  kullanarak kontrolü sağlar. PID kontrolün çıkışı  $u(t)$  ise hatanın oransal katsayısıyla çarpımının, integralinin ve türevinin toplamıdır. Şekil 4'teki  $K_p(t)$ ,  $K_i(t)$  ve  $K_d(t)$  sırasıyla oransal, integral ve türev kazançlarıdır. Sürekli zamanda kontrol algoritması Denklem (2.1)'de gösterilmiştir [10].

$$u(t) = K_p(t) \cdot e(t) + K_i(t) \int_0^t e(t) \cdot dt + \frac{K_d(t) \cdot de(t)}{dt} \quad (2.1)$$

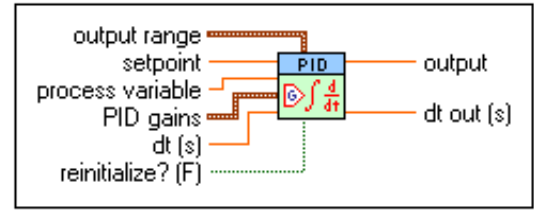
Bu çalışmanın deneysel uygulamaları kapsamında giriş olarak birbirini etkileme oranı en fazla olan akış hızı ve basınç değişkenleri kontrol edilmiştir. Çıkış olarak da akış hızını kontrol etmek için pompa ve basıncı kontrol etmek için oransal vana kullanılmıştır.



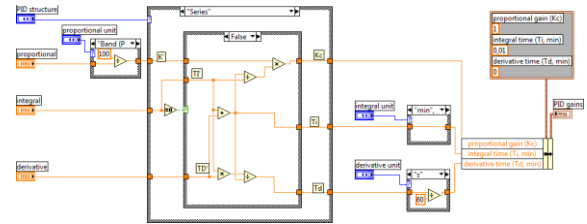
Şekil 4. PID kontrol blok diyagramı

Sistem kontrolü için LabVIEW kütüphanesinde yer alan PID kontrolör tercih edilmiştir. Kullanılan PID bloğu ve içeriği Şekil 5'te ve Şekil 6'da verilmiştir.

Sisteme uygun PID parametrelerini bulmak için önce Ziegler-Nichols yöntemi ile deneyler yapılarak başlangıç PID parametreleri elde edilmiştir. Daha sonra sistemi daha kararlı çalıştırmak için P, I, D katsayı ayarlarının kapalı çevrim cevabına etkisini [10] gösteren Tablo 1 kullanılarak PID katsayılarında manuel ayarlamalar yapılmıştır.



Şekil 5. Kullanılan PID Giriş-Çıkışları



Şekil 6. Kullanılan PID Kontrolöre Ait LabVIEW Blok Diyagramı

**Tablo 1.** P, I, D katsayı ayarlarının kapalı çevrim cevabına etkisi

Kontrolör	Yükselme Zamanı	Aşma	Oturma Zamanı	Kalıcı Durum Hatası	Kararlılık
$K_p$ artarsa	Kısalır	Artar	Az değişir	Azalar	Azalar
$K_i$ artarsa	Kısalır	Artar	Artar	Ortadan kalkar	Azalar
$K_d$ artarsa	Az değişir	Azalar	Azalar	Az değişir	Artar

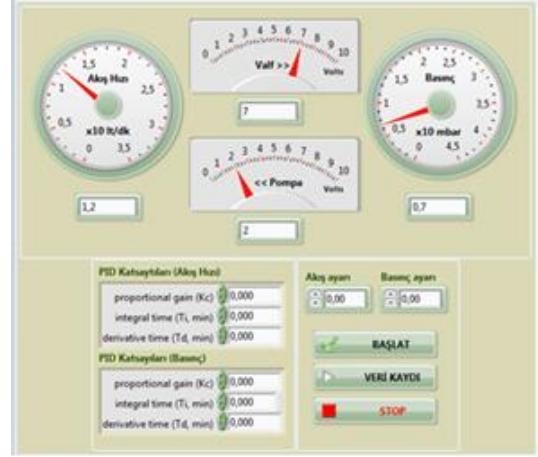
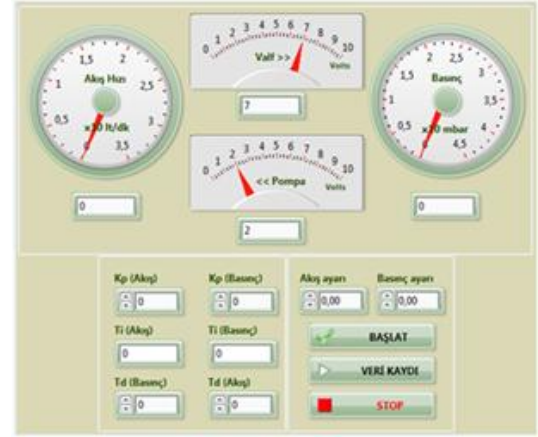
## 2.4. Ziegler-Nichols Yöntemi

Ziegler-Nichols yöntemi ile PID parametrelerini belirleyebilmek için sistemin integral ve türev kontrollerini kapatmak gerekmektedir. Sadece oransal kontrol ile sistem osilasyona gidene kadar  $K_p$  değeri artırılır. Sistemi periyodik osilasyonda kontrol eden en düşük oransal kazanç ( $K_u$ ) değeri ile sistemin periyodu ( $P_u$ ) not edilir. Bu değerlere göre Tablo 2'de gösterilen Ziegler-Nichols parametre ayarı formülleri kullanılarak PID parametreleri belirlenir [11].

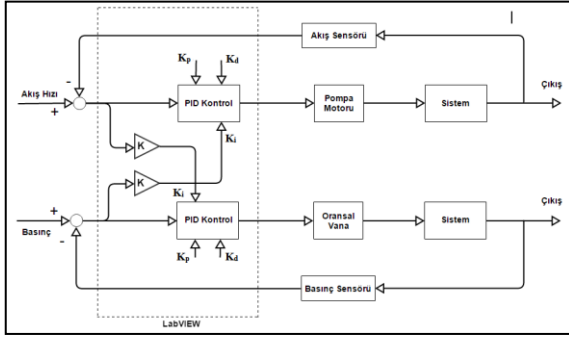
**Tablo 2.** Ziegler-Nichols parametre ayarı formülleri

	$K_p$	$K_i$	$K_d$
P Kontrol	$K_u/2$		
PI Kontrol	$K_u/2,2$	$P_u/1,2$	
PID Kontrol	$K_u/1,7$	$P_u/2$	$P_u/8$

Deney için kullanılan LabVIEW kullanıcı arayüzleri Şekil 7 ve Şekil 8'de görülmektedir. Hazırlanan bu arayüz programı ile sistemi kontrol etmek ve değişkenlerin değişimini çevrimiçi izlemek oldukça mümkündür. Arayüzde akış hızı ve basınç değeri ile oransal vananın (valf) ve pompa motorunun çalışma durumunu gösteren dört gösterge kullanılmıştır.

**Şekil 7.** Ziegler-Nichols yöntemi için kullanılan arayüz**Şekil 8.** Değişken integral katsayısı için arayüz

Oransal vana ve pompanın hangi PID parametrelerine göre çalışacağı ise manuel olarak girilmektedir. Sistemi çalıştırdıktan sonra zaman ile birlikte arayüzdeki tüm bilgileri alabilmek için veri kaydı butonu bulunmaktadır. Sistemden veriler alınıp değerlendirildikten sonra arayüz arkasındaki programa eklemeler yapıp, arayüzdeki integral katsayı kısmı kontrol yerine gösterge olarak değiştirilmiştir. Anlık olarak integral katsayısının değişimi görülebilmektedir. Sistemin Blok diyagramı Şekil 9'da görülmektedir.



Şekil 9. Sistemin blok diyagramı

### 3 Deney Sonuçları

Ziegler-Nichols yöntemi, PID ile kontrol edilen ve matematiksel modeli bilinmeyen sistemlerin PID katsayılarını deneysel olarak bulmak için geliştirilen bir yöntemdir [12]. Çalışmada en iyi başlangıç PID katsayıları belirlemek için, basınç ve akış hızı ayrı ayrı SISO olarak çalıştırılıp Ziegler-Nichols yöntemi uygulanmıştır. Belirlenen katsayılar, sistemi MIMO olarak çalıştırmak için kullanılmıştır.

Sistemde, basınç ve akış hızı doğrudan borulardaki suya bağlı olduğundan, basınç veya akış hızından herhangi birinin değişimi diğerini anında etkilemektedir. Bundan dolayı Ziegler-Nichols metodu ile bulunan başlangıç PID katsayılarının sistemdeki iki girişi de kararlı bir şekilde referansa oturtmak için yetersiz kaldığı görülmüştür.

Ziegler-Nichols yöntemiyle bulunan katsayılar kullanıldığında sistemin referans değerine ulaşmadan osilasyona girdiği görülmüştür. Ziegler-Nichols yönteminden yola çıkılarak oransal etki ( $K_p$ ) osilasyon giderilene kadar azaltılmıştır. Son olarak  $K_p$  değeri Ziegler-Nichols yöntemiyle elde edilen değerinin %70'i olarak belirlenmiştir.

Deney sonuçlarından sistemin oturma zamanına bakıldığında çok uzun sürdüğü görülmüştür. Oturma zamanını azaltmak için ise P, I, D katsayı ayarlarının kapalı çevrim cevabına etkisini gösteren Tablo 2 kullanılmıştır. Tabloya göre integral etkisi ile oturma zamanının doğru orantılı olduğu görülmektedir [13]. Bunun için integral katsayısı, sistemin oturma zamanı makul seviyelere ininceye kadar azaltılmış ve en uygun katsayı Ziegler-Nichols yöntemiyle bulunan katsayısının %50'si olarak belirlenmiştir. Yapılan deneyler

sonucunda bu iki değer karşılaştırıldığında, Ziegler-Nichols yöntemiyle bulunan  $K_i$  değerine bağlı sistemin oturma zamanının uzun olduğu görülmüştür. Deney sonucu Şekil 10'da gösterilmiştir. Ziegler-Nichols yöntemiyle bulunan  $K_i$  değerinin %50'sini alarak oturma zamanını kısalttığımızda ise, basınç ve akış hızının birbirini etkilemesinden dolayı sistemde ani dalgalanmalar görülmüştür. Deney seti, basınç ve akış hızı olmak üzere iki ayrı SISO sistem olarak çalıştırıldığında  $K_i$  katsayılarının sadece oturma zamanını etkilediği görülmüştür. Fakat basınç ve akış hızını aynı anda kontrol ettiğimizde ise istediğimiz oturma zamanındaki ani dalgalanmaların sistemdeki etkileşimden kaynaklandığı görülmüştür. Çalışmada bu etkileşimi gidermek için bir çıkışın diğerine etkisi Denklem 2'de görülen formül ile integral katsayılarına yansıtılmıştır.

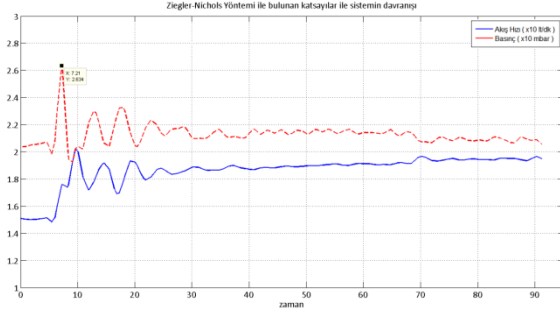
$$K_i = 1.2 - 2x|e| \quad 0.6 \leq K_i \leq 1.2 \quad (3.1)$$

Denklemden sistemin daha hızlı referansa oturması için, Ziegler-Nichols yöntemi ile bulunan  $K_i$  değerinden (1.2) hata miktarı çıkarılarak yeni  $K_i$  değeri hesaplanmıştır. Ayrıca yeni oluşturulan  $K_i$  değerlerinin 0.6-1.2 aralığının dışına çıkmaması için programda sınırlandırılmıştır. Denklemden hatanın mutlak değeri kullanıldığı için negatif hata değeri söz konusu değildir. Hatanın iki katının alınmasının sebebi 0.6'dan daha (akış hızı için  $\times 10$  lt/dk, basınç için  $\times 10$  mbar) fazla hata olduğunda sistemin en küçük integral katsayısıyla çalışmasını sağlamaktır. Etkileşim azalmaya başladığında sistem Ziegler-Nichols yöntemiyle bulunan integral katsayısına yaklaşarak dengede kalmaktadır. Ziegler-Nichols yöntemi ile bulunan katsayılar ve sistemde kullanılan katsayılar Tablo 3'de yer almaktadır. Etkileşim arttığında ise, integral katsayısı etkileşim miktarına bağlı olarak azalmakta sistemin oturma süresini azaltmaktadır. Deney sonucu Şekil 11'da gösterilmiştir.

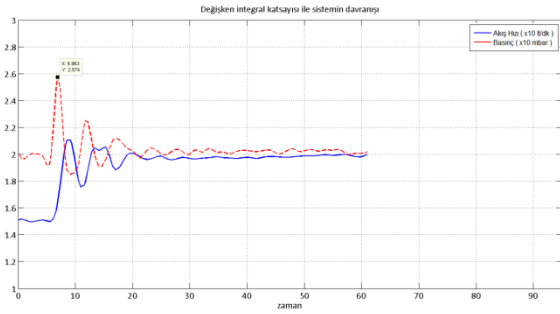
**Tablo 3.** Deneylerden bulunan ve sistemde kullanılan katsayılar

	$K_p$	$K_i$	$K_d$
Ziegler-Nichols yöntemi ile bulunan katsayılar	3,53	1,2	0,325
Sistemde kullanılan katsayılar	2,47	0,6-1,2	0,325

Şekil 10 ve 11'deki deney sonuçlarını kıyasladığımızda akış hızı referansının artmasıyla etkileşimsiz sistemde basınç sapmasının daha az olduğu ve eski değerine çok daha çabuk ulaştığı görülmektedir.



Şekil 10. Ziegler-Nichols yöntemiyle bulunan  $K_i$  değeriyle sistemin davranışı



Şekil 11. Değişken integral katsayısı ile sistemin davranışı

#### 4 Sonuç ve Öneriler

Bu çalışmada, MIMO sistem olarak bir proses kontrol deney seti üzerinde basınç ve akış hızı eş zamanlı olarak kontrol edilmiştir. Deney setindeki boruların içinden geçen sıvının basıncı ve akış hızı ölçüldüğünden, bu iki değer birbirine oldukça bağımlıdır ve birbirini kolayca etkilemektedir. Yapılan deneyler sonucunda etkileşimli bir sistem için Ziegler-Nichols yöntemiyle ve manuel ayarlama ile bulunan integral katsayılarının ayrı ayrı avantajları ve dezavantajlarının olduğu görülmüştür. Ziegler-Nichols yöntemiyle bulunan değerler sistemi dengeli bir şekilde referansa yaklaştırdığı, fakat sistemin referansa oturma zamanını çok uzattığı görülmüştür. Manuel ayarlama ile bulunan değerler ise sistemin oturma zamanını oldukça düşürdüğü ama sistem referansa yaklaşınca da dengede tutamadığı görülmüştür. Deneyler sonucunda, bu iki değer arasında değişen integral katsayısı ile

sistemin kontrolünün daha düzgün yapılabildiği saptanmıştır. Sonuç olarak sistemde etkilenen giriş referansa yaklaştıkça, integral katsayısı da manuel ayarlama ile bulunan değerden Ziegler-Nichols yöntemiyle bulunan değere doğru artmakta ve sistem Ziegler-Nichols yöntemiyle bulunan integral katsayı değeriyle dengede kalabilmektedir.

Deneyel araç olarak kullanılan proses kontrol sisteminden elde edilen bilgiler endüstriyel proses kontrol sistemleri üzerine uygulanabilir. Mevcut sistemin daha hızlı referans değerine gelmesini sağlayacak, örneğin pompa motorunun debisinin artırılması gibi, iyileştirmeler yapılabilir ve MIMO sistemlerde etkileşimi yok etmek için geliştirilecek yeni kontrol tekniklerinden elde edilecek sonuçlar karşılaştırılabilir.

#### 5 Referanslar

- [1] Tham, M.T., Multivariable Control: An Introduction To Decoupling Control, Department of Chemical Process Engineering University of Newcastle upon Tyne Course Notes, 1999, 1
- [2] Kaplanoğlu E., Çok Girişli Çok Çıkışlı Kısıtlamalı Sistemlerin Öngörülü Kontrol Uygulamaları, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Doktora Tezi, 2006, 1
- [3] Yüksel, İ. Otomatik Kontrol Sistem Dinamiği ve Denetim Sistemleri; 5. Baskı, Nobel Yayın Dağıtım, Ankara, Türkiye, 2006; 236-240
- [4] Wang, Q.-G.; Huang B.; Guo X., Auto-tuning of TITO Decoupling Controllers from step tests, ISA Transactions. 2000; 39, 407-418
- [5] Gilbert, A.F.; Yousef A.; Natarajan K.; Deighton S. Tuning of PI controllers with one-way decoupling in 2x2 MIMO systems based on finite frequency response data, Journal of Proses Control. 2003; 13, 553-567
- [6] Vrančić, D., Design of MIMO Controllers with Inverted Decoupling, 8<sup>th</sup> Asian Control Conference (ASCC), Kaohsiung, Taiwan, 1153-1158, 2011.
- [7] Zhai L.; Chai, T., Intelligent Decoupling PID Control of a Class of Complex Industrial Processes, Proceedings of the 6th World Congress on Intelligent Control and Automation, Dalian, China, 2006, 4827-4832
- [8] Process automation MPS® PA Compact Workstation Manual, FESTO

[9] National Instrument Compact FieldPoint Real-Time Controllers Datasheet

[10] Li, Y.; Ang, K.H.; Chong, G. C. Y., PID Control System Analysis and Design, *IEEE Control Systems*, 2006; 26(1), 32-41.

[11] Lin J-M.; Lin C-H., A Novel Fuel Cell System Design By Using Ziegler-Nichols-Based Intelligent Fuzzy Controller, *International Conference on Machine Learning and Cybernetics (ICMLC)*, Tianjin, China, 1268-1271, 2013.

[12] Ziegler, J. G.; Nichols, N. B., Optimum Settings for Automatic Controllers, *Transactions of the A.S.M.E*, 1942, 64, 759-768.

[13] Chen Y.; Hu T.; Wen K.; Yang T., An Improvement of Computational Verb PID Controllers, *IEEE International Conference on Anti-Counterfeiting, Security and Identification (ASID)*, Shanghai, China, 1-5, 2013.



# AA6061 Alaşımının İki Farklı Dolgu Teli Kullanılarak TIG Kaynağında Özelliklerin İncelenmesi

Recep ARICI<sup>1\*</sup>, N. Sinan KÖKSAL<sup>2</sup>, Ece ÖMEROĞLU<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Celal Bayar Üniversitesi Akhisar MYO Makine Bölümü, Tel: +90 236 412 9531, Faks: +90 236 413 7058, recep.arici@cbu.edu.tr

<sup>2</sup>Celal Bayar Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümü, Tel: +90 236 201 2362, Faks: 236 241 2143, sinan.koksal@cbu.edu.tr

<sup>3</sup>Celal Bayar Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümü, Tel: +90 236 201 2350, Faks: +90 236 241 2143, ece.omeroglu@cbu.edu.tr

\*İletişimden sorumlu yazar

Geliş / Recieved: 29 Nisan (April) 2015  
Kabul / Accepted: 26 Ekim (October) 2015

## Özet

Bu çalışmada AA6061 alüminyum malzemeler, ER 5356 ve ER 4043 dolgu teli kullanılarak TIG kaynak yöntemiyle alın altına birleştirilmiştir. Kullanılan dolgu tellerin kaynağa etkileri, radyografik testler, çekme testi, sertlik ölçümleri ve mikro yapı görüntüleri ile incelenmiştir.

Sonuçlarda; farklı kaynak dolgu telleri ile kaynakların radyografik film görüntülerinde belirgin bir kusura rastlanmamıştır. Kaynak kök ve dolgu pasolarında mikroçatlak oluşumuna karşı dolgu telinin standartlara uygun olduğu tespit edilmiştir. Numunelere uygulanan çekme deneylerinde ve sertlik ölçümlerinde kullanılan dolgu tele bağlı olarak değişimler belirlenmiştir. Kırılma bölgesi ve yüzeyler incelendiğinde kaynak bölgesinden olmayan sünek kırılma görülmüştür. Çekme deneyi sonuçlarında, ER 5356 dolgu telli numunelerin çekme ve kopma dayanımının da ER 4043 dolgu teli ile yapılan kaynaktan daha iyi olduğu elde edilmiştir. İy yapı incelemelerinde, özellikle ER4043 dolgu teli kullanılan numunelerde, dentritik yapı belirgin olarak görülmüştür.

**Anahtar Kelimeler:** Alüminyum alaşımları, AA6061, ER 4043, ER 5356, TIG kaynağı.

## The Investigation of Properties in TIG Welding with Two Different Filler Wire of AA 6061

### Abstract

In this study, AA6061 aluminium was applied by butt welding using GTAW welding wire ER5356 and ER4043. The effects of the welding wire used radiographic tests, tensile test, hardness measurements and microstructure images were examined.

In results, different welding wire is displayed as radiographic not affect the form of the welding seam. Some sections of root weld in details were determined as the partial irregularity. Depending on the wire used for the tensile test and hardness testing of changes applied to the sample is determined. Ductile fracture was seen when examined the fracture surfaces. The tensile test results, ER5356 electrode and the tensile breaking strength of the sample was obtained from sources which is better than with ER 4043 wire. Internal investigations in specimens, especially ER4043 wire used samples were found significantly dendritic structure.

**Keywords:** Aluminium alloys, AA6061, ER 4043, ER 5356, TIG welding.

## 1 Giriş

Alüminyum, günümüzde mekanik özelliklerinin avantajlarından dolayı çelik alaşımlarından sonra en yaygın kullanım alanına sahip metalidir. Alüminyumun ideal ve ekonomik bir malzeme olmasını sağlayan en önemli özelliklerin başında; uygun mekanik özelliklerinin yanında düşük ağırlığa sahip olması, geri dönüşebilir olması, kolay işlenebilme ve biçimlendirilebilmesi, yüksek elektrik ve ısı iletkenliği, magnetik olmaması gibi özelliklerinden dolayı kullanımı yaygınlaşmıştır [1-3].

6061 serisi alüminyum alaşımlarının korozyon dayanımının yüksek olması ve kaynak yapılabirliğinin iyi olmasından dolayı özellikle kazan imalatında da kullanılmaktadır.

Diğer endüstriyel uygulamalar kapsamında özellikle savunma ve uçak sanayi olmak üzere uzay uygulamalarında, demiryolu vagon imalatında, gemi inşa sektöründe, hafiflik değerinin ön plana çıktığı köprü, kule, boru ve perçin gibi makine elemanları imalatında yaygın bir kullanım alanına sahiptir [4-5].

Alüminyum ve alaşımlarının kaynağı, çeliğin kaynağına benzemez. Bu nedenle malzemelerin fiziksel ve metalürjik özelliklerine göre özel önlem alınması gereken durumlar söz konusudur. Son yıllarda alüminyum ve alaşımlarının kaynağında gazaltı kaynak yöntemleri daha sık tercih edilmektedir [6].

Alüminyum malzemelere uygulanan, TIG ve MIG kaynak yöntemlerinin karşılaştırıldığı çalışmalarda, kaynak bölgesinin mikro yapı ve mekanik özellikleri bakımından MIG kaynak yöntemine göre TIG kaynak yönteminin metalürjik özellikleri açısından daha çok tercih edildiği vurgulanmaktadır [6-11]. Bu özellikler malzemelerin mekanik özelliklerini belirleyerek kullanım şartlarına uyumunu ve ürünün ömrünü doğrudan etkilemektedir.

Alüminyum TIG kaynak yöntemi ile kaynak yapıldığında çalışma gürültüsü yüksek olduğu için operatör çalışırken genellikle kulaklık takmaktadır. Deneylerini yaptığımız kaynak makinasının sahip olduğu güç kaynağı, minimum seviyelerde çalışma gürültüsü sağladığı için özellikle tercih edilmiştir. Ayrıca tercih ettiğimiz bu makine invertörlü ve elektronik hafıza kartlı kaynak makinesinin sahip

olduğu güç kaynağı düzeneğine sahiptir. Bu güç kaynağı ile kademeli alternatif akım ayarı kullanılmaktadır. Bu durum sonucunda sinüzoidal veya dikdörtgenel kaynak akımının seçimi ile hem çok kararlı hem de çok yumuşak kaynak geçişleri yapılarak gürültüsüz ve kesintisiz kaynak uygulamasına ulaşılmıştır.

TIG kaynak yönteminde, mekanik özelliklere etki eden kaynak değişkenlerin kontrolü için ark kontrol parametrelerinin etkisi göz önünde tutulmaktadır. En önemli parametreler; kaynak hızı, kaynak amperi, gaz debisi ve kaynak dolgu teli olarak öne çıkmaktadır [13-14]. Bu parametrelerdeki değişimler kaynak verimi, kaynak bölgesi, metalürjik ve mekanik özellikleri oldukça etkilemektedir.

Bu çalışmada, ana malzeme olarak seçilen AA6061 alüminyum malzemeye mukayese edebilmek için magnezyum içeren ER 5356 dolgu teli ve silisyumlu ER 4043 dolgu teli kullanılarak TIG alın kaynağı 7 pasoda uygulanmıştır. Özellikle bu dolgu telleri seçilerek kaynak bölgesindeki Mg<sub>2</sub>Si yapısının süneklik ve çatlama eğilimine karşı gösterdiği değişimler esas alınmıştır.

Radyografik gözlemlerin standartlardaki karşılığı araştırılarak sünekliğe olan etkisini de çekme testi, sertlik ölçümleri ve mikro yapı ile incelenmiştir. Çekme deneylerinde ve sertlik ölçümlerinde kullanılan dolgu teline bağlı olarak değişimler belirlenmiştir. Çekme deneyinde kaynak bölgesinden olmayan sünek kırılma görülmüştür. Sonuçlarda, her iki dolgu telli numunelerin çekme ve kopma dayanım değerlerinde yakın değerler elde edilmiştir. İyapı incelemelerinde, özellikle ER4043 dolgu teli kullanılan numunelerde, dentritik yapının daha belirgin olarak görüldüğü saptanmıştır.

## 2 Materyal ve Metod

Ticari ürünlerden temin edilen AA6061 malzemeler, yarı otomatik TIG kaynak yöntemi ile alın altına iki farklı kimyasal bileşimli dolgu teli kullanılarak birleştirilmiştir.

### 2.1. Malzeme

Alüminyum-magnezyum ve silisyum alaşımına sahip 6061 malzemesi alüminyum esaslı kaynaklı



imalat sahasında mekanik özelliklerinin iyi olmasından dolayı yaygın bir kullanım alanına sahiptir.

Deney malzemesi olarak kullanılan numunelerin kimyasal bileşimi Tablo 1’de ve mekanik özellikleri ise Tablo 2’de verilmektedir. Alüminyum levhalar, ER 5356 tipi ilave dolgu telle kaynak edilen 225 x 315 x 10 mm, diğeri ER 4043 tipi ilave dolgu telin kullanıldığı 200 x 310 x 10 mm boyutlarında hazırlanmış ve standartlara uygun bir şekilde V kaynak ağızı açılmıştır.

**Tablo 1.** AA6061 Alüminyum alaşımının kimyasal kompozisyonu (% ağırlık)

Malzeme	Cu	Fe	Si	Zn	Mn
AA6061	0,23	0,4	0,63	0,16	0,13
	Mg	Pb	Cr	Al	
	0,90	0,03	0,17	Kalan	

**Tablo 2.** Alüminyum alaşımının mekanik özellikleri [11].

Çekme Dayanımı (Rm) (MPa)	125
Akma Dayanımı (R <sub>p0,2</sub> ) (MPa)	55
Uzama (%)	26
Kesme Modülü (MPa)	83
Elastisite Modülü (GPa)	68,3

## 2.2. İlave (Dolgu tel) Malzemeleri

A numunesinde AWS A5.10 standardına göre ER 5356 olarak tanımlanan ve DIN 1732 standardındaki karşılığı SG-ALMg5 klasifikasyon değerlerini içeren kaynak dolgu teli kullanılmıştır. Bu dolgu teli özellikle %3’den fazla Mg içeren alüminyum alaşımlarının kaynağında kullanılır. Ayrıca bu dolgu teli deniz suyunun oluşturduğu korozyona karşı dayanıklıdır [12].

B numunesi olarak kullanılan AWS A5.10 standardına göre ER 4043 olarak tanımlanan veya DIN 1732 standardındaki karşılığı SG-ALSi5 klasifikasyon değerlerini içeren kaynak dolgu teli özellikle %5’den fazla Si içeren döküm ve hadde alüminyum alaşımlarının kaynağında kullanılır. Özellikle %2’den daha az alaşım elementi içeren alüminyum alaşımlarının kaynağında kullanılır [12].

**Tablo 3.** ER 4043 ve ER 5356 kaynak dolgu tellerinin tipik kimyasal analizleri (%)

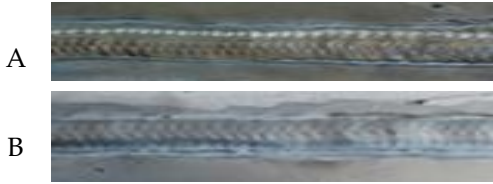
İlave Dolgu tel	ER 5356	ER 4043
Si	<0,25	4,5–6,0
Fe	<0,4	<0,8
Cu	<0,1	<0,3
Mn	0,05–0,20	<0,05
Mg	4,5–5,5	<0,05
Cr	0,05–0,20	-
Zn	<0,10	<0,10
Ti	0,06–0,20	<0,20
Al	Kalan	Kalan

## 2.3. Kaynaklı Birleştirme

TIG kaynak yöntemiyle birleştirilecek levhalar aşağıda kullanılan parametreler yardımıyla kaynak öncesi ve kaynak esnasında uyulması gereken kurallara dikkat edilerek kaynak işlemi başarı ile tamamlanmıştır.

**Tablo 4.** Kaynak Parametreleri

Kaynak Prosesi	141 – TIG
Birleşim Şekli	BW – Alın
Malzeme Kalınlığı	10 mm
Malzeme Standartı	ISO: AlMg1SiCu / BS:H20
Malzeme Cinsi	AA 6061 T0
Kaynak Pozisyonu	PA
Hazırlık Metodu	Taşlama, Fırçalama, Yağ alma
Kaynak Hızı	Manual
Kaynak Akımı	160-220 Amper (A)
Dolgu teli	AWS A5.10 ER 5356 (A Numunesi)
	AWS A5.10 ER 4043 (B Numunesi)
Koruyucu Gaz Tipi	EN 439-11 %100 Argon
Gaz Debisi	10 lt/da
Kaynak sonrası tavlama	Uygulanmadı



Şekil 1. A ve B numunelerinin kaynak görünüşleri

### 3 Bulgular ve Tartışma

Yapılan araştırmaların sonuçları, deneysel bulgular ve tartışmalar başlığı altında iki ayrı kategoride değerlendirilmektedir.

#### 3.1. Deneysel Bulgular

Kaynak işleminden sonra levhaların tahribatsız test yöntemlerinden olan radyografi kontrolü DIN EN ISO 17635 kurallarına göre değerlendirilmiştir. Radyografik kabul kriter esasları ise DIN EN ISO 10675-2 göre kabul edilmiştir. Elde edilen radyografi film görüntüleri Şekil 2.'de verilmektedir.



Şekil 2. Kaynak sonrası A ve B numunelerinin radyografik görünümü

B numunesinde kullanılan ER 4043 Silisyumlu dolgu telin kaynağında Şekil 3.'de detayı verilen kök paso civarındaki aşırı yoğunluk belirgin bir şekilde diğer film görüntüsü ile kıyaslanabilmektedir. Sertlik ve mikro yapı görüntülerinde de belirgin olarak ifade edilen dentritik yapının özellikle ITAB'ın etkisi olduğu yapı değişimlerinde homojen etkiyi olumsuz etkilemektedir.



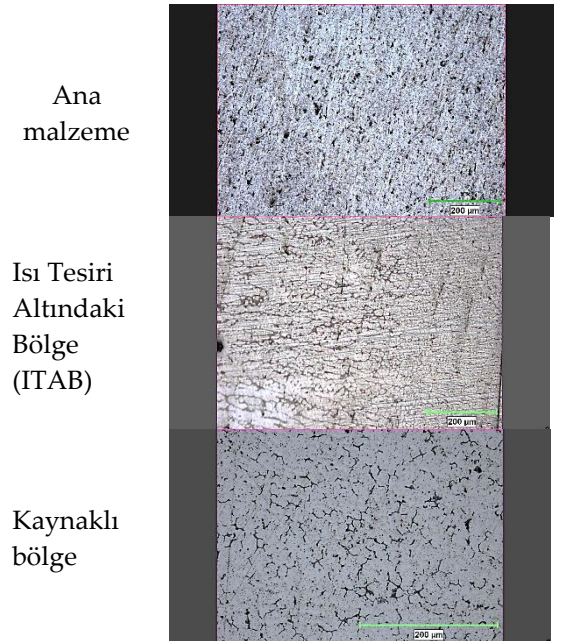
Şekil 3. B numunesindeki kök paso film görünümü

Diğer A numunesi ile yapılan kaynağın kök nüfuziyetinde standartlara uygun homojen dağılımın olduğu görülmektedir.

Metalografik incelemeleri için numuneler öncelikle 60, 200, 400, 600, 800, 1000 ve 1200 gritlik silisyum karbür (SiC) zımparalarla kademe kademe zımparalandıktan sonra keçe ile parlatma işlemine geçilmiştir.

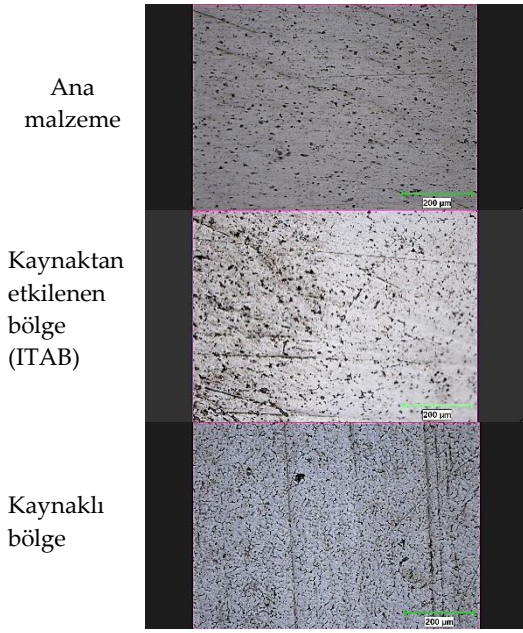
Dağlama sıvısı olarak Keller çözeltisi (95 ml saf su, 2,5 nitrik HNO<sub>3</sub>, 1,5 HCl ve 1 HF) ile dağlama işlemi uygulanmıştır.

Şekil 4'te A numunesi (ER 5356) numunesinden elde edilen X100 büyütme metalografik görüntüleri sırasıyla; ana malzeme, geçiş bölgesi (ITAB) ve kaynaklı bölge görüntüleri aşağıda verilmektedir.



Şekil 4. A numunesinin mikro yapı görüntüleri (x100)

Şekil 5'te B numunesi (ER 4043) numunesinden elde edilen X100 büyütme metalografik görüntüleri sırasıyla; ana malzeme, geçiş bölgesi (ITAB) ve kaynaklı bölge görüntüleri verilmektedir.



Şekil 5. B numunesinin mikroyapı görüntüleri (x100)

Şekillerdeki ITAB içyapı görüntülerinde; özellikle B numunesinde ana metalle kaynaklı bölgenin birleşme bölgelerinde kısmi kılcal çatlak yapı görünümü hassas bölgeler olduğu görülmüştür.

Metalografi inceleme sonucu kaynak ve ITAB bölgesinde dentritik yapılar görülmektedir. Özellikle ER 4043 kaynak bölgesinde ana metale göre tane sınırları daha belirgin ve yönlü şekildedir. Ana metalde Si elementinin homojen bir dağılımın olduğu görülmektedir. ITAB da ise daha düzensiz bir yapıya görülmektedir.

ER 5356 yapısındaki Mg yapıda homojen dağılım göstermektedir. Kaynak işleminin sağladığı ısı etkisi ile bileşikler kaynak metaline doğru yönlendirilerek çizgisel, ana metal bölgesine doğru ise daha kalın ve bazı noktalarda toplu olarak oluşmaktadır.

### 3.2. Deneysel Tartışma

Radyografik görüntüleri alınan her bir kaynaklı levhalardan ayrı ayrı iki numune sertlik ölçümü, iki numune mikro yapı incelemesi ve standartlara uygun toplam 10 adet çekme deney çubukları hazırlanmıştır.

TS 5789 standart gereklerine uygun olarak hassas bir frezeleme işlemi uygulanarak elde edilen çekme çubukları, Shimadzu AG-IS (100kN) ticari markalı

üniversal çekme deney cihazı ve ilave edilen video ekstansiyometre kullanılarak deneysel çalışma tamamlanmıştır. Deney normal ortam sıcaklığında ve 1 mm/dak. çekme hızında numuneler kopana kadar yapılmıştır. Deney sonrası çekme çubuklarının görüntüleri Şekil 6 ve Şekil 7'de ayrı ayrı görüntülenmektedir.



Şekil 6. Çekme deney sonrası A tipi numunelerinin görüntüleri



Şekil 7. Çekme deney sonrası B tipi numunelerinin görüntüleri

Çekme testlerinde A ve B numunelerinden beşer adet numune ile çekme deneyleri yapılarak bunların ortalama maksimum çekme dayanım değerleri bulunmuştur. Numunelerin hiçbiri kaynak bölgesinden kopmamıştır.

**Tablo 5.** AA6061 ER 5356 numunelerinin çekme deneyi sonuçları

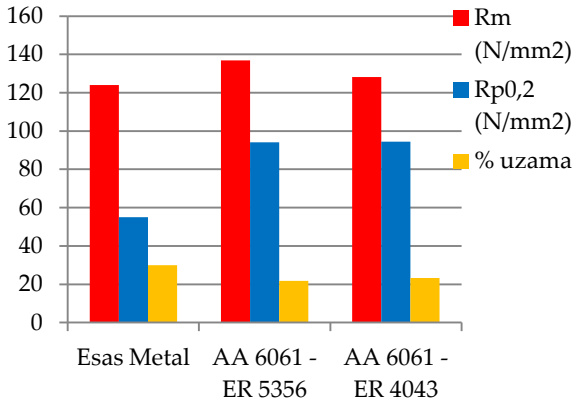
Numune	A1	A2	A3	A4	A5	Aort.
Çekme Dayanımı (N/mm <sup>2</sup> )	135,54	136,96	140,96	132,57	138,04	<b>136,81</b>
Kopma Dayanımı (N/mm <sup>2</sup> )	109,64	76,68	108,18	93,57	109,96	<b>99,60</b>
Akma Dayanımı (N/mm <sup>2</sup> )	104,54	93,67	94,75	89,57	87,96	<b>94,10</b>
Uzama (%)	22,55	20,99	21,25	21,47	22,86	<b>21,83</b>

**Tablo 6.** AA6061 ER 4043 numunelerinin çekme deneyi sonuçları

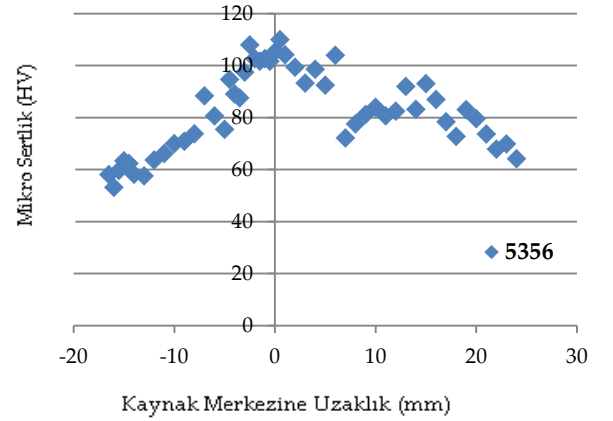
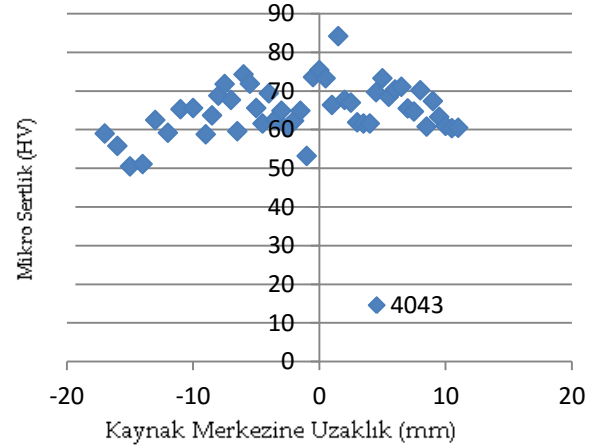
Numune	B1	B2	B3	B4	B5	B <sub>ort.</sub>
Çekme Dayanımı (N/mm <sup>2</sup> )	132,32	126,78	135,03	111,46	135,53	<b>128,22</b>
Kopma Dayanımı (N/mm <sup>2</sup> )	74,53	94,392	95,17	86,60	106,57	<b>91,45</b>
Akma Dayanımı (N/mm <sup>2</sup> )	110,04	86,35	99,60	74,67	101,82	<b>94,499</b>
Uzama (%)	21,65	22,37	23,495	26,20	22,94	<b>23,33</b>

Çekme deney sonuçlarında, kaynaklı bağlantıların dayanım değerlerinin ana metalin dayanım değerlerinden daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Kırılma yüzeyleri incelendiğinde; mat, pürüzlü, boyun oluşturarak koptuğu ve kaynaktan kopmadığından dolayı tipik sünek kırılma olduğu açıkça göstermektedir.

Çekme deney sonuçları grafik olarak Şekil 8’de karşılaştırılmıştır.

**Şekil 8.** Çekme deney sonuçlarının karşılaştırılması

Numuneler metalografik ilke ve kurallarına uygun zımparalandıktan sonra EMCO TEST Vickers makro sertlik ölçüm cihazında 10 sn. boyunca 1000gf’lik kuvvet uygulanarak sertlik değerleri alındı. Yaklaşık 2 mm aralıklarla ana malzeme, ITAB ve kaynak bölgelerinden ölçümler alındı. Her bir numune için ölçülen sertlik değerlerinin grafiksel gösterimi Şekil 9 ve Şekil 10’da verilmektedir.

**AA6061 - ER 5356 - AA6061****Şekil 9.** A numunesinin sertlik değişimleri**AA6061 - ER 4043 - AA6061****Şekil 10.** B numunesinin sertlik değişimleri

Sertlik ölçümlerinde, numunelerdeki ana metal ve kaynak bölgesi incelendiğinde, ER5356 dolgu teli ile kaynaklı numunelerin ER4043 dolgu teline göre daha yüksek değerlere sahip olduğu tespit edilmiştir.

#### 4 Sonuçlar

AA6061 alüminyum levhalar, ER5356 ve ER4043 dolgu telleri kullanılarak TIG yöntemi ile alın kaynak işlemiyle başarılı bir şekilde birleştirilmiştir.

Radyografik film görüntüleri standartların kabul değerlerindedir. Kullanılan dolgu teli bileşimine bağlı olarak kaynakların radyografik görüntülerinde herhangi bir farklılık gözlenmemiştir.

Çekme deneylerindeki kopmaların kaynaklı bölgeden kopmadığı, ana metal kısmından koptuğu gözlemlenmiştir.

Numunelerin mekanik özellikleri karşılaştırıldığında akma, çekme ve uzama değerlerinin yakın olduğu anlaşılmaktadır. Dolgu tellerinde etkin olan düşük Si (ER 4043 dolgu teli) ve yüksek Mg (ER 5356 dolgu teli) içeriklerinin mekanik özelliklerini çok fazla etkilemediği görülmüştür. Kullanılan her iki tel için ana malzemeden daha fazla akma dayanımı elde edilmiştir.

Dolgu telleri içerisindeki alaşım elementlerinin maliyete olan etkisi karşılaştırıldığında, yaklaşık 1\$ daha pahalı olan ER 4043 teli ile ER 5356 dolgu telleri arasında mekanik özelliklerde belirgin bir fark görülmemiştir.

## 5 Teşekkür

Çalışmadaki numunelerin temini ve kaynakların yapılmasında yardımlarını gördüğümüz, HMS şirketi yetkililerine ve Kaynak Müh. Eray Aksüt'e teşekkür ederiz.

## 6 Referanslar

- [1] Khotiyan S.K.; Kumar S. Investigation of microstructure and mechanical properties of TIG and MIG welding using aluminium alloy, *International Journal of Education and Research Review*, 2014; 1(5), 90-96.
- [2] Maissonette D.; Wsuery M.; Nelias D.; Chauder P.; Epicier T. Effects of heat treatments on the microstructure and mechanical properties of a 6061 aluminium alloy, *Material Science and Engineering A* 2011; 528, 2718-2724.
- [3] Prakash J; Tewari S.P; Srivastava B.K. Shielding gas for welding of aluminium alloys by TIG/MIG welding A review, *International Journal of Modern Engineering Research (JMERE)*, 2012; 1, 690-699.
- [4] Kumar A; Gautam S.S; Kumar A. Heat input and joint efficiency of three welding processes TIG, MIG

and FSW using AA6061, *International Journal of Mechanical Engineering and Robotics Research*, 2014; 1; 89-94.

[5] Verna R.P; Pandey K.N. Investigation of fatigue life of 6061-T6 and 5083-O aluminium alloys welded by two welding processes manual metal arc welding and metal inert gas welding, *International conference on mechanical and industrial engineering (ICMIE)-9<sup>th</sup>*, 2012.

[6] Köksal N.S.; Türkmen İ.; Yalçın H. Farklı metallerde TIG kaynağının mekanik özelliklere etkisinin deneysel ve teorik olarak incelenmesi, 2nd International Conference on Welding Technologies and Exhibition, ICWET'12, 23-25 May, Ankara-Turkey, 529-538, 2012.

[7] Volpone L.M.; Mueller S. Joints in Light Alloys Today: The Boundaries of Possibility, *Welding International*, 2008; 22 (9), 597-609.

[8] Sivashanmugam M.; Jothi S.; Kumar T.; Sathishkumar M., Investigation of Microstructure and Mechanical Properties of GTAW and GMAW joints on AA7075 Aluminium Alloy, *Frontiers in Automobile and Mechanical Engineering (FAME)*, 2010, 241-246.

[9] Kaluç E. Kaynak Teknolojisi El Kitabı, MMO, Cilt 1, Kocaeli, 2004; 56 pp.

[10] Mathers G. The Welding of Aluminium and Its Alloys Today, Woodhead Publishing Ltd, Cambridge, UK, 2002; 84 pp.

[11] Durgutlu A. Aluminyum TIG Kaynağında Argon-Hidrojen Gaz Karışımının Mikroyapı ve Mekanik Özelliklere Etkisi, *Gazi Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Politeknik Dergisi*, 2007; 10 (3), 271-276.

[12] Lincolnelectric aluminium consumables page, <http://www.lincolnelectric.com/en-us/consumables/aluminum-mig-tig/Pages/aluminum-mig-tig.aspx>, 28.04.2015.

[13] Liu Y.; Wang W.; Xie J.; Sun S.; Wang L.; Qiana Y.; Menga Y.; Wei Y. Microstructure and Mechanical Properties of Aluminyum 5083 Weldments by Gas Tunsten Arc and Gas Metal Arc Welding, *Materials Science and Engineering A*. 2012; 549, 7-13.

[14] Singh L.; Shah V.; Singh N. Study of Influence of TIG Welding Parameters on Weld Characteristic of 5083 Aluminium Alloy, *International Journal of Engineering Science and Innovative Technology* 2013; 2, 462-468.



# TM Malzemelerin Korozyon Direncine Sıcak Daldırma Alüminyum Kaplamanın Etkisi

Sedat Koçanaoğulları<sup>1</sup>, N. Sinan Köksal<sup>\*2</sup>

<sup>1</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Tel: +90 236 2012362, sedatkoc@yahoo.com

<sup>2</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Tel: +90 236 2012362, sinan.köksal@cbu.edu.tr

\*İletişimden sorumlu yazar / Corresponding author

Geliş / Recieved: 24 Haziran (June) 2015

Kabul / Accepted: 5 Ağustos (August) 2015

DOI: <http://dx.doi.org/10.18466/cbujos.01917>

## Özet

Bu çalışmada, demir esaslı TM malzemelere sıcak daldırma yöntemi ile alüminyum kaplanmıştır. Numuneler ergiyik sıcaklıkları 700 °C ve 750 °C olan Al-Si12CuFe içerisinde, 30 s ve 300 s süre ile argon koruyucu gaz ortamında daldırılmıştır. Yüzeyde alüminyum ile hemen altında intermetalik bir ara tabaka oluşmuştur.

Korozyon dayanımı için, kaplamalı ve kaplamasız TM numunelere aynı yoğun tuz ortamında korozyon testi uygulanmıştır. Kaplamasız numuneler 7 gün, kaplamalı numuneler ise 90 gün süre ile test edilerek kütle değişimleri ve metalografik yöntemlerle incelenmiştir. Numunelerin kimyasal bileşiminin korozyon üzerinde belirgin bir etkisinin olmadığı ve alüminyum kaplanmış numunelerin yoğun tuz ortamında korozyona karşı çok daha iyi direnç gösterdiği belirlenmiştir. Kaplamasız numunelerin yüzeyinde çukurcuk tipi korozyon oluşumu gözlemlenirken, alüminyum kaplanmış numunelerin yüzeyinde ise beyaz renkli sert alüminyumoksit tabakası oluşumu gözlemlenmiştir. Yoğun tuz ortamına karşı Al kaplı TM numuneler, kaplamasız TM numunelere göre çok daha iyi direnç göstermiştir. Test sonunda yapılan mikroskobik incelemelerde, kaplama yüzeyinde oluşan pitting tipi korozyonun kaplama içerisine doğru kılcal çatlaklar halinde nüfuz ettiği ve bazı yerlerde intermetalik faza kadar ulaştığı belirlenmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Al kaplama, alüminizasyon, korozyon dayanımı, sıcak daldırma yöntemi, toz metalürjisi

## The Effect of Hot Dip Aluminizing on the Corrosion Resistance of PM Materials

### Abstract

In this study, ferrous based PM samples aluminium were coated by using hot dip aluminizing method. Samples were dipped in Al-Si12CuFe aluminium bath under argon gas cover, at 30- 300 sec dipping time and at 700 °C and 750 °C temperature. Aluminium coating and inferior intermetallic compound were occurred on surfaces. PM and aluminized PM samples were examined under same intensive salt environment for defining corrosion resistance properties. For that purpose, uncoated PM samples and coated PM samples were tested along 7 day, and 90 day respectively in the corrosion incubator. At the end of the test, the mass changes were measured from samples and microstructural propagating of corrosion on PM samples were investigated by using metallographic techniques. The chemical composition of samples had no effect on corrosion resistance. Hot dip aluminized PM samples showed stronger corrosion resistance than uncoated samples. While pitting type of corrosion occurred on surface of the uncoated PM samples, white colour aluminium oxide was observed on aluminized PM samples. According to microscopic investigations, pitting type of corrosion on aluminium layer propagated through the surface as micro cracks and at some regions they reached into the intermetallic phase.

**Keywords:** Aluminium coating, aluminising, corrosion resistance, hot dip method, powder metallurgy.

## 1 Giriş

Karmaşık şekilli parçaların seri, çapaksız ve kaysız üretimi gibi avantajlara sahip toz metalürjisi (TM) yöntemi, endüstride yaygın olarak kullanılmaktadır. Değişik ortamlarında kullanılan bu malzemelerin çalışma koşullarına uyumu parçanın ömrü açısından önemlidir. Demir esaslı TM malzemeler alüminyum ile kaplanarak, üretim avantajlarına ek yüzeylere alüminyumun katkısı ile korozyon ve oksidasyon direnci olan bir malzeme hedeflenmektedir. Endüstriyel olarak sıcak daldırma yöntemi uygulaması, diğer alüminyum kaplama yöntemlerinden daha hızlı, daha basit ve daha ekonomik olmaktadır.

Sıcak daldırma yöntemi ile edilmiş alüminyum kaplı çelikler, yüksek korozyon dayanımının yanında güzel bir görünüme de sahip olmasından dolayı endüstride yaygın olarak kullanılmaktadır [1]. Sıcak daldırma işlemi sırasında Fe ile Al fazları arasında gerçekleşen difüzyon neticesinde Fe-Al intermetalik alaşım tabakası oluşmaktadır. Oluşan tabakasının kalınlığına etki eden en önemli parametreler, banyo sıcaklığı, daldırma süresi, kaplanan çeliğin ve kaplama banyosunun kimyasal bileşimidir [2-5]. Demir esaslı TM ile üretilmiş parçalar, özellikle otomotiv, makine imalatı ve petrokimya gibi endüstrisinde birçok alanda yaygın olarak kullanılmaktadır. Gemi işletmesi, petrol platformları ve rafineriler gibi asit ve tuzlu su ortamlarında kullanılan TM parçaların, korozyon dayanımını arttırmak amaçlanmaktadır [6-9]. Sıcak daldırma yöntemi ile elde edilen kaplama, iki ayrı tabakadan oluşmaktadır. Birincisi çelik ile alüminyum tabakası arasında yer alan Fe-Al intermetalik bileşik tabakasıdır. İkincisi ise bu tabakanın üzerindeki, banyo bileşimiyle aynı bileşime sahip alüminyum tabakasıdır. TM malzeme seçiminde, kimyasal bileşim ve yoğunluk önemli faktörlerdir. Bu malzemelerin mekanik özellikleri gözeneklerin varlığından dolayı düşer. Çekme mukavemeti ve sertlik, gözenek miktarı ile doğrusal olarak, % uzama ve darbe enerjisi ise eğrisel olarak azalır.

Alüminyum kaplı çelik, alüminyumun iyi görünümü, korozyon ve oksidasyon direnci, çeliğin mukavemeti ile birleştirildiği bir malzemedir. Bu işlemle ilgili olarak ilk patent 1893 yılında alınmıştır. Ancak geçen yüzyılda, alüminyumun yüksek kimyasal aktivitesinden kaynaklanan

bazı güçlüklerle karşılaşılmış ancak daha sonra bu problemler büyük oranda giderilmiş ve birçok yöntem önerilmiştir. Herbirinin kendine özgü uygulama alanı ve pazarı bulunan bu yöntemler şunlardır [6, 8]:

- 1-Kutu alüminyum kaplama,
- 2-Püskürtme ile alüminyum kaplama,
- 3-Vakum alüminyum kaplama,
- 4-Gaz alüminyum kaplama,
- 5-Fiziksel buhar çöktürme yöntemi ile alüminyum kaplama,
- 6-Giydirme,
- 7-Elektrolitik alüminyum kaplama,
- 8-Elektroforez,
- 9-Sıcak daldırma ile alüminyum kaplama

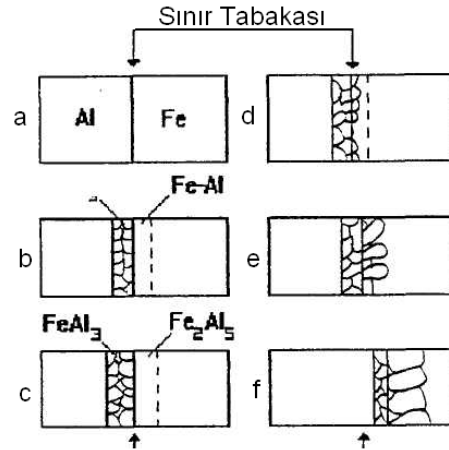
Özellikle seri alüminize çelik üretiminde, en yaygın kullanılan sıcak daldırma yöntemi olmuştur [6]. Bu yöntem, yüzeyi temizlenmiş çelik parçaların sıvı alüminyum veya alüminyum alaşımına daldırılması ve belirli süre tutulmasıyla gerçekleştirilir. Bu işlemde, yüzey tabakası alüminyumla reaksiyona girerek  $Fe_2Al_5$  şeklinde intermetalik fazlar oluşturur. Daha sonra geçiş tabakası alüminyumun demir içine difüzyonu ile büyür. Reaksiyon ve difüzyon hızlı gerçekleşir, 1-15 dakikada 0,02-0,01 mm kalınlığındaki alaşım tabakası meydana gelir [3, 8, 9]. Bu yöntemin temel avantajları, hızlı olması, göreceli olarak düşük sıcaklıklarda (600-800°C) çalışılması ve basit olmasıdır. Sürekli olarak kaplanmış bant üretimi söz konusu olduğunda en ekonomik yöntem sıcak daldırma olmaktadır [6]. Son yeni teknolojik gelişmeler ile birlikte, günümüzde sıcak daldırma alüminize çelik üretiminin dünya üzerindeki toplam üretimin yaklaşık olarak %5'ini teşkil ettiği tahmin edilmektedir. Ticari olarak alüminize çelikler iki sınıfta toplanabilir: Tip 1 sıcak daldırma alüminize çelikler, çelik malzeme üzerine ötektik bileşene yakın (ağırlıkça yaklaşık %11 Si) oranda Al-Si'den kaplanarak elde edilirler. Genel olarak, bu tür malzemeler yüksek sıcaklık ve korozyon dayanımı istenen yerlerde kullanılır. Uygulama örneği olarak otomotiv sektöründe egzoz sistemlerinde ve ocak, fırın davlumbaz, kurutucular, ısıtıcılar vs. gibi yerler verilebilir. Tip 2 sıcak daldırma alüminize çelikler ise, çelik malzeme üzerine ticari saf alüminyum ile kaplanarak elde edilirler. Bu tip malzemeler genellikle yüksek oranda yansıtma gereken ve ortam sıcaklığında korozyon dayanımı istenen



yerlerde uygulama bulur. Bu tip malzemelerin genel uygulama örneği olarak bina tasarımlarında dış cephe kaplama sacları, klima ve ventilasyon sistemleri verilebilir. Tip 2 alüminize çelikler, kaplama ağırlıkları minimum 195-305 g/m<sup>2</sup> (yaklaşık olarak kaplama kalınlıkları 38-60µm) arasında değişirken; Tip 1 alüminize çeliklerde ise bu oran 75-120 g/m<sup>2</sup> (15-25 µm) arasındadır [6, 10]. Özellikle İngiltere’de yerel üreticilerin ortam sıcaklığında korozyon dayanımı istenen yerler de, çok farklı kalitede tip 1 alüminize çelik üretildiği ve kaplamaların kalınlıklarının 45 µm olması gerekirken yaklaşık 8 µm gibi düşük oranlarda kaldığı gözlenmiştir. Benzer ürünlerin Japonya’da ortaya çıkması ile kaplama bileşeninden çok kaplama kalınlığına bağlı yeni teknik şartnameler düzenlenmiştir [8].

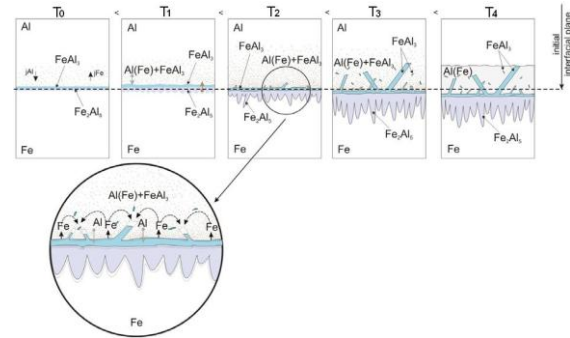
Sıcak daldırma yöntemini tehdit eden bu son gelişmelere ve yüksek maliyetine rağmen, alüminize çeliklerin eşsiz özellikleri sayesinde sanayide tercih edilmiş ve daha yüksek üretim miktarına çıkmayı başarmıştır. Maliyetlerdeki biraz yüksek olmasına rağmen, sıcak daldırma alüminize çeliklerin sahip olduğu iyi korozyon ve oksidasyon direncini, olağanüstü ısı ve ışık yansımaları özelliğini hiçbir sıcak daldırma işlemi; galvaniz veya Al-Zn alaşımı sağlayamamaktadır. Günümüzde ASTM A-463 ve ISO 5000 standartlarına uygun olarak bu Al kaplamalar yapılmaktadır.

Alüminyumun, Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>, FeAl<sub>2</sub>, FeAl ve demir içerisinde katı eriyik halinde demir içeren birçok fazı saptanmış ve tanımlanmıştır [9]. Birçok araştırmada, sıcak daldırmada demir ile alüminyum arasındaki reaksiyonla ilgili olarak sadece tek bir durum ortaya çıkarılmıştır. Bu da oluşan intermetalik tabakanın Fe-Al denge diyagramında gösterilen intermetalik bileşiklerin hepsini içermekte olduğudur [10, 11]. Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> görünen tek intermetalik bileşik değildir, ancak diğer fazların hepsinden daha büyük bir hacim oranına sahiptir (Şekil 1). Alüminyum kaplamanın büyüme mekanizmasını açıklamak için gerek demir ile alüminyum banyo arasında ve gerekse süreçte oluşan fazlar arasındaki difüzyon mekanizmalarını incelemek gerekir.



Şekil 1. Katı demir-sıvı alüminyum etkileşiminin şematik diyagramı [11].

Demir ve demir esaslı alaşımlar ile alüminyum banyo arasında meydana gelen reaksiyonlar, difüzyon katmanlarının oluşum süreçlerine bağlı olarak beş kademedeki açıklanabilir. Her bir zaman adımı alüminyum banyodaki demir üzerinde sıcak daldırma ile oluşan kaplamanın ilerlemesi Şekil 2’de gösterilmiştir [11]. T<sub>0</sub> boyunca soğuk demir sıvı alüminyum ile temas halindedir. Daldırılan malzemenin ısınması ile birlikte, banyo sıcaklığı bölgesel olarak düşer (bazen banyoda katlaşma dahi olabilir). Isı transferi süreçleri katı metal (demir) ile sıvı alüminyum arasında reaksiyonun başlayacağı ana kadar devam eder.



Şekil 2. Alüminyum kaplamanın ilerleme mekanizması.

Bu başlangıç süreci boyunca demir ile alüminyum arasında ekzotermik bir reaksiyon devam eder. Sıvı alüminyum, demir yüzeyinde yayılırken demir-alüminyum fazları oluşmaya başlar. Reaksiyon enerjisinin beslenmesi ile birlikte yüzeyde faz oluşum süreçleri aktif hale gelir. Yapılan deneyler, kaplamanın büyümeye başlaması ile birlikte oluşan katı-sıvı ara fazında gaz absorbe edilmediği gözlenmiştir. Bu olay, kaplanan parçanın yüzeyinde kaplamanın ve ara-fazın

ilerleyerek birikmesi ile açıklanabilir [6, 11]. Bu işlem ayrıca şu aşamaları da içerir:

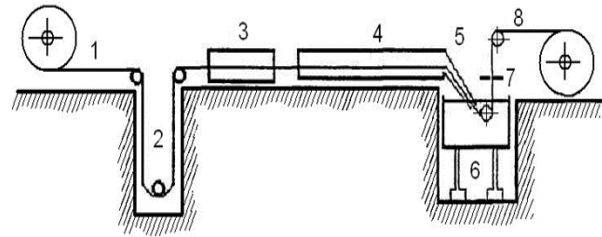
- Faz sınırı boyunca reaktanların difüzyonu (Fe ve Al),
- Fe ve Al atomlarının faz sınırı boyunca transferi neticesinde elementlerin var olan bazı eski bağlarını bozup aralarında yeni bağlar oluşturması,
- Yeni intermetalik fazlar içerisinde oluşan element difüzyonu.

Bu süreç, alüminyumdan demire ve demirden alüminyuma olan geçiş durumlarının devamı şeklinde görülmelidir. Bu yüzden göreceli daha kısa sürede fazlarda ikili Fe-Al sistemlerinin oluşacağı öngörülür [11]. Sıcak daldırma alüminyum kaplamaların büyümesinde yapılan gözlemler, her bir fazın büyümesini sağlayan bu reaksiyonların aslında çok yüksek bir hızda ilerlerken difüzyon gibi çok daha yavaş mekanizmalar ile kontrol edildiğini göstermiştir. Bu yüzden, sıcak daldırma yönteminde gerçekleşen difüzyon ilerlemesi önemlidir. Çalışmalar, kaplamanın yeterli kalınlıkta olmasını sadece iki intermetalik fazın sağladığını göstermiştir. Bunlar  $\eta$ -Al<sub>3</sub>Fe<sub>2</sub> ve  $\theta$ -Al<sub>3</sub>Fe'dir [12]. Bunlardan birisinin yeterli kalınlıkta tabaka oluşturması mümkün değildir. Böylece Fe-Al denge sistemindeki diğer fazların karakterize olduğu varsayılır. Değişik faz sınırlarında oluşan Fe-Al reaksiyonlarında, her faz sınırlarında oluşan yer değiştirmenin yönünü ve proses sırasında oluşan kütle transferini belirlemek için, bu difüzyon reaktanlarının akıları arasındaki ilgili oranların belirlenmesi gereklidir. Kaplamalardaki difüzyon süreçlerinin gözlemlendiği deneysel çalışmaların sonucunda, işaretçilerin pozisyonundan itibaren Al difüzyonu oluşacağı için kaplamanın büyümesinin mümkün olduğu sonucuna ulaşılmıştır. Sonuç olarak, katmanlardaki büyümenin difüzyon ve alüminyum akısına bağlı olduğu varsayımına dayandırılmıştır [11]. Al<sub>3</sub>Fe fazının alüminyum banyo ile temas ettiği yer, alüminyumun doyma derecesinin değişimine bağlı bir fonksiyon olarak açıklanabilir. Fazda oluşan bu değişim, Al<sub>3</sub>Fe katmanını geçen Al konsantrasyonunu değiştirir. Bunun sonucunda alüminyum atomlarının demire doğru her bir ayrı katmanı geçmesini sağlar. Faz sınırları üzerinde, bulunan alüminyum orada mevcut olan intermetalik bileşiklerle reaksiyona girer. Benzer çalışmalar [6, 12, 13] kaplama koşullarının kaplama kalitesini üzerinde önemli etkileri olduğunu göstermiştir. Alaşım katmanındaki

büyüme oranına etki eden ana etmenler daldırma süresi, daldırma sıcaklığı ve banyo alaşımıdır. Her üç faktör üretim sırasında kontrol edilmelidir. Bu işlemde, metalik bağın oluşması için birçok şartın sağlanması gerekir [10]:

- 1- Kaplama metali kaplanacak metal içerisinde, hem oda sıcaklığında hem de yüksek sıcaklıklarda çözünebilir olmalıdır.
- 2- Kaplama metali ile kaplanacak metalin atom yarıçapları arasındaki fark %15-16'dan fazla olmamalıdır.
- 3- Kaplama metali ile kaplanacak metal arasında metalik bir temasın sağlanması gerekir.

Alüminyum kaplama işleminde 3. prensibe bağlı kalındığı sürece yeterli bir bağın oluşumu mümkündür. Çünkü alüminyumla demir arasındaki boyut farkı %11,7 dir ve alüminyum, demir içerisinde hem düşük sıcaklıklarda hem de yüksek sıcaklıklarda çözünebilir olduğundan ilk iki prensip sağlanmaktadır. Bu nedenle alüminyum kaplama hatlarının büyük bir bölümü, bant yüzeyindeki oksit ve diğer maddelerin giderilmesi için kullanılır. Bu bölüm süreç kısmı olarak isimlendirilir ve kaplama banyosundan önce yer alır [6]. Sıcak daldırma yöntemi; hızlı, basit ve ekonomik olması gibi avantajları nedeniyle çelik bantların sürekli olarak alüminyum kaplanmasında endüstriyel uygulama alanı bulmuştur.



Şekil 3. Sendzimir tip alüminyum kaplama hattının şematik görünümü [14].

1. Kaynak aparatını içeren giriş bölümü
2. Hattın sürekliliğini sağlayan lup çukuru
3. Bant üzerindeki yağları yakmaya yarayan oksitleyici fırın
4. Redükleyici fırın
5. Fırından alüminyum banyosuna girişi
6. Hidrolik kaldırıcı
7. Hava bıçakları
8. Çıkış bölümü

Ancak sıcak daldırma yönteminin bazı dezavantajları da vardır [9]:

1. Kırılgan bir intermetalik bileşiğin varlığı,
2. Sıvı alüminyumun diğer metallerle kolayca

reaksiyona girmesinden dolayı, daldırılan parçaların korozyona uğraması,  
 3. Potaların ömrünü kısaltan oldukça yüksek sıcaklık,  
 4. Oluşan kaplama tabakası üzerine alüminyumun bölgesel olarak yapışması,  
 5. Alüminyumun demire homojen yayınmaması,  
 6. Daldırma işlemi sırasında çeliğin oksitlenmesi,  
 7. Alüminyumoksit filminin varlığı.

Sıcak daldırma yöntemine özgü olumsuzlukları gidermek için üç grup altında farklı yöntemler önerilmektedir [9]:

1. Koruyucu metalik kaplamaların kullanımı,
2. Koruyucu gaz atmosferinin oluşturulması,
3. Koruyucu flaksların kullanımı.

Kalay, çinko, kurşun, kadmiyum, bakır ve gümüş ön metalik kaplama olarak kullanılabilir. Ancak ön kaplamaların kullanımı kaplamanın maliyetini artırır ve zamanla banyo bileşiminin değişmesine neden olur.

Bimetalik dökümlerin üretimi sırasında, hidrojen, karbondioksit, çözünmüş amonyak, vb. koruyucu bir atmosferin oluşturulması oldukça karmaşık ve pahalıdır. Buna ilaveten, hidrojen kullanımı da çelikte kırılabilirliğe yol açmaktadır.

Sıcak daldırma yöntemlerinin hepsinde parlak kaplama elde etmek için ergimiş alüminyum banyosuna flaks ilave edilir. Flakslar parçalara, sulu çözeltiler ve ergiyikler içerisinde veya sıvı alüminyum banyosunun üzerinde uygulanır. Flaks olarak, alkali ve toprak alkali metallerin klorür veya florürleri, çinko ve alüminyum klorür, kriyolit, borik asit, boraks, titanyum ve zirkonyum florür ve diğerleri kullanılır. Flakslar alüminyumlama işlemini biraz karmaşıklaştırır ve ergimiş alüminyum banyosu üzerine uygulanmaları daha sonraki döküm işlemini güçleştirir.

## 2 Deneysel Çalışma

### 2.1. Malzemeler ve Özellikleri

TM parçalar, ticari ürünlerden Höganäs şirketinden temin edilen demir esaslı toz malzemedan üretilmişlerdir. Bu malzemeler, Cu, Zn ve C oranları farklılık gösterecek şekilde olup, NC 100,24 seri numaralı toz karışımıdır. Bu numunelerin kimyasal bileşimi Çizelge 1'de verilmiştir.

**Çizelge 1.** Numunelerin kimyasal bileşimi (%) [15].

Numune	Fe	C	Cu	Zn
A	99,79	0,01	-	0,20
B	96,84	0,21	2,00	0,95
C	96,59	0,41	2,00	1,00
D	96,24	0,76	2,00	1,00

Bu çalışmada amortisör destek pulu (Şekil 4) olarak imal edilen TM parçalar kullanılmıştır. Numunelerin mevcut toz karışımları 40 t basma kabiliyeti olan eksantrik prese bağlı kalıplarda sıkıştırılmıştır. Bu çalışmada her gruptan 250'şer adet parça olacak şekilde toplamda 1000 adet parça tek kademeli kalıpta her seferinde bir parça basacak şekilde ve tek yönlü olarak preslenmiştir. Parçalarda gözeneklilik oranlarının farklılık göstermemesi için pres 4,5 ton/cm<sup>2</sup> basma değerine kalibre edilmiştir.



**Şekil 4.** Deneylerde kullanılan TM numune

Preslenen parçaların geometrik boyutları  $\pm 0,01$  mm ve ağırlıkları  $\pm 0,001$  g hassasiyetle belirlenerek ortalama ham yoğunlukları tespit edilmiştir. Bu çalışmada kullanılan numuneler orta yoğunlukta 6,2–6,8 g/cm<sup>3</sup> ile basılmış ve 0,3 m/dk ilerleme hızı ile 1130 °C sıcaklık ( $\pm 5$  °C hassasiyet), 30 dk boyunca sinterleme işlemine tabii tutulmuştur. Daha sonra aynı soğuma hızı ve atmosfer altında oda sıcaklığına soğutulularak demir esaslı TM parçalar üretilmiştir [6].

### 2.2 Ağırlık Ölçümleri

Her gruptan beş numune 0,0001 hassasiyetli terazide tartılarak aritmetik ortalaması alınmış ve ölçüm değerleri Çizelge 2' de verilmiştir.

**Çizelge 2.** Numunelerin ağırlık ölçümleri (g)

Ölçüm	A	B	C	D
1	7,179	4,876	4,881	4,798
2	7,204	4,876	4,814	4,818
3	7,182	4,876	4,861	4,798
4	7,170	4,876	4,799	4,807
5	7,179	4,876	4,856	4,801
Ortalama	7,180	4,880	4,840	4,800

### 2.3. Sertlik Ölçümleri

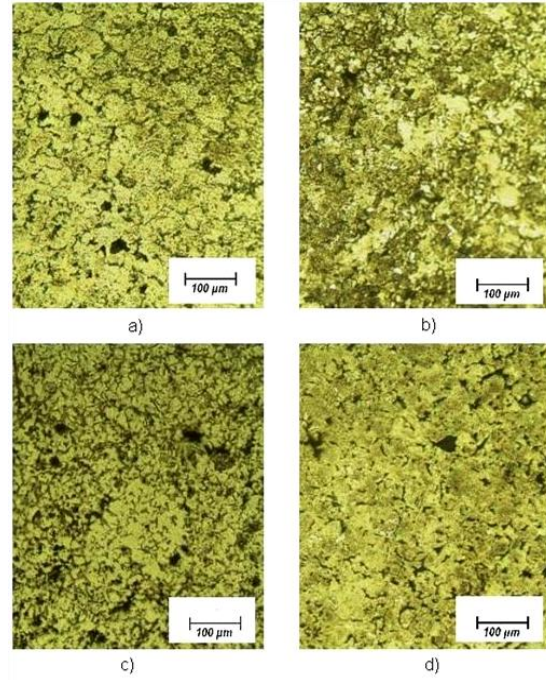
Sertlik ölçüm deneylerinde, BMS 200-RB cihazda 2,5 mm uç çaplı bilye kullanılarak, parçaların Brinell sertlik ölçümü yapılmıştır. Aynı yüzde, merkezden kenara doğru, 4 mm aralıkla 5 farklı noktadan ölçüm yapılmış ve değerleri Çizelge 3'te verilmiştir.

**Çizelge 3.** Brinell sertlik ölçüm sonuçları

Ölçüm	A	B	C	D
1	122	211	470	695
2	138	282	380	715
3	148	321	430	715
4	144	285	320	702
5	118	284	475	705
Ortalama	134	277	415	706

### 2.4. Mikroyapıların İncelenmesi

Kaplamasız numunelerin içyapılarını belirlemek için orta kesitinden görüntü alınmıştır. Epoksi kalıba alınan numuneler sırası ile 240, 400, 600, 800 ve 1200 zımpara kullanılarak parlatılmıştır. Parlatılan numuneler, Nital (%4 HNO<sub>3</sub>+Alkol) ile 6 - 8 saniye aralığında dağlandıktan sonra saf su ile durulanmış olup, elde edilen görüntüler Şekil 5'de verilmiştir. Deneylerde Meiji ML 7100 ışık mikroskobu ve içyapı fotoğraflaması için Moticam 1000 dijital kamera kullanılmıştır.

**Şekil 5.** Kaplamasız TM numunelere ait mikroyapı görüntüleri; a) A, b) B, c) C ve d) D

### 2.5. Kaplamasız Numunelerin Korozyon Testi

Tuzlu ortamda oluşan korozyon hızını ölçmek için ASCOTT marka korozyon test cihazı kullanılmıştır [16].

**Şekil 6.** Korozyon test cihazı.

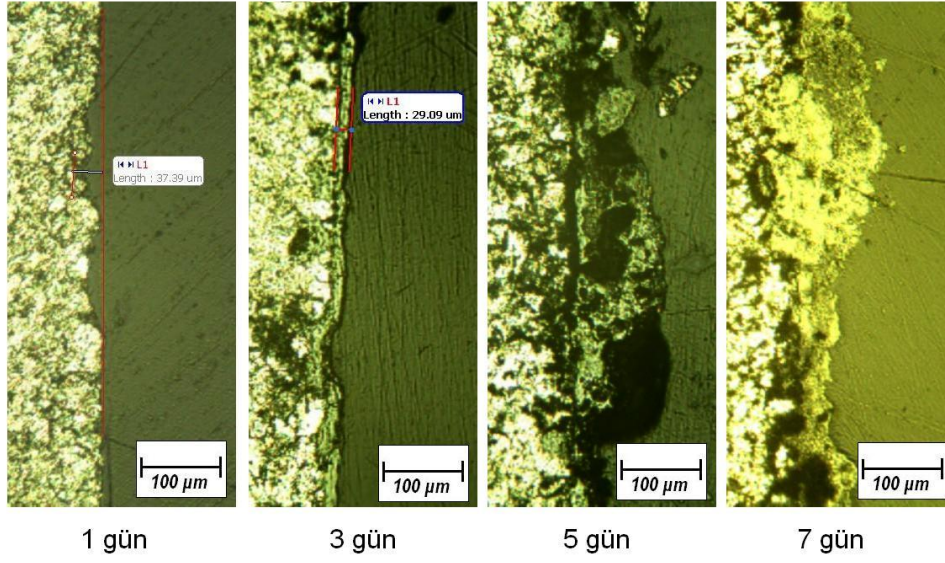
Korozyon test cihazı (Şekil 6) yalıtılmış ortama sahiptir ve cihaz içine yerleştirilen numuneleri sabit sıcaklık ve nem değerlerinde tutmaktadır. Cihaz test boyunca numunelerin üzerlerine sürekli ve pulvarize şekilde NaCl sulu çözeltisi püskürtmektedir. Test periyodu olarak 1-7 gün gibi artan aralıklar seçilmiştir. Ortam sıcaklığı 35 °C sabit tutulup, numune üzerlerine pulvarize şekilde % 5'lik NaCl sulu çözeltisi püskürtülmüştür. Yukarıdaki şartlar altında 1-7 günlük aralıklarda korozyona tabii tutulmuşlardır. Her dönem sonunda numuneler cihazdan çıkarılarak, yü-

zeydeki korozyon kalıntıları yumuşak fırça ve su ile giderilerek kütle değişimi ölçülmüştür.

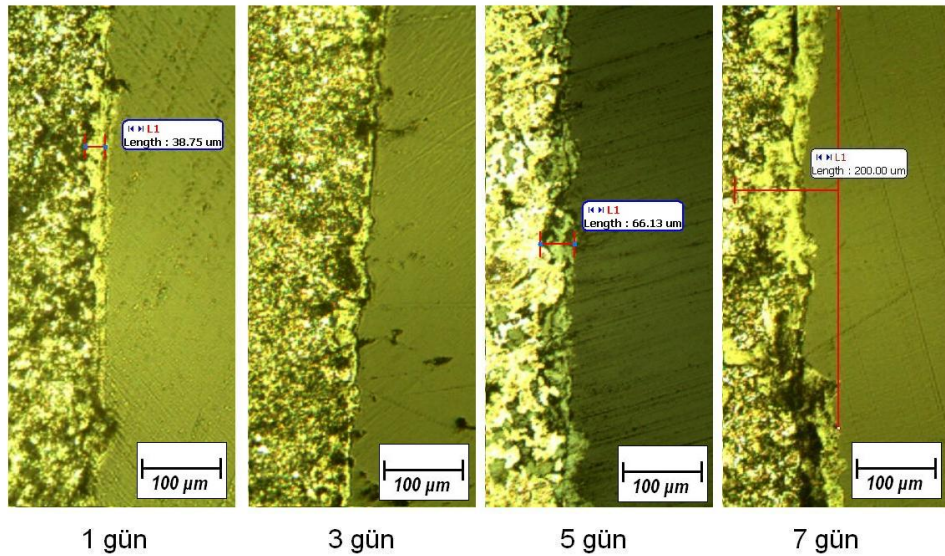
Yüzeyde oluşan korozyon ilerlemesi, 10x Makro lens adaptörlü, Sony A200 DSLR kullanılarak gözlenmiştir. Yüzeyden içeri doğru oluşan korozyon ilerlemesi ise yine kesitten alınan mikroyapı görüntüleri (Şekil 7-10) ile gözlenmiştir. Deney sonucu elde edilen kütle değişimi ve toplam yüzde değişim Çizelge 4’de verilmiştir.

**Çizelge 4.** Korozyon sonucu % kütle değişimi.

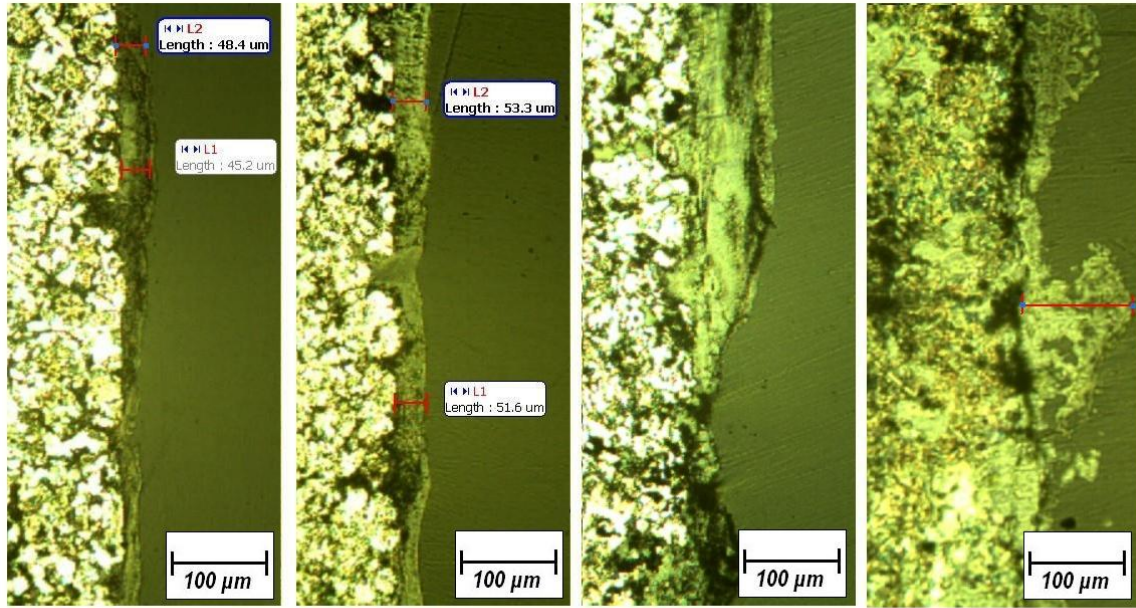
Ağırlık (g)	A	B	C	D
Başlangıç	7,1800	4,8800	4,800	4,8400
1 gün	7,1842	5,0647	5,0742	4,9396
3 gün	7,2278	5,0673	5,1051	4,9484
5 gün	7,2880	5,0906	5,1572	4,9756
7 gün	7,2612	5,0149	5,0149	4,8734
% Değişim	1,1300	2,7600	4,4800	0,6900



Şekil 7. A numunesine ait zamana bağlı içyapıda oluşan korozyon ilerlemesi.



Şekil 8. B numunesine ait zamana bağlı içyapıda oluşan korozyon ilerlemesi.



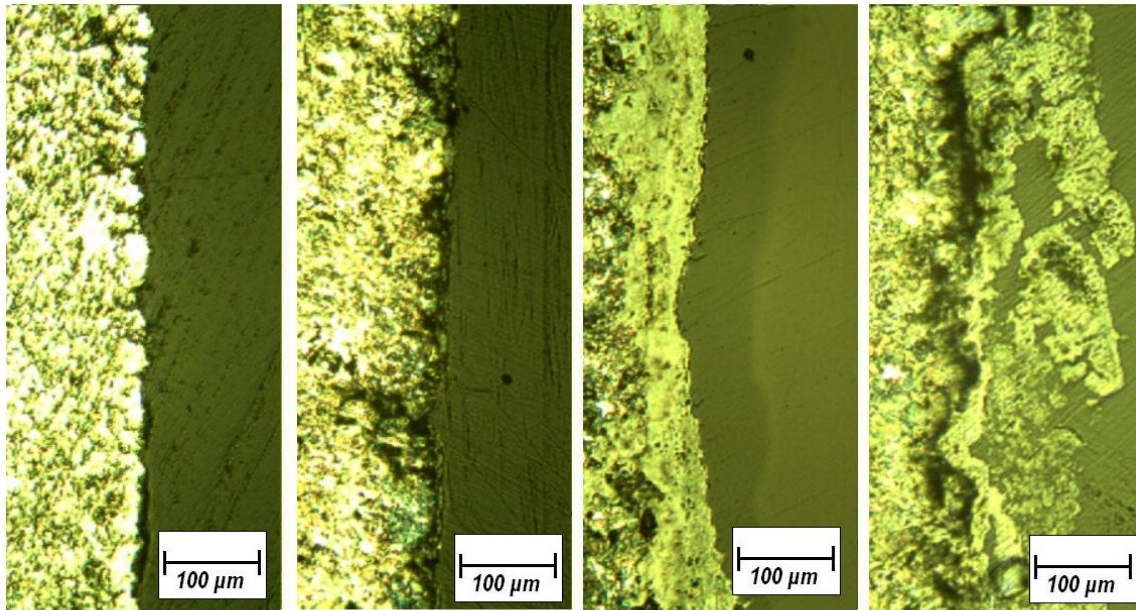
1 gün

3 gün

5 gün

7 gün

Şekil 9. C numunesine ait zamana bağlı içyapıda oluşan korozyon ilerlemesi.



1 gün

3 gün

5 gün

7 gün

Şekil 10. D numunesine ait zamana bağlı içyapıda oluşan korozyon ilerlemesi.

## 2.6. Toz Metal Parçaların Alüminyum Kaplanması

Kaplama işlemi için kimyasal bileşimi Çizelge 5'de verilen Etial-171 alüminyum alaşımı kullanılmıştır.

Çizelge 5. Etial 171 alaşımına ait yüzde kimyasal bileşim oranları.

Fe	Cu	Mn	Mg	Ni	Zn	Ti	P	Sb	V	Al
0,316	0,354	0,031	0,021	0,003	0,007	0,011	0,002	0,001	0,009	99,20

Kaplama işlemi aşamaları: 1-Numunelerin yüzey hazırlama işlemleri, 2-Alüminyum ile kaplama işlemleri, 3-Mikroyapı incelemeleri

### 2.6.1. Yüzey Hazırlama İşlemleri

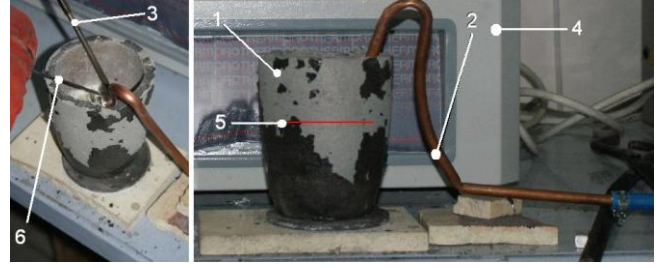
Kaplanacak numuneler bir tel üzerine salkım şekilde bağlanır. Yüzeylerde bulunan yağ ve kirleri gidermek için Hydronet Base marka endüstriyel yağ giderici kullanılmıştır. Her numune grubu için beher kaplarındaki yağ giderici sıvılar yenilenmiştir. Numuneler, beher içerisinde 30-35 °C' de bulunan yağ giderme çözeltilisine, 5-15 dak süreyle daldırılmıştır. Yağ alma çözeltilisinden çıkarılan numuneleri durulamak için 40-50 °C 'deki sıcak suya daldırılmıştır. Daha sonra numuneler dekapaj işlemine tabi tutularak yüzeylerindeki oksitler giderilmiştir. Piyasada bulunan %8-10'luk H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisi oda sıcaklığında hazırlanmış, numunelerin yüzeylerindeki oksit durumuna göre 1-5 dk arasında değişen sürelerde daldırılmıştır. Daha sonra numuneler su ile durulanıp temiz bir bezle silinerek kurutulmuştur. Son olarak yüzeyi temizlenen numunelerin yüzeyleri flakslanmıştır. Flaks olarak saf suda çözülmüş NaCl ve KCl çözeltisi kullanılmıştır. Karışım oda sıcaklığında, oranı ağırlıkça %44 NaCl ve % 56 KCl olacak şekilde hazırlanmıştır Yüzeyleri temizlenen numuneler çözeltiliye daldırılarak argon ortamında kurutulmuştur.

### 2.6.2. Kaplama İşlemi

Kaplama deneylerinde, sıcaklık kontrolü K tipi termokupl ( $\pm 1^\circ\text{C}$  hassasiyet) ile sağlanmıştır. Daldırma sırasında ergiyik alüminyumun sıcaklığını ölçmek için 0-1200 °C aralığında ölçüm yapabilen krom kılıflı K tipi Ni-NiCr termokupl teli kullanılmıştır. Kaplama işleminin gerçekleştirildiği deney düzeneği Şekil 11'de görülmektedir. Burada;

- 1- Grafit pota
- 2- Argon örtüsünü sağlayan üfleç
- 3- K tipi termokupl
- 4- Fırın
- 5- Banyo seviyesi
- 6-Toz metal numune

Potaya her işlemde yaklaşık 500 g. katı Al malzeme şarj edilmiştir. Katı şarj ergidikten sonra, banyo sıcaklığı dengeye gelene kadar beklenmiştir. Kaplama öncesinde yüzeydeki atıklar alınıp, Ar örtüsü oluşturulana kadar geçen sürede sıcaklık dalgalanmaları önlenerek banyo sıcaklığının sabit kalması sağlanmıştır.

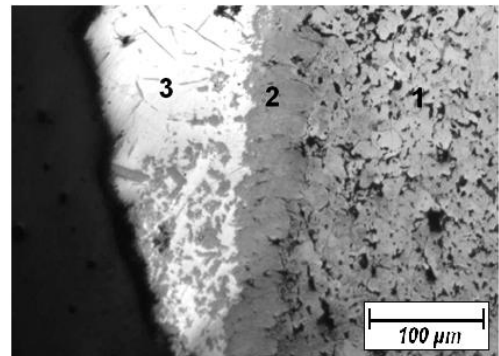


Şekil 11. Kaplama deney düzeneği.

Tel kanca boyu numunenin pota dibine değmesini engelleyecek boyda ayarlanmıştır. Belirlenen süre boyunca banyoda tutulan numuneler çıkarılırken, yüzeyinde biriken fazla alüminyumun akması için banyo üzerinde 5 s bekletilmiştir. Bu sırada TM numune üzerinde kalan alüminyum katılaşmaya başlar. Numuneler potadan dışarı çıkarılmış ve ortam sıcaklığında soğumaya bırakılmıştır. Numuneler banyoya daldırılmadan ve çıkarılmadan önce, banyo yüzeyinde oluşan oksit tabakası ile potadan dökülen grafit parçaları temizlenerek numune yüzeyine yapışıp kirletmeleri engellenmiştir. Ayrıca Al banyosu üzerinde kullanılan flux yardımı ile fırın içerisinde yüzeyde oluşacak oksitlenmenin de önüne geçilmiştir.

### 2.6.3. Mikroyapıların İncelenmesi

Kaplanan parçalarda kaplama ve oluşan intermetalik alaşım tabakasının kalınlığı, epoksi ile kalıplanıp, parlatma ve dağlama işlemlerine tabi tutulmuştur. Numunelerde, Nital ve Keller dağlama reaktifi (2 ml HF+3 ml HCl+5 ml HNO<sub>3</sub>+90 ml H<sub>2</sub>O) kullanılmıştır. Dağlanmış numunelerin kaplama ve ara tabakası kalınlığında on ölçümünün ortalaması alınmıştır. Kaplama sonrası oluşan intermetalik alaşım tabakası kalınlığı da ölçülmüştür. Şekil 12'de A numunesine ait kaplama şartlarında mikroyapı görüntüsü verilmiştir.



Şekil 12. A numunesinde kaplama sonrası oluşan mikroyapı görüntüsü (750 °C - 5dk.).

- 1) Demir esaslı ana malzeme,
- 2) Fe-Al intermetalik faz oluşumu,

## 3) Alüminyum dış kaplama

**2.7. Kaplanmış Numunelerin Korozyon Testi**

Kaplanmış numunelerin korozyon direncini belirlemek için; 750 °C de, 300 s süre ile kaplanan A, B, C ve D numuneleri, 7 ve 90 gün süresiyle korozyona tabi tutulmuştur. Oluşan kütle değişimi kaplanmamış numunelere uygulanan aynı yöntem ve cihaz kullanılarak belirlenmiştir. Deney sonucu elde edilen değişim değerleri Çizelge 6'da verilmiştir.

**Çizelge 6.** Korozyon sonucu kütle değişimi (%).

	İlk ağırlık (g)	Süre (Gün)					Değişim (%)
		7	15	21	51	90	
A	6,27	6,43	6,42	6,50	6,53	6,48	3,35
B	6,80	6,91	6,91	6,95	6,95	6,92	1,76
C	6,33	6,45	6,44	6,48	6,54	6,47	2,21
D	6,73	6,97	6,97	6,99	7,02	7,01	4,16

Metalografik işlemler sürecinde parça üzerindeki pudra şeklindeki beyaz tabaka şeklindeki oksit dökülerek ayrılmış ve epoksi içerisinde boşluk bırakmıştır. Oluşan bu boşluktan mevcut alüminyumoksit tabakanın kalınlığını da belirlemek mümkündür. Şekil 7-Şekil 10 mikroyapılar incelendiğinde, alüminyum tabakada yüzey boyunca derinlemesine oluşan pitting korozyonu açıkça görülebilmektedir. Benzer şekilde, Al tabaka içerisinde ara faza dik doğrultuda mikro çatlak oluşumları da gözlenmiştir.

**3 Sonuçlar ve Tartışma**

Kimyasal bileşimindeki özellikle karbon oranlarına göre dört farklı demir esaslı TM parçalar, farklı sıcaklık ve sürelerde sıcak daldırma yöntemi ile alüminyum kaplanmıştır.

Üretim koşulları aynı olan TM örneklerin bileşimindeki karbon oranının artması yoğunluğu değiştirmiş (Çizelge 2), sertlik değerlerinde belirgin bir artışa neden olmuştur (Çizelge 3).

Üretilen TM örneklerin mikroyapı incelemelerinde, porozite oluşumunun çok az olduğu gözlemlenmiştir (Şekil 5).

Kaplamasız TM numunelerin korozyon direncini belirlemek için, yoğun tuz ortamında 7 gün süre ile korozyon testi uygulanmıştır. Test sonucunda oluşan

kütle değişimi incelendiğinde, malzeme kimyasal bileşiminin korozyon üzerinde belirgin bir etkisinin olmadığı görülmüştür (Çizelge 4). Korozyon sonrası alınan yüzey ve içyapı görüntülerinde çukurcuk tipi korozyon oluşumu gözlemlenmiştir (Şekil 7-10). Yüzey incelemelerinde, TM numunelerin yüzeyinde 1 gün sonunda ilk korozyon gözlenmiştir. Numunelerde, 7 günlük dönem neticesinde %0,6-4,4 oranda kütle değişimi belirlenmiştir. Oluşan bu kütle değişimi kesit mikroyapı görüntülerinde de açıkça görülebilmektedir. Yüzeyde oksit, pas oluşumu kütlede artışlara neden olmuştur. Noktasal olarak bazı bölgelerde çukurcuk korozyonun oluşumu gözlenmiştir. Bu çukurcukların maksimum derinliği 100 µm'yi geçmemiştir. Bu tip korozyon çok küçük çözelti miktarlarıyla, dar bölgeler üzerinde birikmesi ile oluşur.

Kaplama öncesi yüzey hazırlama işlemlerinin kaplama özellikleri üzerinde doğrudan etkisi görülmüştür. Uygun yüzey hazırlama işlemlerine dikkat edilmediği koşullarda kaplamalarda pullanma ve çatlama neticesinde kopmalar gözlemlenmiştir. Bu nedenle kaplama işlemleri büyük bir titizlikle yapılmıştır. Demir esaslı TM malzemelerin yüzeyinde alüminyum ve intermetalik ara tabaka şeklinde kaplamalar elde edilmiştir. Ayrıca TM yüzeylerinde ve ergiyik alüminyum yüzeyinde oluşan oksitlenmenin de kaplamanın kalitesini etkilediği görülmüştür. Yapılan mikroskopik incelemelerde, dış yüzeyde oluşan alüminyum kaplama ile intermetalik ara tabakada oluşan boşluklar ve çatlaklar gibi yapısal hatalardan kaynaklanan ayrılmalara ve dökülmelere de rastlanmıştır.

Kaplanmış TM numunelere toplam 90 günlük tuz korozyon testi uygulanması sonucunda kütle değişimi gözlenmiştir (Çizelge 6). Her iki durum karşılaştırıldığında kaplamalı malzemelerin değerlerinde açık bir fark (yaklaşık 50 kat uzun süre) görülmektedir. Korozyon testi süresince yapılan yüzey incelemelerinde, yüzeylerde beyaz renkli sert alüminyum oksit tabakasının 7. gün sonunda oluştuğu gözlemlenmiştir. Korozyon sonrası elde edilen yüzey ve içyapı görüntülerinde yüzeyde pitting tipi korozyon oluştuğu ve içe doğru kılcal çatlaklar şeklinde nüfuz ettiği belirlenmiştir. Sonuçta alüminyum kaplanan TM numuneler, yoğun tuz ortamında korozyona karşı iyi direnç göstermiştir.



#### 4 Teşekkür

TM numunelerin hazırlanmasında desteğini gördüğümüz MAYDA Toz Metal şirketi yetkililerine ve korozyon testlerini gerçekleştirdiğimiz T.K.F. Metal Kaplama San. Tic. Şirketi yetkililerine teşekkür ederiz.

#### 5 Referanslar

- [1] Sasaki, T.; Yakou, T. Features of intermetallic compounds in aluminized steels formed using aluminum foil, *Journal of Materials Processing Technology*. 2008; 197, 89–95.
- [2] Cheng W.J.; Wang C.J. Growth of intermetallic layer in the aluminide mild steel during hot-dipping, *Surface & Coatings Technology*. 2009; 204, 824–828.
- [3] Akdeniz M.V.; Mekhrabov A.O.; Yılmaz T. The role of Si addition on the interfacial interaction in Fe–Al diffusion layer. *Scripta Metall Mater*. 1994; 31, 1723-1731.
- [4] Cotell C.M.; Sprague J.A.; Smidt F.A., *Metals Handbook, On Surface Engineering*, 5, ASM International, Materials Park. 1999; 346
- [5] Hwang S.H.; Song J.H.; Kim Y.S., *Mater. Sci. Eng.* 2005; A390, 437-443.
- [6] Koçanaoğulları S. Demir Esaslı Toz Metalürjisi İle Üretilmiş Parçalarda Alüminyum Kaplamanın Yüzey Özelliklerine Etkisi, Yüksek Lisans, CBÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Manisa 2010, 9-20.
- [7] Strafford K.N.; Datta P.K.; Googan C.G. *Coatings and surface treatment for corrosion and wear resistance*, Ellis Horwood Limited. 1984, 103-115.
- [8] Richards R.W.; Jones R.D.; Clements P.D.; Clarke H. *Metallurgy of continuous hot dip aluminizing*, *International Materials Review*. 1994; 39 (5), 191-212.
- [9] Ryabov V.R. *Aluminizing of steel*, Metallurgiya publishers, Moskow, 1973.
- [10] Denner S.G.; Jones R.D.; Thomas R.J., *Hot Dip aluminizing of steel strip*, *Iron and Steel International*. 1975; 241-252
- [11] Liberski P.; Gierek A., Kania H., Podolski P., Taterek A., *Formation of coatings from a liquid phase on the surface of iron-base alloys*, *Archives of Foundry Engineering*. 2008; 8(4), 93-98.
- [12] Glasbrenner H.; Wedemeyer O., *Comparison of hot dip aluminized F28-mod. steel after different subsequent heat treatments*. *Journal of Nuclear Materials*. 1998; 257, 274–281.
- [13] Pasinli A., Köksal N.S., Sıcak daldırma yöntemi ile

alüminyum kaplanan çelik malzemelerde yüksek sıcaklık oksidasyonunun incelenmesi, DEÜ Müh. Fak. Fen ve Mühendislik Dergisi. 2009; 11(31), 2-9.

[14] Sendzimir T., U.S. Patent No 1938, 2 110 893..

[15] Höganäs Company, [www.hoganas.com](http://www.hoganas.com)

[16] T.K.F. Metal Kaplama Kim. ve Mak. Sanayi, [www.tkfmatal.com](http://www.tkfmatal.com) (Haziran 2015)



# Farklı Kaya Sınıfları İçin Yapılan Sayısal Modelleme Çalışmalarının Karşılaştırılması-Örnek Uygulama

Özgür Öngen<sup>1\*</sup>, Ahmet Güzel<sup>2</sup>

<sup>1</sup>İzmir Büyükşehir Belediyesi, Konak, İzmir, Türkiye, ozgur.ongen@hotmail.com

<sup>2</sup>Celal Bayar Üniversitesi İnşaat Mühendisliği Bölümü, Manisa, Türkiye, ahmet.guzel@cbu.edu.tr

\*İletişimden sorumlu yazar / Corresponding author

Geliş / Recieved: 7 Ağustos (August) 2015

Kabul / Accepted: 31 Ağustos (August) 2015

DOI: <http://dx.doi.org/10.18466/cbujos.16056>

## Özet

Günümüzde artan şehir nüfusu, ulaşımda toplu taşımayı mecbur kılmaktadır. Şehirlerdeki yapılaşmanın bozukluğu ve yolların yetersizliği karayolu ulaşımına göre; çevreye dost, güvenli, hızlı, ekonomik ve konforlu olan raylı taşıma sistemini ön plana çıkarmaktadır. Ancak, raylı taşıma sisteminde ulaşılacak noktalar arasındaki bağlantılarda tırmanma ve dönme sınırları gibi teknik zorluklar nedeniyle yerüstü yapılarının altından geçmek gerekir. Bu nedenle şehiriçi raylı sistem taşımacılığında tünelcilik zorunluluk olmaktadır. İzmir şehri ulaşımında bir çözüm olan 44 km uzunluğundaki İzmir Hafif Raylı Sisteminin Yeni Avusturya Tünel açma yöntemiyle açılan yaklaşık 5,5 km'lik Üçyol-Fahrettin Altay Metro güzergâhını kapsayan kısımda tünel zemin/kaya ilişkilerinin incelenmesi amacıyla; Avusturya tünel açma standartı olan ÖNORM kaya sınıflama sistemine göre yüzdesel dağılımlar çıkarılmış ve hakim kaya sınıfı için sayısal modelleme çalışması yapılmıştır. Yapılan sayısal değerlendirmeye göre tünel güzergâhının %25'inin B2, %50'sinin B3 olmak üzere %75'lik kısmının B kaya sınıfında olduğu belirlenmiştir. Bu durum gözönüne alınarak örnek modellemeler B2-B3 kaya sınıfı için İzmirspor-Hatay İstasyonu arasında kalan bölgede gerçekleştirilmiştir. İzmir Hafif Raylı Sistem Projesi 2. Aşama İkmal İnşaatı Yapım İşi kapsamında açılan tünellerde farklı kaya sınıflarında uygulanan destekleme sistemleri Phase<sup>2</sup> v7.0 programı ile modellenerek tünel kesitinde oluşacak toplam yer değiştirmelerin (deplasmanların) analizi yapılmış ve yorumlanmıştır.

**Anahtar Kelimeler** — Hafif raylı sistem, Kaya sınıflama sistemleri, Kazı ve destekleme, NATM, Phase<sup>2</sup> v7.0

## Comparison of Numerical Modeling Studies Made for Different Rock Classes- A Case Study

### Abstract

At the present time, public transport system has become a necessity because of increasing urban population. Unplanned urbanization and lack of road brings rail transport system which is more environmentally friendly, safe, fast, economic and comfortable than road transportation into the forefront. But, it should be passed under the aboveground structure due to technical difficulties such as climbing and turning limits in rail transport system. Therefore, tunnelling has become a necessity in rail transport system. İzmir Light Rail System in the 44 km-long has been a solution in transportation of İzmir. Üçyol - Fahrettin Altay route, which is approximately 5.5 kilometers and was excavated with New Australian Tunneling Method, is a part of the İzmir light rail system. Percentage distributions were calculated according to ÖNORM rock classification system in order to examine tunnel-soil/rock relations in this route. Also, numerical modeling study was done for the dominant rock classes. According to the

numerical evaluation, it was determined that a large portion (75 %) of the Uçyol - Fahrettin Altay tunnel route is a B Rock Class (25% B2 and 50% B3). Considering this situation, modelling studies for B2-B3 rock classes were carried out in the region between Izmirspor Station and Hatay Station. Support systems in these rock classes were modelled with Phase<sup>2</sup> v7.0. According to these modelling studies, analyses of total displacements which occur in tunnel section were made and interpreted by authors of this article.

**Keywords** – Light Rail System, Excavation and Support System, NATM, Phase<sup>2</sup> v7.0, Rock Classification System.

## 1 Giriş

Günümüzde bilindiği gibi şehir nüfusları; teknoloji ve sanayinin bir gereksinimi olarak aşırı derecede artmıştır. Nüfus artışı ve şehirlerin büyümesine bağlı olarak ortaya çıkan ulaşım sorunu da ancak toplu taşıma ile çözülebilmektedir. Özellikle büyükşehirlerde karayolu ulaşımaları için yol yapılacak alanların kısıtlı olması, yol yapımı sırasında çok yüksek kamulaştırma maliyetleri olması toplu taşıma için farklı uygulamaları gündeme getirmektedir. Bunların başında ekonomik ve konforlu olan raylı taşıma sistemi gelmektedir.

Raylı taşıma sistemi; aynı anda büyük hacimli, ağır kütlelerin ve/veya birçok kişinin uzun mesafelere taşınmasını sağlamanın yanı sıra çevreye dost, güvenli, hızlı ve ekonomiktir. Ancak ulaşılacak noktalar arasındaki bağlantı raylı sistemlerle inşa edilince; karayolu ulaşımına göre tırmanma ve dönme sınırları gibi teknik zorluklar ortaya çıkmaktadır. Raylı sistemde, yerüstü yapılarının altından geçmeden her noktaya ulaşmak olası değildir. Bu durumda şehir içi taşımacılığının inşaat işleri için, tünelcilik olmasa olmazdır.

İzmir şehrinde de nüfusta meydana gelen artış, kentleşmenin hızla artması ve kentin körfez etrafında yoğunlaşması ulaşım problemlerini beraberinde getirmiştir. Bu problemlerin çözümüne yönelik olarak İzmir Büyükşehir Belediyesi "İzmir Hafif Raylı Sistemi" projesini oluşturmuştur. Bu projenin bir kısmını oluşturan İzmir Hafif Raylı Sistem Projesi 2. Aşama İkmal İnşaatı Yapım İş, Uçyol'dan Fahrettin Altay'a kadar olan kısmı kapsamaktadır (Şekil 2).

Makale kapsamında incelenen 2. Aşama (Uçyol - Fahrettin Altay) güzergâhı tümüyle yeraltı projesidir. Günümüzde en yaygın kullanılan tünel açma yöntemi olan Yeni Avusturya Tünel Açma Yöntemi (NATM) ile açılmış olup toplam 5 istasyondan oluşmaktadır. Bu istasyonlar sırasıyla Izmirspor, Hatay, Göztepe, Poligon ve Fahrettin Altay istasyonlarıdır. Çalışma kap-

samında, bu güzergahın genel jeolojisi, yapısal jeolojisi ve mühendislik jeolojisi incelenmiş, hakim kaya sınıfları belirlenmiştir. İnceleme alanı olarak hakim kaya sınıflarından oluşan Izmirspor-Hatay İstasyonu arasında kalan bölge seçilmiş, bu bölgede tünel kesitlerinde oluşacak deformasyon analizleri yapılmış ve elde edilen sonuçlar yorumlanmıştır.

## 2 Yöntem

Araştırma yöntemi 3 başlık altında incelenmiştir. Bunlardan ilki, İzmir Hafif Raylı Sistem 2. Aşama Projesinde uygulanan NATM ve Önorm B2203 Standardı olup ikincisi çalışma bölgesinin tanıtılmasıdır. Ardından modelleme çalışmaları ve tünel analizleri yapılmış elde edilen veriler yorumlanarak çalışma sonlandırılmıştır (Şekil 1).



Şekil 1. Uygulanan araştırma yöntemi akım şeması

### 2.1 Yeni Avusturya Tünel Açma Yöntemi (NATM) ve ÖNORM B2203 Standardı

Günümüzde yaygın olarak kullanılan tünel açma yöntemi NATM'nin, farklı geometrilere ve farklı jeolojik koşullara uyum sağlaması bu yöntemi diğer tünel açma yöntemlerinden ayırmaktadır. Bu özelliği sayesinde kesintiye uğramadan ve düşük maliyetlerle tünel inşaatları gerçekleştirilebilmektedir.

Yöntemin prensibi, tüneli içinde açıldığı kaya ortamına taşıtmaktır. NATM'de iki temel hedef vardır. Bunlardan ilki yapılacak geçici desteklemelerle deformasyon oluşumunu ortadan kaldırarak tünel etrafındaki

kayanın basıncını düşürmek, ikincisi ise söz konusu basıncı tünel etrafını kuşatan kayaya dağıtmaktır. Bu iki temel hedefe ulaşıldığında, yapılacak olan ana destekleme sistemine daha az yük binmiş olacaktır [1].

NATM'de tünel, yerinde gözlem ve ölçümlerle sürekli takip edilir. Böylelikle oluşacak deformasyonlar sürekli kayıt altında tutulmuş olacak ve herhangi bir emniyetsiz durumda anında müdahale şansı olacaktır.

NATM sabit kazı ve destekleme sisteminden bağımsızdır. Yöntemin başarılı bir şekilde uygulanabilmesi için; kayanın mekanik özelliklerinin, birincil gerilmelerin, su gelirin belirlenmiş olması gerekir. Tünel açılırken ikincil deformasyonların ve gerilmelerin gözlem ve ölçümü yapılarak tünel açma çalışmalarının denetlenmesi ve edinilen sonuçlara göre kazının yönlendirilmesi gerekmektedir [2].

NATM'de kazı ve destekleme aşamasına geçilmeden önce kaya kütlelerinin sınıflandırılması gerekmektedir. Bu amaçla tünellerin projelendirilmesi çalışmaları sırasında tünel güzergahında açılacak olan sondajlar ile elde edilecek yeraltı su seviyeleri miktarları, jeolojik harita ve kesitler ile geoteknik bilgilerden yararlanılmalıdır. Sondajlar sayesinde oluşturulan jeolojik haritalama sırasında elde edilen bilgiler (süreksizlik, süreksizlikler arasındaki dolgu durumu, su sızıntıları, ayrışma dereceleri, kayanın mukavemeti, aşırı sökülme vb. ) ışığında kazı yapılan kaya kütlesi tanımlanmalıdır.

Kaya davranışlarının matematiksel denklemler ile bulunabildiği, kaya kalitelerinin sayısal değer olarak verildiği kaya sınıflama sistemleri (Q, RMR, RQD vb.) jeolojik yapıların büyük değişiklik göstermediği durumlarda kullanılmaktadır. Büyük değişkenlik gösteren jeolojik yapılarda gerçekleştirilen kazı işlemlerinde esnek kazı-destekleme yöntemi olan NATM kullanılması durumunda kayanın davranışını temel alan kaya sınıflama sistemlerine de ihtiyaç duyulmaktadır [3].

NATM için kaya sınıflamaları ve bu sınıflandırmalarda kullanılan destekleme elemanları Avusturya Standardı ÖNORM B2203'te tanımlanmıştır. ÖNORM B2203'e göre kayalar A, B ve C olmak üzere üç temel grupta sınıflandırılmıştır. Üç temel kaya sınıflaması için de farklı destekleme elemanları önerilmiştir. ÖNORM B2203'te tanımlanan üç temel kaya sınıflaması için kaya kütle özellikleri Tablo 1'de verilmektedir.

**Tablo 1.** ÖNORM B2203 kaya sınıfları ve özellikleri [4]

Kaya Sınıfları	Kaya Kütle Özellikleri
A Kaya Sınıfı	Kaya kütleleri stabil ve elastiktir. Yerel destek uygulanmaz ise çoğunlukla önemsiz eklemelerden kaynaklı yer yer sığ göçükler olabilir. Elastik deformasyonlar hızla azalır.
B Kaya Sınıfı	Kaya kütleleri yapısal kenetlenme veya çekme mukavemetlerinin düşük olmasından dolayı hızlı gevşeme ve ayrışmaya müsaittir. Kazı boşluğunda oluşan ikincil gerilmeler kayanın mukavemetini biraz aşar. Bu durum iç kısımlara ulaşmamaktadır. Desteksiz kalma süresi azdır. Desteksiz kalma süresi uzarsa, çökmeler oluşacaktır.
C Kaya Sınıfı	Kaya kütleleri çatlama ve dökülmeye eğilimli olup şişme özelliği gösterir. ayrışmış veya bozmuş kayalar, gevşek zemin ve organik zeminler bu gruptadır. Kaya basıncının yeniden dağılım süreci ya da deplasman sınırlamaları sonucunda oluşan gerilmeler çoğunlukla kaya dayanımından daha büyüktür. Aşırı gerilmelere maruz kalan kayada yenilme mekanizmaları (burkulma, kabuk atma, kesme ve boşluğa doğru plastik hareket vb.) oluşur. Bu durum büyük deformasyonlara yol açacaktır. Bu deformasyonlara izin verilirse kaya zati ağırlık yüklerinin aktif hale geçer, önemli miktarda gevşeme basıncı oluşur, kaya dayanımı büyük miktarda azalır. Zeminin plastik ve viskoz davranışına bağlı olarak açılan boşlukta büyük deformasyonlar meydana gelir ve uzun dönemde zamana bağlı deplasman davranışı söz konusudur.

ÖNORM B2203 standardında tanımlanan üç temel kaya sınıfı kendi içinde detay tanımlamalara ayrılmaktadır. (Tablo 2). Standartta her bir kaya sınıfı için kaya kütlelerinin davranışı, suyun etkisi, kazı, destekleme ve zamanlaması tanımlanmaktadır.

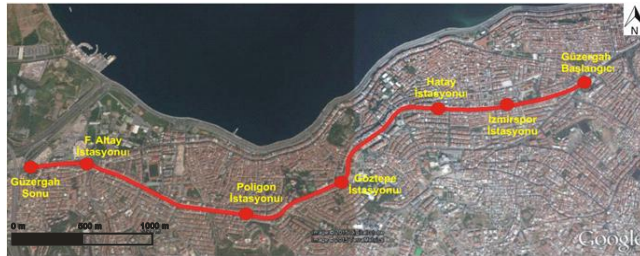
NATM için her bir kaya kütle sınıfına ait standart önerilmiş olmasına rağmen, kazı yöntemi ve destekleme sistemi seçimi açısından esnek bir yöntemdir. Ayrıca kazı işlemi öncesi, kazı esnası ve kazı sonrasında gerekli olduğu takdirde uygulanacak projede değişiklik yapılabilmektedir.

ÖNORM B 2203 (Ekim 1994 sonrası)	
A1	Sağlam
A2	Sonradan Az Sökülen
B1	Gevrek
B2	Çok Gevrek
B3	Taneli
C1	Dağ Atma
C2	Baskılı
C3	Çok Baskılı
C4	Akıcı
C5	Şişen

İncelemesi yapılan İzmir Hafif Raylı Sistem 2. Aşama Projesinde sayısal nitelikli kaya kütle sınıflamaları ve ÖNORM B2203 standardı kullanılmış, yerinde sürekli gözlem ve ölçümler ile olası aksaklıklara müdahale olanakları söz konusu olmuştur.

## 2.2 Çalışma Alanı

İzmir ilinde olan çalışma alanı; kuzeyinde İzmir Körfezi, batısında Narlıdere, güneyinde Gazimir, güneydoğusunda ise Buca ilçelerinin yer aldığı İzmir Hafif Raylı Sistem Yapım Projesinin Fahrettin Altay-Üçyol güzergahıdır. 2. Aşama İkmal İnşaatı projesi olarak adlandırılan bu güzergah İnönü Caddesi'nde yer almakta olup, Üçyol da bulunan kazı şaftından sonra sırasıyla Hatay, Göztepe ve Poligon mahallelerinden devam ederek Fahrettin Altay'da son bulmaktadır (Şekil 2).



Şekil 2. İzmir Hafif Raylı Sistem Projesi 2. Aşama İkmal İnşaatı Yapım İşİ Güzergahı Çalışma Alanı Uydu Görüntüsü

Tünel güzergahının geçtiği jeolojik ortam tortul ve volkanik kökenli kayalardan oluşmaktadır. Tortul kayalar Bornova Karmaşığı ve Altındağ Formasyonu olarak gruplandırılırken, volkanik kayalar Yamanlar Volkanitleri olarak değerlendirilmiştir [4].

## 2.2.1 Mühendislik Özellikleri

Kazı sırasında karşılaşılan jeolojik birimlerin mühendislik özelliklerinin kestirilmesi amacıyla gerçekleştirilmiş olan sondajlardan alınmış karotlar üzerinde jeomekanik laboratuvar deneyleri yapılmıştır. Laboratuvar deneyleri için öncelikle kayalar ayrışma derecelerine göre sınıflandırılmış ve deneylerde ayrışma durumları göz önüne alınmıştır. Formasyonlara ait ortalama tek eksenli basınç dayanımları Tablo 3'te verilmektedir.

Kaya birimlerinin sınıflandırılması için hem ampirik hem de tanımsal kaya kütle sınıflamaları göz önüne alınmıştır. Bu kaya sınıflama sistemleri (Q, GSI ve ÖNORM B2203) kullanılarak tünel tasarımları gerçekleştirilmiştir. Güzergahta yer alan kayaların ÖNORM B2203 standardına göre değerlendirilmesi Bölüm 2.2.2'de verilmektedir.

Güzergahı oluşturan Yamanlar Volkanitleri, Altındağ Formasyonu ve Bornova Karmaşığı'na ait RQD, Q ve RMR değerleri Tablo 4 'te verilmektedir.

Tablo 3. Güzergah kayalarına ait ortalama tek eksenli basınç dayanımları

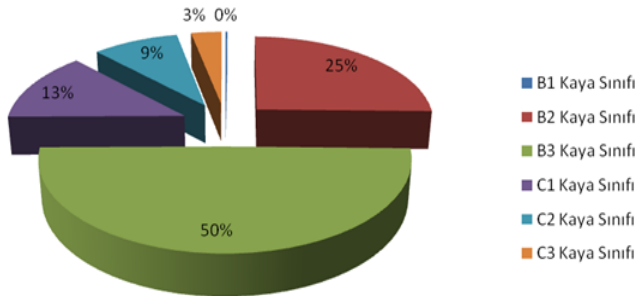
Formasyon		Tek Eksenli Basınç Dayanımı (kg/cm <sup>2</sup> )
Altındağ Formasyonu	Kumtaşı	172
	Silttaşı	165
	Kiltası	326
	Çakıltası	185
	Killi Kireçtaşı	321
Bornova Karmaşığı	Fliş Şeyl	280
	Fliş Kumtaşı	470
	Grafit Şeyl	113
	Silisifiye Kireçtaşı	847
Yamanlar Volkanitleri	Az Ayrışmış Andezit	545
	Orta Ayrışmış Andezit	310
	Çok Ayrışmış Andezit	---
	Az Ayrışmış Aglomera	320
	Orta Ayrışmış Aglomera	115
	Çok Ayrışmış Aglomera	

**Tablo 4.** Güzergah kayaçlarının RQD, Q ve RMR değerleri [5]

Formasyon	Formasyonu Oluşturan Birimler	RQD %	Q	RMR
Yamanlar Volkanitleri	Andezit	25-72	0.30-2.76	35-62
	Aglomera	3-46	0.04-0.61	12-32
Altındağ Formasyonu	Kiltaşı, silttaşı, Kumtaşı, konglomera	12-47	0.12-0.70	22-35
Bornova Karmaşığı	Bornova filişi, kiltaşı, kumtaşı grafit şist	0-39	0.10-0.38	19-25

### 2.2.2 Tünel Güzergahında Yer Alan Kayaçların ÖNORM B2203 Standardına Göre Sınıflandırılması

Güzergah boyunca açılan sondajlar ve kazı sırasında yapılan incelemeler neticesinde kaya birimleri tanımlanmış ve sınıflandırılmıştır. Tünel güzergahında yer alan kayaçların ÖNORM B2203'e göre mesafelere bağlı olarak yüzdesel dağılımları çıkarılmıştır (Şekil 3).



**Şekil 3** Önorm B2203'e göre tünel güzergahında yer alan kaya sınıflarının yüzdesel dağılımları

Genel olarak tünel güzergahında yer alan kayaçlar Baskılı kaya kütleleri (B) ve Gevrek kaya kütleleri (C) sınıflarında olup, en yüksek dağılım %75 oranla B kaya sınıfındadır.

### 3 Sayısal Modelleme ve Tünel Analizleri

Kaya sınıflarının yüzdesel dağılımına göre tünel güzergahının %25'inin B2, %50'sinin B3 olmak üzere

büyük bir kısmının B kaya sınıfında olduğu gözönüne alınarak örnek modellemeler B2-B3 kaya sınıfını içine alan İzmirspor-Hatay İstasyonu arasında kalan bölgede gerçekleştirilmiştir. Analizler tünelin destekli ve desteksiz durumuna göre yapılmış farklı kaya sınıfı koşullarında destekleme sistemlerinin, tünel çevresinde oluşacak toplam yerdeğiştirmeye etkisi incelenmiştir.

Yapılan analizlerde, yeraltı açıklıkları veya yerüstü kazılarının tasarımı için, gerilme, deformasyon ve duraylılık çözümlerinde kullanılan iki boyutlu analiz programı olan Phase<sup>2</sup> v7.0 kullanılmıştır. Phase<sup>2</sup> sayısal modelleme programı; sonlu elemanlar ve sınır elemanlar yöntemlerinin karmasından oluşan ve her iki yöntemin birlikte kullanılmasını sağlayan hibrit bir programdır.

### 3.1 Uygulama Bölgesi ve Modelleme Parametreleri

İzmirspor-Hatay istasyonu arasında kalan bölge güzergahın 0+800-1+500 km aralığındadır. Bölgede açılmış olan 8 adet sondaj incelenerek, kazı sırasında geçilecek formasyonların fiziksel ve mekanik özellikleri önceden yaptırılmış olan laboratuvar testleri sonucunda tespit edilmiştir. Bu özellikler modellemeye esas parametreleri oluşturmak için kullanılmıştır. İncelenen bölgede açılan tünel T1 olarak adlandırılan ana hat tüneldir.

Bölgedeki formasyonlar Yamanlar Volkanitleri olarak adlandırılan andezit ve aglomeradan meydana gelmiştir. Yeraltı mühendislik yapılarının tasarımında önemli olan ayrışma dereceleri için ISRM Ayrışma Derecesi Sınıflaması kullanılarak volkanitlerin ayrışma dereceleri tanımlanmıştır [6]. Yamanlar volkanitlerini oluşturan birimler başlıca iki ayrışma derecesinde sınıflandırılmış, andezitler az ayrışmış, aglomeralar ise orta-çok ayrışmış sınıfta değerlendirilmiştir [4].

Sondaj logları değerlendirilerek RQD değerleri tespit edilmiştir. Buna göre az ayrışmış andezitlerin ortalama RQD değeri %58 ve orta-çok ayrışmış aglomeraların ortalama RQD değeri %45'tir. Bu kayaçlar Q sınıflama sistemine göre sınıflandırılmıştır. Q sınıflama sisteminin bağıntı (4.1) ile ampirik olarak hesaplanması için kaya kalite göstergesi (RQD), eklem takımı sayısı (Jn), eklem yüzeyi pürüzlülük sayısı (Jr), eklem ayrışma sayısı (Ja), eklem suyu azaltma faktörü (Jw) ve gerilme azaltma faktörü (SRF) değerleri kullanılmıştır [14]. Kullanılan parametreler ve Q sınıflama

$$Q = \frac{RQD}{J_n} \times \frac{J_r}{J_a} \times \frac{J_w}{SRF} \quad (4.1)$$

**Tablo 5.** Yamanlar Volkanitleri Q kaya sınıflama sisteminde kullanılan parametreler ve sınıflandırma

Ayrışma Derecesi	Yamanlar Volkanitleri	
	Andezit	Aglomera
% RQD	58	45
J <sub>n</sub>	9	12
J <sub>r</sub>	2	2
J <sub>a</sub>	3	3
J <sub>w</sub>	1.00	0.66
SRF	2.5	2.5
<b>Q Değeri</b>	<b>1.72</b>	<b>0.33</b>
<b>Q Kaya Kütle Tanımı</b>	Zayıf kayaç	Çok zayıf kayaç

Q sınıflama sisteminin ÖNORM B2203’e göre karşılığının “az ayrılmış andezit” için B2, “orta-çok ayrılmış aglomera” için B3 kaya sınıfında olduğu görülmektedir. (Şekil 4).

BARTON KAYA KÜTLESİ NİTELİĞİ (Q)	BIENIAWSKI KAYA KÜTLESİ DEĞERİ (RMR)	ÖNORM B2203 Ekim 1994 öncesi	ÖNORM B2203 Ekim 1994 sonrası
Orta	5,34	60	B1 Gevrek
Zayıf	2,97	58	B2 Çokgevrek
	0,77	47	
	0,41	40	
Çok zayıf	0,11	23	B3 Taneli

**Şekil 4.** Hesaplanan Q değerlerinin ÖNORM B2203 karşılıkları

Tablo 6 ‘da bölgede yer alan kayalara ait program girdi parametreleri verilmiştir. Bölgede yapılmış yer altı su seviyesi ölçümlerinin değerlendirilmesinde, ortalama 3.5 m olarak belirlenen seviye modellemeye uygulanmıştır.

**Tablo 6.** Yamanlar volkanitleri (andezit ve aglomera) kaya parametreleri

	$\gamma_n$ (MN/m <sup>3</sup> )	$\sigma_{ci}$ (MPa)	E <sub>i</sub> (MPa)	$\nu$	GSI	m <sub>i</sub>	D
Az Ayrılmış Andezit	0.0252	54.10	5928	0.23	57	19	0.5
Orta-Çok Ayrılmış Aglomera	0.0211	13.48	3480	0.26	50	16	0.5

D.B.H.A : Doğal Birim Hacim Ağırlık (MN/m<sup>3</sup>),

$\sigma_{ci}$  : Tek Eksenli Basınç Dayanımı(MPa),

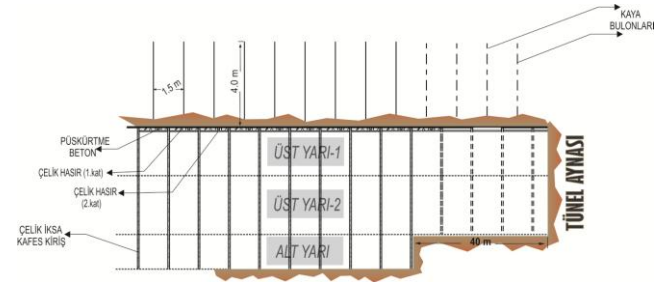
E<sub>i</sub>: Elastisite Modülü (MPa),

$\nu$ : Poisson oranı

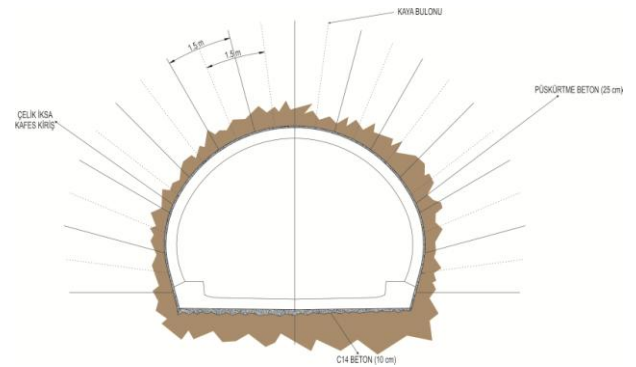
m<sub>i</sub> : Kaya Malzemesi Sabiti,

D :Örseleme Faktörü

Destekleme sisteminde ise; Q221/221 tip çelik hasır, 26 mm çaplı SN ve PG tip kaya bulonu, 3 bar lattice girder iksa, C14 ve C20 sınıfı püskürtme beton kullanılmıştır. İki sınıflama sisteminde uygulanan kazı ve destekleme parametreleri Şekil 5, 6, 7, 8 ‘de verilmektedir. Ayrıca kaya sınıflarında ve destekleme sistemlerindeki farklılıkları Tablo 7 ‘de verilmektedir.

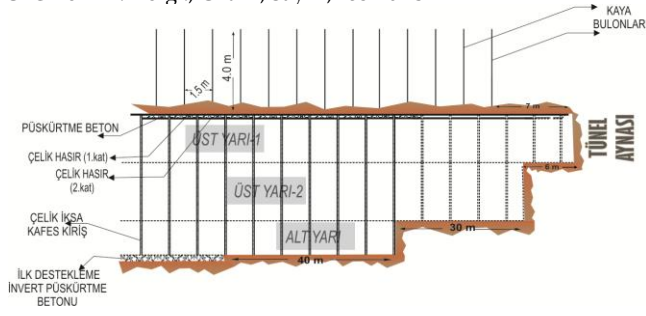


**Şekil 5.** B2 Kaya Sınıfı- T1 tünel kesiti kazı aşamaları

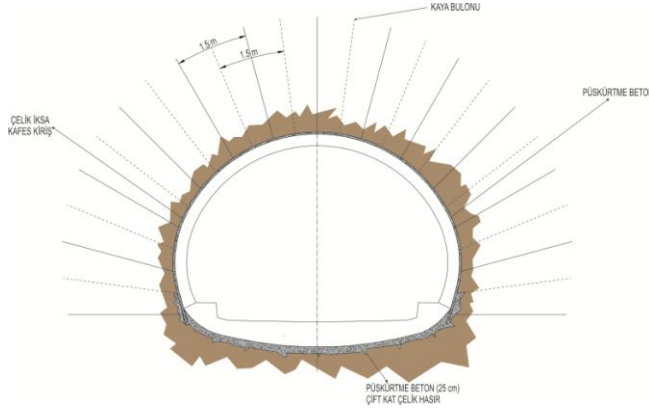


**Şekil 6.** B2 Kaya Sınıfı-T1 tünel kesiti kaya bulonu ve çelik iksa yerleşim geometrisi





Şekil 7. B3 Kaya Sınıfı- T1 tünel kesiti kazı aşamaları



Şekil 8. B3 Kaya Sınıfı-T1 tünel kesiti kaya bulonu ve çelik iksa yerleşim geometrisi

Tablo 7. B2 ve B3 kaya sınıflarında kazı ve destekleme sistemlerindeki farklılıklar

Kaya Sınıfı	Tünel tabanı	İlerleme adım uzunluğu (m)	İksa aralıkları (m)
B2	Düz (Püskürtme Beton "C14" 10cm)	1.5-3.0	1.8
B3	Kemer Şeklinde (Püskürtme beton 25cm + Çift kat çelik hasır)	1.25-3.0	1.5

Oluşturulan sayısal modellemelerde analizler Genelleştirilmiş Hoek – Brown yenilme ölçütü esasına dayalı yapılmıştır.

### 3.2 Tünel Sayısal Model Analizleri

Modelleme yapılan bölge için farklı değişkenler olduğundan destekli ve desteksiz olma durumları göz önüne alınarak model tanımlamaları yapılmıştır. Bölge için oluşturulan model tanımları Tablo 8 'de verilmektedir. Her bir model için ayrı ayrı tünel çevresi (tavan, taban ve yan duvar olmak üzere 3 noktada) ve yüzeyde oluşan deformasyonlar incelenmiştir. Destekli ve desteksiz durumlar birbirleriyle karşılaştırılmıştır.

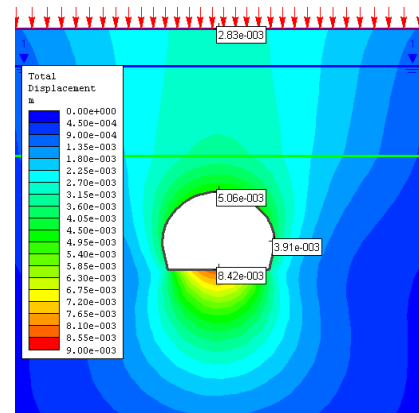
Ayrıca her iki kaya sınıfında destekli durum için elde edilen değerler karşılaştırılarak yorumlanmıştır.

Tablo 8. Tünel Analizleri İçin Model Tanımlamaları

Tünel Tipi	Kaya Sınıfı	Destek Durumu	Model No
T1	B2	Desteksiz	M1-1
		Destekli	M1-2
	B3	Desteksiz	M2-1
		Destekli	M2-2

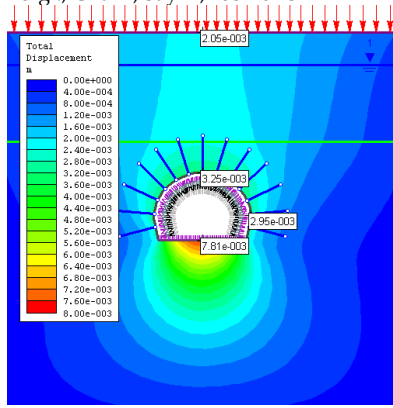
Tünel şehir içerisinde açılmış sığ tünel niteliğinde olup, güzergahı bir çok yapının altından geçmektedir. Analizlerin doğru olabilmesi için modellemenin gerçeği yansıtması gerekmektedir. Bina yükleri, araç yükleri vb. gibi olası yüklerin oturduğu yüzey üzerine etkisi literatürden araştırılarak çalışma alanındaki binaların kat yükseklikleri dikkate alınmış, zemin yüzeyine etki eden sürşarj yükü 1.2 ton/m<sup>2</sup> olarak kabul edilmiştir. Bu değer programda 0.012 MN/m<sup>2</sup> olarak tanımlanmıştır.

Öncelikle M1-1 modelinde tünel kazısı tamamlandıktan sonra oluşması beklenen deplasman değerleri tespit edilmiştir. Kazısı gerçekleştirilen ana hat tünelinde destekleme yapılmadığında maksimum toplam deplasmanın 8.42 mm ile tünel tabanında gerçekleştiği saptanmıştır (Şekil 9).



Şekil 9. M1-1 tünel kazısında oluşan toplam deplasman dağılımları

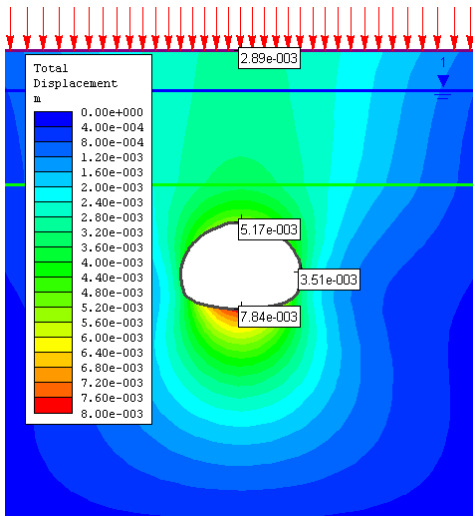
M1-2 modelinde, tünel kazısından sonra destekleme elemanları yerleştirilince meydana gelen maksimum toplam deplasmanın aynı şekilde tünel tabanında olacağı saptanmıştır. Maksimum toplam deplasman ise 7.81 mm ile tünel tabanında hesaplanmıştır (Şekil 10).



Şekil 10. M1-2 tünel kazısında oluşan toplam deplasman dağılımları

Attawell ve diğerleri (1986) yapmış olduğu çalışmalar neticesinde yeraltı tünelleri kazısı sırasında yüzeyde ve bina temellerinde herhangi bir yönde 10 mm'ye kadar olacak deformasyonların yapılara hasar veremeyeceğini belirtmiştir. Desteksiz durumda kazı sonrası oluşacak deplasman değerlerine bakıldığında, yeryüzünde oluşacak toplam deplasman değerinin 2.83 mm ile literatürde verilmiş olan 10 mm değerinin çok altında olduğu görülmektedir. Ayrıca destekli durumda kazı sonrası oluşacak deplasman değerlerine bakıldığında, beklenildiği gibi destekleme yapılıncaya yüzeyde meydana gelecek deplasman değerinde düşüş olduğu görülmektedir. M1-2 modelinde yeryüzünde oluşacak toplam deplasman değerinin 2.05 mm ile güvenli sınırlar içerisinde kaldığı görülmektedir.

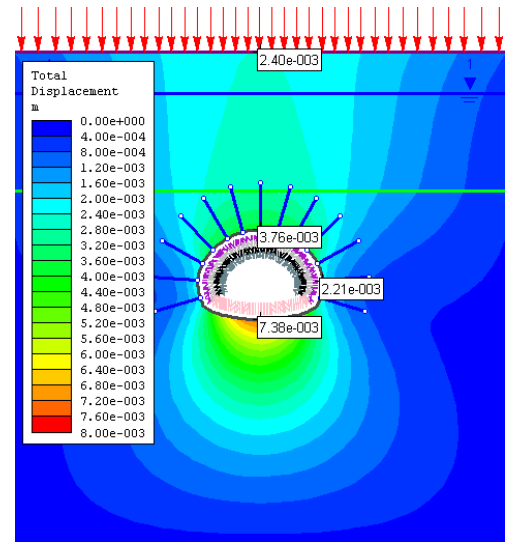
M2-1 modelinde gerçekleştirilmiş olan analizlere göre maksimum toplam deplasmanın diğer iki analizde olduğu gibi tünel tabanında gerçekleştiği saptanmıştır. Maksimum toplam deplasman ise 7.84 mm'dir (Şekil 11).



Şekil 11. M2-1 tünel kazısında oluşan toplam deplasman dağılımları

Desteksiz durumda kazı sonrası oluşacak deplasman değerlerine bakıldığında, diğer iki modele göre yeryüzünde oluşacak toplam deplasman değerlerinde artış olmasına rağmen 2.89 mm deplasman değerinin güvenli sınırlar içerisinde kaldığı görülmektedir.

M2-2 Modelinde; M1-2 modeline göre kazı işlemi üç kademede gerçekleştirilmiştir. Maksimum toplam deplasman değeri diğer 3 modelden düşük olup 7.38 mm ile tünel tabanında hesaplanmıştır. Yeryüzünde oluşacak toplam deplasman değerinin limitlerin çok altında olduğu, dolayısıyla güvenli sınırlar içerisinde kaldığı görülmektedir (Şekil 12).



Şekil 12. M2-2 tünel kazısında oluşan toplam deplasman dağılımları

4 modele ait deplasman değerleri tek bir tablo altında birleştirilmiştir. Tablo 9'da gerçekleştirilmiş olan analizler neticesinde elde edilen deplasman değerleri verilmektedir.

Tablo 9. Analizi yapılan 4 model için elde edilen toplam deplasman değerleri

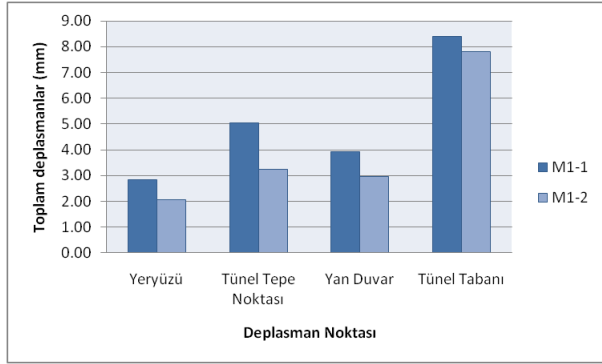
Deplasman Noktası	M1-1 (mm)	M1-2 (mm)	M2-1 (mm)	M2-2 (mm)
Yeryüzü	2.83	2.05	2.89	2.40
Tünel Tepe Noktası	5.06	3.25	5.17	3.76
Yan Duvar	3.91	2.95	3.51	2.21
Tünel Tabanı	8.42	7.81	7.84	7.38

### 3.3 Analiz Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Değerlendirmeler yapılırken B2 klastan oluşan M1-1

ve M1-2 modelleri, B3 klastan oluşun M2-1 ve M2-2 modelleri öncelikle kendi içerisinde karşılaştırılmıştır. Daha sonra destekleme yapılmış durum değerlendirmelerinin yapılması için M1-2 ile M2-2 modelleri kıyaslanmış ve elde edilen sonuçlar yorumlanmıştır.

Aglomerada açılan ana hat tüneline B2 klas için destekli ve desteksiz durum analizleri neticesinde 4 farklı ölçüm noktası için belirlenen deplasman değerleri karşılaştırılmış olup, M1-1 ve M1-2 modelleri için toplam deplasman değerleri tek bir grafikte gösterilmiştir (Şekil 13).



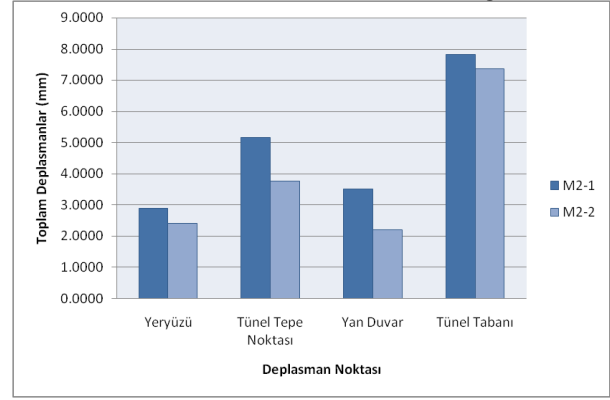
Şekil 13. M1-1 ve M1-2 modelleri için belirlenen toplam deplasman değerlerinin değişimi

M1-1 ve M1-2 modellerinde dört ölçüm noktasında da meydana gelen değerler karşılaştırıldığında;

✓ M1-1 modelinde maksimum deplasman miktarının 8.42 mm olarak tünel tabanında meydana geldiği belirlenmiştir. Ayrıca tavanda 5.06 mm, yan duvarda 3.91 mm deplasman değerleri tespit edilmiştir. Tünel kazı sonrası desteklendiği takdirde tavanda oluşan deplasman değeri %36 oranında, yan duvarda %25 oranında azalma gözlenmiştir. Tünel tabanında meydana gelen azalma miktarı ise %7.25 olup, tabanda oluşan maksimum deformasyon değeri 7.81 mm'ye düşmüştür.

✓ Yeryüzünde meydana gelmesi öngörülen maksimum toplam deplasman değerleri karşılaştırıldığında destekleme sistemi uygulanması ile oluşacak deplasman değerinde %28 oranında azalma meydana gelecektir.

Modellemede M1-1 ve M1-2'de olduğu gibi öncelikle tünel kazısı sonrası, tünelde destekli ve destekli durumlarda meydana gelecek deplasman değerleri karşılaştırılmış olup, M2-1 ve M2-2 modelleri için toplam deplasman değerleri Şekil 14 'te sunulan grafikte değerlendirilmiştir.



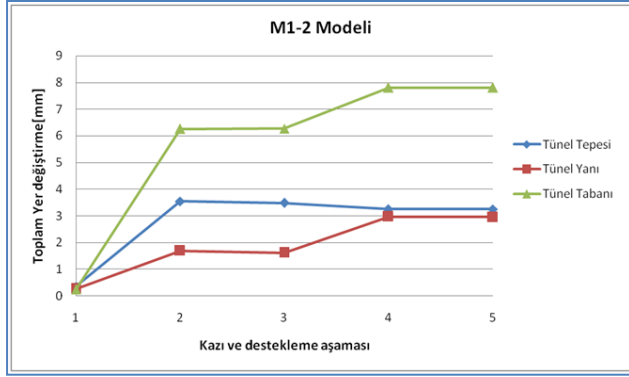
Şekil 14. M2-1 ve M2-2 modelleri için belirlenen toplam deplasman değerlerinin değişimi

M2-1 ve M2-2 modellerinde dört ölçüm noktasında meydana gelen değerler karşılaştırıldığında;

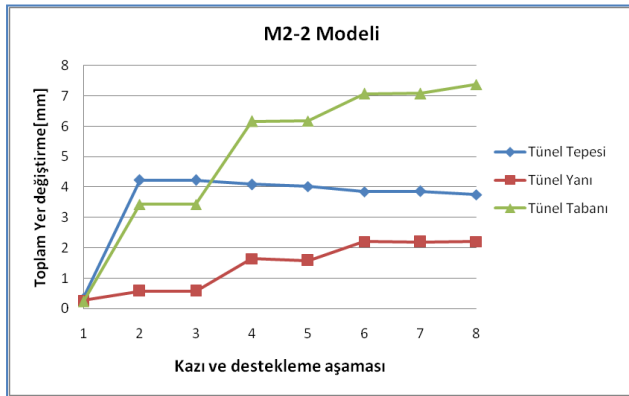
✓ M2-1 modelinde maksimum deplasman miktarının 7.84 mm olarak tünel tabanında meydana geldiği belirlenmiştir. Ayrıca tavanda 5.17 mm, yan duvarda 3.51 mm deplasman değerleri tespit edilmiştir. Tünel kazı sonrası desteklendiği takdirde diğer bir ifadeyle M2-2 modelinde tavanda %27 ve yan duvarlarda oluşan deplasman değeri %37 oranında azalmıştır. Tünel tabanında meydana gelen azalma miktarı ise %6 olup, tabanda oluşan maksimum deformasyon değeri 7.38 mm'ye düşmüştür.

✓ Yeryüzünde meydana gelmesi öngörülen maksimum toplam deplasman değerleri karşılaştırıldığında destekleme sistemi uygulanması ile oluşacak deplasman değeri %17 oranında azalacaktır.

B2 ve B3 kaya sınıflarının kendi içinde destekli destekli durumlarının değerlendirilmesi yapılmış ve beklendiği gibi destekleme yapıldığında oluşacak deplasman değerlerinde azalma olmuştur. B2 ve B3 kazı ve destek sınıfları arasında; uygulanan kazı aşamaları ve taban kazısının geometrisi açısından fark bulunmaktadır. B2 ve B3 sınıflarında destekleme yapıldıktan sonra oluşan deplasmanlar arasındaki değişimin incelenmesi için söz konusu farklar göz önüne alınarak M1-2 ve M2-2 modelleri birbiri ile kıyaslanmıştır. M1-2 ile M2-2 modellerinin her ikisinde de kazı kademeli olarak gerçekleştirilmektedir. Fakat M1-2 iki kademede, M2-1 ise üç kademede kazılmaktadır. Bu sebeple her iki modelde oluşan yer değiştirmeler, kazı adımları göz önüne alınarak aşama aşama değerlendirilmiştir. Şekil 15 ve Şekil 16 'da iki model için de aşamalara göre meydana gelen yer değiştirme değerleri verilmektedir.



Şekil 15. M1-2 modeli kazı aşamalarına göre tünel tepe noktası, yan duvar ve tünel taban noktası için deplasman grafiği



Şekil 16. M2-2 modeli kazı aşamalarına göre tünel tepe noktası, yan duvar ve tünel taban noktası için deplasman grafiği

Yapılan değerlendirmelere göre tünel tepe noktasından alınan deplasman değerinde kazı aşamasının artmasına bağlı olarak azalma olmadığı görülmektedir. Fakat tünel çevresinin genelinde kazı aşaması sayısının arttıkça oluşacak kazı boşluğunun azalmasına bağlı olarak meydana gelen deplasman değerlerinde azalma gözlenmektedir. Desteklemenin hızlı bir şekilde yapılması da deplasman değerlerini etkileyecektir.

M1-2 modelinde taban kazı geometrisi (invert kazısı) düz olacak şekilde yapılırken, M2-2 modelinde invert kazısı kemer şeklinde yapılmıştır. Bilindiği üzere yeraltı açıklıklarında geometri dairesele yaklaştıkça, oluşacak deformasyonlar da o kadar azalacaktır. Bu sebeple M2-2 modelinin tabanında meydana gelen yer değiştirme değerleri düz invert kazısı yapılmış olan M1-2 modelinden daha az olup, uygulanan invert desteklemesi tabanda meydana gelen deformasyonu %5.5 oranında azaltmıştır.

Sonuç olarak her iki modelde de oluşan deplasman

değerleri birbirine yakındır. İncelenen bölgede yapılan sınıflandırmada kayalar her ne kadar B2-B3 sınıfında çıkmış olsa da, yapılan modelleme çalışması özelinde, her iki sınıfta da tünel tabanında oluşan deplasman değeri dikkat çekmektedir. Bu durum ilerleme kazısı sırasında aynanın sürekli gözlem altında tutulmasını, ölçümlerin daha sık yapılmasını gerektirmektedir. Kazı sırasında beklenmeyen durumlar ortaya çıkabilmektedir. Bu nedenle sayısal modellemelerin daha sık yapılarak ilerleme sırasındaki güncel bilgilere göre sürekli revize edilmesi bize yol göstermekte hata yapma olasılığımızı düşürmektedir. Bölüm 2'de değinildiği gibi NATM'nin esnek olması her türlü zemin/kaya koşuluna anında uyum sağlaması kazı sırasında meydana gelecek beklenmedik olumsuzluklara anında müdahale etme olasılığı sunmaktadır.

#### 4 Sonuçlar

Tünel çalışmalarında, tünelin açılacağı formasyonun özelliklerinin değerlendirilmesi ve uygun tünel açma yönteminin belirlenmesi ekonomik ve teknik açıdan önem taşımaktadır. Bu açıdan kaya/zemin ortamında açılacak tünellerde projelendirmenin doğru bir şekilde yapılabilmesi için ortam özellikleri belirlendikten sonra modelleme çalışmaları yapılması gerekmektedir. Modelleme çalışmaları ile kazı sırasında oluşma ihtimali olan deformasyonlar belirlenebilmektedir. Özellikle günümüzde tercih edilen NATM'de yerinde gözlemler ile oluşması öngörülen aksilikler anında müdahaleler ile giderilebilmektedir.

Yapılan çalışmada NATM'nin kullanıldığı 2. Aşama İkmal İnşaatı Yapım İş Üçyol-F.Altay güzergahında, açılan tüneller incelenmiştir. Tünel güzergahında gerçekleştirilmiş sondaj çalışmaları incelenmiş, bu sondajlardan alınan karot numuneleri üzerinde yaptırılmış laboratuvar çalışmaları ile, güzergah kayalarının fiziksel ve mekanik özellikleri belirlenmiştir. Yapılmış deneyler ve arazi gözlemleri ile gerekli parametreler tespit edilmiştir. Güzergahta yer alan kayalar kaya kütle sınıflama sistemleri ile sınıflandırılmış, RQD ve Q sınıflama sistemlerine göre nitelendirilmiştir. Bölgede yer alan kayalar ÖNORM B2203'e göre sınıflandırılarak, yüzdesel dağılımları belirlenmiş, uygulanacak destekleme sistemleri çıkarılmıştır. Bu dağılımlar baz alınarak B kaya sınıfı modelleme için seçilmiştir. Seçilen bölge İzmirspor-Hatay İstasyonları arası olup, bu bölgede iki boyutlu modelleme yapılarak sayısal analizler gerçekleştirilmiştir. Gerçekleştirilen analizlerde hedef tünelde meydana gelecek deplasmanların

incelenmesidir. Modelleme çalışmaları için iki boyutlu sayısal analiz programı olan Phase<sup>2</sup> V 7.0 programı kullanılmıştır.

Analiz sonuçları değerlendirilerek destekli ve destek-siz durumlar arasındaki tünel çevresinde yer alan 3 adet noktada ve yeryüzünde oluşacak yer değiştirme değerleri karşılaştırılmış, ayrıca B kaya sınıfında bulunan B2-B3 sınıfı destekleme sistemlerinin yarattığı farklar karşılaştırılmıştır. Her iki kaya sınıfı içinde destekli-desteksiz durumda değerlerdeki değişim yüzdesel olarak ifade edilmiştir. İnceleme yapılan güzergahta açılan tünellerde uygulanacak destekleme elemanlarına göre yeryüzünde meydana gelecek yer değiştirmelerin literatürde belirtilen izin verilebilir sınırlar dahilinde kaldığı görülmüştür. Aynı formasyon özellikleri için tünel yanı ve tabanında B3 sınıfında oluşan deplasman değerleri B2 sınıfına nazaran daha düşük çıkmıştır.

Sonuç olarak, bu çalışmada Yeni Avusturya Tünel Açma Yöntemi (NATM)'nin farklı zemin/kaya ortamında kullanımına yönelik avantajları göz önüne alınarak, bu yöntemin kullanılacağı tünel inşalarında uygulama kısmına geçmeden evvel sayısal analiz yöntemleri kullanılarak modelleme çalışmalarının yapılması ile tünel çevresi ve yeryüzünde meydana gelecek etkilerin tespit edilmesinin önemli olduğuna değinilmiştir. Yapılacak modelleme çalışmaları bir ön değerlendirme niteliği taşımakta olup, meydana gelebilecek etkiler hızlı bir şekilde tespit edilerek kazı sırasında nelere dikkat edileceği belirlenmiş olacaktır. Kazı sırasında o anki koşullar gözetilerek yapılacak değerlendirmelerde kaya sınıfı değişiklik gösterebileceğinden, analizler ile tespit edilen yer değiştirme değerleri de değişecektir. Bu durumda NATM'nin esnekliğinden faydalanarak uygulanacak destekleme sistemlerinde değişiklik yapılabilir.

## 5 Teşekkür

Yazarlar, bu çalışmanın gerçekleşmesinde gerekli desteği sağlayan başta İzmir Büyükşehir Belediyesi olmak üzere İzmir Hafif Raylı Sistem Projesinde emeği geçen herkese teşekkür eder.

## 6 Kaynaklar

[1] Rabcewicz L., The New Austrian Tunneling Method, Part one, Part Three, Water Power,-. 1965;

19-24.

[2] Köse, H.; Gürgeç, S.; Onargan, T.; Yenice, H.; Aksoy, C. O., Tünel ve Kuyu Açma, D.E.Ü. Mühendislik Fakültesi Yayınları No: 256, ISBN 975-441-234-0, İzmir, 2007; 309 pp.

[3] Kökçüoğlu H., Sonlu Elemanlar Metodu İle Tünel Modellemesi ve Bir Uygulama, İnşaat Mühendisliği, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Ankara, 2006.

[4] Yüzer, E.; Öztaş, T.; Erdoğan, M.; Vardar, M.; Türk, N.; Dumlu, O.; Mahmutoğlu, Y.; Koca, Y.; Eyüboğlu, R.; Koçak, C.; Özorul, A., İzmir Belediyesi İzmir Metro Sistemi (İZRAY) Fahrettin Altay - Basmane Güzergahının (1. Aşama) Mühendislik Jeolojisi, Rapor no: 9210-TR-03., İTÜ Yerbilimleri ve Yeraltı Kaynakları Uyg.-Araştırma Merkezi, İstanbul, 1993.

[5] İzray, İ.B.B. İzmir Hafif Raylı Sistemi, 2. Aşama (2. Kısım) Ön Jeoteknik Değerlendirme Raporu, 1997.

[6] ISRM (International Society for Rock Mechanics), Rock Characterization, Testing and Monitoring, International Society of Rock Mechanics Suggested Methods, Edited by E.T. Brown, Pergamon Press., Oxford, 1981; 211 pp.

[7] Arnoğlu, E., Tünel Dersi 6. Bölüm – Klasik kazı yöntemleri (Kazı şekilleri, iksa sistemleri ve kazı makinelerinin – kollar ve hidrolik kırıcılar – kapasiteleri), Yapı Merkezi Merkezi ARGE Bölümü, 2009.

[8] Karayolu Teknik Şartnamesi, (Yol Altyapısı, Sanat Yapıları, Köprü Ve Tüneller, Üstyapı Ve Çeşitli İşler), T.C. Bayındırlık ve İskan Bakanlığı Karayolları Genel Müdürlüğü, Ankara, 2006.

[9] İzmir Hafif Raylı Sistemi Jeoteknik Bilgileme Çizelgesi, İzmir Büyükşehir Belediyesi, İzmir, 1993.

[10] Ulusay, R.; Sönmez, H., Kaya Kütlelerinin Mühendislik Özellikleri, Güncellenmiş ve Genişletilmiş 2. Baskı, TMMOB Jeoloji Mühendisleri Odası Yayınları, Ankara, 2007; 292 pp.

[11] Koca Y. Site Investigation, Doktora dersi ders notları, 2012.

[12] Attawell, P.B.; Yeates J.; Selby A.R., Soil Movement Induced by Tunneling and Their Effects on Pipelines and Structures, New York, 1986.

[13] Bieniawski, Z.T., Engineering Rock Mass Classifications, Mc Graw Hill; John Willey and Sons, Newyork, 1989; 237 pp.

[14] Barton,N.; Lien, R.; Lunde; J., Engineering Classification of Rock Masses for the Design of Tunnel Support, Rock Mechanics. 1974; 6 (4), 189-239.

[15] Grimstad, E.; Barton, N., Updating the Q-system for NMT, Proceeding International Symposium on Sprayed Concrete, Oslo; Norwegian Concrete Association. 1993; 89, 30-36.

[16] Deere, D. U.; Peck, R.B.; Parker, H.; Monsees, J.E.; Schmidt, B., Design of Tunnel Support Systems, Highway Res. Rec. No: 339, Illinois, 1970; 26-33.

[17] İzmir Hafif Raylı Sistemi Projesi 2. Aşama İnşaatı Güzergah Jeolojisi Haritası ve Jeoteknik Profili, STFA Mühendislik Anonim Şirketi. 2006.

[18] İzmir Hafif Raylı Sistemi Projesi 2.Aşama İnşaatı Delme Tünel Tip 1 Zemin Tipi B2 Kazı ve Ankraj Detayları Uygulamaya Esas Proje, STFA Mühendislik Anonim Şirketi, 2004.

[19] İzmir Hafif Raylı Sistemi Projesi 2. Aşama İnşaatı

Delme Tünel Tip 1 Zemin Tipi B3 Kazı ve Ankraj Detayları Uygulamaya Esas Proje, STFA Mühendislik Anonim Şirketi, 2004.

[20] Rocscience, Phase2, Version 7, Two Dimensional Finite Element Program for Geotechnical Analysis., Rocscience Inc., Toronto, ON, Canada, 2008.

[21] Rocscience, RocData, Version 4.0, Program for Analysis of Rock and Soil Strenght Data, and the Determinaton of Strenght Envelopes and Other Physical Parameters, Rocscience Inc., Toronto, ON, Canada, 2004.

# Kavramsal Hidrolojik Modellerin Farklı Optimizasyon Algoritmaları İle Kalibrasyonu

Mustafa Erkan TURAN<sup>1\*</sup>, Erkan DOĞAN<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, Tel: +90 236 2012325, mustafaerkan.turan@cbu.edu.tr

<sup>2</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, Tel: +90 236 2012301, erkan.dogan@cbu.edu.tr

\*İletişimden sorumlu yazar

Geliş / Recieved: 11 Eylül (September) 2015

Kabul / Accepted: 14 Aralık (December) 2015

## Özet

Mevcut çalışmada kavramsal hidrolojik modellerin optimizasyon metotları yardımıyla kalibrasyonu ele alınmıştır. Sezgiye dayalı yenilikçi optimizasyon algoritmaları doğada var olan olayların matematiksel olarak taklit edildiği çözüm yöntemleridir. Bu tip yöntemler, optimum çözümü araştırırken rastgele ve olasıksal parametreler kullanırlar. Bu yöntemlerden av arama, yapay arı kolonisi ve ateş böceği algoritmaları literatürde yer alan GR4J, GR2M kavramsal hidrolojik modellerinin kalibrasyonu için kullanılmış, farklı gözlem istasyonlarından alınan veriler değerlendirilerek yöntemlerin optimizasyon problemi üzerindeki etkinlikleri araştırılmıştır.

**Anahtar Kelimeler**— GR4J, GR2M, Kavramsal Hidrolojik Modeller, Kalibrasyon, Av Arama Algoritması, Ateş Böceği Algoritması, Yapay Arı Kolonisi Algoritması

## Calibration of Conceptual Hydrological Model by Different Optimization Algorithms

### Abstract

In this study, calibration of conceptual hydrological models is carried out by means of optimization methods. Meta-Heuristic inonative optimization algorithms are the methods in which the natural events have been imitated mathematically. These type of methods use random and probabilistic parameters to investigate optimal solutions. Hunting search, artificial bee colony and firefly algorithms are used for calibration of GR4J, GR2M conceptual hydrological models and the efficiency of the methods on the optimization problems is investigated by evaluating the data from the different gauging stations.

**Keywords**—GR4J, GR2M, Conceptual Hidrological Model, Calibration, Hunting Search Algorithm, Firefly Algorithm, Artificial Bee Colony Algorithm

## 1 Giriş

Suyun kullanılması, sudan korunulması ve suyun korunması amacıyla su kaynaklarının planlanması adı altında çeşitli çalışmalamar yapılmaktadır. Bütün bu çalışmaların önemli unsurlarından birini zamanda ve uzayda suyun miktarının bilinmesi oluşturmaktadır.

Hidrolojik ölçümlerin yetersizliği ve hidrojik sürece etki eden unsurlardaki değişikliklerin etkisine bağlı olarak suyun nerede, ne zaman ve ne miktarda bulunacağı belirlemek tam olarak mümkün olmamaktadır. Su kaynakları projelerinin yapımında kullanılacak tahminlerin yapılabilmesi için var olan sistemin benzetimine ihtiyaç duyulmaktadır. Bu amaçla, farklı kıstaslara göre sınıflandırılan hidrolojik modeller ge-

liştirilmiştir. Kavramsal hidrolojik modeller bunlardan biri olup, havzada yağışın akışa dönüşümünü kavramsal olarak ele alarak bu dönüşüm sürecini yüzey- sel akış, sızma, yeraltı akışı, depolama gibi bileşenleri basit matematiksel ifadeler içine dahil etmek suretiyle akım miktarını belirlerler. Bu matematiksel ifadeler önceden ölçülemeyen veya belirlenemeyen parametreler içermektedir. Kavramsal modellerin doğru tahminler yapabilmesi için bu parametere değerlerinin çalışılan havzaya göre belirlenmesi gerekmektedir.

Parametre değerlerinin belirlenmesi kalibrasyonu ile yapılmaktadır. Bu işlem, model sonuçları ile ölçülen değerlerin örtüşürecek parametre değerlerinin belirlenmesini sağlayacak bir optimizasyon problemi olarak ele alınabilir. Elle ve otomatik kalibrasyon olmak üzere iki tip kalibrasyon işlemi bulunmaktadır. Elle kalibrasyon zor, zaman alıcı ve uzmana özgü bir işlem olduğu için otomatik kalibrasyon yöntemi geliştirilmiştir. Otomatik kalibrasyon için optimizasyon yöntemleri kullanılmaktadır.

Literatürde bulunan optimizasyon yöntemleri çalışma şekillerine göre farklı kategorilerde değerlendirilmektedir. Bunlardan biri olan stokastik optimizasyon yöntemleri sürü zekâsı, en iyinin hayatta kalması gibi prensipleri sayısal algoritmalar içinde taklit eder. Bu yöntemler isimlerini, üretilme aşamasında esin kaynağı olan doğal fenomenlerden alır. Bu stokastik arama teknikleri amaç fonksiyonu ve sınırlayıcıların türevlerine ihtiyaç duymadığı gibi, deterministik kurallar yerine olasılığa dayalı arama yollarını kullanırlar[1, 2].

Literatürde bu kavramsal hidrolojik modellerin kalibrasyonunda faydalanılan optimizasyon algoritmaları için performans kıyaslaması yapan çalışmalar bulunmaktadır.

Franchini ve ark. [3] çalışmalarında genetik algoritma ile ardışık ikinci derece programlama, desen araştırma ile ardışık ikinci derece programlama ve Shuffled Complex Evolution (SCE) şeklindeki üç optimizasyon algoritmasının performanslarını kıyaslamışlardır. ADM hidrolojik modeli, İtalyada bulunan Sieve havzası ve İngilterede bulunan Redesdale havzası için kalibre edilmiş bu işlem sonucunda SCE yönteminin diğer yöntemlere göre daha iyi sonuç verdiğini gös-

termişlerdir.

Blasone ve ark. [4] Shuffled Complex Evolution yöntemi ve Gauss-Marquard-Levenberg yöntemini MIKE SHE hidrolojik modelini kalibre etmek için kullanmışlardır.

Arsenault ve ark. [5] on farklı stokastik optimizasyon yöntemini üç hidrolojik kavramsal modelin kalibrasyonu için kullanmıştır. Çalışma sonucunda adaptif benzetilmiş tavlama algoritmasının karşılaştırılan yöntemler içinde en iyi olduğu sonucuna varılmıştır.

Bu çalışmada, Gediz Havzasında bulunan Kayalıoğlu (#509), Topuzdamarı (#515), Acısu (#523) akım gözlem istasyonu havzaları GR4J (modèle du Génie Rural à 4 paramètres Journalier), günlük ve GR2M (modele du Génie Rural à 2 paramètres Mensuel) aylık kavramsal hidrolojik modelleri ile modellenmiştir. Kavramsal hidrolojik modeller av arama, ateşböceği ve yapay arı kolonisi sezgiye dayalı optimizasyon algoritmaları kullanılarak kalibre edilmiş ve optimizasyon algoritmalarının performansları kıyaslanmıştır.

## 2 Kavramsal Hidrolojik Modeller

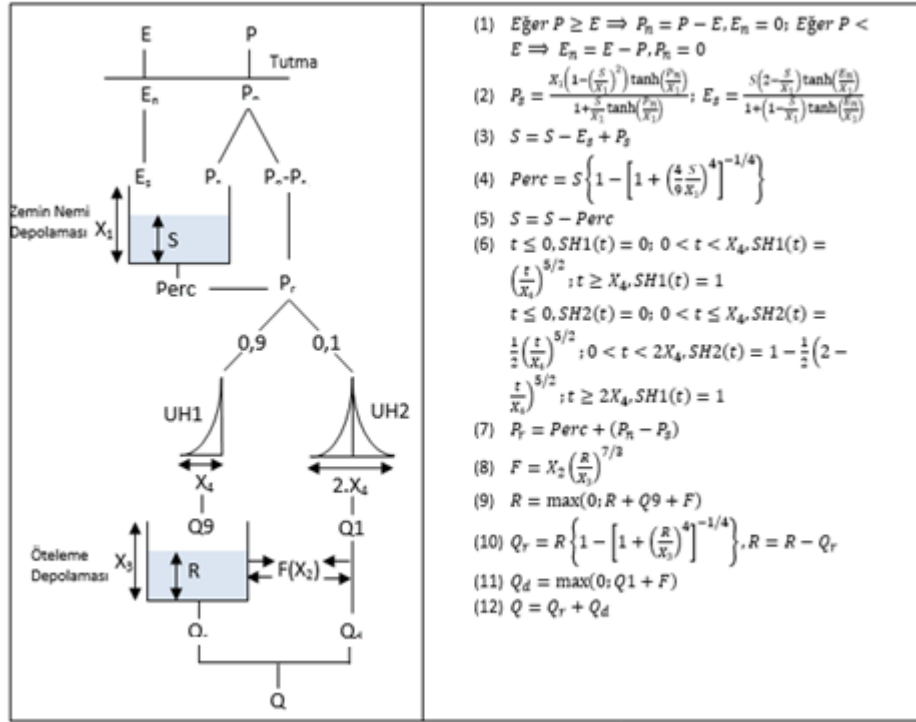
### 2.1 GR4J Günlük Kavramsal Hidrolojik Model

GR4J, Perrin [6] tarafından geliştirilmiş 4 parametrelili toplu günlük bir hidrolojik modeldir.

Model günlük toplam yağış P (mm) ve günlük potansiyel evapotranspirasyon E (mm) değerleri ile günlük toplam akım miktarını (mm) hesaplamaktadır. Modelin sahip olduğu 4 parametre, X1 (mm) zemin nemi depolama kapasitesini, X2 (mm) yeraltısuyu değişimini, X3 (mm) öteleme elemanının depolama kapasitesini, X4 (gün) ise öteleme elemanı birim hidrografının taban genişliğini ifade eden model parametreleridir. Modelin şematik gösterimi ve işlem adımları Şekil 1' de verilmiştir.

Burada; Pn net yağışı, En net evapotranspirasyon kapasitesini, S zemin nemi depolaması seviyesini, Percperkolasyonu, Pr öteleme elemanına giden su miktarını, F yeraltı suyundaki değişimi, R öteleme depolaması seviyesini ve Q ise toplam akımı göstermektedir.





Şekil 1. GR4 Modeli [6]

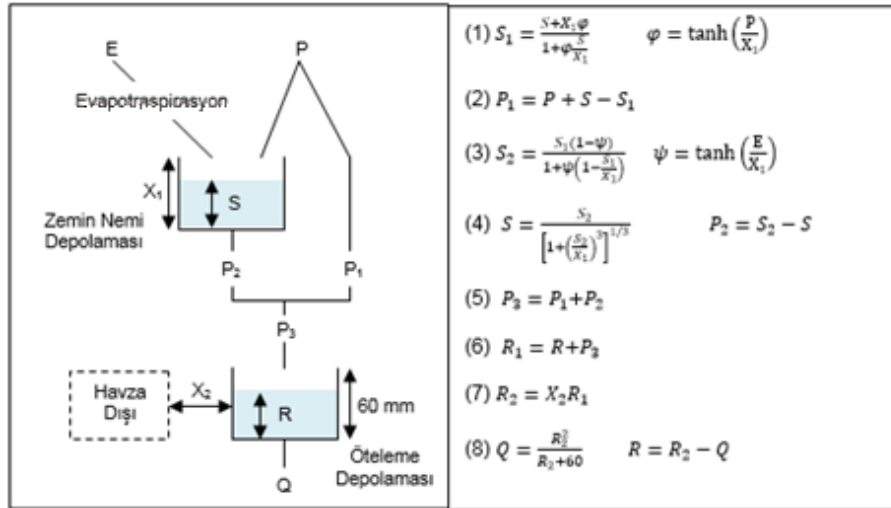
## 2.2 GR2M Aylık Kavramsal Hidrolojik Model

GR2M, iki parametrelili toplu aylık bir hidrolojik modeldir. Bu çalışmada, Mouelhi [7] tarafından geliştirilen sürümü kullanılmıştır.

Model aylık toplam yağış P (mm) ve aylık potansiyel evapotranspirasyon E (mm) değerleri ile aylık toplam akım miktarını (mm) hesaplamaktadır. Modelin sahip olduğu iki parametre, zemin nemi depolama kapasite-

si  $X_1$  (mm) ve yeraltı suyu değişim katsayısı  $X_2$ dir. Modelin şematik gösterimi ve işlem adımları Şekil 2' de verilmiştir.

Burada;  $S_i$  değerleri zemin nemi seviyesini,  $P_1$  yüzeyel akış miktarını,  $P_2$  perkolasyon miktarını,  $P_3$  toplam efektif yağışı,  $R_i$  öteleme deposu seviyesini, Q ise akım değerini göstermektedir.



Şekil 2. GR2M Modeli [7]

### 3 Optimizasyon Problemi

Mevcut çalışmada yukarıda detaylı bir şekilde açıklanmış hidrolojik modellerin çeşitli optimizasyon teknikleri kullanılarak kalibrasyonu gerçekleştirilmiştir. Optimizasyon probleminin amaç fonksiyonu olarak Nash ve Sutcliffe [8] tarafından hidrolojik modeller için önerilen verimlilik katsayısı E kullanılmıştır. Verimlilik katsayısının yanında modellerin performansını değerlendirmek amacıyla determinasyon katsayısı  $R^2$  ve ortalama karesel hatanın karekökü OKHK değerleri de göz önüne alınmıştır. En küçük OKHK ile 1'e yakın  $R^2$  ve E değerlerine sahip modeller en uygun model olarak belirlenmiştir. Bu katsayıları hesaplamak için gerekli denklemler Denklem 1,2 ve 3' te verilmiştir.

$$R^2 = \left[ \frac{\sum_{t=1}^N (Q_g(t) - \bar{Q}_g)(Q_h(t) - \bar{Q}_h)}{\sqrt{\sum_{t=1}^N (Q_g(t) - \bar{Q}_g)^2 \sum_{t=1}^N (Q_h(t) - \bar{Q}_h)^2}} \right]^2 \quad (1)$$

$$OKHK = \sqrt{\frac{\sum_{t=1}^N (Q_g(t) - Q_h(t))^2}{N}} \quad (2)$$

$$E = 1 - \frac{\sum_{t=1}^N (Q_g(t) - Q_h(t))^2}{\sum_{t=1}^N (Q_g(t) - \bar{Q}_g)^2} \quad (3)$$

Burada,  $Q_g$  gözlenen akım değerlerini,  $Q_h$  tahmin edilen akım değerlerini,  $\bar{Q}_g$  gözlenen akım değerlerinin ortalamasını,  $\bar{Q}_h$  tahmin edilen akım değerlerinin ortalamasını ve N veri sayısını göstermektedir.

### 4 Optimizasyon Algoritmaları

#### 4.1 Av Arama Algoritması

Av arama optimizasyon yöntemi aslan, kurt ve yunus gibi hayvanların gurup olarak avlanmalarından esinlenilerek geliştirilmiştir. Avcı gurubu içinde yer alan avcılar bazı stratejileri kullanarak avlarını çevreler ve yakalarlar. Örneğin kurtlar kendilerinden çok daha büyük ve hızlı hayvanları bu tarz bir avlanma yöntemi ile kolaylıkla yakalayabilirler. İlk olarak bir av seçilir ve daha sonra avlanma grubu ona doğru adım adım yaklaşarak avlanmayı gerçekleştirir. Avcılar kokularının av tarafından fark edilmesi riski nedeniyle rüzgârda durmaktan sakınırlar. Bu avcılardan her biri optimizasyon problemi için aday bir çözüm oluşturur.

Hayvanların av bulup yakalamaları için bir araya gelmeleri işlemine benzer olarak optimum parametre kümesini bulma işlemi optimum çözümü bulmayı hedefler. Tekrarlanan her denemede avcıların pozisyonu güncellenerek amaç fonksiyonunun iyileştirilmesi hedeflenir. Yöntemin işleyişi şu şekilde özetlenebilir: Bir avcı gurubu, gurup boyutunu temsil eden ve önceden belirlenmiş sayıda avcıdan oluşur. Bu amaçla öncelikle grup içindeki her bir avcı için bütün ilk pozisyonlar rastgele başlatma prensibiyle oluşturulur. Bu işlem için değeri 0 ile 1 arasında değişen sayılar içinden rastgele sayı seçme uygulamasından faydalanılır. Daha sonra parametre kümesini temsil eden konum vektörleri kullanılarak bütün avcılar için uyumluluk analizi yapılır ve amaç fonksiyonu değerleri hesaplanır. Üçüncü adımda lider avcı olarak adlandırılan en iyi avcıya doğru hareket etme prensibine bağlı kalınarak yeni avcıların pozisyonlarının üretilmesi işlemi yapılır. Dördüncü adımda avın daha etkin yapılabilmesi ve daha iyi sonuçların elde edilebilmesi amacıyla avcılar arasında konum güncellemesi ve dayanışması yapılır. Beşinci adım avcı gurubunun yeniden organize edilmesi işlemidir. Bu işlemin yapılmasının amacı avcılarının yerel optimuma yakalanmalarını önlemektir. Bu adımla birlikte avcılara global optimuma ulaşmaları yönünde yeni bir şans daha verilmiş olur. Yöntem Oftadeh ve ark. [9] tarafından geliştirilmiş olup işlem adımları aşağıda verilmiştir.

**1. Adım:** Bu adımda yöntemin parametreleri belirlenir. Toplam altı adet parametre vardır. Bunlar; av gurubu boyutu (HGS), lidere doğru maksimum hareket (MML), avcı gurubu değerlendirme oranı (HGCR), rastgele hareket yarıçapı değerleri ( $R_{max}$ ,  $R_{min}$ ), yakınsama oranı parametreleri  $\alpha$  ve  $\beta$  ve her bir devirdeki toplam iterasyon sayısı  $IE$  dir.

**2. Adım:** Guruptaki avcılar ( $I_i$ ), HGSsayısına bağlı olacak şekilde her bir değişken için değer atamak suretiyle rastgele üretilirler.

$$I_i = INT[I_{min} + r(I_{max} - I_{min})] \quad i = 1, \dots, n \quad (4)$$

Burada, INT 0 ile 1 arasında rastgele bir sayı,  $I_{min}$  ve  $I_{max}$  ilgili değişkenin minimum ve maksimum değerlerini göstermektedir.

**3. Adım:** Bu adımda avcılarının yeni pozisyonları  $(I_i')$ MML dikkate alınarak üretilir.

$$I_i' = I_i + r(MML)(I_i^l - I_i) \quad i = 1, \dots, n \quad (5)$$

Burada  $I_i^l$  lider yani durumu en iyi olan avcının konumudur.

**4. Adım:** Bu adımda avcılarının birbirleriyle ilişkileri modellenir. Lidere doğru hareketin ardından avcılar daha etkin avlanmak için pozisyonlarını değiştirirler.

$$I_i^{j'} \leftarrow \begin{cases} I_i^{j'} \in \{I_i^1, I_i^2, \dots, I_i^{HGS}\} & \text{HGCR olasılığı ile} \\ INT(I_i^{j'} = I_i^j \pm Ra) & (1 - \text{HGCR}) \text{ olasılığı ile} \end{cases} \quad (6)$$

$$Ra(it) = Ra_{min}(I_{max} - I_{min}) \exp\left(\frac{\ln\left(\frac{Ra_{max}}{Ra_{min}}\right)it}{itm}\right) \quad (7)$$

**5. Adım:** İterasyon prosesinin her adımında avcılarının yerel optimuma yakalanma ihtimalleri vardır. Bunu engellemek ve global optimuma ulaşma şansını artırmak amacıyla avcılar pozisyonlarını güncellerler.

$$I_i' = I_i^l \pm r(I_{max} - I_{min}) \alpha \exp(-\beta \times EN) \quad (8)$$

**6. Adım:** Bu adım iterasyon döngüsünün tamamlanma adımıdır. Süreç maksimum iterasyon sayısı kadar devam ettirildikten sonra sonlandırılır.

#### 4.2 Ateşböceği Algoritması

Bu yöntem ateş böceklerinin sosyal davranışları gözlemlenerek ve taklit edilerek geliştirilmiştir. Ateş böcekleri sahip oldukları bazı hücrelerde yer alan lüsiferin isimli maddenin lüsiferaz enzimiyle reaksiyona girmesi suretiyle eşlerini veya avlarını çekmek için kullandıkları ışığı yanıp söndürürler. Işığın parlaklığı sürüdeki ateş böcekleri için çekici olmaktadır. Çekicilik ışığın parlaklık derecesi ile artmaktadır.

Sürüdeki ateş böceklerin cinsiyetleri aynı kabul edilmektedir. Böylece erkek ve dişi ayrımı olmadığı için bütün ateş böcekleri diğer ateş böcekleri tarafından cezbedilebilir. Bir ateş böceği ne kadar parlak olursa diğer ateş böcekleri için o kadar çekici hale gelmektedir. Ateş böceklerinin aralarındaki mesafe, parlaklığı

azalttığı için cazibeyi de azaltmaktadır. Ortamda bir ateş böceğinden daha parlak ateş böceği varsa, bu ateş böceği parlak olana doğru hareket edecektir. Eğer ortamda daha parlak ateş böceği yoksa rastgele yönlere hareket ederler. Yöntem Yang [10] tarafından geliştirilmiş olup işlem adımları aşağıda verilmiştir.

**1. Adım:** Bir ateş böceği topluluğu küme boyutunu temsil eden ve önceden belirlenmiş miktarda ateş böceğinden oluşur. Bu amaçla topluluk içindeki ateş böceklerinin başlangıç konumları tanımlanır. Ateş böceklerinin başlangıç konumları  $x_i^0$  ile gösterilmektedir. Her bir ateş böceğinin başlangıç konumu denklem 7'de tanımlanmıştır.

$$x_i^0 = X_{min} + r(X_{max} - X_{min}) \quad (9)$$

Buradaki  $r$  değerinin tespiti için 0 ile 1 arasında değişen sayılar içinden rastgele sayı seçme uygulamasından faydalanılır  $X_{min}$  ve  $X_{max}$  sırasıyla tasarım değişkeni seti içindeki değerlerin minimum ve maksimum olanlarını ifade eder.

**2. Adım:** Daha sonra tasarım değişkenlerini temsil eden konum vektörleri  $x_i^t$  kullanılarak bütün ateş böcekleri için uyumluluk analizi yapılır ve amaç fonksiyonu değerleri  $f(x_i^t)$  hesaplanır.

**3. Adım:** Ateş böceklerinin en iyi değerinin ve topluluk içindeki en iyi ateş böceği değerinin güncellenmesi işlemi yapılır. Bir ateş böceğinin o ana kadar ki en iyi konumu  $a_i^t$  (minimum amaç fonksiyonu  $f(x_i^t)$  değerine sahip olan en iyi boyutlandırma) ateş böceğinin en iyi değeri olarak kabul edilir ve her bir ateş böceğinin en iyi değeri olarak kaydedilir. Bu işlemin başlangıcından itibaren herhangi bir ateş böceği tarafından elde edilmiş olan en iyi konum ise en iyi global konum  $a_g^t$  olarak kaydedilir. Her iterasyon adımında her bir ateş böceği ve topluluğu için en iyi pozisyon değerleri güncellenir.

**4. Adım:** Her bir ateş böceğinin mevcut konumu, en iyi konumu ve global en iyi konumu dikkate alınarak güncellenir.

**5. Adım:** Bir önceki adımda güncellenen konum vektörü kullanılarak her bir ateş böceğine ait değişken değeri yenilenir.

$$x_i^{t+1} = x_i^t + \beta_0 e^{-\gamma r^2} (x_j^t - x_i^t) + \alpha_t e_i^t \quad (10)$$

Buradaki  $x_i^{t+1}$  ifadesi  $i$ . nci ateş böceğinin  $(t + 1)$  nci adımdaki konumunu belirtmektedir.

**6 Adım:** Algoritmanın son adımı iterasyon döngüsünün tamamlandırılmasıdır. Optimizasyon döngüsü, işleme başlamadan önce belirlenmiş olan maksimum iterasyon sayısı kadar tekrar edilerek durdurulur. Bu adımlar sonunda elde edilen amaç fonksiyonu değeri en iyi parametre kümesini verir.

### 4.3 Yapay Arı Kolonisi Algoritması

Karaboğa [11] tarafından geliştirilmiş olan yapay arı kolonisi algoritması arı kolonilerinin davranışlarını temel alarak geliştirilmiş bir optimizasyon algoritmasıdır [12, 13]. Doğal hayatta yer alan bir arı kolonisi içinde mevcut bir düzen ve görev paylaşımı vardır. Arılar koloni içinde üç grup olarak değerlendirilirler [14]. Bunlar;

- Gözcü Arılar: Kovanda bekleyen gözcü arıların görevi diğer arıların besin kaynakları ile ilgili bilgileri dansla paylaştıktan sonra nektarın fazla olduğu besin kaynağına yönelmektir.
- Kâşif Arılar: Kâşif arılar arama sürecinin başlangıcında rastgele dağılarak yiyecek aramaya başlarlar.
- İşçi Arılar: Bir arı kolonisi içinde yer alan İşçi arıların görevi komşuluk prensibine dayanmak suretiyle daha fazla nektarın olduğu besin kaynaklarını araştırmaktır. Her bir besin kaynağında bir işçinin bulunduğu ve dolayısıyla işçi arı sayısını besin kaynağına sayısına eşit olduğu kabul edilir [15].

Arama yapılacak her bir yiyecek kaynağı algoritma tarafından optimize edilmeye çalışılan problem için olası bir çözüm olarak kabul edilir. Bir kaynağın ihtiva ettiği nektar miktarı, o kaynakla eşleştirilmiş olan çözümün kalite değerini belirtmektedir [15]. Algoritmanın işleyişi beş temel adımdan ibarettir [14–15].

**1. Adım:** Besin kaynağı bölgelerinin ilk değerlerinin belirlenmesi: Aşağıdaki denklem kullanılarak bal alınabilecek kaynakların popülasyon vektörü belirlenir.

$$I_{pi} = INT[I_{min} + r(I_{max} - I_{min})] \quad i = 1, \dots, n \quad p = 1, \dots, np \quad (11)$$

Bu denklemde  $r$ , 0 ile 1 arasında bir rasgele sayı  $I_{min}$  1

ve  $I_{max}$  ise set içinde yer alan değer sayısını ifade eder.

**2. Adım:** İşçi arıların belirlenen bal kaynaklarına yönlendirilmesi: Yeni bal kaynakları işçi arılar tarafından denetlenir.

$$v_{pi} = I_{pi} + \varphi_{pi}(I_{pi} - I_{ki}) \quad (12)$$

Yukarıdaki denklemde  $k$  rasgele seçilmiş bal kaynağı ve  $\varphi_{pi}$  ise  $[-1,1]$  aralığında yer alan bir rasgele sayıdır. Yeni besin kaynaklarının üretilmesini takiben bu kaynaklara ait değer ölçümü gerçekleştirilir. Eğer bu değer  $I_{pi}$  den daha iyi ise yeni üretilen bu besin kaynağı eskisinin yerini alır. Besin kaynağının değer ölçümü aşağıdaki denklem ile gerçekleştirilir.

$$fitness(I_p) = \begin{cases} \frac{1}{1+f(I_p)} & \text{eğer } f(I_p) \geq 0 \\ 1 + abs(f(I_p)) & \text{eğer } f(I_p) < 0 \end{cases} \quad (13)$$

**3. Adım:** Gözcü arılar ve kâşif arılar işsiz arılar olarak gruplandırılır. İşçi arılar besin kaynağı bilgilerini gözcü arılarla paylaşırlar. Gözcü arılar ise besin kaynaklarını her besinin değer ölçüsü dikkate alınarak belirlenen olasılığa bağlı olarak seçerler.

$$P_p = \frac{fitness(I_p)}{\sum_{p=1}^{np} fitness(I_p)} \quad (14)$$

Olasılığa bağlı olarak gözcü arılar için besin kaynağı  $I_{pi}$  nin seçilmesinin ardından 9 nolu denklem yardımıyla komşuluk kaynağı belirlenir ve 10 nolu denklemle bu kaynağın değer ölçümü yapılır.

**4. Adım:** Besin kaynaklarını rastgele seçen işsiz arılar kâşif arılar olarak adlandırılır. Bir işçi arı tarafından üretilen bir çözümün belirli bir sayıdaki tekrarından geliştirilememesi durumunda bu arı kâşif arı halini alır ve ürettiği çözüm saf dışı bırakılır. Bu kâşif yeni bir çözüm bulmak için aramalara başlar.

**5. Adım:** 2 ve 4 nolu adımlar sonlandırma kriterine ulaşıncaya kadar devam ettirilir.

## 5 Uygulama

Optimizasyon problemi içinde belirtilmiş olan hidrolojik modeller üç farklı optimizasyon yöntemi kullanılarak kalibre edilmiştir. Bu amaçla DSİ kayıtları problem verileri olarak kabul edilmiş ve optimizasyon sürecine dahil edilmiştir.

### 5.1 Çalışma Alanı ve Veriler

Çalışma alanı olarak Gediz Havzası seçilmiştir. Gediz Havzası, Ege Bölgesinde, 38° 04' – 39° 13' kuzey enlemleri ile 26° 42' – 29° 45' doğu boylamları arasında yer almaktadır. Havzanın alanı 18.000 km<sup>2</sup> olup ortalama yıllık akışı 1,95 km<sup>3</sup>, yıllık ortalama verimi 3,6 l/s/km<sup>2</sup> 'dir[16].

Gerekli veriler, Medar Çayı üzerinde bulunan Kayalıoğlu (#509), Deliiniş Çayı üzerinde bulunan Topuzdamarı (#515), Gediz Nehri üzerinde bulunan

Acısu (#523) akım gözlem istasyonları ile Akhisar (#17184), Uşak(#17188), Demirci (#17746) Simav(#17748) Gediz(#17750) meteoroloji gözlem istasyonlarına aittir. Bu istasyonlara ait bilgiler Tablo 1' de verilmiştir.

Akım gözlem istasyonları havzalarının hangi meteoroloji istasyonu ile temsil edildiği ve istasyonlara ait bilgiler Tablo 2' de verilmiştir.

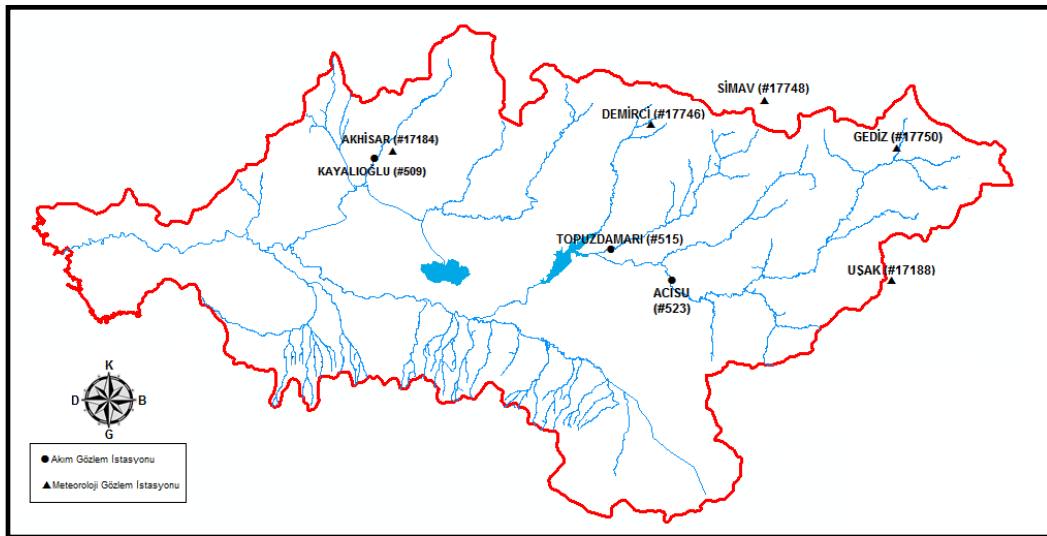
Çalışma alanı ve gözlem istasyonlarının konumları Şekil 3' te verilmiştir.

**Tablo 1** Gediz Havzasında Seçilen Akım Gözlem İstasyonları

İstasyon Adı	Bulunduğu Akarsu	Yağış Alanı (km <sup>2</sup> )	Kotu (m)	Coğrafi Konumu
Kayalıoğlu (#509)	Medar Çayı	901,6	77	27° 46' 07" D 38° 53' 26" K
Topuzdamarı (#515)	Deliiniş Çayı	739,6	376	28° 33' 17" D 38° 43' 25" K
Acısu (#523)	Gediz Nehri	3272,4	373	28° 43' 11" D 38° 38' 26" K

**Tablo 2.** Gediz Havzası İçin Belirlenen Meteoroloji Gözlem İstasyonları

İstasyon Adı	İlişkili AGİ	Kot (m)	Coğrafi Konumu
Akhisar (#17184)	Kayalıoğlu (#509)	93	27° 49' 05" D 38° 54' 42" K
Uşak (#17188)	Acısu (#523)	919	29° 23' 35" D 38° 40' 20" K
Demirci (#17746)	Topuzdamarı (#515)	851	28° 39' D 39° 03' K
Simav (#17748)	Topuzdamarı (#515) Acısu (#523)	809	28° 59' 25" D 39° 05' 22" K
Gediz (#17750)	Acısu (#523)	825	29° 23' 40" D 38° 59' 49" K



**Şekil 3.** Gediz Havzası ve Gözlem İstasyonları

Çalışmada kullanılan GR4J ve GR2M kavramsal hidrolojik modellerinin kalibrasyonu için yağış ve potansiyel evapotranspirasyon ve akım değerlerine ihtiyaç duyulmaktadır. Potansiyel evapotranspirasyon değerleri ise Qudin[17] tarafından önerilen yöntemle sadece sıcaklık ve koordinatlara bağlı olarak hesaplanmıştır. Sıcaklık değerleri hesaplanırken, istasyonlarda ölçülen sıcaklık değerlerinin ortalaması, yağış değerleri hesaplanırken ise Thiessen yöntemi kullanılmıştır.

Günlük ve aylık model için aynı tarih aralığındaki veriler ile çalışılmıştır. Kayaloğlu (#509) AGİ havzası-

nın kalibrasyon aşamasında 01.10.1994 ile 30.09.2000 tarihleri arasındaki, Topuzdamarı (#515) ve Acısu (#523) AGİ havzalarının kalibrasyon aşamasında 01.10.1997 ile 30.09.2003 tarihleri arasındaki 6 yıllık veriler kullanılmıştır. Doğrulama aşamasında ise Kayaloğlu (#509) AGİ havzası için 01.10.2000 ile 30.09.2003 tarihleri arasındaki, Topuzdamarı (#515) ve Acısu (#523) AGİ havzalarının için 01.10.2003 ile 30.09.2006 tarihleri arasındaki 3 yıllık veriler kullanılmıştır. Kullanılan verilere ait istatistikler Tablo 3 - 5' te verilmiştir.

**Tablo 3.** Kayaloğlu (#509) İstasyonu Havzasının Günlük Verilerine Ait İstatistikler

	Kalibrasyon Aşaması			Doğrulama Aşaması		
	Günlük Ortalama Akım (m <sup>3</sup> /s)	Günlük Toplam Yağış (mm)	Günlük Ortalama Sıcaklık (°C)	Günlük Akım (m <sup>3</sup> /s)	Günlük Toplam Yağış (mm)	Günlük Ortalama Sıcaklık (°C)
$\bar{x}$	2,61	1,72	16,56	2,49	1,60	16,89
$S_x$	6,35	5,88	8,46	7,81	5,64	8,47
$C_{sx}$	7,77	5,79	0,02	8,58	5,27	-0,04

**Tablo 4.** Topuzdamarı (#515) İstasyonu Havzasının Günlük Verilerine Ait İstatistikler

	Kalibrasyon Aşaması			Doğrulama Aşaması		
	Günlük Ortalama Akım (m <sup>3</sup> /s)	Günlük Toplam Yağış (mm)	Günlük Ortalama Sıcaklık (°C)	Günlük Akım (m <sup>3</sup> /s)	Günlük Toplam Yağış (mm)	Günlük Ortalama Sıcaklık (°C)
$\bar{x}$	3,11	1,90	13,02	2,57	1,85	12,87
$S_x$	8,93	5,66	8,16	8,24	5,65	8,26
$C_{sx}$	9,83	5,01	-0,08	9,87	4,61	-0,21

**Tablo 5.** Acısu (#523) İstasyonu Havzasının Günlük Verilerine Ait İstatistikler

	Kalibrasyon Aşaması			Doğrulama Aşaması		
	Günlük Ortalama Akım (m <sup>3</sup> /s)	Günlük Toplam Yağış (mm)	Günlük Ortalama Sıcaklık (°C)	Günlük Akım (m <sup>3</sup> /s)	Günlük Toplam Yağış (mm)	Günlük Ortalama Sıcaklık (°C)
$\bar{x}$	9,64	1,71	12,91	6,35	1,50	12,64
$S_x$	19,02	4,68	8,33	10,87	4,19	8,44
$C_{sx}$	4,79	5,08	-0,01	4,26	4,80	-0,15

## 5.2 Modellerin Kalibrasyonu

GR4J ve GR2M modelleri yukarıda belirtilen Gediz havzası verileri ile kombine edilmiş ve optimizasyon yöntemleri yardımıyla kalibre edilmiştir. Problem çözümü aşamasında her bir yöntem optimum çözüm istatistiği açısından bağımsız olarak 10 ar

kez çalıştırılmış ve en iyi çözümler kaydedilmiştir. Kullanılan optimizasyon yöntemlerinin her birinin kendine özel parametreleri bulunmaktadır. Bu parametre değerleri en iyi çözümü bulma ve bu çözüme yakınsama hızını etkilemektedir. Çalışmada seçilen parametreler her optimizasyon algoritması için Tablo 6' da ayrı ayrı verilmiştir.

**Tablo 6.** Optimizasyon Algoritmaları Parametre Değerleri

<b>Av Arama Algoritması</b>	
<b>Parametre</b>	<b>Parametre Değeri</b>
Avcı sayısı	40
Değişken sayısı	4
Sınırlayıcı sayısı	0
Lidere doğru maksimum ilerleyiş	0,005
Avcı gurubu dikkate alma oranı	0,3
Ra' nın alabileceği maksimum değer	0,01
Ra' nın alabileceği minimum değer	0,0000001
Alfa katsayısı	1,2
Beta katsayısı	0,02
Bir epok içindeki maksimum deneme sayısı	25
Maksimum iterasyon sayısı	25000
<b>Ateş Böceği Algoritması</b>	
<b>Parametre</b>	<b>Parametre Değeri</b>
Ateş böceği sayısı	40
Değişken sayısı	4
Sınırlayıcı sayısı	0
Bmin parametresi	0,2
Beta parametresi	1
Alfa katsayısı	0,01
Gama katsayısı	1
Maksimum iterasyon sayısı	25000
<b>Yapay Arı Kolonisi Algoritması</b>	
<b>Parametre</b>	<b>Parametre Değeri</b>
Koloni sayısı	40
Değişken sayısı	4
Sınırlayıcı sayısı	0
Bir epoktaki maksimum deneme sayısı	10
Maksimum iterasyon sayısı	25000

Tablo 7' de probleme ait analiz sonuçları verilmiştir. Tablo içinde üç farklı teknik ile her hidrolojik model için elde edilen en iyi sonuçlar verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde GR4J modeli için en iyi yaklaşımı Av arama optimizasyon tekniğinin verdiği izlenmiştir. Ayrıca bu model için en iyi yaklaşımın 0,8174381 ile

Acısugözlem istasyonundan elde edilen verilerle üretildiği kaydedilmiştir. GR2M modeli için üretilen sonuçlara göre ise bu model için en iyi yaklaşım yapay arı kolonisi tarafından üretilmiştir. Bu model için en iyi yaklaşım olan 0,9565760 Topuzdamarı gözlem istasyonundan elde edilen verilerle üretilmiştir.

**Tablo 7.** Optimizasyon Algoritmaları Performans Değerleri

<b>Hidrolojik Model</b>	<b>Gözlem İstasyonu</b>	<b>Optimizasyon Yöntemi</b>		
		<b>Av Arama</b>	<b>Ateş Böceği</b>	<b>Yapay Arı Kolonisi</b>
<b>GR4J</b>	<b>Kayalıoğlu</b>	<b>0,6694883</b>	0,6694873	0,669488
	<b>Topuzdamarı</b>	<b>0,7587641</b>	0,7587211	0,7587640
	<b>Acısu</b>	<b>0,8174381</b>	0,7186710	0,8174379
<b>GR2M</b>	<b>Kayalıoğlu</b>	0,8424520	0,8410358	<b>0,8448147</b>
	<b>Topuzdamarı</b>	0,9532058	0,9475067	<b>0,9565760</b>
	<b>Acısu</b>	0,9377405	0,9352427	<b>0,9379801</b>

Her iki model ve gözlem istasyonu için elde edilen optimum çözümler ile tasarım değişkenleri Tablo 8' de verilmiştir. Tablodaki sonuçlara göre dört değişkenli

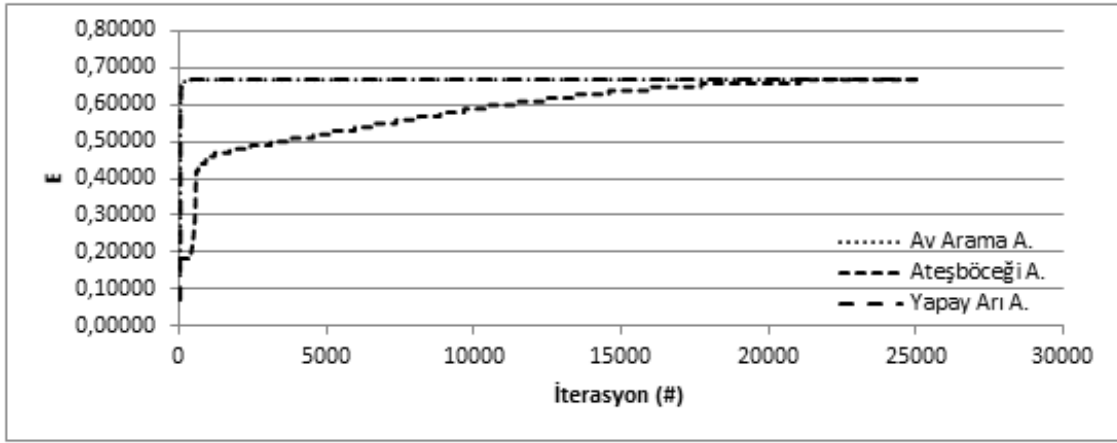
olan GR4J hidrolojik modelinin kalibrasyonunda av arama tekniği etkili olurken, iki değişkenli GR2M hidrolojik modelinin kalibrasyonuna yapay arı kolonisi algoritması hakim olmuştur.

**Tablo 8.** Optimizasyon Algoritmaları Parametre Değerleri

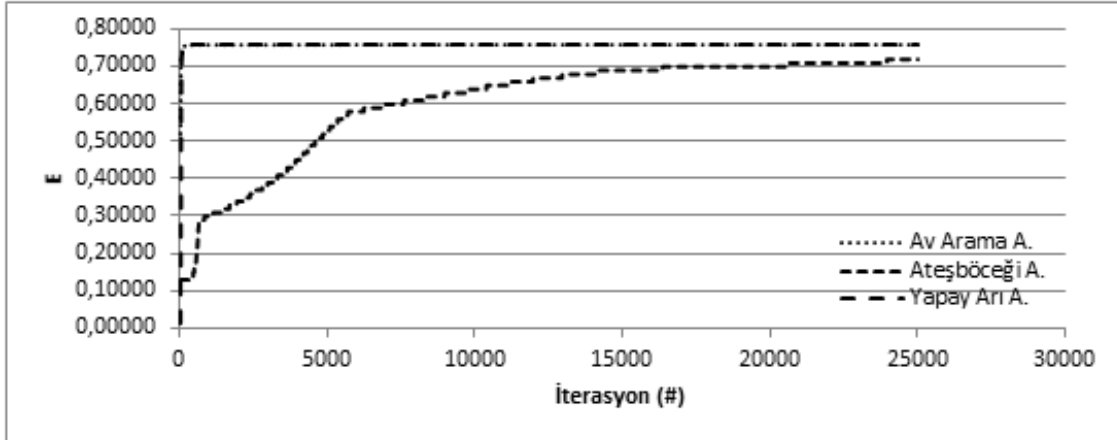
	GR4J			GR2M		
	Av Arama			Yapay Arı Kolonisi		
	Kayalıoğlu	Topuzdamarı	Acısu	Kayalıoğlu	Topuzdamarı	Acısu
$X_1$	219,0324	270,5456	427,0907	223,8586	387,5597	353,8546
$X_2$	-13,8489	-13,3268	-3,6011	0,5979	0,8055	0,7618
$X_3$	86,0235	73,3914	45,3829	-	-	-
$X_4$	0,2165	0,3475	0,7058	-	-	-
<b>Optimum Çözüm</b>	0,6694883	0,7587641	0,8174381	0,8448147	0,9565760	0,9379801

Şekil 4- a, b ve c de GR4J modeli için her üç optimizasyon metodunun gösterdiği yakınsama performansları gösterilmektedir. Bu grafikten anlaşılacağı üzere

av arama ve yapay arı algoritmaları yaklaşık eşit bir yakınsama göstermiş ve ateş böceği algoritmasına büyük fark atmıştır.

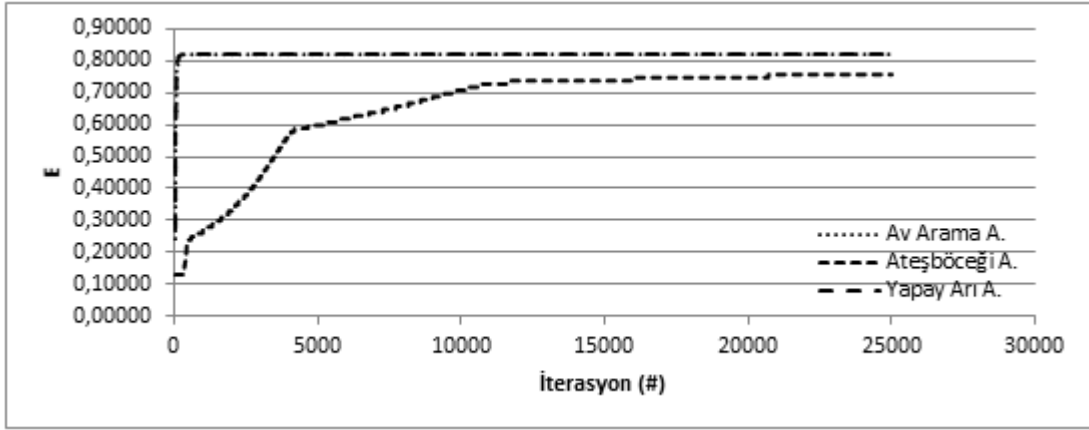


(a) Kayalıoğlu (#509) AGİ



(b) Topuzdamarı (#515) AGİ



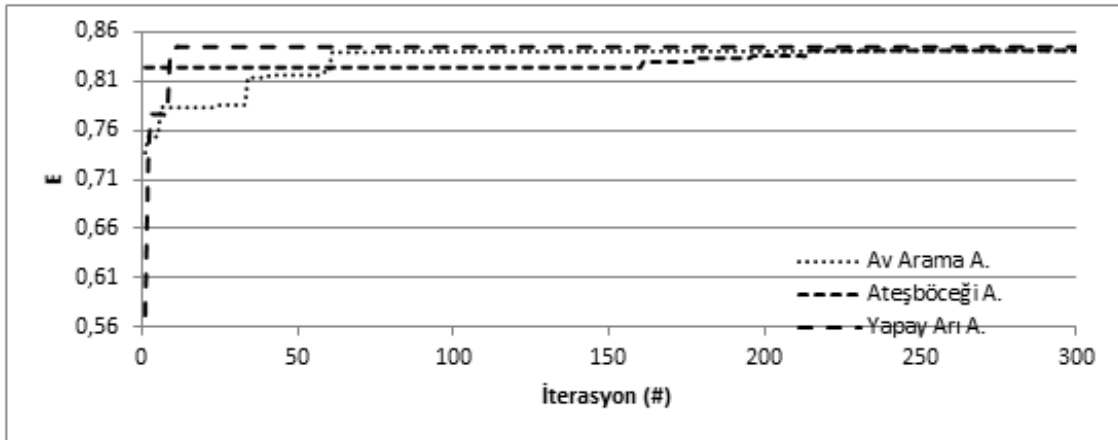


(c) Acısu (#523) AGİ

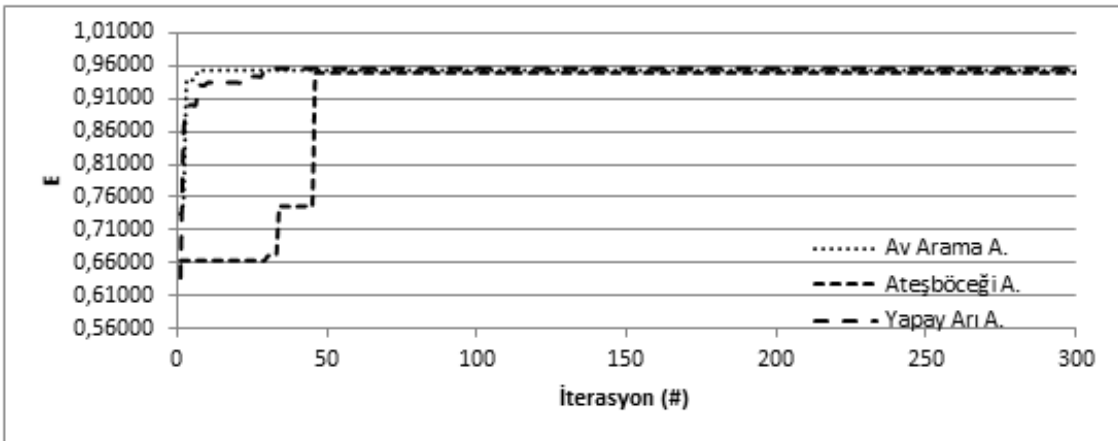
Şekil 4. GR4J modeline ait kalibrasyon süreci yakınsama grafikleri

Şekil 5- a, b ve c de GR2M modeli için her üç optimizasyon metodunun gösterdiği yakınsama performansları gösterilmektedir. Bu grafikten anlaşılacağı üzere

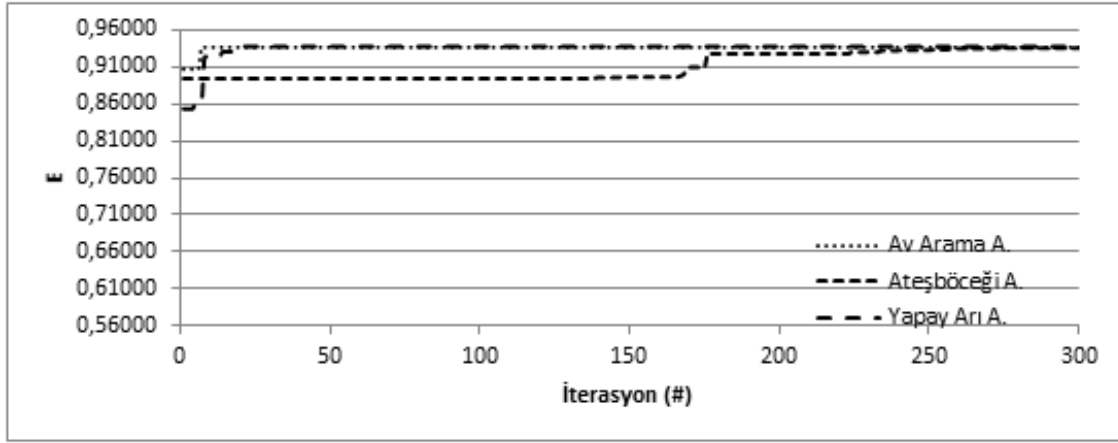
bu model için en iyi yakınsamayı yapay arı kolonisi optimizasyon algoritması sergilemiştir.



(a) Kayaloğlu (#509) AGİ



(b) Topuzdamarı (#515) AGİ



(c) Acısu (#523) AGİ

Şekil 5. GR2M modeline ait kalibrasyon süreci yakınsama grafikleri

## 6. Sonuçlar

Bu çalışmada, av arama algoritması, ateş böceği algoritması ve yapay arı kolonisi algoritması meta-bulgusaloptimizasyon yöntemlerinin hidrolojik model kalibrasyon probleminin çözümünü bulmadaki performansları karşılaştırılmıştır. Söz konusu modeller GR4J ve GR2M şeklinde adlandırılmakta olup literatürde sıklıkla çalışılan iki farklı hidrolojik model olarak dikkat çekmektedir. Modellerin kalibrasyonu için kullanılan veriler Gediz havzası için kaydedilmiş olan yağış miktarlarıdır ve DSI kayıtlarından alınmıştır. Havzada bulunan üç adet gözlem istasyonunda kaydedilen veriler üç farklı optimizasyon algoritması tarafından iteratif sürece dahil edilmiş ve belirli miktarda iterasyonun ardından nihai yaklaşım değerlerine ulaşılmıştır. Sonuçlar dikkate alındığında geliştirilen optimizasyon algoritmalarının matematiksel açıdan oldukça basit olmalarına rağmen optimum çözümü bulmadaki performansları açısından oldukça etkili oldukları görülmektedir. Özel olarak av arama yönteminin GR4J modeli için ve yapay arı kolonisi yönteminin ise GR2M modelinin kalibrasyonunda diğerlerine üstünlük gösterdiği izlenmiştir. Bu durum algoritmaların problem zorluğu- yakınsama performansı özellikleri açısından bir sonuç ortaya çıkarmaktadır. Modeller incelendiğinde GR4J modelinin dört değişkenli ve GR2M modelinin iki değişkenli olduğu görülmektedir. Hızlı yakınsayan algoritmalarından olan yapay arı kolonisi algoritması bu algoritmaların özelliği gereği az değişkenli problem çözümünde kısa sürede diğer yöntemlere kıyasla daha iyi sonuç vermiştir.

## 7. Referanslar

- [1] Hasançebi, O.; Çarbaş, S.; Doğan, E., Erdal; F., Saka, M.P., Performance evaluation of metaheuristic search techniques in the optimum design of real size pin jointed structures. *Computers and Structures*, 2009; 87(5-6), 284-302.
- [2] Yang, X.S., *Firefly Algorithms for Multimodal Optimization*. *Stochastic Algorithms: Foundations and Applications*. Lecture Notes in Computer Science, 2009; 5792, 169-178.
- [3] Franchini, M.; Galeati, G.; Saverio, B., Global optimization techniques for the calibration of conceptual rainfallrunoff models. *Hydrological Sciences Journal*, 1998; 43(3), 443-458.
- [4] Blasone, R.S.; Madsen, H.; Rosbjerg, D., Parameter estimation in distributed hydrological modelling: Comparison of global and local optimisation techniques. *Nordic Hydrology*, 2007; 38(4-5), 451-476.
- [5] Arsenault, R.; Poulin, A.; Côté, P.; Brissette, F., Comparison of Stochastic Optimization Algorithms in Hydrological Model Calibration. *Journal of Hydrologic Engineering*, 2014; 19(7), 1374-1384.
- [6] Perrin, C., *Vers une amélioration d'un modèle global pluie-débit au travers d'une approche comparative*, France: INPG (Grenoble)/Cemagref (Antony), 2000.
- [7] Mouelhi, S.; Michel, C.; Perrin, C.; Andréassian, V., Stepwise Development of a Two-Parameter Monthly Water Balance Model. *Journal of Hydrology*, 2006; 318, 200-214.
- [8] Nash, J.E.; Sutcliffe, J.V., River flow forecasting through conceptual models part I – A discussion of principles. *Journal of Hydrology*, 1970; 10(3), 282-290.
- [9] Oftadeh, R.; Mahjoob, M.J.; Shariatpanahi, M., A novel meta-heuristic optimization algorithm inspired by group hunting of animals: Hunting search. *Computers*

- Mathematics with Applications, 2010; 60,2087-2098.
- [10] Yang, X.S., Nature-Inspired Metaheuristic Algorithms, London: Luniver Press, 2008; 116 pp.
- [11] Karaboğa, D., An Idea Based on Honey Bee Swarm For Numerical Optimization. Technical Report-TR06, Erciyes University, Engineering Faculty, Computer Engineering Department, Kayseri, 2005.
- [12] Karaboğa, D.; Baştürk, B., A Powerful and Efficient Algorithm for Numerical Function Optimization: Artificial Bee Colony (ABC) Algorithm. Journal of Global Optimization, 2007; 39(3), 459-471.
- [13] Marinakis, Y.; Marinaki, M.; Matsatsinis, N., A Hybrid Discrete Artificial Bee Colony-GRASP Algorithm for Clustering, Computers & Industrial Engineering, International Conference on, Troyes, 2009.
- [14] Akay, B., Nümerik optimizasyon problemlerinde yapay arı kolonisi (artificial bee colony) algoritmasının performans analizi. Kayseri: Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Doktora Tezi, 2009.
- [15] Karaboğa, D., Yapay Zekâ Optimizasyon Algoritmaları. İstanbul: Atlas Yayın Dağıtım, 2004; 231pp.
- [16] DSİ, 2011 Yılı Faaliyet Rapor. DSİ, Ankara, 2012.
- [17] Oudin, L.; Hervieu, F.; Michel, C.; Perrin, C.; Andréassian, V.; Anctil F.; Loumagne, C., Which potential evapotranspiration input for a lumped rainfall-runoff model?: Part 2—Towards a simple and efficient potential evapotranspiration model for rainfall-runoff modelling. Journal of hydrology, 2005; 303(1), 290-306.
- [18] Perrin, C.; Michel, C.; Andréassian, V., Improvement of a parsimonious model for streamflow simulation. Journal of Hydrology, 2003; 279(1-4), 275-289.
- [19] Apostolopoulos, T.; Vlachos, A., Application of the firefly algorithm for solving the economic emissions load dispatch problem. Journal of Combinatorics, 2011.
- [20] Farahani, S. M.; Nasiri, B.; Abshouri, A. A.; Meybodi, M. R., An improved firefly algorithm with directed movement, Proceedings of 4th IEEE International Conference on Computer Science and Information Technology, Chengdu, 2011.
- [21] Yang, X. S., Firefly algorithm, Stochastic Test Functions and Design Optimization. International Journal of Bio-Inspired Computation, 2010; 2(2), 78-84.
- [22] Karaboğa, D., A New Design Method Based on Artificial Bee Colony Algorithm for Digital IIR Filters. Journal of the Franklin Institute, 2009; 346(4), 328-348.



# Elektrometal Kaplama İşlemlerinde Hazop Risk Değerlendirmesi: Örnek Uygulama

Reyhan Çetinkaya UZUN<sup>1\*</sup>, Zafer UTLU<sup>2</sup>

<sup>1</sup>İstanbul Aydın Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İş Sağlığı ve Güvenliği Anabilim Dalı,  
r.cetinkaya.34@hotmail.com

<sup>2</sup>Prof., Dr., İstanbul Aydın Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 444 1 428 (Dahili: 31001)  
zaferutlu@aydin.edu.tr

\*İletişimden sorumlu yazar / Corresponding author

Geliş / Recieved: 30 Haziran (June) 2015

Kabul / Accepted: 11 Kasım (November) 2015

DOI: <http://dx.doi.org/10.18466/cbujos.78601>

## Özet

Elektrometal kaplama yapan bir firma üzerinde tüm risk değerlendirme adımları uygulanmış olup risk değerlendirme yöntemlerinden ise HAZOP (Tehlike ve İşletilebilirlik Çalışması) Risk Değerlendirme Yöntemi gerçekleştirilmiştir. Yapılan bu çalışmalarda krom kaplama tankında gerçekleşen kimyasal reaksiyonlar sonucu oluşan veya kullanılmak zorunda kalınan tehlikeli kimyasallar ve bunların çalışanlara ve çevreye verdiği etki incelenmiştir. Yapılan bu risk değerlendirmesi sonucunda ise ortamda var olan tehlikeli kimyasalların zararlarının nasıl önüne geçileceği veya maruziyet derecesinin nasıl en aza indirgenmesi konusunda bilgi verilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Elektrometal Kaplama, Risk Değerlendirmesi, HAZOP Risk Değerlendirmesi

## Hazop Risk Assessment in Electrometal Coating Process; A Sample Application

### Abstract

Electro metal covering all risk assessments that a company steps on the risk assessment methodology has been applied and HAZOP (Hazard and Operability Study) Risk Assessment methods have been performed. In this study the chromium formed as a result of chemical reactions that occur in the coating tank or hazardous chemicals had to be used and examined for their effect on the environment and workers. The results of the risk assessment made in the media of how existing hazardous chemicals harm would be avoided or degree of exposure are given information on how to minimize.

**Keywords:** Electro Metal Coating, HAZOP Risk Assessment, Risk Assessment

### 1 Giriş

Bir işyerinde var olan ya da dışarıdan gelebilecek tehlikelerin oluşturacağı risklerin ne denli kabul edilebilir ya da kabul edilemez olduğunu belirlemek için öncelikle kapsamlı olarak bir risk değerlendirmesi yapılması gerekmektedir. Bir risk değerlendirmesinin yapılabilmesi için öncelikle risk değerlendirmesi kavramlarının bilinmesi gerekmektedir.

Tehlike; iş yerinde var olan ya da dışarıdan gelebilecek, çalışanı veya iş yerini etkileyebilecek zarar veya hasar verme potansiyeli [1] olarak tanımlanırken diğer bir şekilde ise canlıları çevreyi ve/veya malı, tesisleri tehdit eden, kapsamı belirlenmemiş kaza ve zarar potansiyeli [2] olarak da tanımlanmaktadır.

Risk; hem tehlikelerden kaynaklanacak kayıp, yaralanma, ya da başka zararlı sonuç meydana gelme ihtimali [1] olarak tanımlanırken hem de

kapsamı belirlenmiş zarar potansiyelidir. Risk kaza olasılığı (P) ile kazanın kapsamının (S) bir fonksiyonu [2] olarak da tanımlanmaktadır.

Tehlike ve risk kavramını bildikten sonra risk değerlendirmesi için de; işyerinde var olan ya da dışarıdan gelebilecek tehlikelerin belirlenmesi, bu tehlikelerin riske dönüşmesine yol açan faktörler ile tehlikelerden kaynaklanan risklerin analiz edilerek derecelendirilmesi ve kontrol tedbirlerinin kararlaştırılması amacıyla yapılması gerekli çalışmalar[1] olarak tanımlanmaktadır. Check Listeler, Tehlike Ve Çalışılabilirlik (HAZOP), Normal Sistemden Sapma Ve Etkileri Analizleri (FMEA), Kaza Sonuç Analizi (ETA), Hata Ağacı Analizi (FTA). [2] gibi risk değerlendirmesi çeşitleri bulunmaktadır.

Her risk değerlendirmesi birbirinden farklı sektörlere uygulanmaktadır. Risk değerlendirmesi yaptığım firma ağırlıklı kimyasallarla çalıştığı için kimya sektörü içinde yer almaktadır. Kimya sektöründe öncelikle HAZOP Risk Değerlendirmesi tercih edilmektedir. HAZOP Risk Değerlendirmesinde bilinmesi gereken pek çok kavram bulunmaktadır.

Bunlar; Kimyasal madde; doğal halde bulunan, üretilen, herhangi bir işlem sırasında kullanılan veya atıklar da dâhil olmak üzere ortaya çıkan, bizzat üretilmiş olup olmadığına ve piyasaya arz olunup olunmadığına bakılmaksızın her türlü element, bileşik veya karışımları [3] tanımlarken, tehlikeli kimyasal madde; patlayıcı, oksitleyici, çok kolay alevlenir, kolay alevlenir, alevlenir, toksik, çok toksik, zararlı, aşındırıcı, tahriş edici, alerjik, kanserojen, mutajen, üreme için toksik ve çevre için tehlikeli özelliklerden bir veya birkaçına sahip maddeleri ve müstahzarları veya yukarıda sözü edilen sınıflamalara girmemekle beraber kimyasal, fiziko-kimyasal veya toksikolojik özellikleri ve kullanılma veya işyerinde bulundurulma şekli nedeni ile çalışanların sağlık ve güvenliği yönünden risk oluşturabilecek maddeleri veya mesleki maruziyet sınırı değeri belirlenmiş maddeler [3] olarak tanımlanmaktadır.

HAZOP Risk Değerlendirmesi uygulamasında sıkça kullanılan güvenlik bilgi formunun;

tehlikeli maddelerin ve müstahzarların; özelliklerine ilişkin ayrıntılı bilgileri, bulunduğu işyerlerinde madde ve müstahzarın tehlikeli özelliklerine göre alınacak güvenlik önlemlerini insan sağlığı ve çevrenin, tehlikeli maddelerin ve müstahzarların olumsuz etkilerinden korunmasına yönelik gerekli bilgileri içeren belge [4] olduğunu bilmek gerekir.

## 2 Materyal Method

**HAZOP (Tehlike ve İşletilebilirlik Çalışması):** HAZOP, tehlike ve işlenebilirlik problemlerini tanımlayan bir çalışmadır. Bu kavram , tesislerin tasarım amaçlarından sapmasına neden olabilecek olayların araştırmasını içermektedir. Bir hazop çalışması sırasında problemleri tanımlanma süresi içerisinde çözüm ortaya çıkmaktadır. Bu da HAZOP çalışmasının bir parçasının sonucuymuş gibi kaydedilmektedir. Ancak ortaya çıkmayan çözümleri bulmaya çalışmaktan kaçınılmalıdır çünkü HAZOP'un birincil amacı problemi tanımlamaktır [5].

HAZOP, farklı deneyimlere sahip çeşitli uzmanların etkileşime girmesi ile farklı disiplinlerden 5-7 sayıdaki farklı uzmanın birlikte çalışması prensibine dayanır. Kılavuz kelimeler HAZOP'un en çok bilinen kısmı olmasına rağmen bu metodun çeşitli uzmanlıkları geliştirilmektedir [5].

Multidisipliner bir takımdan oluşan ve belirli yöntemler dâhilinde tesis tasarımı için kılavuz kelimeler ve takım liderinin deneyimlerinin sağladığı yapı ile beyin fırtınasının yapıldığı bir seri toplantılar yapılarak HAZOP kavramı incelenir. Yapılan beyin fırtınasının öncelikli avantajı yaratıcılığı canlandırır ve fikir üretir. Bu yaratıcılık, takımın farklı deneyimlerinden ve takımın etkileşimi sonucu oluşmaktadır. Sonuç olarak süreç tüm takım üyelerinin katılmasını gerektirir. Çünkü ne kadar katılım olursa o kadar kaliteli sonuçlar elde edilir. [5] Takım, her defasında tasarımın bir noktasına (çalışma noktası) odaklanır. Her çalışma noktasında, proses parametrelerindeki sapmalar, kılavuz kelimeler kullanılarak saptanır.

Kılavuz kelimeler, tasarımın akla gelebilecek her şekilde araştırılmasını sağlamak için kullanılır. Böylece takım çokça sayıdaki sapmaları tanımlamalı ve her biri içinde ayrı ayrı düşünüp nedenlerini ve sonuçlarını tanımlanmalıdır.

Tasarım oldukça sağlamlaştığında HAZOP yapmak için en uygun zamandır. Bu noktada tasarım; HAZOP sürecinde sorulacak sorulara anlamlı cevaplar verilmesine izin verecek şekilde tanımlanmaktadır. Ayrıca bu noktada büyük bedeller olmadan tasarım değişikliği de mümkündür. Ancak HAZOP, tasarımlar neredeyse tamamlandıktan sonra her aşamada yapılabilir [5].

HAZOP, sistematik bir süreçtir ve aşağıdaki terimleri tanımlamak bu sürece yardımcı olacaktır [5].

**HAZOP Takımı:** Fabrikanın işveren vekili, Fabrika müdürü, İş sağlığı ve güvenliği mühendisi, İşletme (proses) mühendisi, Sistem ve otomasyon mühendisi, Elektrik mühendisi, İnşaat Mühendisi (gerekli ise)'nden oluşmaktadır [6]. HAZOP lideri, şirket içinden olabileceği gibi şirket dışından bir uzman da olabilmektedir.

HAZOP Takımı, öncelikle prosesin veya operasyon adımının bir değişkenini seçer, anahtar kelimeleri kullanarak anlamlı tehlikeli sapmayı belirler. Tanımlanan sapma için neden araştırması ve buna paralel olarak sonuç araştırması yapar [5].

**Çalışma noktası:** Sapmalar için araştırılmış proses parametrelerindeki konumlardır.[5]

**Amaç:** Tanımlayıcı veya şematik gibi değişik biçimler olabilir. Örneğin; akış şeması, hat şeması.[5]

**Sapmalar:** Kılavuz kelimelerin sistematik olarak uygulanmasıyla amaçtan sapmalar keşfedilmektedir.[5]

**Nedenler:** Sapmaların meydana gelme nedenleri vardır. Bu nedenler donanım aksamaları, insan hataları, beklenmeyen süreç hataları (bileşim değişimi) ve harici aksamalar(güç kaybı) olabilir [5].

**Sonuçlar:** Bu sonuçlar sapmalar sonucunda ortaya çıkar. Örneğin; Toksik materyallerin ortaya çıkması. Önemsiz sonuçlar, çalışmanın amacına bağlı olarak değerlendirilmeyebilir [5].

**Anahtar Kelimeler:** Kalitatif ya da kantitatif amaçlara rehberlik etmek için ve beyin fırtınası sürecini teşvik etmek ve bu sayede sapmaları keşfetmek için kullanılır. Her bir rehber kelime

tesisnin çözüme ulaşacak çalışma noktasındaki proses değişkenleri için uygulanır [5].

**Çizelge 1.** HAZOP yönteminde kullanılan anahtar kelimeler ve anlamları

Anahtar Kelimeler	Anlamı
Fazla (more)	Kantitatif Çoğalma
Az (less)	Kantitatif Azalma
Hiç (none)	Mevcut Değil
Ters (Reverse)	Öngörülen Yönün Aksine
Parçası (Part C	Sistemin Bir Bölümü Olma Gerekenden Farklı
...kadar iyi (as well as)	Aynı derecede
...dan baş (other than)	Tamamen farklı

### HAZOP uygulaması:

Risk değerlendirmesinde HAZOP takımının belirlediği sürelerde,

Çalışma koşullarında önemli bir değişiklik olduğunda,

Ortam ölçümleri ve sağlıklı gözetimlerinin sonuçlarına göre gerektiğinde,

Proseste veya operasyonda kimyasal maddeler nedeniyle herhangi bir kaza olduğunda,

En az 5 yılda bir defa,

Büyük ölçekli tamir, bakım, yenileme işlerine başlamadan önce,

Proseste veya operasyona bir eklenti veya tehlikeli kimyasal maddeler içeren yeni bir faaliyette yenilenmelidir. [6]

### 3 Sistemin Tanımlanması

Elektrometal kaplama işlemi pek çok basamaktan oluşmaktadır. Metal, krom kaplama safhasına gelene kadar kaplamanın hem dayanıklılığını arttırmak için hem de kaplama kalitesini iyi seviyelere getirebilmek için belirli sıra ile birbirinden farklı kimyasal, fiziksel işlemlerle birlikte kaplama işlemlerine tabi tutulur. İşlem sırası; ultrasonik yağ alma, saf su ile durulama, elektrikli yağ alma, saf su ile durulama, %3'lük H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (Sülfirik asit) ile durulama, saf su ile durulama, siyanürlü bakır kaplama, saf su ile durulama, %3'lük H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ile durulama, saf su ile durulama, asitli bakır kaplama, saf su ile durulama, parlak nikel kaplama, saf su ile durulama, krom kaplama, saf su ile durulama,

kurutma ve paketlenme şeklindedir. %3'lük H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ile durulama yapmanın nedeni kaplama kazanlarından gelen alkaliteyi yok etmek içindir.

#### 4 Sistemde Risk Analizi Uygulaması

Bu çalışmada krom kaplama tankında gerçekleşen kimyasal reaksiyonlar sonucu açığa çıkan Kromik Asit, Sülfirik Asit fazlalığında kullanılan Baryum Karbonat ve Sülfirik Asit'in HAZOP Risk Değerlendirmesi yöntemiyle incelenmesi yapılmıştır.

##### 4.1 Krom Kaplama Tankında Kromik Asit Prosesinin İncelenmesi

Kromik asit, Oksitleyici, Çok Toksik, Çevre için tehlikeli, Toksik, Aşındırıcı bir maddedir. Risk ve Güvenlik kodlarından R9 - R45 - R46 - R62 - R26 - R48/23 - R24/25 - R35 - R42/43 - R50/53 kodlarına sahiptir. Kromik asidin malzeme güvenlik formunda, kromik aside ait tüm özellikler ve bunlarla ilgili güvenlik ve korunma tedbirlerine yer verilmektedir.

##### 4.1.1 Çalışmada İlk Parametre

**Kılavuz kelime:** Sıcaklık

**Anahtar kelime:** Fazla

**Sapma:** Krom kaplamanın gerçekleştiği tepkimenin optimum sıcaklık değerleri arasında çıkan kromik asit miktarından daha fazla kromik asidin açığa çıkması

##### Sapmaya neden olan olası nedenler:

Krom kaplama tankının sıcaklık değerinin kontrol altına alınmamış olması.

##### Sapmanın sonuçları ve etkileri:

Krom kaplama tankında çalışanların açığa çıkan kromik asidi soluması sonucu solunum bölgelerinin tahriş olması.

Kromik asit zerreciklerinin çalışanların ellerine, yüzüne ve gözlerine teması sonucu çalışanların derilerini ve gözlerini tahriş etmesi.

##### Sapmayı önleyici veya sonuçları hafifletici tedbirler:

Krom kaplama tankının sıcaklık kontrolünü sağlamak için termostatlı ısıtıcı ve soğutucu serpantin sisteminin bulundurulması gerekir.

#### Öneriler:

Çalışanlara işe başlamadan önce mesleki eğitim verilmeli.

Tankın daha güvenli bir çalışma alanı oluşturmasını sağlamak için; teknolojik materyaller kullanılmalı.

Çalışanların görebileceği yükseklikteki yerlere uyarı levhaları asılmalı.

#### Alınması gereken ilave tedbir ve kontroller:

Elektrolitik krom kaplama tanklarındaki en büyük problem kromik asit çıkışının engellenemez olmasıdır. Bu kısımda sadece sıcaklık fazla olduğu zaman kromik asit çıkışı söz konusuymuş gibi görünse de krom kaplamanın her bir parametresinin optimum düzeylerinde dahi asit çıkışı söz konusudur.

Asıl önlem alınması gereken konu; çalışanların maruz kaldığı kromik asit miktarını minimum düzeylere indirilmesidir. Bunun için ise öncelikli olarak yapılması gerekenler üç maddede de incelenebilir.

I. Krom kaplama tankının etrafı havalandırma (gaz emici) sistemi ile donatılması gerekmektedir. Böylelikle tepkime sonucunda meydana gelen istenmeyen kromik asit çalışana ulaşmadan tankın çevresinde emilecek çalışanın kromik aside olan maruziyeti en aza indirgenmiş olacaktır. Bu sistem ile daha fazla verim elde etmek içinse havalandırma çıkışının gaz yıkamayla arıtılması gerekmektedir.

II. Krom kaplama tankının yüzeyinde plastik toprak yüzdürülerek de açığa çıkan kromik asidin tank yüzeyinden geçmesi engellenebilmektedir. Bu sistemin çalışma prensibi, yüzen plastik toprak, tank yüzeyini kaplar ve açığa çıkan kromik asit zerrecikleri bu topraklara vurarak toprakların yüzeyine yapışır.

III. Krom kaplama tanklarında kromik asit çıkışını engelleyen en önemlisi ve sanayide en çok tercih edilen yöntem ise yüzey aktif maddelerin kullanılmasıdır. Yüzey aktif maddelerin çalışma prensibi ise; tankın yüzeyinde bir köpük tabakası oluşturmasıdır. Bu yüzey aktif maddeler "Gaz Kesiciler" olarak adlandırılır ve yüzeyde oluşturdukları



köpük tabakası ile açığa çıkan gazın tanktan dış ortama geçişine engel olmaktadır.

Tüm bu önlemler alındıktan sonra ise; çalışana özel kişisel koruyucu ekipmanlar da tahsis edilmelidir. Kromik asitten kişisel koruyucular ile korunmak için;

I. Çalışanların ellerine kromik asidin değmesini engellemek için, kimyasal olarak dayanıklı eldivenler kullanılmadır.

II. Kromik asit, insan vücudunda etki ettiği nokta solunum bölgesidir. Kromik asit bulunduğu zaman, burun mukozasının tahribatına yol açar ve ileri düzeyde ise akciğerleri hasara uğratar. Bu duruma engel olabilmek için ise; uygun bir maske kullanılmalıdır.

III. Çalışanların gözlerini ve yüz çevresini kromik asit tahribatından korumak için ise; gözü kimyasallardan koruyan bir gözlük ve yüzü kaplayan bir maske kullanılmalıdır.

IV. Çalışanların deri ve ayaklarının korunması için ise uygun koruyucu elbiseler tercih edilmelidir.

#### **Termin ve sorumluluk:**

- Risk değerlendirmesi yapılan proste açığa çıkan aksaklıkların giderilmesi için atanan ilgililere makul süreler verilerek, süre bitiminde hazor formu kapatılmalıdır.

#### **4.1.2 Çalışmada İkinci Parametre**

**Kılavuz kelime:** Akım Yoğunluğu

**Anahtar kelime:** Fazla

**Sapma:** Krom kaplama tankında elektrolitik kaplama esnasında akım yoğunluğu fazla olduğunda katot veriminin düşmesi sonucu hidrojen gazı çıkışı.

#### **Sapmaya neden olan olası nedenler:**

- Kaplama tankındaki çözelti akımının kontrol altına alınmamış olması.

#### **Sapmanın sonucu ve etkileri:**

- Krom kaplama tankında bulunan çözeltinin akım yoğunluğu arttıkça katottaki kaplama verimi düşer ve bundan dolayı katottan hidrojen gazı salınımı meydana gelir. Krom kaplama tanklarında çözünmeyen anot kullanılır ve bu esnada bu

anottan ise oksijen gazı çıkışı söz konusudur. Çıkan bu hidrojen ve oksijen gazlarının belirli enerjileri vardır ve bu gazlar sıvı yüzeyine yakın bir bölgede patladığı zaman çözelti içinde meydana gelen kromik asidin spre formunda havaya yayılmasına neden olur.

- Aşındırıcı bir madde olan kromik asit spre formunda havaya yayıldığı esnada çalışan tarafından solunur ve çalışanın burun bölgesini tahrip eder.

- Çalışan üzerinde ikinci bir etkisi ise deride yanma hissi vermesidir.

#### **Sapmayı önleyici veya sonuçları hafifletici tedbirler:**

- Akım yoğunluğu değerini sabitlemek için elektronik kontrollü redresörler kullanılmalıdır.

#### **Öneriler:**

- Krom kaplama tankını oluşturan materyallerin son teknolojiye uygun bir şekilde seçilmelidir.

#### **Alınması gereken ilave tedbir ve kontroller:**

- Öncelikle kaplama tankı, ortama yayılan kromik asit zerreciklerinin kaplama tankı çevresine kurulacak olan havalandırma sistemi ile uzaklaştırılması gerekir.

- İkinci önlem olarak ise çalışanların, kişisel koruyucu donanım kullanımına dikkat edilmeli.

Sorunun sıcaklık faktöründe olduğu gibi istenmeyen kromik asit çıkışı olduğu için kromik asit çıkışı her süreçte oransal olarak farklılık göstermektedir, ancak hiçbir zaman sıfıra indirgenememektedir. Her durumda açığa çıkan kromik asidin sıfıra indirgenemesinden dolayı çalışanın kromik aside maruziyetinin minimum düzeylere çekilmesi hedeflenmelidir. Bunun için ise sıcaklığın fazla olduğu parametrede alınması gereken tüm toplu koruma ve kişisel koruyucu önlemleri bu safhada da geçerlidir.

#### **Termin ve sorumluluk:**

- Risk değerlendirmesi yapılan proste açığa çıkan aksaklıkların giderilmesi

için atanan ilgililere makul süreler verilerek, süre bitiminde hazop formu kapatılmalıdır.

#### 4.2 Krom Kaplama Tankında Baryum Karbonat Prosesinin İncelenmesi

Baryum Karbonat, zararlı beyaz katı bir maddedir. Risk ve Güvenlik kodlarından R22 kodu kullanılır. Baryum Karbonat'ın malzeme güvenlik bilgi formunda, Baryum Karbonat'a ait tüm özellikler ve bunlarla ilgili güvenlik ve korunma tedbirlerine yer verilmektedir.

**Kılavuz kelime:** Derişim

**Anahtar kelime:** Fazla

**Sapma:** Kaplama tankında olması gereken Sülfürik Asit/ Kromik Asit oranının olmaması sonucu ortamda fazla Sülfürik Asit bulunması.

**Sapmaya neden olan olası nedenler:**

- Sülfürik asidin tanka ilavesi esnasında hassas davranılmaması.

**Sapmanın sonucu ve etkileri:**

- Sülfürik Asit fazlalığı durumunda Baryum Sülfat ( $BaSO_4$ ) olarak çöktürülmesi için Baryum Karbonat kullanılması gerekir.
- Baryum Sülfat oluşum tepkimesi esnasında tank içinde zararlı gaz çıkışı söz konusudur.

**Sapmayı önleyici veya sonuçları hafifletici tedbirler:**

- Tank içerisine sülfürik asit ilavesi ayarlı beher kullanarak yapılmalı.
- Krom kaplama tankında çalışanlar için mesleki eğitim verilmeli.

**Alınması gereken ilave tedbir ve kontroller:**

- Baryum Karbonat'ın deri ile temasından kaçınmak için; nitril kauçuktan yapılmış olan eldivenler kullanılmadır.
- Baryum Karbonat'ın solunmasına engel olmak için ise; toz filtreleri için uygun maskeler kullanılmalıdır.
- Baryum Karbonat ( $BaCO_3$ ) kullanımı sonucu açığa çıkan gazı minimum indirmek için ise ; Baryum Karbonat ( $BaCO_3$ ) tartıldıktan sonra kapalı sistem ile çözeltilinin dibine indirilmeli, gaz oluşumuna

neden olan tepkimenin sıvı yüzeyine yakın yerlerde değil daha derinlerde olması sağlanarak gaz çıkışına engel olunmalıdır.

**Termin ve sorumluluk:**

- Risk değerlendirmesi yapılan proste açığa çıkan aksaklıkların giderilmesi için atanan ilgililere makul süreler verilerek, süre bitiminde hazop formu kapatılmalıdır.

#### 4.3 Krom Kaplama Tankında Sülfürik Asit Prosesinin İncelenmesi

Sülfürik asit, berrak kokusuz sıvı formda bulunmaktadır. Aşındırıcı özelliğe sahiptir. Risk ve güvenlik kodlarından R35 - S26 - S30 - S45 kodlarına sahiptir. Sülfürik asidin malzeme güvenlik bilgi formunda, Sülfürik Aside ait tüm özellikler ve bunlarla ilgili güvenlik ve korunma tedbirlerine yer verilmektedir.

**Kılavuz Kelime:** Sıra

**Anahtar Kelime:** Önce

**Sapma:** Krom kaplama tankında elektrolitik kaplama banyosu oluşturulurken suyun, sülfürik asidin üzerine direk eklenmesi.

**Sapmaya neden olan olası nedenler:**

- Çalışanlara kullandıkları kimyasalların nasıl ve hangi sıra ile kullanmaları gerektiğinin açıklanmaması.
- Krom kaplama tankın karşı duvarına, çalışanların görebileceği düzeydeki yerlere uyarı levhalarının asılmaması.

**Sapmanın sonucu ve etkileri:**

- Asidin üzerine su ilavesi olduğu için ani patlamalar yaşanabilir.

**Sapmayı önleyici veya sonuçları hafifletici tedbirler:**

- Krom kaplama tankının karşısında kalan duvara ya da çalışanların rahatlıkla görebileceği bir yere "Asidin üzerine su dökülmemeli" ibaresini içeren bir uyarı levhası asılmalı.

**Öneriler:**

- Çalışanlara iş başı eğitimi verirken kullandıkları kimyasalların hangi sıra ile kullanmaları gerektiği öğretilmeli.

**Alınması gereken ilave tedbir ve kontroller:**

- Genel havalandırma sisteminin yanı sıra krom kaplama tankının hemen üzerinde yer alan ve krom kaplama tankından çıkan zararlı gazların çalışanın solunum bölgesine ulaşmasını engellemek amaçlı lokal havalandırma sistemi kurulmalı.
- Sülfürik asitten ve onun verdiği tepkimeler sonucu oluşan gaz ve partiküllerden çalışanları korumak için uygun kişisel koruyucu donanım kullanılmasına dikkat edilmeli.

#### **Termin ve sorumluluk:**

- Risk değerlendirmesi yapılan proste açığa çıkan aksaklıkların giderilmesi için atanan ilgililere makul süreler verilerek, süre bitiminde hazop formu kapatılmalıdır.

#### **5 Değerlendirme**

İş Sağlığı ve Güvenliği, iş yerinde, bir işin yürütülmesi esnasında çevresel veya kişisel etkenlerden dolayı ortaya çıkan kaza, yaralanma, ölüm gibi istenmeyen durumların önüne geçilebilmesi amacıyla başta çalışanı sonrasında işyeri ve çevresini korumak için geliştirilen bir sistemdir. Bu sistem ışığında oluşturulan 6331 sayılı İş Sağlığı ve Güvenliği Kanunu'nun amacı işyerlerinde iş sağlığı ve güvenliğinin sağlanması ve mevcut sağlık ve güvenlik şartlarının iyileştirilmesi için işveren ve çalışanların görev, yetki, sorumluluk, hak ve yükümlülüklerini düzenlemektir.[7] Bu amaç doğrultusunda iş yerinde meydana gelebilecek olan olumsuz durumlara karşı reaktif bir yaklaşım yerine proaktif bir yaklaşım geliştirilmesi sağlanmaktadır.

Proaktif yaklaşımın en önemli göstergesi iş yerinde öncelikle risk değerlendirmesi yapılmasıdır. Bir iş yerinde risk değerlendirmesi yapılabilmesi için öncelikle, iyi bir risk değerlendirme ekibinin kurulması gerekmektedir. Risk değerlendirmesi ekibini oluşturan kişiler, Risk Değerlendirmesi Yönetmeliği'nde tanımlanmaktadır. Bu kişilerle birlikte oluşturulan risk değerlendirme ekibi, öncelikle iş yerinde var olan, insan, makine ya da çevresel etmeden dolayı oluşabilecek tehlikeleri belirleyerek bu tehlikelerden doğabilecek riskleri tanımlamaktadırlar. Risklerin ne derecede kabul edilebilir olup olmadığı kararlaştırıldıktan sonra

her riskin derecesine göre önlemler alınmaktadır. Öncelikle toplu koruma önlemi ile riskler en aza indirgenir. Ancak çalışan için hala istenilen ortam ve şartlar oluşturulamadıysa ikinci bir aşama olarak mühendislik sistemine (örneğin; havalandırma) başvurulmaktadır. En son yöntem olarak ise çalışana kişisel koruyucu donanım kullanılması söz konusu olmaktadır.

Türkiye'de birbirinden farklı iş kolu bulunmaktadır. Her bir iş kolunun kendine özel tehlike ve riskleri mevcuttur. Bu nedenle birbirinden farklı sektörler için uygulanabilecek birbirinden farklı risk değerlendirme yöntemleri geliştirilmiştir. Her bir risk değerlendirme yönteminin kendine özel analiz, değerlendirme, yorumlama ve dokümantasyon işlemi vardır. İncelediğim firma ağırlıklı olarak kimyasal maddelerle çalışmaktadır. Bu nedenle kimyasalların bu proses içinde kullanılmasında ne tür tehlikeler ortaya çıkaracağı ve bu tehlikeler ortaya çıkmadan önce nasıl engellenmesi konusunda risk değerlendirmesi yapılması gerekmektedir. Bir kimya firmasının tüm sorularına cevap verecek olan HAZOP risk değerlendirme yöntemi bu proses için tercih edilmiştir. HAZOP çalışmasının en önemli parçası malzeme güvenlik bilgi formlarıdır. Malzeme güvenlik bilgi formlarında maruziyet türü, derecesi, kullanım şartları, biyolojik ve maruziyet sınır değerleri, sağlık ve ilk yardım tedbirleri gibi risk değerlendirmesi için pek çok önemli bilgi bulunmaktadır. Bu bilgiler ışığında kullanılan kimyasallar incelenip çalışanlara ve çevreye hangi yönde ve ne derece zarar vereceği konusunda bilgi sahibi olunmaktadır. Bu nedenle kullanılan kimyasallar, malzeme güvenlik bilgi formlarında bulunan bilgilere göre depolanmalı, saklanmalı ve kullanılmalıdır.

Firmada kimyasal kullanıldığı için sadece kimyasalların nasıl kullanıldığı değil, kimyasalların kullanıldığı ortam koşullarında kendi çapında önem arz etmektedir. Çünkü sağlıklı bir ortamda var olan kimyasallar bir tehlike oluşturmakta, hiç akla gelmeyecek risklerin ortaya çıkmasına neden olabilmektedir. Bu nedenle sadece kimyasallar üzerine tedbir almak yeterli olmamakla birlikte kimyasalların kullanıldığı ortamında iş güvenliği açısından gözden geçirilmesi gerekmektedir. Ortamda bulunan makina, ekipman teknolojiye uygun

olmalı, çalışan ve iş yeri için bir tehlike arz etmemelidir. Bunun kararının verilmesinin en önemli unsuru da firmada yerleşmiş iş sağlığı ve güvenliği politikasının uygulanır olması ve risk değerlendirmenin her işin başında geleceğinin farkına varılmış olması gerekmektedir.

Yapılan bu çalışma esnasında firmada bulunan tüm çalışan ve yöneticilere yukarıda bahsedildiği gibi iş sağlığı ve güvenliğinin ne derece önemli olduğu ve risk değerlendirmesinin ise bu sistemin içerisinde en önemli bir yere sahip olduğu hem anlatmış hem de uygulamalı olarak gösterilmiştir.

## 6 Sonuç

Sonuç olarak ise iş sağlığı ve güvenliği sadece çalışma hayatındaymış gibi görülsede tüm hayatı etkilemektedir. Çalışma esnasında yapılan bir yanlış ya da alınmayan herhangi bir önlem bir ömre hatta bir ailenin yok olmasına neden olmaktadır. Çalışma yapmış olduğum kimya sektörü gibi çokça tehlikeli kimyasalların var olduğu sektörlerde durum daha da ciddi bir hal almaktadır. Bu durum neticesinde firmada var olan kimyasalları ve prosesi daha detaylı inceleyebilmek için HAZOP risk değerlendirmesi yapılmış ve yorumlanmıştır. Böylelikle kullanılan kimyasalların çalışanlara ve çevreye ne tür zarar verebileceği, çalışanların ve çevredekilerin bu tehlikelerden nasıl etkileneceği belirlenmiş ve bunlara karşı ne tür önlemler alınması gerektiği konusu iş sağlığı ve güvenliği göz önüne alınarak bilgi verilmiştir.

## Referanslar

[1] Çalışma ve Sosyal Güvenlik Bakanlığı, Risk değerlendirme Yönetmeliği, Çalışma ve Sosyal Güvenlik Bakanlığı, Resmi Gazete Tarihi: 29.12.2012 Resmi Gazete Sayısı: 28512, ANKARA

[2] Andaç, M. Risk analizi ve yönetimi. ,Ajans-Türk Gazetecilik Matbaacılık İnşaat Sanayi A.Ş, 5-6 sayfa, 2014

[3] Çalışma ve Sosyal Güvenlik Bakanlığı Kimyasal Maddelerle Çalışmalarda Sağlık ve Güvenlik Önlemleri Hakkında Yönetmelik, Çalışma ve Sosyal Güvenlik Bakanlığı, Resmi Gazete Tarihi: 12.08.2013 Resmi Gazete Sayısı: 28733, ANKARA

[4] Çevre ve Orman Bakanlığı, Tehlikeli Maddeler ve Müstahzarlara İlişkin Bilgi Formlarının Hazırlanması ve Dağıtılması Hakkındaki Yönetmelik, Çevre ve Orman Bakanlığı, Resmi Gazete Tarihi:

26.12.2008 Resmi Gazete Sayısı: 27092 Mükerrer. ANKARA

[5]<https://cdn.auckland.ac.nz/assets/ecm/document/s/Hazard-Operability-Studies.pdf> (Erişim tarihi: 01.06.2015)

[6] Özkılıç, Ö. Risk Değerlendirmesi Atex Direktifleri Patlayıcı Ortamlar Büyük Endüstriyel Kazaların Önlenmesi ve Etkilerinin Azaltılması Kantitatif Risk Değerlendirme. 2014; 338, 219-229.

[7] İş Sağlığı ve Güvenliği Kanunu. 2012. T.C. Resmi Gazete, 28339, 30 Haziran 2012

# Borçka Baraj Gölü Su Kalitesinin Çok Değişkenli İstatistiksel Yöntemle Değerlendirilmesi

Ayla Bilgin<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>Artvin Çoruh Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Çevre Mühendisliği Bölümü, Artvin.  
ayla.bilgin@gmail.com

Geliş / Recieved: 23 Ekim (October) 2015  
Kabul / Accepted: 28 Aralık (December) 2015  
DOI: <http://dx.doi.org/10.18466/cbujos.81428>

## Özet

Borçka Barajı, Artvin İli, Borçka İlçesinin 2.5 km membasında ve Aşağı Çoruh Havzasının ikinci barajıdır. Bu çalışmada; Borçka baraj gölünün su kalitesini değerlendirmek amacı ile 2013 yılında Artvin Çevre ve Şehircilik İl Müdürlüğü tarafından yapılmış olan su kalitesi ölçüm sonuçları kullanılmıştır. Borçka baraj gölünde her bir istasyondan yüzey, orta ve dip olmak üzere toplam 4 istasyondan alınan su örneklerinde; toplam fosfor, toplam azot, klorofil-a değerleri ve seki diski derinliği ölçülmüştür. Verilerin değerlendirilmesi için ANOVA, faktör analizi/temel bileşenler analizi yapılmıştır. ANOVA analizi toplam fosfor, toplam azot ve klorofil-a parametreleri arasında %95 güven aralığında; toplam fosfor ve toplam azot parametresinde gölün yüzey ve dip arasında istatistiksel olarak fark olduğu, klorofil a parametresinde ise gölün yüzey, orta ve dip arasında istatistiksel olarak fark olduğunu göstermektedir. Faktör analizi sonucunda, özdeğeri>1 olan ve herbirinin toplam varyansa oranı gittikçe azalan 1 faktör belirlenmiştir. Bu faktör toplam varyansın %78.01'ini açıklamaktadır. Borçka baraj gölü su kalite verileri 30.11.2012 tarih ve 28483 sayılı Resmi Gazete'de yayınlanan "Yüzeysel Su Kalitesi Yönetimi Yönetmeliği'nde" verilen Göl, Gölet ve Baraj Göllerinde Trofik Sınıflandırma Sistemi Sınır Değerleri'ne göre değerlendirilmiştir. Borçka baraj gölünün her bir örneği yüzey, orta ve dip olmak üzere göl alanının dört köşesinden alınan veriler yönetmelikte verilen sınır değerler ile karşılaştırıldığında, mezotrofik göl sınıfına girdiği belirlenmiştir.

**Anahtar Kelimeler** – Borçka barajı, Çoruh nehri, Faktör analizi, Su kirliliği, Su kalitesi

## Evaluation of Borcka Reservoir Water Quality by a Multivariate Statistical Method

### Abstract

Borcka Dam is the second dam of Lower Coruh Basin located in Artvin Province and 2.5 km upstream of the Borcka District. In this study, water quality measurements done by Artvin Provincial Directorate of Environment and Urbanization in 2013 were used in order to evaluate the water quality of Borcka Reservoir. Samples were collected from surface, middle and deep levels of the reservoir at four different points and total phosphorus, total nitrogen, chlorophyll-a values and terraces disk depth values were measured. ANOVA and factor analysis/principal component analysis were used to evaluate the data obtained. According to the results of ANOVA analysis, there is a statically significant difference between surface and deep levels of the lake in terms of total phosphorus and total nitrogen parameters within a confidence interval of 95%, and there is also statically significant difference between surface, middle and deep levels of the lake in terms of chlorophyll-a parameters. As a result of the factor analysis, 1 factor with eigenvalues>1 for each and with a ratio gradually decreasing compared to the total variance is determined. This factor explains 78.01% of the total variance. The water quality data of Borcka Reservoir is evaluated according to the Limit Values of Trophic Classification System of Lakes, Small Lakes and Reservoirs presented in "Surface Water Quality Management Regulations" published in the Official

Gazette No. 28483 on 30.11.2012. The data collected from four points at surface, middle and deep levels of the lake is evaluated as the mesotrophic lake class according to the limit values set by the regulations.

**Keywords** Borcka dam, Coruh river, Factor analysis, Water pollution, Water quality,

## 1 Giriş

Su yönetiminin en önemli problemlerinden biri göller, ırmaklar ve rezervuarların işlevsel kullanımı ve ekolojik yapısının bozulmasıdır [1]. Genellikle barajlar besin tutma oranını artırmaktadır. Nehirler kıyı alanlarda azot (N) ve fosfor (P) gibi besinlerin doğal kaynaklarıdır. Barajlardan dolayı azot (N) ve fosforun (P) suda tutulma süresi nehirlerden daha fazla olmaktadır [2]. Baraj gölleri, çevre kirliliğinden birinci derecede etkilenen alanlardır. Endüstriyel, evsel ve tarım alanlarından kaynaklanan kirleticiler akarsulara karışarak göl ve denizlerde kirlilik oluşturmaktadırlar. Bu kirlilik kaynakları su ortamında yaşayan canlılarda toksik etki yaratmakta ve aynı zamanda besin zinciri yolu ile insanlara zararlı etki yapmaktadır [3].

Türkiye tatlı su kaynaklarına göre değerlendirildiğinde zengin bir ülke değildir. Çevresel kirlilikler önlenmediği takdirde gelecekte ciddi sorunlarla karşılaşacaktır. Bu sorunlara neden olan faktörler; coğrafik koşullar, sanayileşme ve su havzasına dayalı yönetim modellerinin olmaması olarak değerlendirilebilir [4,5]. Kişi başına düşen yıllık su miktarına göre ülkemiz su azlığı yaşayan bir ülke konumundadır. Kişi başına düşen yıllık kullanılabilir su miktarı 1.519 m<sup>3</sup> civarındadır. Türkiye'nin gelecek nesillere sağlıklı ve yeterli su bırakabilmesi için kaynakların çok iyi korunup, akılcı kullanılması gerekmektedir. Türkiye'de 120'den fazla doğal göl 706 adet baraj gölü bulunmaktadır [6].

Baraj göllerinde zamanla su ekosistemi değişmekte ve bazı bitki ve hayvan türlerinin yok olarak canlı türlerde değişiklikler meydana gelmektedir. Bu nedenle su kaynaklarının sürekli izlenmesi ve kirliliğin önlenmesi için gerekli önlemlerin alınması gerekmektedir [7,8].

Bu çalışmada; Artvin İli, Borçka İlçesinin 2.5 km membasında ve Aşağı Çoruh Havzasında yer alan Borçka Baraj gölünün su kalitesinin çok değişkenli istatistikler kullanılarak değerlendirilmesi amaçlanmıştır.

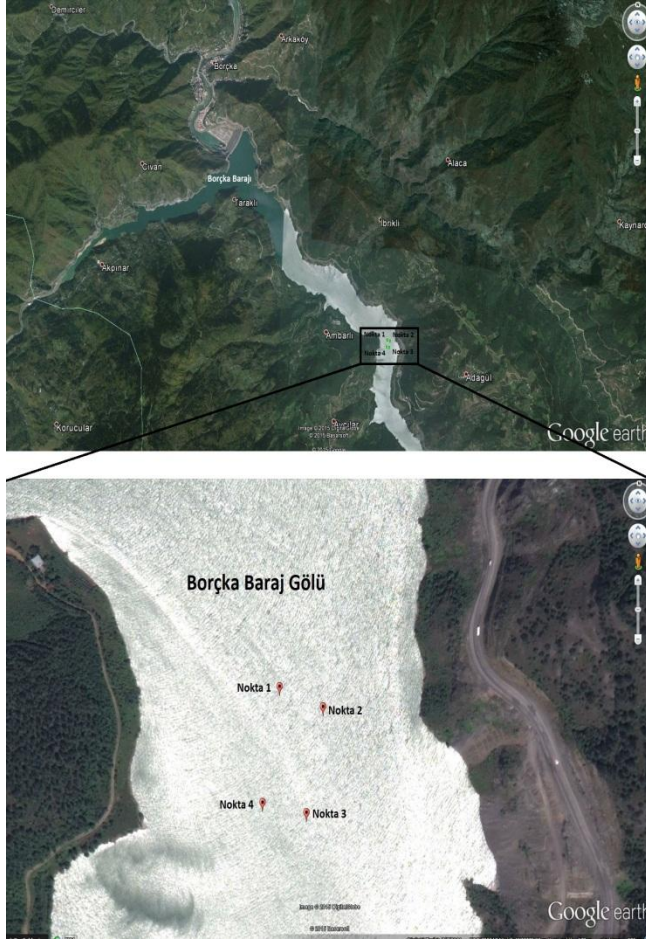
## 2 Materyal Metot

### 2.1 Çalışma Alanı

Türkiye sınırları içerisinde Bayburt ilinde doğan ve toplam uzunluğu 431 km olan Çoruh nehri'nin son 20 km.si Gürcistan sınırları içerisinde olup, bu ülke sınırları içerisinde Karadeniz'e dökülmektedir. Nehrin toplam uzunluğu 431 km'dir. Çoruh Nehri'nin 410 km. lik kısmı Türkiye sınırları içerisinde, 21 km. lik kısmı ise Gürcistan sınırları içerisinde. Borçka Barajı, Artvin İli, Borçka İlçesinin 2.5 km membasında ve Aşağı Çoruh Havzasının ikinci barajıdır. Barajın 5 660 milyon m<sup>3</sup>'lük yıllık ortalama akımı olup, yağış alanı 19 255 km<sup>2</sup>'dir. Barajın kurulu gücü 300.00 MW olup, yıllık 1039 GWh enerji üretmektedir [9]. Normal su kotunda göl hacmi 419.8 hm<sup>3</sup> ve normal su kotunda göl alanı 10.84 km<sup>2</sup>'dir. Temelden yüksekliği 146 m ve gövdesi kil çekirdek zonedir [10].

DSİ 26. Bölge Müdürlüğü kayıtlarına göre, Borçka barajının yapılış amacı, enerji üretimi ve taşkın koruma olarak ifade edilmiştir. Baraj gölünde kafes balıkçılığı kapsamında çalışmalar sürdürülmektedir. Borçka baraj gölündeki balıkçılık tesislerin üretimlerinde, kurduklarından bu yana artma eğilimi olduğu görülmektedir. Nitekim 2011 yılında bütün tesislerin toplam balık üretimi, 350 ton civarlarında gerçekleşmişken; bu değer 2012'de yaklaşık olarak 660 ton, 2013'de 530 ton ve 2014'de 740 ton olarak kayıt altına alınmıştır [11].

Çalışma verileri, Artvin Çevre ve Şehircilik İl Müdürlüğü'nden temin edilmiştir. Su örnekleri Müdürlük personeli gözetiminde, Nisan 2013 tarihinde Borçka baraj gölünün yüzey, orta ve dip olmak üzere dört köşesinden anlık olarak örnekler alınmıştır. Su kalite verisini değerlendirmek amacıyla; toplam fosfor (TP), toplam azot (TN), klorofil-a ve seki diski derinlikleri ölçülmüştür. Örnek alma noktaları Şekil 1.'de gösterilmektedir.



Şekil 1. Çalışma alanı ve örnek alma noktaları

## 2.2 Veri Analizi ve Çok Değişkenli İstatistiksel Teknikler

Birden çok değişkenin ayrı ayrı ele alınarak analiz edilmesi verilerin değerlendirilmesini zorlaştırabilir. Çünkü değişkenlerin ayrı ayrı analiz edilmesi, değişkenler arasındaki ilişkileri dikkate almamak demektir. Ancak gözlemlenen çok sayıda değişken arasında az veya çok bir ilişkinin olması beklenmektedir. Bu amaçla “Çok Değişkenli Analiz Yöntemleri” geliştirilmiştir [12]. Çok değişkenli istatistiksel yöntemler büyük veri setlerinin yorumlanması, modellenmesi sınıflandırılması, su kalitesinin değerlendirilmesi ve yüzey sularının yönetimi için yararlı olacaktır [13]. Bu çalışmada, varyans analizi (ANOVA), faktör analizi ve Box-Plot grafikleri kullanılmıştır. Verilerin analizi için SPSS-19 programı kullanılmıştır.

ANOVA analizi bir cevap üzerinde aynı anda işleyen farklı etkilerin hangisinin etkili olduğuna istatistiksel olarak karar vermek [18] ve istatistiksel olarak farklılık olup olmadığını test etmek için kullanılan bir yöntemdir. One way ANOVA en basit varyans analizidir.

İki tane değişken vardır. Bunlardan birisi kategorik özellik gösteren bağımsız değişken ve diğeri de metrik özellik gösteren bağımlı değişkendir. One way ANOVA, bu gruplara göre, bağımlı değişkenlerdeki ortalamalar arasında fark olup olmadığını test eder [14].

Faktör analizi, birbirleri ile ilişkili veri yapılarını birbirinden bağımsız ve daha az sayıda yeni veri yapılarına dönüştürmek, bir oluşumu ya da olayı açıkladıkları varsayılan değişkenleri gruplayarak ortak faktörleri ortaya koymak, bir oluşumu etkileyen değişkenleri gruplamak, majör ve minör faktörleri tanımlamak amacıyla başvurulan bir yöntemdir [15]. Faktör analizinde en çok kullanılan yöntem temel bileşenler analizidir. Temel bileşenler analizi, değişken azaltılması için bir teknik ve su kalitesindeki zamansal değişimleri ve etkileri tanımlar. Kirli alanlardaki çok önemli parametreleri göstermektedir [16]. Faktör analizi için dört temel aşama söz konusudur. Bunlar; veri setinin faktör analizi için uygunluğunun değerlendirilmesi, faktörlerin elde edilmesi, faktörlerin rotasyonu ve faktörlerin isimlendirilmesidir [14].

## 3 Bulgular ve Tartışma

Borçka baraj gölü su kalite verileri 30.11.2012 tarih (değişik Resmi Gazete-15/4/2015-29327) 28483 sayılı Resmi Gazete’de yayınlanan “Yüzeysel Su Kalitesi Yönetimi Yönetmeliği”nde verilen Göl, Gölet ve Baraj Göllelerinde Trofik Sınıflandırma Sistemi Sınır Değerleri’ne (Tablo 2) göre değerlendirilmiş ve analiz sonuçları Tablo 1’de verilmektedir. Baraj gölünün yüzey, orta ve dip olmak üzere göl alanının dört köşesinden alınan veriler yönetmelikte verilen sınır değerlere göre değerlendirildiğinde; TP sonuçları yüzey, orta ve dipte 10-27 µg/L arasında değişmekte olup mezotrofik göl sınıfına girmektedir. TN değeri yüzey, orta ve dipte 326 -547 µg/L arasında değişmekte, klorofil-a değeri yüzey ve ortada 1-2.7 µg/L arasında değişmekte iken dipte ise 4.3-5.9 µg/L arasında değişmekte ve seki disk değeri ise 2.3-2.4 m arasındadır. Bu verilere göre; Borçka baraj gölü mezotrofik göl olarak değerlendirilmektedir. Baraj gölünün TP değeri 31.12.2004 tarih ve 25687 sayılı Resmi Gazete de yayınlanan *Su Kirliliği Kontrol Yönetmeliği*’ne göre ikinci kalite su sınıfı olarak değerlendirilmektedir. Borçka baraj gölünde 2011-2013 su kalite ölçüm çalışmaları sonuçlarına göre; bulanıklığın yüksek, TP ve renk parametresi değeri açısından ikinci sınıf olarak değerlendirilmiştir [17].

### 3.1 Su Kalite Verilerinin Derinliğe Bağlı Olarak Değişimi

Box plot grafiği ölçüm noktaları arasındaki farklılıkları belirlemek için yapılmaktadır ve niceliksel verileri görsel şekilde özetlemektedir. Kutunun üzerindeki çizgi medyanı temsil etmektedir. Kutunun en alt ve en üstündeki noktalar birinci ve üçüncü çeyrekteki ( $Q_1$  ve  $Q_3$ )ü göstermektedir. Whiskers bölge içindeki en yüksek ve en düşük gözlem değerlerini kutunun alt ve üst noktalarına uzanan çizgi olarak gösterilmekte ve  $Q_1-1.5(Q_3-Q_1)$  ve  $Q_3+1.5(Q_3+Q_1)$  olarak ifade edilmektedir. Limit değerlerin dışındaki bireysel noktalar yıldız imi ile gösterilmektedir [18].

**Tablo 1.** Borcka baraj gölü örnek alma noktaları ve su kalitesi verileri

YÜZEY	Nokta 1	Nokta 2	Nokta 3	Nokta 4
TP ( $\mu\text{g/L}$ )	16	14	11	<10
TN ( $\mu\text{g/L}$ )	326	447	492	327
Klorofil-a( $\mu\text{g/L}$ )	1	1	<1	<1
Seki Diski	2.4	2.3	2.3	2.3
Derinliği (m)				
ORTA				
TP ( $\mu\text{g/L}$ )	18	22	15	14
TN( $\mu\text{g/L}$ )	403	472	499	377
Klorofil-a( $\mu\text{g/L}$ )	2.1	2.7	2.1	2.7
DİP				
TP ( $\mu\text{g/L}$ )	23	27	18	17
TN( $\mu\text{g/L}$ )	547	517	530	491
Klorofil-a( $\mu\text{g/L}$ )	5.9	5.9	4.3	5.3

**Tablo 2.** Göl, Gölet ve Baraj Göllerinde Trofik Sınıflandırma Sistemi Sınır Değerleri <sup>(a)</sup>

Trofik seviye	Toplam P ( $\mu\text{g/L}$ )	Toplam N ( $\mu\text{g/L}$ )	Klorofil a ( $\mu\text{g/L}$ )	Secchi Disk Derinliği (m)
Oligotrofik	< 10	< 350	< 3.5	> 4
Mezotrofik	10-30	350-650	3.5-9.0	4-2
Ötrofik	31-100	651-1200	9.1-25.0	1.9-1
Hipertrofik	> 100	> 1200	> 25.0	< 1

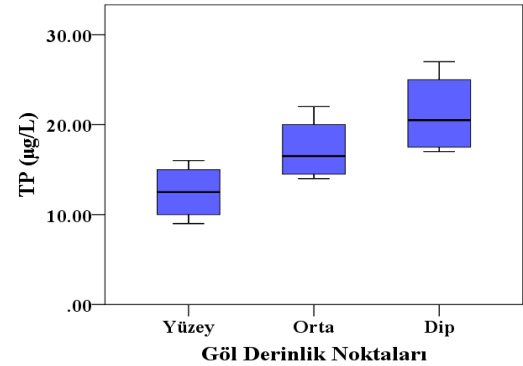
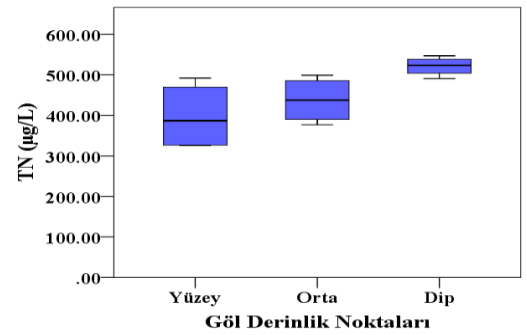
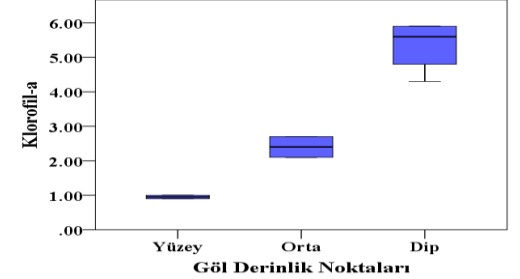
a 30.11.2012 (Resmî Gazete-15/4/2015-29327) 28483 sayılı Resmî Gazete'de yayınlanan "Yüzeysel Su Kalitesi Yönetimi Yönetmeliği"

Su kalitesi verileri için box-plot grafikleri Şekil 2.de gösterilmektedir. Box plot grafiğine göre; TP, TN ve klorofil-a değeri dip derinlikte daha yüksek, yüzeyle daha düşüktür. TP'nin yüksek olması, sedimentte fosfor salınımından kaynaklanabileceğini göstermektedir [19]. Klorofil-a değeri ötrofikasyon çalışmalarında ve alg biyokütlesinin belirlenmesi amacıyla ölçümü kolay olduğu için kullanılır [20].

### 3.2 Su Kalite Verilerinin Değerlendirilmesi

ANOVA analizi ikiden fazla bağımsız grubun ortalamalarının birbirinden farklı olup olmadığını test et-

mek için kullanılır. Ölçüm noktaları arasındaki su kalite parametresindeki farklılıklarını belirlemek amacıyla yapılan one way analizine göre TP, TN ve klorofil-a parametreleri arasında %95 güven aralığında gölün yüzey, orta ve dip noktalarında  $p<0.05$  olduğu için istatistiksel olarak farklılık olduğunu göstermektedir (Tablo 3).



**Şekil 2.** Toplam fosfor, toplam azot ve klorofil-a değeri için Box-Plot grafiği.



Bu parametrelerin farklı olduğu noktaları tespit etmek için ANOVA analizi yapılmıştır ve Tablo 4.'de verilmektedir. ANOVA analiz sonucuna göre  $p < 0.95$  olduğu için TP ve TN parametresinde gölün yüzey ve dip arasında, klorofil-a parametresinde ise gölün yüzey, orta ve dip arasında istatistiksel olarak fark olduğunu göstermektedir

**Tablo 3** Borçka baraj gölü su kalitesi için ANOVA analizi sonuçları

	Kareler Toplamı	df	Kareler ort.	F	Sig.
TP	153.500	2	76.750	5.213	.031
TN	31657.167	2	15828.583	4.322	.048
Klorofil-a	40.220	2	20.110	87.014	.000

**Tablo 4** Borçka baraj gölü su kalitesinin yüzey, orta ve dip noktaları için ANOVA analizi sonuçları

Bağımlı Değişken	(I) göl yeri	(J) gölyeri	Mean Diference (I-J)	Std. Error	Sig.
TP	Yüzey	Orta	-4.75	2.71	0.240
		Dip	-8.75*	2.71	0.025
	Orta	Yüzey	4.75	2.713	0.240
		Dip	-4.00	2.71	0.347
	Dip	Yüzey	8.75*	2.71	0.025
		Orta	4.00	2.71314	0.347
TN	Yüzey	Orta	-39.75	42.78	0.637
		Dip	-123.25*	42.78	0.044
	Orta	Yüzey	39.75	42.78	0.637
		Dip	-83.50	42.78	0.180
	Dip	Yüzey	123.25*	42.78	0.044
		Orta	83.50	42.78	0.180
Klorofil-a	Yüzey	Orta	-1.45*	0.339	0.005
		Dip	-4.40*	0.339	0.000
	Orta	Yüzey	1.45*	0.339	0.005
		Dip	-2.95*	0.33*	0.000
	Dip	Yüzey	4.40*	0.339	0.000
		Orta	2.95*	0.339	0.000

\*%95 güven aralığında istatistiksel olarak farklı olan noktaları göstermektedir.

### 3.4 Değişkenler arasında korelasyon

Faktör analizinin ilk aşaması değişkenler arasındaki korelasyonun belirlenmesidir [21]. Korelasyon analizi değişkenler arasında ilişki olup olmadığını böyle bir ilişki tespit edildiğinde bunun yönünü ve gücünü belirler. Korelasyon değeri 1'e ne kadar yakın ise ilişkinin kuvvetli olduğunu göstermektedir. Korelasyon analizi sonucuna göre; TN ile TP arasında pozitif yönde orta dereceli ilişki, klorofil-a ile yüksek derecede ilişki olduğunu göstermektedir. TN ile klorofil-a arasında ise yine pozitif yönde ve orta dereceli ilişki olduğunu göstermektedir (Tablo 5).

**Tablo 5.** Göl su kalite parametreleri arasında korelasyon matrisi

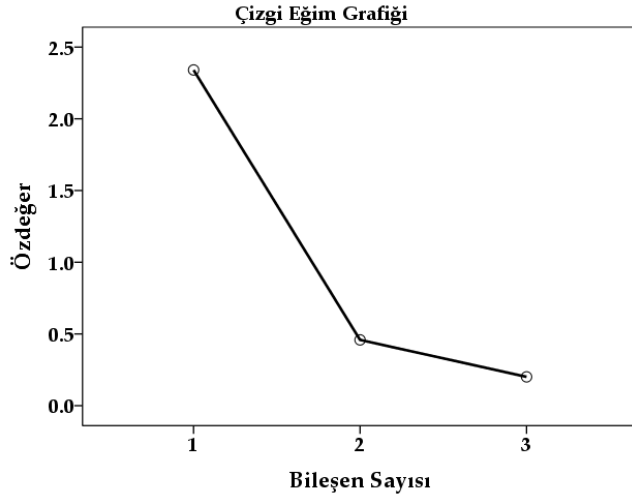
	TP	TN	Klorofil-a
TP	1.000		
TN	0.554	1.000	
Klorofil-a	0.776	0.674	1.000

### 3.3 Faktör Analizi

Borçka baraj gölü su kalitesini belirlemek için gölün dört köşesinden yüzey orta ve dip noktaları olmak üzere 16 su örneği alınarak 3 adet parametrenin analizi yapılmıştır. Faktör analizi yapmadan önce the Kaiser.Meyer.Olkin (KMO) [22] and Bartlett.s sphericity [23] testleri uygulanmıştır. KMO testi örneklemin analiz için yeterli olup olmadığını açıklar. KMO. 0 ile 1 arasında değer alır 1 e ne kadar yakınsa örneklem o kadar faktör analizine uygundur. Su kalitesinin istatistiksel analizi sonucunda KMO=0.68 değeri faktör analizi için uygun olduğunu göstermektedir. Bartlett testi değişkenler arasındaki korelasyonun yeterli olup olmadığına karar verir. Tüm korelasyon katsayıları sıfır olması boş hipotezini test eder. İstatistiksel analiz sonucunda p değeri  $< 0.05$  ise, veri seti faktör analizi için uygundur. Su kalitesi sonuçlarına göre p değeri 0.003 çıkmıştır.  $p < 0.05$  değeri faktör analizi için uygun olduğunu göstermektedir.

Bu çalışmada; özdeğeri 1'den büyük olan faktörler anlamlı kabul edilmiştir [14, 24]. Faktör yükleri 0.30-0.50 zayıf, 0.50-0.75 orta, 0.75> kuvvetli bir ilişki olduğunu göstermektedir [25, 26].

Çizgi eğim grafiği, temel veri yapısının bileşen sayısını belirlemek için kullanılır. Grafikte dikey eksen öz değeri yatay eksen ise faktörleri gösterir. Grafik faktörlerin öz değerleriyle eşleştirilmesi sonucunda bulunan noktaların birleştirilmesiyle elde edilir. Grafikte yüksek ivmeli hızlı düşüşlerin yaşandığı faktör önemli faktör sayısını verir. Yatay çizgiler faktörlerin getirdikleri ek varyansların katkılarının birbirine yakın olduğunu gösterir [27]. Şekil 3'e bakıldığında birinci ana bileşenden sonra eğimin çok fazla değişmediği görülmektedir. Ana bileşenlar analizi sonucunda, özdeğeri 1 den büyük bir ana bileşen belirlenmiştir.



Şekil 3. Çizgi eğim grafiği

Tablo 6. Borçka Baraj gölü için faktör analiz parametrelerinin varyans tablosu

Bileşen	Başlangıç Özdeğerler			Döndürülmüş Kareli Yüklerin Toplamı		
	Toplam	Varyans (%)	Kümülatif (%)	Toplam	Varyans (%)	Kümülatif (%)
1	2.340	78.010	78.010	2.340	78.010	78.010
2	0.459	15.288	93.298			
3	0.201	6.702	100.000			

Döndürme Metodu: Birincil bileşen analizi

Faktör analizi, su kalitesini etkileyen faktörleri belirlemek için ve normalize edilen veriler için kullanılır [28]. Faktör analizi tablosu Tablo 6.'da verilmektedir. Faktör analizi sonucunda; özdeğeri>1 olan ve herbirinin toplam varyansa oranı gittikçe azalan bir faktör belirlenmiştir. Bu bir faktör toplam varyansın %78.01'ini açıklamaktadır. Bu etki tarımsal alanlar ve gibi noktasal olmayan kaynaklardan ve evsel nitelikli olarak açıklanabilir [13]. Su kalitesini etkileyen TP (0.88), TN (0.83) ve Klorofil-a (0.93) parametresinin faktör yüklerine göre birbiri ile yüksek ilişkili olduğu sonucu ortaya çıkmıştır (Tablo 7).

Tablo 7. Faktör yükleri

	Bileşen
TP	0.883
TN	0.833
Klorofil-a	0.931

## 4 Sonuçlar

Su kalitesi analizi karmaşık bir yapıda olup, çok değişkenli istatistiksel analizlerin yapılması verilerin yorumlamasını kolaylaştırmaktadır [28]. Bu çalışmada; Çoruh Havzasında yer alan Borçka baraj gölünde su kalitesi değişimi çok değişkenli istatistiksel analizlerden ANOVA, faktör analizi ve Box-plot grafikleri çizilerek incelenmiştir.

Borçka baraj gölü su verileri ANOVA analizine göre değerlendirildiğinde; TP, TN ve klorofil-a parametreleri %95 güven aralığında gölün yüzey, orta ve dip noktaları arasında  $p<0.05$  olduğu için; TP ve TN parametresi gölün yüzeyi ve dibi arasında, klorofil a parametresi ise gölün yüzey, orta ve dip arasında istatistiksel olarak fark olduğu sonucu ortaya çıkmıştır.

Faktör analizi sonucunda; özdeğeri>1 olan ve herbirinin toplam varyansa oranı gittikçe azalan 1 faktör belirlenmiştir. Bu 1 faktör toplam varyansın %78.01'ini açıklamaktadır. Su kalitesini etkileyen TP (0.88), TN (0.83) ve klorofil-a (0.93) parametresinin faktör yüklerine göre birbiri ile yüksek ilişkili olduğu sonucu ortaya çıkmıştır.

Box plot grafikleri; TP, TN ve klorofil-a değeri bakımından dip derinlikte daha yüksek, yüzeyde ise daha düşük olduğunu göstermektedir.

Çalışma sonucunda; Borçka baraj gölü 30.11.2012 tarih (değişik Resmi Gazete-15/4/2015-29327) 28483 sayılı Resmi Gazete'de yayınlanan "Yüzeysel Su Kalitesi Yönetimi Yönetmeliği"nde verilen Göl, Gölet ve Baraj Göllerinde Trofik Sınıflandırma Sistemi Sınır Değerleri'nde verilen TP, TN, klorofil-a ve seki diski ölçümlerine göre değerlendirilmiş ve mezotrofik göl sınıfına girdiği belirlenmiştir.

## 5 Teşekkür

Yazar, su kalite verilerini sağladığı için Artvin Çevre ve Şehircilik İl Müdürlüğü'ne, harita çiziminde yardımcı olduğu için Artvin Çoruh Üniversitesi, Harita Mühendisliği Öğretim üyesi Doç.Dr.Halil Akıncı'ya teşekkür eder.

## 6 Kaynaklar

- [1]. Absalon, D.; Ruman, M.; Matysika, M.; Kozioł, K.; Polkowskad, Z. Innovative Solutions in Surface Water Quality Monitoring, APCBEE Procedia. 2014; 10, 26 – 30.
- [2]. Syvitski, J.P.M.; Vörösmarty, C.J.; Kettner, A.J.; Green, P. Impact of humans on the flux of terrestrial sediment to the global coastal ocean. Science. 2005; 308, 376–380.
- [3]. Yılmaz, F. Mumcular Barajı (Muğla-Bodrum)'nın Fiziko-Kimyasal Özellikleri. Ekoloji 13, 2014; 50, 10-17.

- [4]. Varol, M. Dicle Baraj Gölü Su Kalitesinin Su Kirliliği Kontrolü Yönetmeliği'ne Göre Değerlendirilmesi. *Türk Tarım Ve Doğa Bilimleri Dergisi*. 2015; 2(1), 86-91.
- [5]. Gürer, İ. Küresel Isınma, Türkiye'nin Su Kaynakları, Olası Etkileşim. I. Türkiye İklim Değişikliği Kongresi, 11-13 Nisan, İTÜ, İstanbul, s. 8-27. 2007.
- [6]. DSİ. Devlet Su İşleri Genel Müdürlüğü. <http://www.dsi.gov.tr/toprak-ve-su-kaynaklari.20.10.2015>
- [7]. Özdemir, N.; Yılmaz, F.; Yorulmaz, B. Dalaman Çayı Üzerindeki Bereket HidroElektrik Santrali Baraj Gölü Suyunun Bazı Fiziko-Kimyasal Parametrelerinin ve Balık Faunasının Araştırılması. *Ekoloji*. 2007; 16 (62), 30-36.
- [8]. Boztuğ, D.; Dere, T.; Tayhan, N.; Yıldırım, N.; Danabaş, D.; Yıldırım, N.C.; Önal, A.Ö.; Danabaş, S.; Ergin, C.; Uslu, G.; Ünlü, E. Uzunçayır Baraj Gölü (Tunceli) Fiziko-Kimyasal Özellikleri ve Su Kalitesinin Değerlendirilmesi. *Adıyaman Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*. 2012; 2 (2), 93-106.
- [9]. Sucu, S., Dinç, T. Çoruh Havzası Projeleri, TMMOB 2. Su Politikaları Kongresi. 33-38, 2008.
- [10]. DSİ. 26. Artvin Bölge Müdürlüğü <http://www2.dsi.gov.tr/bolge/dsi26/artvin.htm>.
- [11]. Orhan, F., Baraj Göllerinin Alternatif Ekonomik Faaliyetlerde Kullanımı: Borçka Baraj Gölü Örneği, *Marmara Coğrafya Dergisi Sayı*. 2015; 32, 380-402.
- [12]. Arslan, H.; Yıldırım, D. Water quality assessment of the drainage canals in bafra plain using multivariate statistical analysis. *Journal of Agricultural Faculty of Gaziosmanpaşa University*. 2011; 28(2), 61-71.
- [13]. Simeonov, V.; Stratis, J. A.; Samara, C.; Zachariadis, G.; Voutsas, D.; Anthemidis, A.; Sofoniou, M.; Kouimtzi, T. Assessment of the surface water quality in Northern Greece. *Water Res*. 2003; 37, 4119-4124.
- [14]. Kalaycı, Ş. SPSS Uygulamalı çok değişkenli istatistik teknikleri. *Asil Yayın Dağıtım*. 2009; 426 pp.
- [15]. Özdamar, K. Paket Programları İle İstatistiksel Veri Analizi- 2 (Çok Değişkenli Analizler), Kaan Kitapevi, Eskişehir, 2002.
- [16]. Dillon, W.R.; Goldstein, M. *Multivariate Analysis Methods and Application*. John and Wiley and Sons. 1984.
- [17]. Bilgin, A. An assessment of water quality in the Coruh Basin (Turkey) using multivariate statistical techniques, *Environ Monit Assess*. 2015; 187(11):721.
- [18]. Vega, M.; Pardo, R.; Barrado, E.; Deban, L. Assessment of seasonal and polluting effects on the quality of river water by exploratory data analysis. *Water Res*. 1998; 32, 3581-3592.
- [19]. Fakıoğlu, Ö.; Demir, N. Beyşehir Gölü Fitoplankton Biyokütlesinin Mevsimsel ve Yersel Değişimleri, *Ekoloji* 20. 2011; 80, 23-32.
- [20]. Muslu, Y., Göl ve Haznelerde Su Kalitesi Yönetimi ve Alg Kontrolü, İSKİ, İstanbul. 2001.
- [21]. Mahmood, A.; Mugbool, W.; Mumtaz, M.W.; Ahmad, F. Application of Multivariate Statistical Techniques for the Characterization of GroundWater Quality of Lahore, Gujranwala and Sialkot (Pakistan), *Pak. J. Anal. Environ. Chem*. 2011; 12, 102-113.
- [22]. Kaiser, H., *Psychometrika*, 35, 1970. 401 pp.
- [23]. Bartlett, M.S. A note on the multiplying factors for various chi square approximations. *Journal of Royal Statistical Society*, 16(Series B), 1954; 296-298.
- [24]. Kim, J.O.; Mueller, C.W. *Introduction to Factor Analysis: What It Is and How to Do It*. Quantitative Applications in the Social Sciences Series. Sage University Press, Newbury Park. 1987.
- [25]. Liu, C.W.; Lin, K.H.; Kuo, Y.M. Application of factor analysis in the assessment of groundwater quality in a blackfoot disease area in Taiwan. *Sci. Tot. Environ*. 2003; 313, 77-89.
- [26]. Wang, Y.; Wang, P.; Bai, Y.; Tian, Z.; Li, J.; Shao, X.; Mustavich, L.F.; Li, B.L. Assessment of surface water quality via multivariate statistical techniques: A case study of the Songhua River Harbin region, China. *Journal of Hydro-environment Research*. 2013; 7-30.
- [27]. Büyüköztürk, Ş. *Factor Analysis: Basic Concepts and Using to Development Scale*. Educational Administration in Theory and Practice. 2002; 32, 470-483.
- [28]. Singh, K.P.; Malik, A.; Sinha, S. Water quality assessment and apportionment of pollution sources of Gomti river (India) using multivariate statistical techniques-a case study, *Anal. Chim. Acta*. 2005; 538, 355-374.

## Gıdalarda Biyojen Aminler

Vahit Akyol<sup>1\*</sup>, Akif Kundakçı<sup>2</sup>, Bülent Ergönül<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Manisa,

vahitakyol@gmail.com

<sup>2</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Manisa,

akifkundakci@yahoo.com

<sup>3</sup>Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Manisa,

bulent.ergonul@hotmail.com

\*İletişimden sorumlu yazar / Corresponding author

Geliş / Recieved: 14 Nisan (August) 2014

Kabul / Accepted: 12 Ocak (December) 2015

DOI: <http://dx.doi.org/10.18466/cbujos.89924>

### Özet

Biyojen aminler, amino asitlerin dekarboksilasyonu sonucunda ya da aldehit ve ketonların aminasyon ve transaminasyonu ile oluşmuş bileşiklerdir. Biyojen aminlerin tüketilen gıdalarda belirli bir dozun üzerinde olması sağlığı olumsuz etkilemekle birlikte yüksek dozlarda ölümlere yol açabileceği de bildirilmektedir. Bu yüzden fermantasyon sırasında oluşan bu zararlı bileşiklerin niceliğinin bilinmesi gerek insan sağlığı için gerekse gıdanın kalitesi açısından büyük önem taşımaktadır. Bu noktadan hareketle, bu derlemede, gıdalarda bulunan biyojen aminlerin oluşum mekanizmaları ve insan sağlığı üzerine olan etkileri ele alınmıştır.

**Anahtar Kelimeler** – Biyojen amin, transaminasyon, aminasyon, dekarboksilasyon, tiramin, putresin, kadaverin, histamin

## Biogenic Amines in Foods

### Abstract

Biogenic amines are compounds formed by decarboxylation of amino acids or amination or transamination of aldehydes and ketones. Biogenic amines have adverse effects on health when taken into body over certain doses, further more, they may cause to death when consumed at higher doses. Amounts of these compounds which are produced during fermentation in foods are important in terms of consumer health and food quality. From that point of view, in this study it was aimed to review the formation mechanisms of biogenic amines and their health effects.

**Keywords** – Biogenic amines, transamination, amination, decarboxylation, tyramine, ptrescine, cadaverine, histamine

### 1 Giriş

Fermente gıdalar; kendine özgü geleneksel ve özel bir lezzete sahip olduklarından dolayı toplumun beslenme alışkanlıklarında önemli yere sahip olan bir besin grubudur. Fermente gıdalar sağlık açısından faydaları ve sağlıklı ilişkili olan yararlı mikroorganizmaları barındırmaları, antioksidan özellikleri ve gıdaların besin değerinin arttırılmasına yardımcı olmaları nedeni ile tüketilmesi tavsiye edilmektedir.

Ülkemizde yoğurt, tarhana, sucuk, kefir, boza gibi fermente ürünler sıklıkla tüketilmektedir. Ancak tüketilmesi tavsiye edilen bu gıdalarda fermantasyon sonucunda; insan sağlığını olumsuz yönde etkileyecek biyojen amin bileşikleri de oluşabilmektedir. Biyojen aminlerin tüketilen gıdalarda belirli bir dozun üzerinde olması sağlığı olumsuz etkilemekle birlikte yüksek dozlarda ölümlere yol açabileceği de bildirilmektedir. Bu yüzden fermantasyon sırasında oluşan bu zararlı bileşiklerin niceliğinin

bilinmesi gerek insan sağlığı için gerekse gıdanın kalitesi açısından büyük önem taşımaktadır.

Birçok fermente gıdada biyojen aminlerin varlığının araştırılması konusunda çalışmalar mevcuttur. Araştırmalar daha çok et ürünleri üzerinde ve fermente gıdalarda yoğunlaşmaktadır. Biyojen aminlerin gerek insan sağlığı gerekse gıda kalitesi açısından öneminin artmasına paralel olarak farklı fermente gıdalarda araştırmalar yapılmaya başlanmıştır.

Bu derlemede, gıdalarda bulunan biyojen aminler ve sağlık üzerine etkileri üzerinde durulmuş, konuya ilişkin yapılmış çalışmalar irdelenmiştir.

## 2 Biyojen Aminler ve Oluşum Mekanizmaları

Biyojen aminler, amino asitlerin dekarboksilasyonu sonucunda ya da aldehit ve ketonların aminasyon ve transaminasyonu ile oluşmuş bileşiklerdir [1]. Gıdalarda oluşan en önemli biyojen aminler histamin, putresin, kadeverin, triamin,  $\beta$ -feniletülin, spermidin, triptamin, spermindir. Bu aminler sırasıyla histidin, ornitin, lizin, tirozin, fenil alanin, arginin ve triptofan amino asitlerinden dekarboksilazların etkisi sonucu oluşmaktadır [2].

Histamin, tiramin, agmatin, putresin, kadaverin, spermin ve spermidin gibi biyojenik aminlerin tespit edilmesi sadece toksik etkilerinden dolayı önemli olmakla birlikte, ayrıca gıdaların tazelik ya da bozulma derecesinin bir indikatörü olarak da kullanılmaktadır [3].

Biyojen aminler, hayvanlar, bitkiler ve mikroorganizmalarda metabolik işlemler sonucu miktarları artan, alifatik, alisiklik ve heterosiklik yapıya küçük molekül kütleli organik bazlar olup; bir amino asitten alfa karboksilik grubun ayrılması ile biyojen amin oluşumu başlamaktadır. Biyojen aminlerin çoğunun adlandırılmasında köken aldığı amino asidin adından yararlanılmaktadır. Monoamin grubunda yer alan histamin, tiramin, triptamin ve 2-feniletülin, sırasıyla histidin, tirozin, triptofan ve fenilalaninden meydana gelmektedir. Putresin ve Kadeverin diammin olup; ornitin ve lizin aminoasidinden oluşmaktadır.

Putresin, poliaminler olan spermin ve spermidinin öncül bileşimidir. Bu aminler, hammaddeye özgü dekarboksilaz aktivitesi sonucunda üretilebildikleri gibi, aynı zamanda dekarboksilaz pozitif mikroorganizmaların uygun koşullar altında gerçekleştirdikleri enzim aktivitesi ile de oluşmaktadır [4].

Gıdalarda uygun sıcaklık (20-37 °C) ve pH (5-7) ile yeterli miktarda (bir gramda  $>10^6$ ) biyojen amin oluşmasını sağlayan mikroorganizma olması durumunda, biyojen amin oluşumunun arttığı, ancak tuz oranının % 5'ten fazla olması durumunda ise biyojen aminlerin oluşumunun azaldığı bildirilmektedir. Biyojen aminlerin oluşumu, pH'nın artmasına sebep olmaktadır. Asitliğin mikroorganizma canlılığını etkileyecek düzeyde artmasına karşı biyojen amin oluşturulmasının, gelişme ve canlılığın devamı açısından gerekli olduğu düşünülmektedir. Çalışmalara göre elde edilen sonuçlarda farklı tipte peynirlerde asitlik artışının biyojen amin oluşumunu etkilediğini göstermektedir. Bu sonuçların, bakterilerin biyojen aminleri asidik ortama karşı koruyucu mekanizma olarak karşı oluşturdukları teorisini desteklemektedir [5, 6].

Eğer pH ne kadar yüksek ise bakteriyel mikroflora da o kadar kompleks olmaktadır. pH şaraptaki mikroorganizmalar için seçici bir faktör olmaktadır. Şarapların pH'sı 3 ile 4 arasında değişmektedir. Yüksek pH değerlerinde amin üretimi de bu pH aralığında her zaman yüksek miktarlarda olmaktadır. Bu durum bakteriyel çeşitliliğin ve toplam büyümenin kolay olmasının bir sonucu olarak ortaya çıkmaktadır. Bu sebeple; kırmızı şaraplara göre asitliği daha yüksek olan beyaz şarapların biyojen amin içerikleri daha düşüktür [7].

Hammaddede doğal olarak bulunan mikrobiyel floranın, ürünün olgunlaşması sırasında biyojen amin oluşumu üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu belirlendiğinden dolayı, kaliteli hammadde seçimi amin üreten bakteri sayısını en aza indirecektir [8].

Glisin (%10 w/v), sorbik asit (%0,1-0,2 w/v) ve sitrik, malik, süksinik asit (%10 w/v) gibi katkıların da biyojen amin sentezini azaltıcı yönde bir etkiye sahip oldukları bildirilmektedir [9]. Gıdalarda biyojen amin oluşumu, dekarboksilaz enzim üretme yeteneği olan mikroorganizmaların varlığına bağlı olup aynı

zamanda uygun kofaktör ve/veya bir indükleyici ile dekarboksilaz enzim sentezi için koşulların uygun olmasına ve ortamda bulunan amino asit konsantrasyonuna bağlıdır. Bu nedenle biyojen amin oluşumunu kontrol altına alabilmek için, bunu etkileyen kritik faktörlerin kesinlikle bilinmesi gerekmektedir [10].

Gıdalardaki aminler enzimatik aktivite sonucu veya bakterilerin dekarboksilaz aktivitesi sonucu oluştuğlarına göre enzimatik aktivitenin kontrol edilmesi ve bakteriyel üremenin engellenmesi gıdalarda ki amin miktarının kontrol edilmesinde oldukça önemlidir. Gıdaların üretim şartlarında amin oluşumunu etkilemektedir. Örneğin üretim sırasında kullanılan katkı maddeleri, ürünün pH'sı, depolama sıcaklığı, pişirme şekilleri, starter kültürün çeşidi gibi uygulanan işlemler biyojen amin oluşumu üzerinde etkilidir [9].

Biyojen aminler daha çok proteince zengin gıdalar ve fermente gıdalarda oluşmaktadır. Biyojen aminlerin oluşumunu; serbest amino asitlerin varlığı, yüksek dekarboksilaz enzim aktivitesi gösteren mikroorganizmaların ortamda bulunması ve bunların sayısı ile mikroorganizmaların gelişimi ve dekarboksilazların oluşumu için pH ve sıcaklık gibi uygun çevre koşullarının var olması etkilemektedir [11].

Bakterilerin tümünde aminoasit dekarboksilaz enzimi geniş ölçüde bulunmamasına rağmen, *Bacillus*, *Citrobacter*, *Clostridium*, *Klebsiella*, *Escherichia*, *Proteus*, *Pseudomonas*, *Salmonella*, *Shigella* ve *Photobacterium* gibi bakterilerin yanı sıra *Lactobacillus*, *Lactococcus*, *Leuconostoc*, *Pediococcus* ve *Streptococcus* gibi laktikasit bakterileri bir veya daha fazla aminoasidi dekarboksile etme yeteneğine sahiptir [12].

Laktik asit bakterilerinin bazı türleri dekarboksilaz aktivitesine sahip olup genellikle tiramin üretirler. Micrococcaceae familyası üyeleri de putresin, kadeverin ve 2-feniletülenamin üretme yeteneğine sahiptir. Bununla birlikte koagülaz negatif *Staphylococcus*'ların güvenli starter kültür olarak kullanılabileceği de belirtilmiştir [13]. LAB (*Leuconostoc*, *Lactobacillus*, *Pediococcus*, *Streptococcus*) ile *Bacillus*, *Citrobacter*, *Clostridium*, *Klebsiella*, *Escherichia*, *Proteus*, *Pseudomonas*, *Salmonella*, *Shigella*, *Photobacterium* gibi bakteri

türleri biyojen amin üretebilme yeteneğine sahiptirler [14].

### 3 Biyojen Aminlerin Fonksiyonları

Biyojen aminlerin vücutta önemli biyolojik görevleri vardır. Protein, hormon ve nükleik asit sentezinin ilk basamağını oluştururlar. Putresin, spermin, spermidin gibi poliaminler ise canlı hücreler için vazgeçilmez bir bileşendir. Ayrıca poliaminler, bağırsaklardaki immunolojik sistemde ve normal metabolik fonksiyonların sürdürülmesinde de gerekli olmaktadır [15].

Biyojen aminler hormonların, nükleik asitlerin ve protein sentezinde azot kaynağını oluşturmaktadırlar. Biyojen aminler aynı zamanda vücut sıcaklığının dengelenmesi ve kan basıncının artması yada azalmasını etkileyebilmektedirler. Poliaminler vücuttaki tüm organların gelişimi, hücrelerin yenilenmesi ve metabolizmaları için gerekli olup bağışıklık sisteminin güçlenmesi için önemlidir. Putresin, kadeverin ve spermidin gibi bazı biyojen aminler serbest radikal tutucu olarak hareket edebilirler. Tiramin içeriğinin artması ile birlikte antioksidan aktivitesinde belirgin bir düzeyde artmaktadır [16]. Bazı biyojen aminler ise gıdalarda tadın gelişimine katkıda bulunmaktadır [3].

Histamin insan vücudunda bazı fizyolojik fonksiyonlarda;

- Düz kasların kasılması (rahim, bağırsak, akciğer vb.),
- Kan damarlarının genişlemesi,
- Mide asit salgısını,
- Hücresel büyüme ve farklılaşma
- Hemen hemen tüm alerjik reaksiyonlarda etken madde
- Hemen hemen tüm ağrı reaksiyonlarında etken madde olarak görev alır [17].

Biyojen aminler ökaryotik hücrelerde; hormonlar, alkaloidler, nükleik asitler ve proteinlerin sentezinde görev alan etken bileşiklerdir [18]. Putresin ve spermin gibi diğer biyojen aminler ise kritik biyolojik reaksiyonlarda görev alıp nörotransmitter olarak önemli bir role sahiptir [19].

Belli dozlarda toksik olan biyojen aminler kadaverin, putresin, spermidin, spermindir. Biyojen aminler psikolojik vakalarda yakından ilgilidir. Serotonin iştah, ruh hali, uyku düzenlenmesinde yer alan bir hormondur.

Tiramin birçok gıdada bulunur ve yüksek tansiyon ve baş ağrısına sebep olabilmektedir. Adrenalin, dopamin ve noradrenalin üç katekolamin nörotransmitterdir. Adrenalin beyinde çok düşük seviyelerde bulunup stres anında salgılanan bir hormondur. Dopamin motivasyon sağlayan ve bedensel faaliyetleri hızlandıran bir hormondur. Noradrenalin ise uyku ve uyanıklık durumu ile dikkat, beslenme alışkanlıkları ve sinir sistemini düzenleyen bir hormondur [17].

Bazı çalışmalar mikroorganizmaların aminler fizyolojik rolü üzerinde yeni ve ilginç hipotezler üretmektedir [20]. *E. coli* içinde *oxyR* oksidatif strese karşı *E. coli* koruma geninin ifadesi biyojen aminlerden putresinin fizyolojik konsantrasyonları ile geliştirilmiştir. Ayrıca DNA reaktif oksijen türleri tarafından zarar görmüş ise putresin koruyucu bir etki göstermektedir [20].

Katesolamin, indolamin, histamin gibi bazı aminler çeşitli metabolik fonksiyonlarda özellikle sinir sistemi ve kan basıncının kontrolünde önemli görevler alırlar.  $\beta$ -feniletılamin ve tiramin kan basıncının yükselmesinde etkili olurken histamin ise tersine kan basıncının düşürülmesinde etkili olmaktadır [9]. Diğer büyüme faktörleri gibi benzer şekilde putresin, spermidin ve spermin DNA, RNA ve protein sentezinin neredeyse bütün basamaklarında yer almaktadır. Bu nedenle hücrenin çoğalması ve büyümesi için gereklidirler [21].

Aminler aroma ve tat maddelerinin öncü basamağı görevini alırlar. Böcekler karakteristik amin kokusuna sahiptirler. Bunda rimetilamin ve izopentilamin asıl rolü oynamaktadır. Bu koku bozulmuş balık ve diğer et ürünlerinde daha belirgin şekilde ortaya çıkmaktadır.  $\beta$ -feniletılamin feniletılilen yağının öncüsüdür. Çayda çayın kendine özgü tadını veren tanenin ana unsuru etilamindir [22].

#### 4 Gıdalarda Biyojen Aminler

Gıdalarda bulunan biyojen aminler üretim koşullarına, uygulanan işlemlere, depolama koşullarına bağlı olarak değişiklik göstermektedir. Aminler, gıdaların enzimatik aktivitesi ya da bakterilerin dekarboksilaz aktivitesi ile oluştuğu için, gıdalarda bulunan amin içeriğini kontrol etmek için dekarboksilaz aktivitesini engellemek ve bakteriyel gelişiminin

önlemesi açısından büyük önem taşımaktadır. Balık ve ürünleri, et ve ürünleri, süt ürünleri, şarap, bira, meyve ve sebzeler, çikolata, fermente sebze ürünleri gibi gıdalarda biyojen aminleri meydana getirebilmektedir [23]. Çeşitli gıdalardan izole edilen mikroorganizmalar ile tespit edilen biyojen aminler Çizelge 1'de verilmiştir.

Biyojen aminler sağlığa zararlı olabilecek bileşikler olup bu bileşiklerin yüksek konsantrasyonlarını ihtiva eden gıdaların tüketimi toksik reaksiyonlara neden olabilir. Gıdalarda bulunan biyojen aminlerin oluşması gıdada ki serbest amino asitlerin durumuna, biyojen amin üreten enzimlerin varlığına ve enzim üretimini ve aktivitesini etkileyen koşullara bağlıdır [24].

Gıdalarda biyojen aminlerin belirlenmesinin başlıca 2 temel amacı vardır. Bunlardan birincisi potensiyel toksik etkileri olup diğeri ise gıda kalite indikatörleri olarak kullanılmalarıdır [25].

Ülkemizde gıdalarda bulunan biyojen aminlerde histamin dışında belirlenmiş yasal üst sınır değeri bulunmamaktadır. Ancak balıklarda histamin miktarının 200mg/kg'ı aşmaması gerektiği bildirilmiştir [26]. AB balık etindeki histamin yasal limitini 10 mg/100g belirtirken, bu limit FDA (Food Drug Administration) tarafından 5 mg olarak belirtilmiştir [27].

**Çizelge 1.** Çeşitli gıdalardan elde edilen biyojen aminler ve izole edilen mikroorganizmalar [28].

Gıda	İzole Edilen Mikroorganizma	Biyojen Amin
Balık	<i>Mornogella morgoni</i>	Histamin Tiramin Kadaverin Putresin Agmatin Spermin Spermidin
	<i>Klebsiella pneumonia</i>	
	<i>Hoilfnia alvei</i>	
	<i>Proteus mirabilis</i>	
	<i>Clostridium perfringens</i>	
	<i>Enterobacter aerogenes</i>	
	<i>Vibrio alginolytiens</i>	
	<i>Bacillus spp.</i>	
	<i>Staphylococcus xylosum</i>	

<b>Peynir</b>	<i>Lactobacillus buchneri</i> <i>Lactobacillus sp. 30a</i> <i>L. bulgaricus</i> <i>L. plantarum</i> <i>L. casei</i> <i>L. acidophilus</i> <i>Streptococcus faecium</i> <i>S. mitis</i> <i>Bacillus macerans</i> <i>Propioni bacterium</i>	Histamin Kadaverin Putresin Tiramin $\beta$ -feniletülenamin Triptamin
<b>Et ve Et Ürünleri</b>	<i>Pediococcus</i> <i>Enterobacteriaceae</i> <i>Lactobacillus</i> <i>Pseudomonas</i> <i>Streptococcus</i> <i>Micrococcus</i>	Histamin Kadaverin Putresin Tiramin $\beta$ -feniletülenamin Triptamin
<b>Fermente Sebzeler</b>	<i>Lactobacillus plantarum</i> <i>Pediococci sp.</i> <i>Leuconostoc mesenteroides</i>	Histamin Kadaverin Putresin Tiramin Triptamin
<b>Fermente Soya Ürünleri</b>	<i>Rhizopus oligosporus</i> <i>Trichosporon beiglli</i> <i>Lactobacillus plantarum</i>	Histamin Kadaverin Tiramin Triptamin

Özdekan ve Üren'in [29] yapmış oldukları çalışmada 15 adet ev yapımı ve 5 adet piyasada satışı sunulan tarhana numunelerine ait biyojen amin içeriğini araştırmışlar ve tiraminin hakim biyojen amin olduğunu saptamışlardır.

Keşkekoğlu [12] tarhana örneklerinde fermentasyon ve depolama süresi boyunca biyojen amin içeriklerindeki değişimi araştırmış ve tarhana örneklerinde metilamin,  $\beta$ -feniletülenamin ve triptamine rastlamazken değişik miktarlarda putresin, kadaverin, spermidin, spermin, tiramin, histamin ve agmatin tespit etmiştir. Ayrıca çalışma sonucunda tarhanalardaki major biyojen aminlerin putresin, agmatin ve tiramin olduğunu bildirmiştir.

Gezginç ve ark. [30] ev yapımı 58 yoğurttan izole edilen *Streptococcus thermophilus*' un biyojen amin formasyonuna etkisini araştırmışlar izole edilen *Streptococcus thermophilus*

mikroorganizmalarının çok düşük miktarda histamin ürettiğini saptamışlardır. Bir izolat dışında tiramin miktarının 47 izolatta düşük seviyede olduğunu 10 izolatta ise orta seviyede olduğunu bildirmişlerdir. Ayrıca *S. thermophilus* ile üretilen her bir biyojen amin tipinin 100mg/L' den düşük seviyede olduğunu saptamışlardır.

Sömer [31] dayanıklı yoğurtların mikrobiyolojik, fizikokimyasal özelliklerinin ve biyojen amin içeriklerinin belirlenmesi amacıyla Türkiye'deki 5 farklı ilde (Afyon, Aydın, Burdur, Isparta ve Muğla) 32 adet süzme yoğurttan yapmış olduğu çalışmada biyojen aminlerden kadaverin, putresin, tiramin ve  $\beta$ -feniletülenamini tespit edememiş ve yoğurt örneklerinin hepsinde sadece triptamini belirlemiştir.

Balık ve balık ürünleri proteince zengin olup avlanma aşamasından tüketim noktasına kadar uygun koşullarda muhafaza edilmediği takdirde insan sağlığı için tehlikeli bir besin haline gelmektedir [32].

Biyojen aminler balık bozulmalarında kimyasal indikatör görevi görmeleri ve gıda zehirlenmesi riskinden yarattıklarından dolayı önemlidir [33]. Biyojen aminler balıkların bozulmasının belirlenmesi açısından bir kalite kriteri olarak kabul edilmektedirler.

Köse ve ark. [34] yapmış oldukları çalışmada 11 farklı Avrupa ülkesinden temin edilen 30 balık ve Türkiye'den temin edilen 35 balık örneği ile toplam 65 örnekte biyojen aminlerin varlığını analiz etmişlerdir. Tüm örneklerde histamin değeri 70 ile 1,544 mg/kg arasında çıkmış olup bunlardan 11 örnekte FDA' nın izin verdiği 50mg/kg sınırın aşıldığını ve 4 örnekte ise AB ve Türkiye'nin izin verdiği limitlerin aşılmış olduğunu tespit etmişlerdir.

Koral ve ark. [35], Türkiye ve Avrupa ülkelerine ait 78 adet deniz balığı örneğinde biyojen amin içeriği, tuz, nem, su aktivitesi içeriği ve mikrobiyolojik sayımları için analiz ettikleri çalışmada örneklerin yaklaşık %10'u FDA ve AB'nin izin vermiş olduğu limitlerin üzerinde olduğunu saptamışlardır. Biyojen aminler arasında en yüksek değer 524 ppm ile tiramin olup en yüksek histamin değerini 422 ppm ile salamura hamside bulmuşlardır.

Kulawik ve ark. [36] tarafından buz içinde 21 gün depolanan taze Tilipia balığında (*Oreochromis niloticus*) analiz edilen histamin, kadaverin, putresin, spermin, spermidin, 2-feniletülenamin,



agmatin ve tiramin biyojen aminlerinin nispeten düşük seviyelere ulaştığını tespit edilmiştir.

Çoban ve Patır [37] Elazığ ilinde dondurulmuş olarak tüketime sunulan 3 farklı firmaya ait karides ve kalamarların histamin düzeyini araştırmış ve örneklerdeki histamin düzeyinin firmalar arasında ki farklılıkların önemsiz olduğunu bildirmiştir ( $p>0,05$ ).

Hu ve ark. [38] yapmış oldukları çalışmada 74 balık örneği, kalamar ve ahtapotta kolon öncesi türevlendirme ile birlikte HPLC yöntemine göre biyojen amin varlığını araştırmışlardır. Ayrıca su ürünlerinde depolama sırasında ki biyojen amin oluşumu ile mikroflora gelişimi arasında ki ilişkiyi de incelemişlerdir. Sonuçta putresin, kadeverin, histamin ve tiramin biyojen aminlerinin çalışılan örneklerde baskın olduğunu fakat histamin ve tiramin biyojen amini miktarının sırasıyla 50 mg/kg ve 100 mg/kg'dan az olduğunu saptamışlardır.

Hosseini ve ark. [39] tarafından Sazan balıklarında (*Cyprinus carpio*) buzlama işleminden önce yapılan 4 ile 8 saat arasında buzda bekletmenin 4 günlük bir periyotta ki biyojen amin içeriği ve toplam canlı sayısı üzerine etkisi araştırılmış buzda bekletme işleminin toplam canlı sayısını arttırdığı ve biyojen amin miktarının artmasıyla iyi bir korelasyon gösterdiğini saptamışlardır. Elde edilen verilerde putresin ve kadeverin biyojen amin miktarının tüm örneklerde baskın olduğu ve bunların sazan kalitesini belirlemek için önemli bir parametre olduğunu ifade etmişlerdir. Dondurulmuş olarak muhafaza edilen inci kefalinde (*Chalcalburnus tarichi*) hiçbir örnekte histamin ve tiramin bulunmamıştır [40].

Buňka ve ark. [41] Çek Cumhuriyetinde ki restoranlar da kullanılan tatlı su balığı, deniz balıkları ve sudaki diğer canlılara ait 112 çığ örnekte histamin, tiramin, feniletilamin, triptamin, putresin, kadaverin, spermidin ve spermin biyojen aminleri içeriğini araştırmışlardır. Biyojen amin içerikleri tüm örneklerde yüksek bulunmuş ve 6 balık örneğinde ise yasal sınır olan 200 mg/kg'ın üzerinde olduğunu ifade etmişlerdir.

Biyojen aminlerin varlığına şarap ve bira gibi fermente içeceklerde de rastlanmaktadır. Histamin, tiramin ve kadeverinin birada nispeten yüksek miktarlarda bulunması, bunların bira üretim sürecinde mikrobiyal kontaminasyonun

indikatörü olarak değerlendirilmiştir. Bu aminlerin var olması, laktik asit bakterileri gibi kontamine mikroorganizmaların varlığı ile ilişkilendirilmektedir [42].

Deetae ve ark. [43] yaptıkları çalışmada Fransadaki 17 Asya markalı 51 adet bira numunesinde okratoksin A ve biyojen amin araştırması yapmışlar ve okratoksin A konsantrasyonu ile biyojen amin miktarı arasında yüksek bir korelasyon olduğunu ortaya koymuşlardır. Biyojen aminleri tüm örneklerde 6,15-47,30 mg/L seviyeleri arasında tespit etmişlerdir.

Aflaki ve ark. [44] hızlı, hassas ve tekrarlanabilir bir yöntem olan HPLC' de alkolsüz birada 9 çeşit biyojen aminlerin belirlenmesi için benzoilasyon prosederü geliştirmişlerdir. Burada reaktif hacminin ve pH'nın önemli bir faktör olduğunu tespit etmişlerdir. Optimize edilen bu metot da yüksek düzeyde korelasyon ve verim elde etmişlerdir.

Anli ve ark. [45] Türkiye'de tüketilen biralarda depolama koşullarının ve depolama sıcaklığının biralardaki biyojen amin içeriğine olan etkisi araştırılmış ve depolama sıcaklığı ve depolama süresinin biyojen amin içeriğinde önemli ölçüde etkili olduğunu ortaya koymuşlardır. Histamin ve putresin miktarı depolama sırasında arttığını ancak bir süre sonra azalma gösterdiğini ve 6 hafta sonra en yüksek seviyeye ulaştığını tespit etmişlerdir.

Choi ve ark. [46] Kore'nin değişik bölgelerinden topladıkları 20 adet kutu bira örneğinde biyojen amin analizi yaptıkları çalışmada sonuçların triptamin için tespit değerinin altı ile 1.10 mg/100mL arasında değiştiğini, 2-feniletilamin için tespit değerinin altı ile 0.69 mg/100mL arasında değiştiğini, putresin için 0.53 mg/100mL ile 3.56 mg/100mL arasında değiştiğini, kadeverin için 0.10 mg/100mL ile 1.56 mg/100mL arasında değiştiğini, histamin için 0.13mg/100mL ile 2.65mg/100mL arasında değiştiğini, tiramin için 0.10mg/100mL ile 4.96mg/100mL arasında değiştiğini, spermidin için tespit değerinin altı ile 2.29mg/100mL arasında değiştiğini ve spermin için tespit değerinin altı ile 1.02mg/100mL arasında değiştiğini ifade etmişlerdir. Agmatinde ise hiçbir bira örneğinde saptanmadığını bildirmişlerdir.

Biyojen aminler et ve et ürünlerinde de bulunur ve aynı zamanda depolama sırasında tazelik ve

hijyen ölçüsü olarak kabul edilir. Tiramin, kadeverin, putresin ve histamin et ve et ürünlerinde bulunan en yaygın biyojen aminlerdir. Histamin biyojen amini konsantrasyonu ise kırmızı etlerde genellikle balıklara göre daha düşük seviyelerde bulunmaktadır [47].

Rosinska ve Lehotay [48] sıcaklığın domuz, sığır ve kümes hayvanları etlerinde biyojen amin üzerinde ki etkisini araştırmışlar, kadeverin ve putresin miktarının 24 °C' de 10 gün sonra en yüksek değerde olduğunu, sıcaklığın etkisinin biyojen amin üretimi üzerinde en yüksek etkisi kümes hayvanları etlerinde olduğunu saptamışlardır. Ayrıca tiramin biyojen amini, putresin ve histamin konsantrasyonunun 100 mg/kg ve kadeverin konsantrasyonunun ise 400 mg/kg' dan yüksek olduğunu ifade etmişlerdir.

Papavergou ve ark. [49] Yunan perakende pazarında satılan 50 kuru fermente sosis örneklerindeki biyojen aminlerin nitel ve nicel profilinin HPLC ile belirlenerek yapılan çalışmada spermin ve spermidin hariç biyojen amin seviyelerinin geniş bir varyasyon gösterdiğini saptamışlardır. Bunlar tiramin, putresin, histamin ve kadeverin olup sırasıyla 0-510 mg/kg (medyan:197,7 mg/kg), 0-505 mg/kg (medyan: 96.5 mg/kg), 0-515 mg/kg (medyan: 7.0 mg/kg) ve 0-690 mg/kg (medyan:3.6 mg/kg) olarak tespit etmişlerdir.

Gardini ve ark. [50] tarafından Ferrara geleneğine ait Salama da sugo sosislerinde biyojen amin konsantrasyonlarının düşük olup tiramin biyojen amini için en az 200 mg/kg, kadeverin ve putresin biyojen aminleri için yaklaşık 50 mg/kg ve histamin biyojen amini için ise tespit değerinin altında olduğunu bildirmişlerdir.

Özdestan ve ark. [51] Türkiye de geleneksel fermente bir ürün olan kumrudan farklı yerlerde üretilmiş 10 adet örnekle yapılan biyojen amin çalışmasında tüm örneklerde putresin, kadeverin, spermidin, spermin ve histamini tespit etmişlerdir. Spermin hakim biyojen amin olup kumru örneklerinde ki konsantrasyonunun 2.4-17.9 mg/kg arasında değiştiğini ve kumruda toplam biyojen amin konsantrasyonunun 23.9-42.2 mg/kg arasında olduğunu ifade etmişlerdir.

Mokhtar ve ark. [52] taze fermente sosislerde bir kritik kontrol noktası olarak biyojen aminler üretimi üzerinde farklı starter kültürlerin etkisini araştırmışlar ve üç starter kültür (*Lactobacillus*

*plantarum*+*Bifidobacterium lactis*, *L. plantarum*+*Bifidobacterium bifidum*, *L. plantarum*+*B. lactis* ve *B. bifidum*) kullandıkları çalışmada tiramin, kadeverin, putresin, histamin ve triptamin içerikleri fermantasyon aşamasında ve depolama sırasında arttığını ve son üründe tiramin miktarının hakim amin olduğunu ifade etmişlerdir.

Rabie ve ark [53] at eti, sığır eti ve hindi etinden yapılmış sosislerde depolama süresi boyunca amino asit ve biyojen amin içeriğinin gelişimini araştırmışlar ve buzdolabı koşullarında toplam biyojen amin miktarı sonuçlarına hindi eti sosislerinde 730 mg/kg, sığır eti sosislerinde 500 mg/kg ve at eti sosislerinde ise 130 mg/kg olarak ulaşmışlardır. Putresin biyojen amini için en yüksek seviye hindi eti sosislerinde 285 mg/kg, sığır eti sosislerinde ise 278 mg/kg; kadeverin biyojen amini için en yüksek seviye hindi eti sosisleri için 6 mg/kg, sığır eti sosisleri için 9 mg/kg ve histamin biyojen amini için en yüksek seviye ise hindi eti sosislerinde 263 mg/kg ve sığır eti sosislerinde 26 mg/kg olarak saptamışlardır.

Ergönül ve Kundakçı [54] probiyotik fermente sucukda fermantasyon ve depolama süresi boyunca histamin, putresin, kadeverin, tiramin biyojen aminleri içeriğinin önemli ölçüde arttığını ifade etmişlerdir.

Peynirlerde bulunan başlıca biyojen aminler; histamin, triptamin, kadeverin, putresin ve fenilettilamindir [55]. Bu biyojen aminlerin peynirlerde yüksek miktarda bulunması ürünün uygun koşullarda üretilmediğinin ve mikrobiyal kontaminasyona maruz kaldığının bir göstergesi olarak kabul edilmektedir [56].

Samková ve ark [57] olgunlaşmış peynirlerde depolama sırasında biyojen amin poliamin içeriğindeki değişiklikler araştırmış ve yıkanmamış-kabuklu peynirlerde ana içerik putresin, kadeverin ve tiramin olup 100 mg/kg seviyesini aştığını diğer biyojen aminlerin ise düşük seviyede oluştuğunu bildirmişlerdir. Yıkanmış kabuklu peynirlerde ise triptamin, fenilettilamin ve histamin bulunamamış diğer biyojen aminlerin ise çok düşük düzeyde bulunduğunu ifade etmişlerdir.

Schirone ve ark. [58] Pecorino peynirlerinde biyojen amin içeriğinin tespiti için yapmış oldukları çalışmada çoğu örnekte histamin biyojen amini ve tiramin biyojen amini içeriğinin

yüksek olduğunu ve özellikle toplam biyojen amin içeriğinin 5861 mg/kg'a ulaştığını tespit etmişlerdir. Serbest amino asit ve biyojen amin içeriğine bakteriyel aktivite, pH ve tuz konsantrasyonu doğrudan etki ettiğini ve su aktivitesi, depolama sıcaklığı ve olgunlaştırma zamanı ise dolaylı olarak etki ettiğini bildirmişlerdir [59].

Biyojen aminler yapılan çalışmalarda her türlü şarapta tespit edilmiştir. Biyojen amin oluşumu şarap yapımı süresince hijyen eksikliğinin bir göstergesi olarak kabul edilmektedir. Genellikle kırmızı şaraplar şarap yapma süreçlerinin farklı olması nedeniyle beyaz şaraplara göre daha çok biyojen amin içermektedirler [60].

Şaraplarda ki biyojen amin oluşumu sadece sağlık açısından değil aynı zamanda şaraba has tadına olan bakış açısından dolayı önemli olmaktadır. Şarapta bulunan biyojen amin tüketici tarafından beğenilmeyen bir tadın oluşmasına neden olmaktadır [60].

Aedo ve ark. [61] Şili'de değişik üzüm çeşitlerinden elde edilen şaraplarda biyojen amin varlığını araştırdıkları çalışmada biyojen amin içeriğinin 2.19-65.09 mg/L arasında değiştiğini ve tüm şaraplarda en yüksek biyojen aminin putresine ait olduğunu bildirmişlerdir.

Portakal, ahududu, limon, greylif, mandalina, çilek ve üzümünden elde edilen meyve suyu ve nektarları değişik konsantrasyonlarda çeşitli biyojen amin içermektedirler. Putresin bunların başında gelmektedir. Ayrıca kakao tanelerinde ve dolayısıyla kakaodan yapılan çikolata, çikolata ürünleri ve şekerleme ürünlerinde β-fenilettilamin bulunabilmektedir. β-fenilettilamin bazı mantar türlerinde; pirolidin ise karabiber ve soya sosunda yüksek düzeyde tespit edilmiştir [9].

Gıdalarda bulunan biyojen aminlerin tespiti için değişik metotlar geliştirilmiştir. Genel olarak bütün analitik metotlar, aminlerin ekstrakte edilmesi ve miktarlarının belirlenmesi olarak iki aşamadan oluşmaktadır [62]. Biyojen aminlerin belirlenmesinde genel olarak ince tabaka (TLC), yüksek basınç tabaka (Overpressure LC), yüksek basınçlı sıvı kromatografisi (HPLC) ve gaz kromatografisi (GC) gibi kromatografik yöntemlerden yararlanılmaktadır [11].

## 5Biyojen Aminler ve Sağlık Açısından Önemi

İnsan ve hayvanların biyolojik fonksiyonlarında önemli bir etkiye sahip olan biyojen aminler, gıdalarla birlikte fazla miktarda alındıkları takdirde toksik etkiler gösterebilirler [23]. Biyojen aminler potansiyel toksisitelerinden dolayı oldukça önemli bileşiklerdir. Gıdalarda az miktarda buldukları takdirde biyojen aminler ciddi bir risk teşkil etmemektedir ve yüksek dozlarda gıda zehirlenmesi vakalarında rol oynamaktadırlar.

Genel olarak biyojen aminler kaynaklı en sık görülen toksik etkiler; hipotansiyon, hipertansiyon, ciddi baş ağrıları, çeşitli alerjik reaksiyonlar olup daha ciddi durumlarda ise ölüm olayları da meydana gelebilmektedir [62]. En sık görülen biyojen amin zehirlenmeleri histamin ve tiramin zehirlenmesidir. Yüksek miktarda şarap alımı sonucu 8 mg/L'nin üzerinde histaminin vücuda alınması baş ağrısına yol açmaktadır [63].

Biyojen aminler kuvvetli farmakolojik etkiye sahiptirler. Tiramin ve β-fenilettilamin gibi biyojen aminler belirli hastalıklara sahip kişilerde hipertansiyon krizleri ile diyete bağlı olarak ortaya çıkan migrenin başlama sebebi olarak kabul edilmektedir [11]. En çok gıda zehirlenmelerine yol açan biyojen aminler sağlık açısından irdelendiğinde en toksik olan biyojen aminin histamin olduğu görülmektedir [64].

Histamin zehirlenmesi genellikle yüksek düzeylerde histamin içeren gıdaların tüketilmesi sonucu ortaya çıkan gıda kaynaklı bir intoksikasyondur [11]. Histamin zehirlenmesinde, inkübasyon süresi gıdanın alımıyla semptomların çıkışı arasındaki birkaç dakika ile birkaç saat arasında değişmektedir. Semptomlar bazen spontan olarak kaybolup bazen de bir veya bir kaç gün devam edebilmektedir. Genellikle, boyunda ve yüzde kırmızı lekeler, kaşıntı, ödem, yüksek ateş, ağız çevresinde sancı ve yanma hissi, mide bulantısı, kusma, ishal ve karın ağrısı, kramplar gibi semptomlar gözlenmektedir. Çarpıntı, titreme, heyecanlanma, dilin şişmesi, baş ağrısı ve baş dönmesi, hızlı ve zayıf nabız ile kan basıncının azalması gibi semptomlara da sebep olabilmektedir [65].

Spermin, spermidin, tiramin ve triptaminin ise histaminin biyolojik aktivitesini artırıcı ve aynı

zamanda sinerjistik bir etkiye sahip olduğu ifade edilmektedir [66]. Histamin 100 mg/kg'ın altında dahi zehirlenmeye neden olabildiği, tiramin için bu değer 100-800 mg/kg, feniletilamin için ise ortalama 30 mg/kg düzeyinde olduğu bildirilmiştir. Triptaminin ise 10-25 mg/kg düzeyinde bulunması şiddetli baş ağrısına neden olduğu ortaya konulmuştur [66, 67].

Biyojen aminler gıdalarda düşük seviyelerde bulunduğu ciddi bir risk olarak değerlendirilmemektedir. Ancak aşırı miktarda tüketildiği zaman insan sağlığı için ciddi toksikolojik etkilere neden olabilmektedir [68]. Yüksek miktarda (>1000 mg/kg) histamin içeren gıdaların tüketilmesi sonucu "scombrototoxicosis" veya "cheese syndrome" denilen gıda intoksikasyonlarının ortaya çıktığı belirtilmektedir [69].

Histamin, triptamin,  $\beta$ -feniletilamin ve tiramin biyolojik olarak aktif aminler olup insan vücudunda genellikle vazoaaktif ya da psikoaktif etkilere sahiptirler. Psikoaktif aminler sinirsel transmitterler üzerinde rol oynayarak sinir sisteminde etkili olmaktadır. Vazoaaktif aminler ise vasküler sistemde bir role sahiptirler [2].

Putresin ve kadaverin toksik biyojen aminler olarak kabul edilmemelerine rağmen histaminin toksisitesinin artmasına neden olduklarından dolayı önem taşımaktadırlar. Aminoksidazlarla tepkimeye girmeleri ve detoksifikasyon mekanizmasında yarattıkları karışıklıklar nedeniyle histaminin toksisitesinin artmasında görev almaktadırlar [47]. Biyojen amin içeren gıdaların tüketilmesi sonucunda pek çok farmakolojik etki meydana gelebilmektedir [70]. Gıdalarda bulunan bazı biyojen aminlerin farmosötik etkisi Çizelge 2' de gösterilmiştir.

**Çizelge 2.** Gıdalardaki bazı biyojen aminler ve farmosötik etkileri [2, 3]

Biyojen Amin	Farmasötik Etkisi
Histamin	Adrenalin ve noradrenalin miktarını artırır, sensörleri ve motor nöronları uyarır, gastrik asit salgılanmasını kontrol eder.
Tiramin	Kan şekeri seviyesini, solunumu artırır, migrene neden olur, noradrenalin seviyesini artırır, kalp atışlarını hızlandırır.

Putresin ve Kadaverin	Hipotansiyona neden olur, diğer aminlerin toksik etkilerini artırır. $\beta$ - Feniletilamin, fenilalanin, noradrenalin, seviyesinin artmasına neden olur, kan basıncını artırır, migrene neden olur.
$\beta$ - Feniletilamin	Noradrenalin seviyesinin artmasına neden olur, kan basıncını artırır, migrene neden olur.
Triptamin	Kan basıncını artırır.

Biyojen aminlerin bazıları insan vücudunda özellikle sinir sisteminde ve kan basıncının kontrolünde önemli metabolik fonksiyonlara sahiptir. Bu aminler içerisinde histaminin düz kasların kasılmasına, damarları genişleterek kan basıncının düşmesine, kapillar permeabilitenin ve mide asidi sekresyonunun artışına yol açtığı, nörotransmitter olarak işlev gördüğü ve ayrıca alerjik reaksiyonlarda da rol aldığı bildirilmektedir. Tiramin, triptamin, feniletilamin gibi biyojen aminlerin hipertansif etkiye sahip oldukları, bunlardan tiramin ve triptaminin düz kasların (uterus, bronş) kasılmasına da yol açtıkları, putresin, kadaverin, spermidin, spermin poliaminlerinin ise hücreler için esansiyel bileşikler olup protein sentezinde nükleik asit fonksiyonlarının regülasyonunda ve hücre membranının stabilizasyonunda rol aldıkları belirtilmektedir [71].

Putresin ve kadaverin gibi putreaktif aminler histamini detoksifiye eden diamino oksidaz (DAO) ve Monoamino oksidaz (MAO) enzimlerinin her ikisini de inhibe etmektedirler. Farmakolojik ajan görevine sahip bazı ilaçlar ise histamin zehirlenmesinde yardımcı faktörleri içermektedir. Bunun yanında bazı antihistaminler, antimikrobiyaller ve diğer bazı ilaçlar histamini metabolize eden enzimleri inhibe edebilmektedir [72].

## 6 Sonuç

Biyojen aminler sıklıkla fermente gıdalardan izole edilen ve belirli limitler üzerinde tüketildiklerinde toksisiteyi nedeniyle önem taşıyan bileşiklerdir. Bu bileşiklerin gıdalarda oluşması, serbest amino asitlere, dekarboksilaz pozitif mikroorganizma varlığına ve söz konusu

mikroorganizmaların gelişmesi için uygun koşulların varlığına bağlıdır. Tüketici sağlığını halk sağlığının korunması adına, biyojen amin niceliğinin gıdalarda kontrol altında tutulması elzemdir.

## 7 Referanslar

- [1] Maijala, RL.; Eerola, SH.; Aho, MA.; Hirn, JA. The effect of GDL-induced pH decrease on the formation of biogenic amines in meat. *J. Food Protect.* 1993; 56(2), 125-129.
- [2] Shalaby, AR. Significance of biogenic amines to food safety and human health. *Food Res. Int.* 1996; 29(7), 675-690.
- [3] Halasz, A.; Barath, A.; Sarkadi, L.S.; Holzapfel, W. Biogenic amines and their production by microorganism in food. *Trend. Food Sci. and Technol.* 1994; 5, 42-49.
- [4] Toy, N. Laktik asit bakterileri serbest hücre ekstraktlarının patojen bakterilerin gelişimine ve biyojenik amin üretimine etkisinin araştırılması. Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Su Ürünleri Avlama ve İşleme Teknolojisi Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi, 2010.
- [5] Maijala, R. Histamine and tyramine production by a *Lactobacillus* strain subjected to external pH decrease. *J. Food Prot.* 1994; 57, 259-262.
- [6] Beutling, D. Biogene amine in der ernahrung. *Archiv fur Lebensmittelhygiene.* 1996; 47, 97-102.
- [7] Lonvaud-Funel, A. Biogenic Amines in Wines: Role of Lactic Acid Bacteria, *FEMS Microbiology Letters.* 2001; 199, 9-13.
- [8] Karahan, A G. Gıdalarda Biyojen Aminler. *Orlab On-Line Mikrobiyoloji Dergisi.* 2003; 1(5), 21-32.
- [9] Silla-Santos, M.H. Biogenic amines: Their importance in foods. *Int. J. of Food Microbiol.* 1996; 29(2-3), 213-231.
- [10] Maijala, R.; Nurmi, E.; Fischer, A. Influence of processing temperature on the formation of biogenic amines in dry sausages. *Meat Sci.* 1995; 39(1); 9-22.
- [11] Alper, N.; Temiz, A. Gıdalardaki biyojen aminler ve önemi. *Türk Hij Den Biyol Derg.* 2001; 58,(2), 71-80.
- [12] Keşkekoğlu, H. Tarhana Üretimi ve Depolanması Süresince Biyojen Amin Oluşumunun Araştırılması. Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yüksek Lisans Tezi. Bornova, İZMİR, 2009.
- [13] Straub, B.W.; Tichaczek, P.S.; Kicherer, M.; Hammes, W.P. Formation of tyramine by *Lactobacillus curvatus* LTH 972.Z. *Lebensmit. Unters. Forsch.* 1994; 199, 9-12.
- [14] Beutling, D. Studies on the Formation of Tyramine by Microbes with Food Hygienic Relevance. *Arch. Lebensmittelhygiene.* 1993; 44, 83-87.
- [15] Çolak, H.; Aksu, H. Gıdalarda Biyojen Aminlerin Varlığı ve Amin Oluşumunu Etkileyen Faktörler. *YYÜ. Vet. Fak.Derg.* 2002; 13(1-2), 35-40
- [16] Karovicova, J.; Kohajdova, Z. Biogenic Amines in Food. *Chem. Pap.* 2005; 59(1), 70-79.
- [17] Wolfgang, F. G.; Dibak, M.D. AK and the Histamine Problem., 2007.
- [18] Premont, R.T.; Gainetdinov, R.R.; Caron, M.G. Following the trace of elusive amines. *Proc Natl Acad Sci USA.* 2001; 98, 9474-9475.
- [19] Igarashi, K.; Ito, K.; Kashiwagi, K. Polyamine uptake systems in *Escherichia coli*. *Res Microbiol.* 2001; 152, 271-278.
- [20] Tkachenko, A.; Nesterova, L.; Pshenichnov, M. The role of the natural polyamine putrescine in defense against oxidative stress in *Escherichia coli*. *Arch. Microbiol.* 2001; 176, 155-157.
- [21] Bardocz, S.; Polyamines in Foods and Their Consequences for Food Quality and Human Health, *Trends in Food Science and Technology.* 1995; 6, 341-346.
- [22] Erkan, N. Biyojen Aminler ve Su Ürünleri için Önemi, *TSE Standart Ekonomik ve Teknik Dergi.* 2004; 506, 84-93.
- [23] Santos, S. Biogenic amines: their importance in foods. *Int. J. Food Microbiol.* 1996; 29, 213-231.
- [24] Loizzo, M. R.; Menichini, F.; Picci, N.; Puoci, F.; Spizzirri, U.G.; Restuccia, D. Technological aspects and analytical determination of biogenic amines in cheese. *Trends in Food Science & Technology.* 2013; 30, 38-55.
- [25] Özdeştan, Ö.; Üren, A. A method for benzoyl chloride derivatization of biogenic amines for high performance liquid chromatography. *Talanta.* 2009; 78, 1321-1326.
- [26] Anon. Su ürünleri yönetmeliği, No: 2008/27004, Ek-9, Türkiye Cumhuriyeti, Tarım ve Köyisleri Bakanlığı, Koruma ve Kontrol Genel Müdürlüğü., 2008.
- [27] FDA. Decomposition and histamine in raw, frozen tuna and mahi-mahi, canned tuna and related species. *Compliance Policy Guides.* 1996; 7108(240), 540-525.
- [28] Shalaby, A.R.. Significance of biogenic amines to food safety and human health. *Food Res Int.* 1996; 29, 675-690.

- [29] Özdeştan, Ö.; Üren, A. Biogenic amine content of Tarhana: A traditional fermented food. *International Journal of Food Properties*. 2013; 16, 416-428.
- [30] Gezginc, Y.; Akyol, I.; Kuley, E.; Özoğul, F. Biogenic amines formation in *Streptococcus thermophilus* isolated from home-made natural yogurt. *Food Chemistry*. 2013; 138, 655-662.
- [31] Sömer, V. F. Dayanıklı yoğurtların mikrobiyolojik, fizikokimyasal özelliklerinin ve biyojen amin içeriklerinin belirlenmesi. Mehmet Akif Esoy Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Biyoloji Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi, Burdur, 2013.
- [32] Özoğul, F.; Küley, E.; Özoğul, Y. Balık ve Balık Ürünlerinde Oluşan Biyojenik Aminler. *E. Ü. Su Ürünleri Dergisi*. 2004. 21(3-4), 375-381.
- [33] Alberto, M.R.; Arena, M.E.; Manca De Nadra, M.C. A Comparative Survey of Two Analytical Methods for Identification and Quantification of Biogenic Amines. *Food Control*. 2002; 13, 125-129.
- [34] Köse, S.; Koral, S.; Tufan, B.; Pompe, M.; Scavnicar, A.; Koçar, D. Biogenic amine contents of commercially processed traditional fish products originating from European countries and Turkey. *Eur Food Res Technol*. 2012; 235, 669-683.
- [35] Koral S.; Tufan B.; Scavnicar A.; Kocar D.; Pompe M.; Köse S. Investigation Of The Contents Of Biogenic Amines And Some Food Safety Parameters Of Various Commercially Salted Fish Products. *Food Control*. 2013; 32, 597-606.
- [36] Kulawik, P.; Özoğul, F.; Glew, R. H. Quality Properties, Fatty Acids, and Biogenic Amines Profile of Fresh Tilapia Stored in Ice. *Journal of Food Science*. 2013; 78(7), 1063.
- [37] Çoban, Ö. E.; Patır, B. Elazığ'da tüketime sunulan dondurulmuş karides ve kalamarda histamin düzeyi ile bazı kimyasal kalite parametrelerinin belirlenmesi. *E Journal of New World Science Academy Ecological Life Science*. 2010; 5A0046, 5(3), 259-267.
- [38] Hu, Y.; Huang, Z.; Li, J.; Yang, H. Concentrations of biogenic amines in fish squid and octopus and their changes during storage. *Food Chemistry*. 2012; 135, 2604-2611.
- [39] Hosseini, S V.; Hamzeh, A.; Moslemi, M.; Lashkan, A. B.; Iglesias, A.; Feas, X. Effect of Delayed Icing on Biogenic Amines Formation and Bacterial Contribution of Iced Common Carp (*Cyprinus carpio*). *Molecules*. 2013; 18, 15464-15473.
- [40] Ekici, K.; Sağun, E.; Sancak, Y. C.; Sancak, H.; Yörük, İ. H.; İşleyici, Ö. Dondurulmuş olarak muhafaza edilen İnci Kefalinde (*Chalcalburnus tarichi*, Pallas 1811) Biyojen Amin Oluşumu ve Mikrobiyolojik Değişimlerin Belirlenmesi. *YYU Veteriner Fakültesi Dergisi*. 2011; 22 (2), 93-99.
- [41] Buňka, F.; Budinský, P.; Zimáková, B.; Merhaut, M.; Flasarová, R.; Pachlová, V.; Kubán, V.; Buňková, L. Biogenic amines occurrence in fish meat sampled from restaurants in region of Czech Republic. *Food Control*. 2013; 31, 49-52.
- [42] Izquierdo-Pulido, M.; Veciana-Nagues, M. T.; Vidal-Carou, M. C. Ion-Pair High-Performance Liquid Chromatographic Determination of Biogenic Amines in Meat and Meat Products, *Journal Agricultural Food Chemistry*. 1996; 44, 2710-2715.
- [43] Deetae, P.; Perello, M C.; Revel, G. Occurrence of ochratoxin A and biogenic amines in Asian beers sold in French markets. *J. Inst. Brew*. 2013; 119, 57-63.
- [44] Aflaki, F.; Ghoulipour, V.; Saemian, N; Salahinejad, M. A simple method for benzoyl chloride derivatization of biogenic amines for high performance liquid chromatography. *Anal. Methods*. 2014; 6, 1482-1487.
- [45] Anli, R E.; Vural, N.; Demiray, S.; Mert, B. Biogenic Amine Content of Beers Consumed in Turkey and Influence of Storage Conditions on Biogenic Amine Formation. *J. Inst. Brew*. 2006; 112(3), 267-274.
- [46] Choi, S.; Lee, J K.; Shukla, S.; Kim, M. Physicochemical properties and determination of biogenic amines in Korean microbrewery beer products. *Journal of Food Biochemistry*. 2012, 36, 766-773.
- [47] Ruiz-Capillas, C.; ve Jimene- Colmenero, F. Biogenic amines in meat and meat products. *Crit. Rev. Food Sci*. 2004; 44, 489-499.
- [48] Rosinska, D.; Lehotay, J. Influence of temperature on production of biogenic amines in pork, beef, and poultry and their HPLC determination after postcolumn derivatization. *Journal of Liquid Chromatography & Related Technologies*. 2014; 37, 609-619.
- [49] Papavergou, E J.; Savvaidis, I N.; Ambrosiadis, I A. Level of biogenic amines in retail market fermented meat products. *Food Chemistry*. 2012; 135, 2750-2755.
- [50] Gardini, F.; Tabanelli, G.; Lanciotti, R.; Montanari, C.; Luppi, M.; Coloretti, F.; Chiavari, C.; Grazia, L. Biogenic amine content and aromatic profile of *Salama da sugo*, a typical cooked fermented sausage produced in Emilia Romagna Region. *Food Control*. 2013; 32, 638-643.
- [51] Özdeştan, Ö.; Alpözen, E.; Güven G.; Üren, A. Monitoring of biogenic amines in kumru: A traditional fermented cereal food. *International Journal of Food Properties*. 2012; 15, 972-981.

- [52] Mokhtar, S.; Mostafa, G.; Taha, R. Effect of starter cultures on the biogenic amines productions as a critical point in fresh fermented sausages. *Eur Food Res Technol.* 2012; 235, 527-535.
- [53] Rabie, M.A.; Peres, C.; Malcata, F.X. Evolution of amino acids and biogenic amines throughout storage in sausages made of horse, beef and turkey meats. *Meat Science.* 2014; 96(1), 82-87.
- [54] Ergönül, B.; Kundakçı, A. 2Microbiological attributes and biogenic amine content of probiotic Turkish fermented sausage. *J. Verbr. Lebensm.* 2011; 6, 49-56.
- [55] Durlu-Özkaya, F.; Alichanidis, E.; Litopoulou-Tzanetaki, E.; Tunail, N. Determination of biogenic amine content of Beyaz cheese and biogenic amine production ability of some lactic acid bacteria. *Milchwissenschaft.* 1999; 54(12), 680-682.
- [56] Yıldız, F.; Yetişmeyen, A. Peynirlerde Biyojen Amin Riski. *Tekirdağ Ziraat Fakültesi Dergisi.* 2005; 2 (2).
- [57] Samková, E.; Dadáková, E.; Pelikánová, T. Changes in biogenic amine and polyamine contents in smear-ripened cheeses during storage. *Eur Food Res Technol.* 2013; 237, 309-314.
- [58] Schirone, M.; Tofalo, R.; Fasoli, G.; Perpetuini, G.; Corsetti, A.; Manetta, A. C.; Ciarrocchi, A.; Suzzi, G. High content of biogenic amines in Pecorino cheeses. *Food Microbiology.* 2013; 34, 137-144.
- [59] Vale, S.R.; Gloria, M.B. Determination of biogenic amines in cheese. *J AOAC Int.* 1997; 80(5), 1006-1012.
- [60] Erim, F B. Recent analytical approaches to the analysis of biogenic amines in food samples. *Trends in Analytical Chemistry.* 2013; 52, 239-247.
- [61] Aedo, K.; Vega, M.; Rodríguez, S.; Aranda, M. Evaluation of biogenic amines content in chilean reserve varietal wines. *Food and Chemical Toxicology.* 2012; 50, 2742-2750.
- [62] Buatti, S.; Boschelie, O.; Mozzon, M.; Battistutta, F. Determination of biogenic amines in alcoholic and non- alcoholic beers by HPLC. *Food Chem.* 1995; 52, 199-202.
- [63] Glória, M.B.A.; Watson, B.T.; Simon-Sarkadi, L.; Daeschel, M.A. A survey of biogenic amines in Oregon Pinot noir and Cabernet Sauvignon wines. *Am. J. Enol. Vitic.* 1998; 49, 279-282.
- [64] Lehane, L.; Olley, J. Histamine fish poisoning revisited. *Int J Food Microbiol.* 2000; 58(1-2), 1-37.
- [65] Leuschner, R. G.; Heidel, M.; Hammes, W. P. Histamine and Tyramine Degradation by Food Fermenting Microorganisms, *International Journal of Food Microbiology.* 1998; 39, 1-10.
- [66] Kurt, S. Sucuğun bazı özellikleri ve biyojen amin oluşumu üzerinde fermentasyon süresi, nitrit seviyesi ve ısı işlem sıcaklığı etkisi. *Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı Doktora Tezi,* 99 s, Van, 2006.
- [67] Komprda, T.; Neznalova, J.; Standara, S.; Bover-Cid, S. Effect of starter culture and storage temperature on the content of biogenic amines in dry fermented sausage polican. *Meat Sci.* 2001; 59(3), 267-276.
- [68] Pintado, M.M.E.; Gomes, A.M.P.; Malcata, F.X. Microbiological, biochemical and biogenic amine profiles of Terrincho cheese manufactured in several dairy farms. *International Dairy Journal.* 2008; 18, 6, 631-640.
- [69] Aygün, O. Biyojen Aminler - Süt ve Süt Ürünlerindeki Varlığı ve Önemi. *Uludağ Univ. J. Fac. Vet. Med.* 2003; 22(1-2-3), 91-95.
- [70] Vatanserver, L. Et ve Et Ürünlerinde Biyojenik Aminler. *Kafkas Üniv. Vet. Fak. Derg.* 2004; 10(2), 203-208.
71. Yüksel A. Doğal Fermantasyonla Üretilen Şalgam Suyunda Farklı Tuz Konsantrasyonlarının Biyojen Amin Oluşumu Üzerine Etkisi. *Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yüksek Lisans Tezi,* 2010.
- [72] Stratton, J.E.; Hutkins, R.W.; Taylor, S.L. Biogenic amines in cheese and other fermented foods: A 64. Review. *J Food Protect.* 1994; 54(6), 460-70.





# İstanbul İlinde Yayılış Gösteren *Crocus* L. (Iridaceae) Taksonları Üzerine Bir Çalışma

Osman Erol<sup>1\*</sup>, Levent Şık<sup>2</sup>

<sup>1</sup>İstanbul Üniversitesi Fen Fakültesi Biyoloji Bölümü Vezneciler-İstanbul, 02124555700, erol@istanbul.edu.tr

<sup>2</sup>Manisa Celal Bayar Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Biyoloji Bölümü Muradiye, Yunusemre-Manisa, 02362013259, levents@cbu.edu.tr

\*İletişimden sorumlu yazar / Corresponding author

Geliş / Recieved: 11 Ekim (October) 2015

Kabul / Accepted: 25 Aralık (December) 2015

DOI: <http://dx.doi.org/10.18466/cbujos.77455>

## Özet

*Crocus* L. (Iridaceae) Türkiye’de yayılış gösteren takson sayısı bakımından en zengin geofit cinslerinden biridir. Moleküler yöntemlerin ışığında gerçekleştirilen çalışmalarla cinsin doğal sistematığı gün yüzüne çıkmaya başlamış ve taksonlar arasındaki ilişkiler net bir biçimde görülmeye başlanmıştır. Moleküler çalışmaların yanısıra, yeni açılan yollar vasıtasıyla daha önce ulaşılamayan noktalara ulaşılması, tarafımızca oluşturulan canlı koleksiyonun gözlemlenmesi ile yeni taksonlar yayınlanmış ve cinsin barındırdığı takson sayısı 160’ı aşmıştır. Ancak yeni inşa edilen yollar ve artan nüfus nedeniyle ortaya çıkan enerji açığının kapama çalışmaları ne yazık ki büyük bir yüzdesi endemik olan narin bitkileri tehdit etmektedir. Kuşkusuz İstanbul ili bu tehditlerin en yoğun görüldüğü ildir. Bu çalışmada İstanbul ili sınırları içinde yayılış gösteren *Crocus* taksonlarının yayılışları ve populasyonların güncel durumları hakkında ayrıntılı morfolojik verilere girilmeden bilgi verilmiştir. *Crocus pestalozzae* Boiss., *Crocus biflorus* Miller subsp. *biflorus*, *Crocus flavus* Weston subsp. *flavus* *Crocus olivieri* J. Gay subsp. *istanbulensis* B. Mathew, *Crocus pulchellus* Herb., *Crocus speciosus* M.Bieb. subsp. *ibrahimii* Rukšans; İstanbul ili sınırları içinde antropojenik baskıya maruz kalan taksonlardır. Bu taksonların güncel durumları hakkındaki bilgiler 1999-2015 yılları arasında yapılan arazi çalışmalarına ve gözlemlere dayanmaktadır. Özellikle *Crocus olivieri* J. Gay subsp. *istanbulensis* taksonunun yayılış alanının son derece sınırlı ve baskı altında olduğu tespit edilmiştir. İstanbul kenti bitkileri ve doğal yaşam alanlarıyla özel ve çekicidir. Bu nedenle kentte yaşayan insanları bilinçlendirmek, Türkçe yayınlarla bilgi düzeyini yükselterek farkındalık yaratmak yerinde olacaktır.

**Anahtar Kelimeler** – *Crocus*, Iridaceae, İstanbul, tehdit , populasyon

## A Study on *Crocus* L. (Iridaceae) taxa, distributed in İstanbul

### Abstract

*Crocus* L. (Iridaceae) is a geophyte genus, which is one of the richest taxa in terms of the number in Turkey. Natural systematics of the genus began to emerge in the light of day with using molecular methods and the relationships between the taxa are to be seen clearly. As well as molecular studies, building the new roads made accessible the new species. Moreover, the increasing number of live collections (e.g İstanbul University Alfred Heilbronn Botanical Garden collection) helped this issue. Today, the total number of the taxa exceeded 160. However, the newly built roads and the resulting energy deficit due to increasing population off work, unfortunately, threat a large percentage of these rare and endemic plants. Undoubtedly İstanbul province is the province where most numerous of these threats. In this study, we gave information about the current status of *Crocus* taxa in İstanbul, without entering into detailed morphological data. These taxa are *Crocus pestalozzae* Boiss., *Crocus biflorus* Miller subsp. *biflorus*, *Crocus flavus* Weston subsp. *flavus* *Crocus olivieri* J. Gay subsp. *istanbulensis* B. Mathew, *Crocus pulchellus* Herb., *Crocus speciosus* M.Bieb. subsp. *ibrahimii* Rukšans. This information is based on field works and observations made between 1999 and 2015. Especially *Crocus olivieri* J. Gay subsp. *istanbulensis* of extremely limited distribution area, have been found to be under pressure. The city of İstanbul is unique with its attractive plants and natural habitats. Raising the awareness of people living in the city with Turkish publications is extremely important for the future of the observed taxa.

**Keywords** – *Crocus*, Iridaceae, İstanbul, threat, population

## 1 Giriş

*Crocus* L. (Iridaceae) cinsi, Türkiye’de yayılış gösteren geofit cinsleri arasında takson sayısı bakımından en zengin olanlardan biridir. Son yıllarda gerçekleştirilen gerek klasik morfolojik verilere dayanan [1, 2] çalışmalar ve gerekse moleküler düzeyde gerçekleştirilen araştırmalar [3-5] sonucunda çok sayıda yeni taksonun varlığı ortaya çıkarılmış ve genetik çeşitliliğin ne denli fazla olduğu belirlenmiştir.

Mathew [6]’ in ortaya koyduğu türe bağlı çok sayıda alttür sistemi güncel moleküler verilerin ışığında çökmüştür. Klasik anlamda da 1 türe bağlı 20 kadar alttürün varlığı mantıklı değildir (bkz. *Crocus biflorus* Miller tür kompleksi [6,7]). Birbirinden çok uzak dağ silsileleri üzerinde yayılış gösteren ve ağır polenleriyle gen akışı kesilmiş populasyonların ayrı birer tür olarak kabul edilmesi mantıklıdır.

Bu çalışmada İstanbul ili sınırları içinde yayılış gösteren ve yoğun antropojenik baskı altında olan *Crocus* taksonlarının güncel taksonomik durumları ve tehdit faktörleri hakkında bilgi verilecektir. Çeşitli kaynaklardan kolayca ulaşılabilir morfolojik verilere yer verilmeyecektir. Hiç kuşkusuz bu taksonlar arasında *C. olivieri* J. Gay subsp. *istanbulensis* Mathew ve son yıllarda tanımlanan *C. speciosus* M. Bieb. subsp. *ibrahimii* Ruksans en önemlilerindedir.

## 2 Materyal ve Metot

Bu çalışmada 1999-2015 yılları arasında Osman EROL ve Levent ŞİK tarafından gerçekleştirilen arazi gözlemleri sonucunda edinilen bilgiler ve herbaryum örneklerinden yararlanılmıştır. Klasik, ayrıntılı morfolojik veriler ve moleküler düzeydeki araştırmalar çalışma konusunun dışında tutulmuştur. İstanbul ili sınırları içinde yayılış gösteren taksonlar alfabetik sırayla verilmiştir.

## 3 Bulgular

### *Crocus pestalozzae* Boiss.

Küçük, beyaz ve mavi çiçekleriyle Ümraniye ve Kurtköy civarında geniş populasyonları olan bir taksondur. Her iki ilçede de yoğun yapılaşma nedeniyle tehdit altındadır. Beyaz ve mavi çiçekleri ile varyasyon gösterir. İstanbul’un Avrupa yakasında mavi çiçekleri yaygın olmakla birlikte Yalova ilinden yeni bir taksonu yayınlanmıştır [8]. Şekil 1’ de Kurtköy civarında yayılış gösteren populasyondan bir çiçekli birey resmi verilmiştir.



Şekil 1. *Crocus pestalozzae* İstanbul, Kurtköy’deki populasyonundan bir görüntü

### *Crocus biflorus* Miller subsp. *biflorus*

Her ne kadar Kerndorff ve ark. [9] Türkiye’de yayılış gösteren *C. biflorus* subsp. *biflorus* populasyonlarının tip lokalitesi’nden (İtalya) farklı olduğunu söylese ve Türkiye de yayılış gösteren populasyonu *C. bifloriformis* Kernd. & Pasche olarak yayınlasa da yaptıkları incelemeye sadece Çanakkale ili sınırlarındaki populasyonları dahil etmişlerdir.

İstanbul ili sınırları içinde yayılış gösteren (Aydos, Ümraniye, Samandıra-Yakacık ISTF 21808!, Terkos, Silivri) populasyonları Çanakkale ilindeki populasyonlardan farklıdır ve bu konuda bir çalışma tarafımızca yürütülmektedir. Bununla birlikte bölgedeki yapılaşma il sınırları içindeki populasyonları tehdit etmektedir

### *Crocus flavus* Weston subsp *flavus*

İstanbul Silivri’den başlayıp Kırklareli Longoz ormanları sınırlarına kadar uzayan populasyonları arasında çiçek boyutları arasında farklılıklar gözlemlenmiştir. Ancak bu takson için anılan bölgede ciddi bir antropojenik baskı bulunmamaktadır. Ispartakule civarından toplanan ve *Crocus flavus* Weston subsp *dissectus* T. Baytop & B. Mathew olarak teşhis edilen ISTF36901! numaralı örnek ne yazık ki yapılaşma nedeniyle tekrar toplanıp kontrol edilememiştir. *Crocus flavus* Weston subsp *dissectus* Ege bölgesinden bilinmektedir.

### *Crocus olivieri* J. Gay supsp. *olivieri*

İstanbul Başakşehir civarında yayılış gösteren populasyonu yoğun yapılaşma nedeniyle baskı altındadır.

***Crocus olivieri* J. Gay subsp. *istanbulensis* B. Mathew**

Nadir ve endemik olan bu takson ile ilgili ayrıntılı morfolojik ve populasyonun durumu ile ilgili veriler Erol ve Küçüker [10] tarafından verilmiştir. Söz konusu çalışmada sunulan verilerin ardından *Flavi* Serisi ile ilgili yürütülen çalışmaların sonucunda tip örneğinin yayılış gösterdiği populasyonun çevresindeki insan faaliyetleri (Kiralık motor ve ATV lerin toprağı ezmesi, yeni köprü yollarının inşaaı gibi) ciddi anlamda tehdit oluşturmaktadır. Bölgedeki populasyon yok olmanın eşiğine gelmiştir.

***Crocus pulchellus* Herb.**

Yunanistan ve Bulgaristan'da da oldukça geniş populasyonları olan bir taksondur. İstanbul Avrupa ve Anadolu yakalarında da oldukça yaygındır. Anadolu yakasındaki geniş populasyonlarında beyaz bireylere rastlamak mümkündür ki bu bireyler gösterişli çiçekleriyle bahçecilik açısından önemlidir (Şekil 2). Bu formlar İstanbul Üniversitesi Botanik Bahçesi'nde kültüre alınmıştır.



Şekil 2. İstanbul Üniversitesi Botanik Bahçesi'nde kültüre alınan *Crocus pulchellus* taksonunun beyaz formu

***Crocus speciosus* M.Bieb. subsp. *ibrahimii* Rukšāns**

2013 yılında Letonyalı *Crocus* uzmanı Janis Ruksans tarafından İstanbul, Çatalca'dan tanımlanmıştır [11]. Uzun yıllar bu bölgedeki populasyonun beyaz anter

ve pollenleri nedeniyle *C. pulchellus* olduğu sanılmıştır.

Rukšāns [11] stilusun uzunluğu, tepallerin arkasındaki çizgilenmeler ve tohum rengi farklılıklarıyla bu bölgedeki populasyonu *C. speciosus* türünün bir alttürü olarak yayınlamıştır. Taksonun yayılış alanının Bulgaristan sınırına kadar uzandığı tarafımız tespit edilmiştir (Şekil 3).

*C. pulchellus* ile yüksek hibritleşme kabiliyetine sahip olan bu takson üzerinde ayrıntılı olarak çalışmak gerekmektedir.

**4 Tartışma ve Sonuç**

İstanbul ili ilginç iklim ve coğrafi yapısı ile biyoçeşitlilik açısından önemli bir konumdadır. Yoğun yapılaşma sorunu bir çok bitki taksonu ile beraber *Crocus* cinsini de tehdit etmektedir.



Şekil 3. *Crocus speciosus* subsp. *ibrahimii*, İstanbul, Çatalca populasyonundan bir görüntü

Yayılış alanlarının güncel durumlarının belirlenmesi ve populasyonlar arasındaki farkların ortaya çıkarılması elzemdir.

Yeni taksonların İstanbul'un dar ve kuşatılmış yabanıl habitatlarında keşfedilme ihtimali hiç de zayıf değildir. Rukšāns (2013)'ın sadece günümüzden üç yıl önce yayınladığı *C. speciosus* subsp. *ibrahimii* bunun güzel bir örneğidir.

İstanbul kenti bitkileri ve doğal yaşam alanlarıyla özel ve çekicidir. Bu nedenle kentte yaşayan insanları bilinçlendirmek, Türkçe yayınlarla bilgi düzeyini yükselterek farkındalık yaratmak yerinde olacaktır.

## 5 Referanslar

- [1] Erol, O.; Can, L.; Şık, L. *Crocus demirizianus* sp. nov. from northwestern Turkey. Nord J Bot 2012; 30(6), 665-667.
- [2] Erol, O.; Can, L.; Kucuker, O. *Crocus yaseminiæ* (Iridaceae) a new species from South Anatolia, Turkey. Phytotaxa 2014; 188(2), 103-111.
- [3] Erol, O.; Kaya, H.B.; Şık, L.; Tuna, M.; Can, L.; Tanyolaç, M.B. The genus *Crocus*, series *Crocus* (Iridaceae) in Turkey and 2 East Aegean islands: a genetic approach. Turkish Journal of Biology 2014; 38, 48-62.
- [4] Erol, O.; Şık, L.; Kaya, H.B.; Tanyolaç, B.; Küçükler, O. Genetic diversity of *Crocus antalyensis* B. Mathew (Iridaceae) and a new subspecies from southern Anatolia. Plant Systematics and Evolution 2011; 294 (3-4), 281-287.
- [5] Harpke, D.; Meng, S.; Rutten, T.; Kerndorff, H.; Blattner, F.R. Phylogeny of *Crocus* (Iridaceae) based on one chloroplast and two nuclear loci: ancient hybridization and chromosome number evolution. Molecular phylogenetics and evolution. 2013; 66 (3), 617-627.
- [6] Mathew, B. The *Crocus*, a revision of the genus *Crocus*. 1982. BT Batsford Ltd., London
- [7] Mathew, B. *Crocus* L. In: Davis H (ed) Flora of Turkey and the east Aegean islands, 1984; vol 8. Edinburgh University Press, Edinburgh
- [8] Yüzbaşıoğlu, S.; Özhatay, N. A new subspecies of *Crocus pestalozzae* (Iridaceae) from Turkey. Phytotaxa 2014; 174, (5): 279.
- [9] Kerndorff, H.; Pasche, E.D.H.; Blattner, F.R. Seven new species of *Crocus* (Liliiflorae, Iridaceae) from Turkey. Stapfia, 2012; 97, 3-16.
- [10] Erol, O.; Kucuker, O. The crocus of Istanbul *Crocus olivieri* subsp. *istanbulensis* is endangered in the wild. Plantsman-London, 2005; 4(3), 168
- [11] Rukšāns, J. Seven new crocuses from the Balkans and Turkey. 2013; Alpine Garden Society,