



Cumhuriyet Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi
Fen Bilimleri Dergisi



Cilt/Volume: 38

Sayı/Number: 2

Yıl/Year: 2017

ISSN: 1300-1949

SİVAS



CUMHURİYET ÜNİVERSİTESİ FEN-EDEBİYAT FAKÜLTESİ
FEN BİLİMLERİ DERGİSİ / CUMHURİYET UNIVERSITY SCIENCE JOURNAL

ISSN : 1300-1949

Baş Editör / Editor-in-chief

Prof.Dr. Rauf AMİROV

Editörler

Prof.Dr. Şifa TÜRKOĞLU

Assoc.Prof.Dr. Nilüfer TOPSAKAL

Assoc.Prof.Dr. Serkan AKKOYUN

Assist.Prof.Dr. Nüket KARTAL TEMEL

Akademik Dizin Bilgisi / Abstracting and Indexing

Akademik Dizin

Arastirmax Bilimsel Yayın İndeksi

Bielefeld Academic Search Engine (BASE)

Directory of Open Access Journals (DOAJ)

Directory of Research Journal Indexing (DRJI)

Google Scholar

Pubget

ScienceIndex.com

WorldCat



CUMHURİYET ÜNİVERSİTESİ FEN-EDEBİYAT FAKÜLTESİ
FEN BİLİMLERİ DERGİSİ / CUMHURİYET UNIVERSITY SCIENCE JOURNAL

İletişim Bilgileri / Contact Information

Cumhuriyet Üniversitesi Fen Fakültesi Dekanlığı 58140 Sivas-TURKEY

Tel: +90(346) 2191010 - 1522

Fax: +90(346) 2191186

cumhuriyetcendergi@gmail.com

<http://dergi.cumhuriyet.edu.tr/ojs/index.php/fenbilimleri/index>

Secretariat-Communication

Research Assistant Hacı Ahmet KARADAŞ

karadas44@gmail.com

BİLİMSEL DANIŞMA KURULU / SCIENTIFIC ADVISORY BOARD

Prof. Dr. Rauf AMİROV (Cumhuriyet University)

Prof. Dr. Hüseyin SARI (Cumhuriyet University)

Prof. Dr. Mehmet Ali AKPINAR (Cumhuriyet University)

Prof. Dr. Ulvi ULUSOY (Cumhuriyet University)

Prof. Dr. Hüseyin BEREKETOĞLU (Ankara University)

Prof.Dr. Şifa TÜRKOĞLU (Cumhuriyet University)

Assoc.Prof.Dr. Nilüfer TOPSAKAL (Cumhuriyet University)

Assoc.Prof.Dr. Fatih UNGAN (Cumhuriyet University)

Assoc.Prof.Dr. Tuncay BAYRAM (Sinop University)

Assoc.Prof.Dr. Gökhan KOÇAK (Erciyes University)

Assoc.Prof.Dr. Serkan AKKOYUN (Cumhuriyet University)

Assist.Prof.Dr. Nüket KARTAL TEMEL (Cumhuriyet University)

Assist.Prof.Dr. Seyit Okan KARA (Niğde University)

Assist.Prof.Dr. Mesut KARAKOÇ (Akdeniz University)

Yayın Türü / Publication Type: Hakemli Süreli Yayın / Peer Reviewed Journal

Atıf Şekli / Cite Type : Cum. Fen. Derg.

İÇİNDEKİLER / CONTENTS

Cilt / Volume: 38 Sayı / Number: 2 Yıl / Year: 2017

<u>Makale Adı ve Yazarlar</u>	<u>Sayfa No</u>
$e+e^- \rightarrow \nu\bar{\nu}$ Sürecinde Nötrino Magnetik Momentinin Araştırılması	153 - 158
Eğik uzayda Hulthen potansiyelli diferansiyel denklem çözümü	159 - 167
Polieter Eter Keton (Peek) Lifleri	168 - 186
Çim Bitkileriyle Sürdürülebilir Peyzajlar Oluşturulması	187 - 193
TGA (Tahmin-Gözlem-Açıklama) Yöntemiyle Bitkilerde Oksin Işık İlişkisinin Öğretimi Üzerine Bir Çalışma	194 - 203
Herglotz-Nevanlinna Fonksiyonu İçeren Sınır Koşullarına Sahip Dirac Operatörü için Ters Problemler	204 - 218
Doğal Taşların Sürtünme Katsayılarını (COF) Belirleyerek Yüzey Özelliklerinin Kayma Güvenlik Risk Analizi	219 - 233
Yarıiletken Yüzeylerde Öbek Oluşumu ve İstatistiği	234 - 244
Zirkonyum Oksit ve Titanyum Metal Alt Yapıların SBS Üzerine Farklı Lazer Yüzey Uygulamalarının Etkisi	245 - 255
Kalcaneus'un Morfometrik Ölçümleri;Boehler Açısı ve Kemik Boyunun Hesaplanması	256 - 263
Azometin Yilür Çekirdeği İçeren Yeni Kiral Bileşiklerin Sentezi ve Yapılarının Aydınlatılması	264 - 274
Au/n-Si/Al Schottky Diyotlarında Arayüzey Hallerinin I-V Karakteristiklerine Etkileri	275 - 285
Çift Katmanlı Demir Filmlerin Manyeto-Empedans Etkilerinin İncelenmesi	286 - 292
Kare kesitli engellerle donatılmış kanal akışının PIV yöntemiyle deneysel olarak incelenmesi	293 - 304
$^{11}\text{Be}+^{64}\text{Zn}$ Elastik Saçılması için Global Potansiyel	305 - 311
LiTiAl Yarı-Heusler Alaşımının Yapısal, Elastik, Elektronik ve Titreşimsel Özelliklerinin İlk İlkeler Yöntemleri Kullanılarak İncelenmesi	312 - 320
Listeria Standart Suşlarının Zamana Bağlı Biyofilm Oluşturma Kapasiteleri	321 - 328
Al/Ruthenium(II) complex/ p-Si Fotodiyotun Fotovoltaik ve Elektriksel Özellikleri	329 - 341
Kumaş Hatası Tespiti için Yığınlanmış Oto-kodlayıcı Yöntemi	342 - 354
Çarpımsal Türevli Asal Yakın Halkalar Üzerine Notlar	355 - 363
M.Ö. 2 yüzyıl-M.S. 12 yüzyıl arasındaki döneme ait insan kafatası kemiklerindeki interorbital, biorbital ve bizigomatic mesafelerin üç boyutlu çok kesitli bilgisayarlı tomografi ile değerlendirilmesi	364 - 372
Katalitik Kinetik Spektrofotometri ile Çevresel Örneklerde Eser Miktarlardaki Toplam Fe'nin Fe(II) Olarak Belirlenmesi	373 - 384
Dental İmplantlara Alternatif Değerlendirme Metodu Olarak Kayıp Dişlerin Boyutlarının Yapay Sinir Ağı Yöntemiyle Tahmini	385 - 395



Investigation of Neutrino Magnetic Moment in the Process $e^+e^- \rightarrow \nu\bar{\nu}\gamma$

Coşkun AYDIN

Karadeniz Technical University, Department of Physics, 61080, Trabzon, TURKEY

Received: 28.03.2017; Accepted: 14.04.2017

Abstract: We calculate the differential and total cross section for the process $e^+e^- \rightarrow \nu\bar{\nu}\gamma$ assuming that the neutrino has an anomalous magnetic moment in the extended Standard Model. Using the LEP results on the total cross-section, we obtain a limit of $\mu \approx 8.4 \times 10^{-8} \mu_B$ for the neutrino magnetic moment.

Keywords: Neutrino, Magnetic Moment, Standard Model.

$e^+e^- \rightarrow \nu\bar{\nu}\gamma$ Sürecinde Nötrino Magnetik Momentinin Araştırılması

Özet: Bu çalışmada, $e^+e^- \rightarrow \nu\bar{\nu}\gamma$ sürecinin diferansiyel ve toplam tesir kesiti nötrinonun anomal çiftlenimleri göz önüne alınarak genişletilmiş Standart Modelde hesaplanıp, LEP deneysel sonuçlarını kullanarak, nötrino magnetic momentu için $\mu \approx 8.4 \times 10^{-8} \mu_B$ sınır değeri elde edildi.

Anahtar Kelimeler: Nötrino, Magnetik Moment, Standart Model.

1. INTRODUCTION

The question of whether the neutrinos are Dirac or Majorana particles is one of the most important issues in particle physics, astrophysics and cosmology. The properties of neutrinos have become the research area increasing interest in recent years. The searches for the neutrino mass, magnetic moment, dipole moment and anapole moment are of utmost important for the theory of elementary particles and for understanding the phenomena such as supernova dynamics, stellar evolution and the production of neutrino by the sun [1].

The Standard Model (SM) describes many processes in the range of energies which has been reached up to now. Neutrinos are the least known particles of the SM and they are treated as massless in the SM. Neutrinos seem to be one of the probable candidates of carrying on the future of physics beyond the SM. The purpose of some extended theories is to explain some fundamental aspects; for example, the neutrino mass, neutrino oscillations, neutrino magnetic moment, etc which are not clarified within the frame of SM. In many extensions of the Standard Model neutrino acquires nonzero mass and they are named as Dirac or Majorana neutrinos. These neutrinos have different electromagnetic properties. Dirac neutrino has three form factors which are the charge, magnetic moment and anapole moment since the electric dipole moment is zero for CP conserving theory. If there is no neutrino mixing, Majorana neutrino has only one form factor which is the anapole moment. If neutrino mixing is taken into account, then there are magnetic and electric transition moments as well. In this respect, as aforementioned, the neutrinos seem to be likely candidates of extending the physics beyond the

* Corresponding author. Email address: coskun@ktu.edu.tr

Investigation of Neutrino Magnetic Moment in the Process $e^+e^- \rightarrow \nu\bar{\nu}\gamma$

Standard Model. The electromagnetic properties of the neutrinos were calculated by many authors using various models [2,3].

The magnetic moment of the neutrino was also discussed intensively in the framework of SM and its various extensions. For example, SM predicts that if the neutrino has mass of $\sim 30 \text{ eV}$ then $\mu \approx 10^{-19} \mu_B$, but the left-right symmetric model predicts $\mu \approx 10^{-13} \mu_B$ [2]. Modern Laboratories announced [4] that the neutrino magnetic moment are close to $10^{-10} \mu_B$; in fact, some published values are:

$$\begin{aligned}\mu(\nu_e) &< 4 \times 10^{-12} \mu_B \\ \mu(\nu_\mu) &< 1 \times 10^{-9} \mu_B \\ \mu(\nu_\tau) &< 4 \times 10^{-6} \mu_B.\end{aligned}\tag{1}$$

The upper bound for light neutrinos deduced from cosmological and astrophysical researches is given as [5]:

$$\mu \lesssim 4 \times 10^{-12} \mu_B.\tag{2}$$

In the present research, we study the effects of the neutrino magnetic moment in a model dependent approach. For this purpose, we consider the process $e^+e^- \rightarrow \nu\bar{\nu}\gamma$. Note that, this process has been already discussed in various models by many researchers (see [6, 7, 8] and reference therein). The relevant Feymann diagrams are shown in Fig. 1. Assuming that the $(\gamma\nu\bar{\nu})$ vertex has only the anomalous magnetic moment (see [9] and reference therein), Forgion et al [10] calculated the differential cross sections of this process. But in their work the $Z\nu\bar{\nu}$ vertex anomalous coupling is not investigated. In this work, we assume that the $Z\nu\bar{\nu}$ vertex has anomalous coupling $\kappa\sigma_{\mu\nu}(1 - \gamma_5)q^\nu$ [11].

2. CALCULATION

The Feymann diagrams considered in this study are displayed in Figure 1.

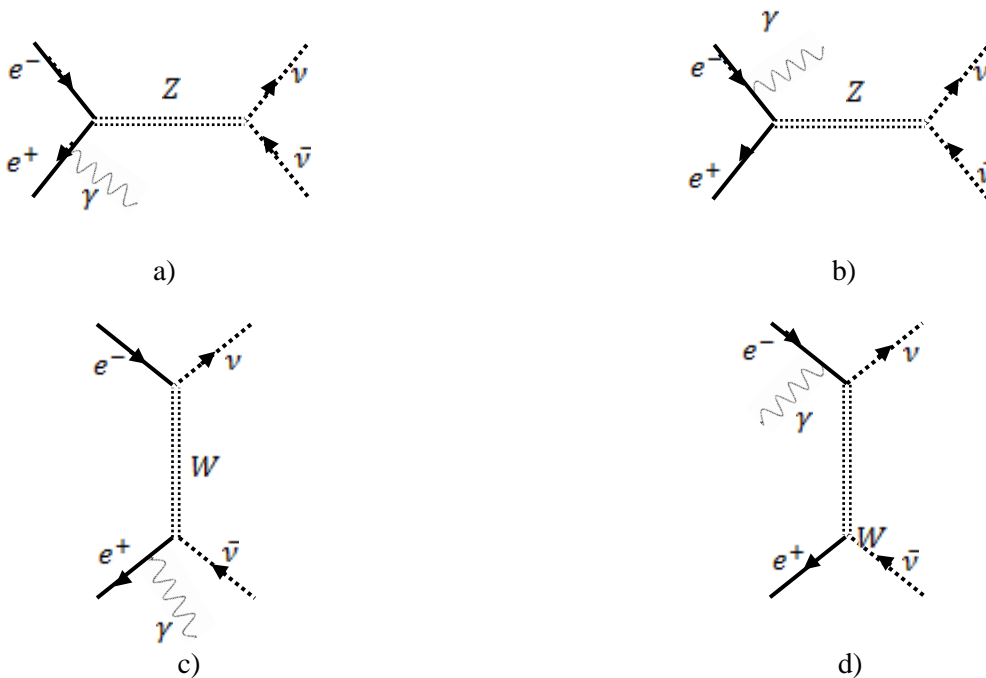




Figure 1. Feynman diagrams for the process $e^- e^+ \rightarrow \nu \bar{\nu} \gamma$.

The expressions for the Feynman amplitude of this process are given in the following equations as;

$$M_a = iee' \frac{1}{(q^2 - M^2 + iM_z \Gamma_z)} \cdot \frac{1}{(p_1 - k)^2 - m^2} \bar{u}(q_1) \left[\frac{g}{4c_\theta} \gamma^\mu (1 - \gamma_5) + \kappa \sigma^{\mu\nu} (1 - \gamma_5) q_\nu \right] v(q_2) \\ \times \bar{v}(p_2) \gamma_\mu (a + b\gamma_5) (\not{p}_1 - \not{k} + m) \not{\epsilon} u(p_1) \quad (3)$$

$$M_b = iee' \frac{1}{(q^2 - M_z^2 + iM_z \Gamma_z)} \cdot \frac{1}{(p_2 - k)^2 - m^2} \bar{u}(q_1) \left[\frac{g}{4c_\theta} \gamma^\mu (1 - \gamma_5) + \kappa \sigma^{\mu\nu} (1 - \gamma_5) q_\nu \right] v(q_2) \\ \times \bar{v}(p_2) \not{\epsilon} (-\not{p}_2 + \not{k} + m) \gamma_\mu (a + b\gamma_5) u(p_1) \quad (4)$$

$$M_c = ie \frac{g^2}{8} \frac{1}{(q^2 - M_w^2)} \cdot \frac{1}{(p_1 - k)^2 - m^2} \bar{u}(q_1) \gamma^\mu (1 - \gamma_5) (\not{p}_1 - \not{k} + m) \not{\epsilon} u(p_1) \\ \times \bar{v}(p_2) \gamma_\mu (1 - \gamma_5) v(q_2) \quad (5)$$

$$M_d = ie \frac{g^2}{8} \frac{1}{(q^2 - M_w^2)} \cdot \frac{1}{(p_2 - k)^2 - m^2} \bar{u}(q_1) \gamma^\mu (1 - \gamma_5) u(p_1) \\ \times \bar{v}(p_2) \not{\epsilon} (\not{p}_2 + \not{k} + m) \gamma_\mu (1 - \gamma_5) v(q_2) \quad (6)$$

$$M_e = ie^2 \kappa' \frac{1}{q^2} \cdot \frac{1}{(p_1 - k)^2 - m^2} \bar{u}(q_1) \sigma^{\mu\nu} q_\nu v(q_2) \bar{v}(p_2) \gamma_\mu (\not{p}_1 - \not{k} + m) \not{\epsilon} u(p_1) \quad (7)$$

$$M_f = ie^2 \kappa' \frac{1}{q^2} \cdot \frac{1}{(p_2 - k)^2 - m^2} \bar{u}(q_1) \sigma^{\mu\nu} q_\nu v(q_2) \bar{v}(p_2) (-\not{p}_1 + \not{k} + m) \gamma_\mu \not{\epsilon} u(p_1) \quad (8)$$

Where

$$\frac{g^2}{(4c_g)^2} = \frac{G_F M_z^2}{2\sqrt{2}}, \quad \frac{g^2}{8} = \frac{G_F M_w^2}{\sqrt{2}}$$

$$a = \sin^2 \theta_w - \frac{1}{4}, \quad b = \frac{1}{4} e' = \frac{e}{\sin \theta_w \cos \theta_w},$$

$$M = M_a + M_b + M_c + M_d + M_e + M_f \quad (9)$$

and, ϵ_μ is the photon four-polarization vector, k is photon momenta, p_2, p_1, q_1 and q_2 are the 4-momenta of e^+, e^-, ν and $\bar{\nu}$ describe by spinors $v(p_2), u(p_1), u(q_1), v(q_2)$, respectively and $q = q_1 + q_2$. In order to obtain the unpolarized differential cross section, we take an average over the initial electron and the positron spins and a sum over the spins of final neutrinos and photon polarization.

The terms which are linear with κ are negligible since they are proportional to m_ν (the neutrino mass). Also we have assumed that $\kappa' = \kappa / (M_z \Gamma_z)$.

The squared matrix elements with κ^2 is written (by omitting the other contributions) as

$$|M(\kappa)|^2 = e^2 \kappa^2 \left\{ \left[\frac{e^2}{q^4} + \frac{e'^2 (a^2 + b^2)}{(q^2 - M_z^2)^2 + M_z^2 \Gamma_z^2} + \frac{e'ea}{q^2 (q^2 - M_z^2 + M_z \Gamma_z)} \right] \right. \\ \left. \times \left[\frac{1}{(2p_1 k)^2} \sum AA^+ + \frac{1}{(2p_2 k)^2} \sum CC^+ + \frac{1}{(2p_1 k)(2p_2 k)} \sum (CA^+ + AC^+) \right] \right\} \quad (10)$$

where

$$A = \bar{v}(p_2) \gamma_\mu (\not{p}_1 - \not{k} + m) \not{\epsilon} u(p_1) \bar{u}(q_1) \sigma^{\mu\nu} q_\nu v(q_2) \quad (11)$$

$$C = \bar{v}(p_2) \not{\epsilon} (-\not{p}_2 + \not{k} + m) \gamma_\mu \not{\epsilon} u(p_1) \bar{u}(q_1) \sigma^{\mu\nu} q_\nu v(q_2). \quad (12)$$

The differential cross section $e^+e^- \rightarrow \nu\bar{\nu}\gamma$ is written as

$$d\sigma = \frac{m_e^2 m_\nu^2}{4p_1 p_2} \frac{1}{(2\pi)^5} \frac{d^3 q_1}{E_\nu} \frac{d^3 q_2}{E_\nu} \frac{d^3 k}{E_\gamma} \delta^4(q - q_1 - q_2) \frac{1}{4} \sum |M|^2. \quad (13)$$

Using the same notation as in [13, 14] and also neglecting the electron mass m , after a long and straightforward calculations, we can obtain the result for the differential cross section κ^2 as

$$\begin{aligned}
 \frac{d\sigma}{dx dy} = & \frac{e^2 \kappa^2}{32(2\pi)^3 M_z^2 \Gamma_z^2} \left\{ \frac{1}{1-y} \left[sx(1-x)(1+y) - \frac{1}{3} \left[4s^2 x \left[1 - \frac{1}{2} x(1+y) \right] - 4s^2 x(1-x)(1+y) \right. \right. \right. \\
 & \left. \left. \left. 2s^2 \left[1 - \frac{1}{2} x(1+y) \right]^2 - 2s^2(1-x) - 2s^2 \right] \right] \right. \\
 & + \frac{1}{1+y} \left[sx(1-x)(1-y) - \frac{1}{3} \left[2s^2 x \left[1 - \frac{1}{2} x(1-y) \right] - 2s^2 x(1-x)(1-y) \right. \right. \\
 & \left. \left. \left. + 2s^2 \left[1 - \frac{1}{2} x(1+y) \right]^2 + 2s^2(1-x)(1+y) - 2s^2(1-x) + s^2 x(1+y) - 2s^2 \right] \right] \right. \\
 & \left. \left. + \frac{s}{x(1-y^2)} - 8(1-x)^2 + \frac{1}{3} \left[4x \left[1 - \frac{1}{2} x(1-y) \right] - 4(1-x) + 8(1-x)^2 + 8(1-x) - 4 \right] \right\}
 \end{aligned}
 \tag{14}$$

where $x = 2E_\gamma / \sqrt{s}$, E_γ is the photon energy, $y = \cos \theta_\gamma$, θ_γ is the angle between \vec{p}_1 and \vec{k} and \sqrt{s} is the center of mass energy.

In order to obtain the total cross-section, equation (14) should be integrated for the variables x and y (photon energy and scattering angle). However, in the general form, these integrals cannot be calculated analytically due to the term κ which depends on the transfer momentum square (the photon energy). Therefore, the integrations are calculated numerically.

In the calculations, the parameters are chosen as $E = \sqrt{s}/2, \sqrt{s} = 90 \text{ GeV}$, photon energy is considered to be in the region $15 \text{ GeV} \leq E_\gamma \leq 44 \text{ GeV}$, and $-0.9 \leq y \leq 0.9$, which correspond to LEP experiments condition [12]. Previously single photon production at LEP was also performed by L3 collaborations experimentally. Under these conditions (i.e. $\sqrt{s} \gg m$ and in the integration we neglect the mass of the electron), for the total cross-section from (7) we obtained the result:

$$\sigma \approx 8.2 \times 10^{-10} \mu^2.
 \tag{15}$$

If one expresses the anomalous magnetic moment via Bohr magneton, i.e. $\kappa = \mu = \beta \mu_B$, where $\mu_B = \frac{e}{2m}$, Using the experimental results as $\sqrt{s} = 90 \text{ GeV}$ ($L = 48, N = 14$) from [4,6,12] we then obtained the result:

$$\beta \approx 8.4 \times 10^{-8}
 \tag{16}$$

Finally, the neutrino magnetic moment was obtained as:

$$\mu = 8.4 \times 10^{-8} \mu_B
 \tag{17}$$

3. CONCLUSION

Comparing the obtained result with the minimal Standard Model (SM) prediction $\mu_\nu \approx 3 \times 10^{-19} \mu_B$ [2], it can be seen that the obtained value for the neutrino magnetic moment has an 10^{11} times order difference of the minimal SM value.

From the equation (1), it is already known that $10^{-10} \mu_B \leq \mu_\nu \leq 10^{-6} \mu_B$. If this value is compared with the obtained result, it is seen that, the muon neutrino magnetic moment is in a very good agreement with the values given in [4]. For the case Fig.1 e) and f) (this models corresponds to the magnetic model), we obtain $\mu = 4 \times 10^{-6} \mu_B$. This upper bound can be used in analysis of data of reactor neutrino experiments as well as stellar physics.

REFERENCES

- [1]. Giunti, C., Studenikin, A., Neutrino electromagnetic interactions: A window to new physics, Rev. Mod. Phys. 2015; 87: 531-585.
- [2]. Fujikawa K., Shrock E. E. Magnetic Moment of a Massive Neutrino and Neutrino-Spin Rotation, Phys. Rev. Lett. 1980; 45 :963-965.
- [3]. Abak M and Aydın C., Calculation of the Anapole Moment of The Neutrino, Europhys. Lett. 1987; 4: 881-885.
- [4]. Olive K.A. et al., Partical Data Group, Chin. Phys. C 2014; 38: 14-15.
- [5]. Lattimer J. M. And Gopferstein J., Limits on the Neutrino Magnetic Moment from SN1987A, Phys. Rev. Lett. 1988; 61: 23-26.
- [6]. Aydın C., Bayar M, Kılıç N., Bounds on The magnetic moment of the Tau-neutrino via the process $e^+e^- \rightarrow \nu\bar{\nu}\gamma$ Chinese Physics C 2008; 32 608-611.
- [7]. Barut A. O., Aydın Z. Z., Duru I. H., Upper Limit on The Magnetic Moment of the Neutrino, Phys. Rev. D 1982; 26: 1794-1797;
- [8]. Aydın C., Neutrino-Electron Elastic Scattering and Stellar Energy Loss through Electron-Positron Pair Annihilation in the Magnetic Model, Nuovo Cimento A 1992; 105: 843-849.
- [9]. Abak M., Aydın C., The Process $e^+e^- \rightarrow \mu^+\mu^-$, $\mu^- \rightarrow e^-\bar{\nu}_e\nu_\mu$, $\mu^- \rightarrow e^-\gamma$ and Heavy Neutrino Decay in the Magnetic Model, Int. Jour. of Modern Phys. A 1996; 11: 1329-1336.
- [10]. Fargion D., Konoplich R. V. and Mignani R., Constraints on the Two-Higgs Doublet Model and the Tau Neutrino Magnetic Moment from Recent LEP Data, Phys. Rev. D 1993; 47: 751-753
- [11]. Rizzo T., Investigation of Neutrino Properties in the Process $e^+e^- \rightarrow \nu\bar{\nu}\gamma$, Phys. Lett. 1990; 237: 88-90.
- [12]. Acciarri M. et al., Measurement of energetic single-photon production at LEP, Phys. Lett. B 1997; 346: 190-198.
- [13]. Ma E., Okada J., How Many Neutrinos?, Phys. Rev. Lett. 1978; 41: 287-289.
- [14]. Tanimoto N., Nakano I., Sakuda M., Bound on the tau neutrino magnetic moment from the TRISTAN experiments, Phys. Lett. B. 2000; 478:1-4.



The solution of differential equation with Hulthen potential in curved space

A. BEHZADI^{*}, S. M. HAJMIRGHASEMI¹

¹Department of Mathematics, University of Mazandaran, Babolsar, Iran.

Received: 21.12.2015; Accepted: 08.03.2017

Abstract. The solution of the Schrödinger equation for a physical system in quantum mechanics is of great importance, because the knowledge of wave- function and energy spectrum contain all possible information about the physical properties of a system. In this paper, we have give solution of the Schrödinger equation in three dimensional curved space with Hulthen potential on the positive constant curvature. Then we achieve the wave-function and energy spectrum for the Hulthen potential. In order to solve the corresponding Schrödinger equation, we use of Nikiforov-Uvarov (N.U) method [1]. The N.U method is based on solving the second- order linear differential equations by reducing to a generalized equation of hypergeometric type.

Keywords: Hulthen potential, Schrödinger equation, (N.U) method

Eğik uzayda Hulthen potansiyelli diferansiyel denklem çözümü

Özet. Kuantum mekaniğinde fiziksel bir sistem için Schrödinger denkleminin çözümü büyük önem taşır çünkü dalga fonksiyonu ve enerji spektrumu bilgisi, bir sistemin fiziksel özellikleri hakkında mümkün olan tüm bilgileri içerir. Bu makalede, pozitif sabit eğrilik üzerinde Hulthen potansiyeli ile üç boyutlu kavisli uzayda Schrödinger denkleminin çözümünü veriyoruz. Daha sonra Hulthen potansiyeli için dalga fonksiyonu ve enerji spektrumu elde ediyoruz. Karşılık gelen Schrödinger denklemini çözmek için, Nikiforov-Uvarov (N.U) yöntemini kullanırız [1]. N.U yöntemi, hipergeometrik tipteki genelleştirilmiş bir denklemi indirgeyerek ikinci mertebeden lineer diferansiyel denklemlerin çözümlerine dayanmaktadır.

Anahtar Kelimeler: Hulthen potansiyeli, Schrödinger denklemi, (N.U) metodu

1. INTRODUCTION

One of the interesting problems of the nonrelativistic quantum mechanics is to find exact solutions to the Schrödinger equation for certain potentials of the physical interest. In recent years, considerable efforts have been done to obtain the analytical solution of non-central problems. The notion of the constant curvature and the accidental degeneracy first began with Schrödinger[2]. Essential advances of these systems with accidental degeneracy have been made by Nishino[4], Higgs[5] and Leemon[6]. At the same time, some papers on curved spherical spaces are concerned with some applications of physics such as linear and non-linear optics[7] and quantum dots[8, 9]. Furthermore, in[3], the authors studied Lie Algebraic Extensions of the Mie-type interactions with Positive Constant Curvature. This paper is organized as follows. Firstly, we take advantage from curvature space and make the Hulthen potential in spherical coordinates with spaces of constant curvature. Then by using the Laplace-Beltrami operator and N.U method, we solve the above pointed corresponding Schrödinger. In that case we achieve the wave-function and energy spectrum for the Hulthen potential.

* Corresponding author. Email address: Behzadi@umz.ac.ir

The solution of differential equation

2. PRELIMINARIES

As we know the three-dimensional space of constant positive curvature can also be realized geometrically on the three-dimensional sphere S^3 of the radius R , embedded into the four-dimensional Euclidean space when the equation of S^3 has a form,

$$S^3 = \{(\lambda_0, \lambda_i) \in R^4 : \lambda_0^2 + \lambda_i \lambda_i = R^2\}, \quad (1)$$

where the tangent space X_i ($i = 1, 2, 3$) are the coordinates and λ_i is,

$$\lambda_i = \frac{X_i}{\sqrt{1 + \frac{r^2}{R^2}}}, \quad (2)$$

and

$$\lambda_0 = \frac{R}{\sqrt{1 + \frac{r^2}{R^2}}}, \quad (3)$$

In order to write the Schrödinger like equation in curved space-time, we have to change the corresponding potential in flat space-time to curved space-time. So, in that case we try to write the general form of Hulthen potential in constant curvature space. We define $r^2 = x_1^2 + x_2^2 + x_3^2$ and following potential,

$$V(r) = -V_0 \frac{e^{-\delta r}}{1 - e^{-\delta r}}, \quad (4)$$

where V_0 is the constant and δ is screening parameter. By inserting the above new coordinate r into λ , one can obtain the corresponding potential as,

$$V(\lambda) = -V_0 \frac{e^{-\delta \frac{\lambda}{\sqrt{1 - \frac{\lambda^2}{R^2}}}}}{1 - e^{-\delta \frac{\lambda}{\sqrt{1 - \frac{\lambda^2}{R^2}}}}}. \quad (5)$$

On the other hand, the spherical coordinates lead us to have following equations,

$$\lambda_1 = R \sin \psi \sin \theta \cos \phi, \quad (6)$$

$$\lambda_2 = R \sin \psi \sin \theta \sin \phi, \quad (7)$$

$$\lambda_3 = R \sin \psi \cos \theta, \quad (8)$$

$$\lambda_4 = R \cos \psi, \quad (9)$$

where $0 \leq \psi \leq \pi$, $0 \leq \theta \leq \pi$ and $0 \leq \phi \leq 2\pi$. Here also we will obtain the metric background for the above corresponding system. The form of metric help us to write the second order equation. By using the variation with respect to angles ψ , θ and ϕ (R is constant curvature) one can obtain the metric background in four dimension, which is given by,

$$ds^2 = R^2(d\psi^2 + \sin^2 \psi(d\theta^2 + \sin^2 \theta d\phi^2)). \quad (10)$$

The above information help us to calculate the Hulthen potential in form of angle, so the $V(\psi)$ will be as,

$$V(\psi) = -V_0 \frac{e^{-\delta R \tan \psi}}{1 - e^{-\delta R \tan \psi}}. \quad (11)$$

Now we are ready to arrange the general form of Schrödinger like equation for (11) on the constant curvature,

$$\left(-\frac{h^2}{2\mu} \Delta + V\right)\Psi = E\Psi, \quad (12)$$

where Δ is Laplace-Beltrami operator which is a restriction of the Laplace operator on the sphere. So, the Laplace-Beltrami operator will be following,

$$\Delta = \frac{1}{g} \sum_{i,k=1}^3 \frac{\partial}{\partial x^i} (\sqrt{g} g^{ik} \frac{\partial}{\partial x^k}). \quad (13)$$

As we see in Laplace-Beltrami operator correspond to the metric of space time, in flat space time we have just usual Laplace. We can define the general form of metric for the arbitrary space-time which is given by following expression,

$$ds^2 = g_{ik} dx^i dx^k, \quad (14)$$

where $g = \det |g_{ik}|$ and by the chain rule $g^{ik} = (g_{ik})^{-1}$. Thus, using (6), (7), (8), (9) and (13), Schrödinger equation takes the form,

$$\left(\frac{1}{\sin^2 \psi} \frac{\partial}{\partial \psi} \sin^2 \psi \frac{\partial}{\partial \psi}\right)\Psi + \frac{2\mu R^2}{h^2} \left[E - \frac{h^2}{2\mu R^2} \frac{m(m+1)}{\sin^2 \psi} - V_0 \frac{e^{-\delta R \tan \psi}}{1 - e^{-\delta R \tan \psi}}\right]\Psi = 0. \quad (15)$$

Using a transformation of the wave-function in (15),

The solution of differential equation

$$\Psi(\psi) = \frac{\phi(\psi)}{\sin(\psi)}, \quad (16)$$

$$C_1 = \frac{2\mu R^2}{h^2} E, \quad (17)$$

$$C_2 = -\frac{2\mu R^2}{h^2} \left(\frac{h^2 m(m+1)}{2\mu R^2} \right), \quad (18)$$

$$C_3 = -\frac{2\mu R^2}{h^2} V_0, \quad (19)$$

$$C_4 = -\delta R, \quad (20)$$

(15) turns into

$$\frac{d^2\phi}{d\psi^2} + (C_1 + C_2 \csc^2 \psi + C_3 \frac{e^{C_4 \tan \psi}}{1 - e^{C_4 \tan \psi}}) \phi = 0. \quad (21)$$

3. THE SOLUTION WITH THE NIKIFOROV-UVAROV METHOD

The main equation which is closely associated with the method is given in following form (Nikiforov-Uvarov, 1988)

$$\frac{d^2\phi}{ds^2} + \frac{\bar{\tau}(s)}{\sigma(s)} \frac{d\phi}{ds} + \frac{\bar{\sigma}(s)}{\sigma^2(s)} \phi(s) = 0, \quad (22)$$

where $\sigma(s)$ and $\bar{\sigma}(s)$ are polynomials at most second-degree and $\bar{\tau}(s)$ is a first-degree polynomial and $\psi(s)$ is a function of the hypergeometric-type.

We turn (22) to

$$\frac{d^2\phi}{ds^2} + \frac{\alpha_1 - \alpha_2 s}{s(1 - \alpha_3 s)} \frac{d\phi}{ds} + \frac{-\xi_1 s^2 + \xi_2 s - \xi_3}{[s(1 - \alpha_3 s)]^2} \phi = 0. \quad (23)$$

The above equation have the recursive equation as follows:

$$\phi(s) = s^{\alpha_{12}} (1 - \alpha_3 s)^{\binom{-\alpha_{12} - \alpha_{13}}{\alpha_3}} P_n^{\binom{\alpha_{10} - 1, \alpha_{11} - \alpha_{10} - 1}{\alpha_3}} (1 - 2\alpha_3 s), \quad (24)$$

and eigenvalue for (23) is as:

$$\alpha_2 n - (2n + 1)\alpha_5 + (2n + 1)(\sqrt{\alpha_9} + \alpha_3 \sqrt{\alpha_5}) + n(n + 1)\alpha_3 + \alpha_7 + 2\alpha_3 \alpha_8 + 2(\sqrt{\alpha_8 \alpha_9}) = 0, \quad (25)$$

where α_i ($i = 1, 2, 3, \dots, 13$) are special functions and we define as follows:

$$\alpha_4 = \frac{1}{2}(1 - \alpha_1), \tag{26}$$

$$\alpha_5 = \frac{1}{2}(\alpha_2 - 2\alpha_3), \tag{27}$$

$$\alpha_6 = (\alpha_5)^2 + \xi_1, \tag{28}$$

$$\alpha_7 = 2\alpha_4\alpha_5 - \xi_2, \tag{29}$$

$$\alpha_8 = (\alpha_4)^2 + \xi_3, \tag{30}$$

$$\alpha_9 = \alpha_6 + \alpha_3\alpha_7 + (\alpha_3)^2\alpha_8, \tag{31}$$

$$\alpha_{10} = \alpha_1 + 2\alpha_4 + 2\sqrt{\alpha_8}, \tag{32}$$

$$\alpha_{11} = \alpha_2 - 2\alpha_5 + 2(\sqrt{\alpha_9} + \alpha_3\sqrt{\alpha_8}), \tag{33}$$

$$\alpha_{12} = \alpha_4 + \sqrt{\alpha_8}, \tag{34}$$

$$\alpha_{13} = \alpha_5 - (\sqrt{\alpha_9} + \alpha_3\sqrt{\alpha_8}). \tag{35}$$

Now we assume,

$$C_4 = 1, \tag{36}$$

$$\tan \psi; \sin \psi; \psi, \tag{37}$$

(21) turn to,

$$\frac{d^2\phi}{d\psi^2} + (C_1 + \frac{C_2}{\psi^2} + C_3 \frac{e^\psi}{1-e^\psi})\phi = 0. \tag{38}$$

With using of equivalence, we have,

$$e^\psi; 1 + \psi \rightarrow \psi; e^\psi - 1 \rightarrow \frac{-1}{\psi}; \frac{1}{1 - e^\psi}, \tag{39}$$

and so

$$\frac{1}{\psi^2}; \frac{1}{(1 - e^\psi)^2}. \tag{40}$$

The solution of differential equation

We put (40) in (38) as:

$$\frac{d^2\phi}{d\psi^2} + [C_1 + C_2 \frac{1}{(1-e^\psi)^2} + C_3 \frac{e^\psi}{1-e^\psi}] \phi = 0. \quad (41)$$

Moreover let us substitute,

$$s = e^\psi, \quad (42)$$

hence we have,

$$\frac{d\phi}{d\psi} = e^\psi \left(\frac{d\phi}{ds} \right), \quad (43)$$

and also

$$\frac{d^2\phi}{d\psi^2} = e^\psi \left(\frac{d\phi}{ds} \right) + e^{2\psi} \left(\frac{d^2\phi}{ds^2} \right). \quad (44)$$

Using (43),(44) and substituting into (41), we obtain,

$$e^{2\psi} \left(\frac{d^2\phi}{ds^2} \right) + e^\psi \left(\frac{d\phi}{ds} \right) + [C_1 + C_2 \frac{1}{(1-e^\psi)^2} + C_3 \frac{e^\psi}{1-e^\psi}] \phi = 0, \quad (45)$$

and with substituting (42) into (45), we have,

$$\frac{d^2\phi}{ds^2} + \frac{(1-s)}{s(1-s)} \frac{d\phi}{ds} + \frac{[s^2(C_3 - C_1) + s(C_3 - 2C_1) + (C_1 + C_2)]}{[s(1-s)]^2} \phi = 0. \quad (46)$$

(46)is Similar to(23) where $\alpha_1 = \alpha_2 = \alpha_3 = 1$ and,

$$\xi_1 = C_1 - C_3, \quad (47)$$

$$\xi_2 = C_3 - 2C_1, \quad (48)$$

$$\xi_3 = C_1 + C_2, \quad (49)$$

$$\alpha_4 = 0, \quad (50)$$

$$\alpha_5 = -\frac{1}{2}, \quad (51)$$

$$\alpha_6 = \frac{1}{4} + C_1 - C_3, \quad (52)$$

$$\alpha_7 = 2C_1 - C_3, \quad (53)$$

$$\alpha_8 = C_1 + C_2, \tag{54}$$

$$\alpha_9 = \frac{1}{4} + 4C_1 + C_2 - 2C_3, \tag{55}$$

$$\alpha_{10} = 1 + 2(\sqrt{C_1 + C_2}), \tag{56}$$

$$\alpha_{11} = 2\left(1 + \sqrt{\frac{1}{4} + 4C_1 + C_2 - 2C_3} + \sqrt{C_1 + C_2}\right), \tag{57}$$

$$\alpha_{12} = \sqrt{C_1 + C_2}, \tag{58}$$

$$\alpha_{13} = -\frac{1}{2} - \left(\sqrt{\frac{1}{4} + 4C_1 + C_2 - 2C_3} + \sqrt{C_1 + C_2}\right). \tag{59}$$

Therefore with using (N.U)method and (24), the solution for(46)is as:

$$\phi(s) = s^{\sqrt{C_1+C_2}} (1-s)^{\frac{1}{2}+\sqrt{\frac{1}{4}+4C_1+C_2-2C_3}} P_n^{(2[\sqrt{C_1+C_2}],2[1+\sqrt{\frac{1}{4}+4C_1+C_2-2C_3}])} (1-2s). \tag{60}$$

According to (42)we have,

$$s = e^\psi \rightarrow \psi = \ln s, \tag{61}$$

then (60) turn to,

$$\phi(\psi) = \psi(\sqrt{C_1 + C_2})(1-\psi)^{\frac{1}{2}+\sqrt{\frac{1}{4}+4C_1+C_2-2C_3}} P_n^{(2[\sqrt{C_1+C_2}],2[1+\sqrt{\frac{1}{4}+4C_1+C_2-2C_3}])} (1-2\psi). \tag{62}$$

Now according to (16), wave-function as follows:

$$\Psi(\psi) = \frac{\psi(\sqrt{C_1 + C_2})(1-\psi)^{\frac{1}{2}+\sqrt{\frac{1}{4}+4C_1+C_2-2C_3}} P_n^{(2[\sqrt{C_1+C_2}],2[1+\sqrt{\frac{1}{4}+4C_1+C_2-2C_3}])} (1-2\psi)}{\sin \psi}. \tag{63}$$

By using the above equation and (25), one can obtain the eigenvalue as,

$$n + \frac{1}{2}(2n+1) + (2n+1)(M) + n(n-1) + 4C_1 + 2C_2 - C_3 + 2C_1 + 2C_2 + 2N = 0, \tag{64}$$

where

$$N = \sqrt{\left(\frac{1}{4} + 4C_1 + C_2 - 2C_3\right)(C_1 + C_2)}, \tag{65}$$

and

The solution of differential equation

$$M = \sqrt{\frac{1}{4} + 4C_1 + C_2 - 2C_3} + \sqrt{C_1 + C_2}. \quad (66)$$

So by using equations(18),(19),(64), we obtain C_1 and finally the energy spectrum will be as:

$$E_{m,n} = \left[\frac{2m(m+1) - 2N - (n + \frac{1}{2}) - \frac{1}{4}}{R^2} \right] - \frac{2M}{h^2} V_0. \quad (67)$$

In case of flat space $R \rightarrow \infty$, one can achieve the energy spectrum as,

$$E = -\frac{2M}{h^2} V_0. \quad (68)$$

So, we see the energy in curved space time depend to n and m as a quantum number. In flat space time, the energy not depend to n and m . We note here, different potential in curved space time give very interesting wave-function and eigenvalues. So, in future we can do different potential in three and four dimension in curved space.

4. CONCLUSION

We know that the time-independent has the second-order differential equation in the Schrödinger picture as well. Therefore, in this paper we confined our attention to this equation and its approximate solutions for the Hulthen potential. We have studied the Hulthen potential in spherical curved spaces with constant positive curvature through N.U method. It is seen that, Hulthen potential is transformed into other potentials such as Harmonic Oscillator, Coulomb, Kratzer, Morse in spherical spaces. The solution meant that we have obtained the energy spectrum and the corresponding wave-function of a particle subject to one of these potentials.

REFERENCES

- [1]. A.F. Nikiforov, V.B. Uvarov, Special Functions of Mathematical Physics, Birkhauser, Basel, 1988.
- [2]. E. Schrodinger, Proc. Roy. Irish. Acad. A 46 183 1940.
- [3]. O. Yesiltas, arXiv:1301.0203v1 [math-ph] 2 Jan 2013
- [4]. Y. Nishino, Math. Japon. 17, 59 1972.
- [5]. P. W. Higgs, J. Phys. A 12, 309 1979.
- [6]. H. I. Leemon, J.Phys. A 12, 489 1979.
- [7]. S. Batz, U. Peschel, Phys. Rev. A 78(4) 043821 2008.
- [8]. S. De Filippo, M. Salerno, V. Z. Enolskii, Phys. Lett. A 276 240 2000.
- [9]. C. Furtado, A. Rosas and S. Azevedo Europhys. Lett. 79 57001 2007.
- [10]. H. Rahbar, M. R. Pahlavani, J. Sadeghi, H. Moayyeri, Int. J. Theor. Phys. 48 2072,2009.
- [11]. J. Sadeghi, H. Moayyeri, Int. J. Theor. Phys. 46 3115, 2007.
- [12]. M. R. Pahlavani, S. M. Motevalli, Int. J. Theo. Phys. 48(6) 1622 ,2009.
- [13]. Y.P. Varshni, Can. J. Chem. 66 (1988) 763.
- [14]. E.D. Filho, Phys. Lett. A 269 (2000) 269.
- [15]. Abramowitz M and Stegun I A 1970 Handbook of Mathematical Functions (New York:Dover)
- [16]. Gnl B 2006 quant-ph/0603181

- [17]. S. de Castro A 2005 Phys. Lett. A 338 81
- [18]. A Del Sol Mesa, C. Quesne and Yu F Smirnov, J. Phys. A: Math. Gen. 31 321 1998;
- [19]. S. Flugge, Practical Quantum Mechanics I (Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, NY,1971).
- [20]. M. Molski, Phys. Rev. A 76, 022107 (2007).



<http://dx.doi.org/10.17776/cumuscij.308456>

Polieter Eter Keton (Peek) Lifleri

Ece KALAYCI, Ozan AVINÇ*, Arzu YAVAŞ

Pamukkale Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölümü, Denizli, Türkiye

Received: 10.02.2015; Accepted: 17.02.2017

Özet. Polieter eter keton (PEEK) lifleri, kimyasallara, ısıya ve alev dayanıklılık özellikleri ile yüksek performanslı lifler arasında öne çıkmaktadır. Aşınma ve sürtünme dayanımının yanı sıra biyouyumluluğu ve zararlı maddeler içermeyen yapısı sayesinde başlıca medikal tekstillerde, taşımacılık tekstillerinde ve endüstriyel tekstillerde geniş bir kullanıma sahiptir. Bu çalışmada PEEK liflerinin yapısı, özellikleri ve kullanım uygulamaları incelenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Polieter eter keton lifi, yüksek performanslı lif, ısıya dayanıklı lif, kimyasallara dayanıklı lif, biyouyumlu lif

Polyether Ether Ketone (Peek) Fibers

Abstract. Polyether ether ketone (PEEK) fibers become prominent amongst high performance fibers with their chemical, heat and flame resistance properties. These fibers have a wide range of usage mainly in transportation textiles, industrial textiles, medical textiles due to not only their wear and abrasion resistances but also their biocompatibility and nonhazardous structure. In this study, structure, properties and end-use applications of PEEK fibers are examined.

Keywords: Polyether ether ketone fiber, high performance fiber, thermally resistant fiber, chemically resistant fiber, biocompatible fiber

1. GİRİŞ

Polieter eter keton (PEEK) polimeri, yarı kristalin termoplastik polimer sınıfının öne çıkan polimerlerinden biridir [1-7]. Mükemmel fiziksel özelliklere sahip bu organik polimer üzerine yapılan araştırmalar 1960'lı yıllara dayanmaktadır. Ancak bu polimer ilk olarak 1970'lerin sonlarında 1980'lerin başında 'ICI Advanced Materials' tarafından üretilmiştir ve yine aynı şirket tarafından 'Victrex PEEK' adı altında ticarileştirilmiştir [1,3,6-9]. PEEK polimeri başlarda enjeksiyon kalıplama işleminde ve kompozit yapılarda güçlendirici olarak kullanılsa da, ICI ve Leeds Üniversitesi tarafından yapılan araştırmalar bu polimerin oldukça yüksek performans özelliklerine sahip olduğunu ve daha çok yüksek performans özelliklerinin arandığı teknik ürünlerin üretiminde kullanıma uygun olduğunu göstermiştir [1,10-13]. Bugün lif, film, reçine, kumaş, kablo, membran ve kompozit olmak üzere çeşitli formlarda bulunabilmektedir [6,7,9,11,12,14].

1980'li yıllarda bu polimerin yüksek potansiyelinin fark edilmesi ile birlikte, diğer üreticiler de bu polimere rakip özelliklere sahip polimer geliştirme çalışmaları başlatmıştır. Bu çalışmalar arasından BASF tarafından geliştirilen PEKEKK, DuPont tarafından geliştirilen PEKK ve Hoechst tarafından geliştirilen PEEKK öne çıksa da PEEK bu lifler arasından sıyrılarak uygulama alanını 1990'lı yıllarda daha da zenginleştirmeyi başarmıştır [1] (Tablo 1). PEEK polimeri 1993'te resmi olarak ICI Advanced Materials'dan ayrılan Victrex LTD. şirketi tarafından üretilmeye başlanmıştır [1].

* Corresponding author. Email address: ekalayci@pau.edu.tr

Tablo 1. PEEK polimerine rakip olarak üretilen çeşitli PEK polimerlerinin Camlaşma Noktası (T_g) ve Erime Noktası (T_m) [1, 3, 5, 9, 15-18].

Polimer	Üretici Firma	T _g (C°)	T _m (C°)
PEEK	Victrax LTD	143-145	334-343
PEEKK	Hoechst	150	365
PEKEKK	BASF	170	381
PEKK	DuPont	165	391

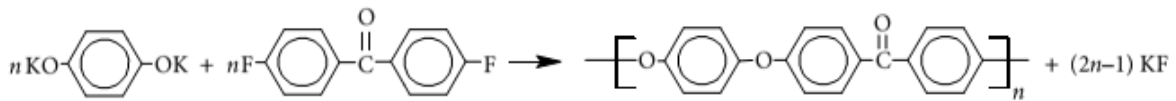
Bugün PEEK polimerinin üretiminde ve kullanımında rol alan birçok şirket bulunmaktadır. Bu şirketlerden; Victrax Plc. (İngiltere), Zyx Ltd (İngiltere), Solvay Speciality Polymers (ABD), Panjin Zhongrun High Performance Polymers (Çin) ve Jida Evonik High Performance Polymers (Çin) ilk akla gelen isimlerdir [19]. Geleceği parlak polimerlerden biri olarak görülen PEEK polimerinin kullanım alanlarının her geçen gün daha da çoğalması, bu polimerin ve bu polimerden üretilen liflerin pazardaki yerini arttırmaktadır [19].

Polieter eter keton (PEEK) polimerinden lif üretimi ise eriyikten lif çekim tekniği kullanılarak gerçekleştirilmektedir [20,21]. Polietereter keton (PEEK) lifleri adı verilen bu lifler barındırdıkları üstün performans özellikleri sayesinde neredeyse tüm teknik tekstillerde oldukça geniş bir kullanım alanına sahiptir [1,2,20,22]. Her geçen gün uluslararası ölçekte bu lifin bilinirliği artmakta ve bünyesinde barındırdığı üstün özellikler PEEK polimerinin ve PEEK liflerinin kullanım alanını genişletmektedir. PEEK lifleri her ne kadar pahalı (kilogramı yaklaşık 90\$) bir lif olsa da, 2018 yılında PEEK pazarının 381 milyon dolara ulaşması beklenmektedir [3,19]. Bu derleme çalışmasında, yüksek performanslı lifler arasında öne çıkan PEEK polimerinin ve PEEK liflerinin özelliklerine, kullanım alanlarına ve teknik tekstiller endüstrisi için önemine dikkat çekmek ve bu liflerin bilinirliğinin artırılmasını sağlamak hedeflenmiştir.

2. PEEK POLİMERİ ve ÖZELLİKLERİ

Kimyasal olarak tekrar eden bir keton ve iki eter grubundan oluşan polieter eter keton (PEEK) polimeri sadece karbon, hidrojen ve oksijen atomları bulunduran yapısı sayesinde tam aromatik, yüksek karalılıkta, lineer bir yapıya sahiptir [1,2,11,23-25] (Şekil 1). Solgun amber renkte organik bir polimer olan PEEK, mükemmel fiziksel özellikleri ile yarı kristalin, termoplastik bir polimer olarak bilinmektedir [3,4,15,16,24,25] (Tablo 2). Bu polimerden üretilen film yapılarında film ne kadar ince ise o kadar transparan renktedir. Filmin kalınlığı arttıkça renk matlaşmakta ve amber renk fark edilmektedir [25].

Polieter eter keton polimeri ticari olarak polieterifikasyon reaksiyonu ile üretilmektedir [10]. PEEK polimerinin sentezi sırasında sentezin yöntemi ve gerçekleştirildiği şartlar büyük önem taşımaktadır. Literatürde PEEK polimerinin polikondenzasyon reaksiyonunda iki farklı yapı taşının kullanımına rastlanmaktadır. Bunlardan biri 4,4'-diklorobenzofenon [5,24], diğeri ise 4,4'-diflorobenzofenon [24,26]'dur. Temel olarak 4,4'-diflorobenzofenon'un kullanıldığı PEEK üretiminde, 4,4'-diflorobenzofenon hidrokinon anyonları ile reaksiyona girerek kondenzasyon işlemini gerçekleştirmektedir [5]. 4,4'-diflorobenzofenon, hidrokinonun anyonları ile *N*-cyclohexyl-2-pyrrolidone gibi yüksek kaynama noktasına sahip organik çözümler içerisinde reaksiyona girmektedir [5].

**Şekil 1.** PEEK polimerinin polikondenzasyon reaksiyonu ve kimyasal yapısı [1,5,10,14,27].

Polieter Eter Keton (Peek) Lifleri

PEEK polimeri, sıra dışı fiziksel özelliklere sahip olmasının yanında bu fiziksel özellikleri ekstrem şartlar altında dahi sergileyebilmektedir [5,12,16,28]. Isıya ve kimyasallara karşı oldukça iyi bir dayanıma sahip bu polimer, oldukça iyi alev ve termal dayanımı ile de bilinmektedir [9-12,15,24,26,29,30]. Ayrıca mükemmel bir biyoyumluluğa sahip bu polimer özellikle medikal uygulamalarda (dental, ortopedik, vb.) geniş bir kullanıma sahiptir [10,11,29,31]. Bu geniş kullanım alanını biyoyumluluğunun yanı sıra üstün kimyasal ve fiziksel kararlılığına dolaylı olarak da yaşlanma karşıtı bir malzeme oluşuna borçludur. PEEK polimeri aynı zamanda rijit, tok ve sürtünme-aşınma dayanımı yüksek bir malzemedir [9,11,12,25]. Bu sayede sterilizasyon ve radyasyona karşı da direnç gösterebilmektedir [10,11,30,31]. PEEK polimeri termoplastik kompozit uygulamaları için oldukça önemli bir matris malzemesidir [7,21,29,30,32-36].

Tablo 2. PEEK polimerinin özellikleri [1,15,16,25,37,38].

Özgül ağırlık	1,26-1,32 g/cm ³
Başlangıç modülü	3,6 GPa
Kopma mukavemeti	90-100 MPa
Kopma anındaki uzaması	% 50
Nem geri kazanımı	% 0,1
Dielektrik kuvveti	190 kV/cm
Özdirenç	5.10 ¹⁶ ohm.cm
Isı sığası	134 kJ/kgC°
Isıl iletkenliği	0,25 W/m/C°
Isıl genleşme katsayısı	72-85 10 ⁻⁶ (C°) ⁻¹

3. PEEK LİF ÇEKİMİ ve LİF ÖZELLİKLERİ

PEEK lifleri genellikle eriyikten lif çekim yöntemi kullanılarak üretilmektedir [20,22]. Doğasından gelen soluk altın (amber) rengine sahip bu lifler yaklaşık %50 oranında kristalin yapıdadır [1,2,15]. Termoplastik lifler olarak kabul edilen PEEK lifleri, hem kimyasalların çok büyük bir çoğunluğuna hem de yüksek sıcaklıklara karşı oldukça dayanıklıdır [7,15,22,39]. PEEK liflerinin özelliklerini özetlemek gerekirse [3,7,20,24];

- Kimyasallara karşı oldukça yüksek bir dayanıma sahiptir.
- Termal Özellikleri oldukça iyidir (-60C° ile 260C° sıcaklıkları arasında özelliklerinde herhangi bir kayıp gözlenmeden kullanılabilirler.).
- Yanma sırasında alev ve duman üretimi düşüktür, aynı zamanda zehirli gaz üretimi de oldukça az seviyededir.
- İyi sürtünme ve aşınma dayanımına sahiptir
- Sürtünme katsayısı düşüktür, mükemmel sürtünme özellikleri gösterir.
- Biyoyumludur (biyolojik işlevlere zehirli veya zararlı etkisi yoktur.).
- Çoklu otoklav (basınçlı kap) sterilizasyonlarına ve radyasyona karşı dayanıklıdır.
- Halojen içermez

3.1. Mukavemet Özellikleri

PEEK lifleri tekstil endüstrisinde kullanılan çok sayıda lif çeşidi arasından sahip olduğu üstün özellikler sayesinde öne çıkmaktadır (Tablo 3). Uzun bir çalışma ömrüne sahip bu lifler sıradışı zor şartlarda dahi sahip olduğu iyi fiziksel özellikleri koruyabilmektedir [2,15]. Poliester ve Naylon gibi konvansiyonel tekstil liflerine benzer mekanik özellikler taşıyan PEEK lifleri bu sayede örme, dokuma gibi tekstil

formlarında kolaylıkla kullanılabilir [2]. Yoğunluğu $1,3 \text{ g/cm}^3$ [35,40] olan PEEK liflerinin başlangıç modülü 5-6,2 GPa [35,40] arasında değişmektedir.

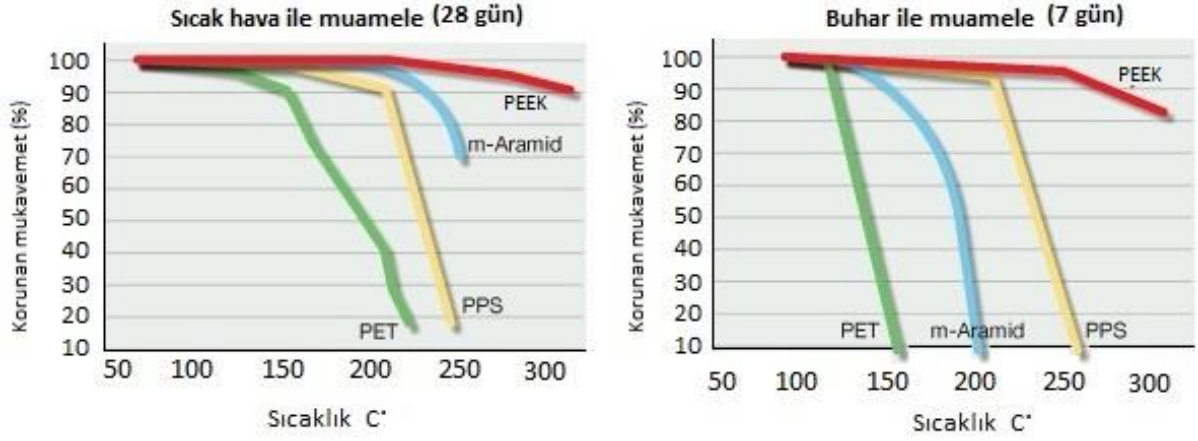
Tablo 3. PEEK lifleri ile bazı liflerin özelliklerinin karşılaştırılması [15,25,35,40,41].

Lif Cinsi	Yoğunluk (g/cm^3)	Kopma anındaki uzama (%)	Kopma Mukavemeti (N/tex)	Başlangıç Modülü (GPa)
İpek	1,25	23	0,34	11
Yün	1,30	22	0,12	3,5
Pamuk	1,54	7	0,35	12
Keten	1,48	1,6	0,57	30
Viskon	1,52	20	0,23	7,3
Polipropilen	0,91	20	0,65	1,52
Poliamid	1,14	20	80	6
Polietilen tereftalat (PET)	1,38	13	80	3,4-21
m-aramid	1,44	15-30	0,48	36
p-aramid	1,45	1-4	2,05	127
Polibenzimidazol (PBI)	1,3-1,43	28-30	0,28	56
Yüksek Performanslı Polietilen (HPPE)	0,97	2,9	3,29	171
Polibenzobisoksazol (PBO)	1,54-1,56	1-3,5	3,71	280
Polieter eter keton (PEEK)	1,3	30	0,6	5-6,2
Politetrafloretillen (PTFE)	2,2	35	0,18	0,3
Çelik	7,86	1,1	0,96	200
Yüksek mukavemetli (HS) Karbon	1,78	1,6	2,1	240
Yüksek modüllü (HM) Karbon	1,85	0,7	1,32	400

3.2 Termal özellikleri

Üstün mukavemet özelliklerine sahip PEEK liflerinin termal özellikleri de oldukça iyidir. Hem yüksek sıcaklıklarda hem de düşük sıcaklıklarda rahatlıkla kullanılabilen bu liflerin erime sıcaklığı $334-345^\circ\text{C}$ iken camlaşma sıcaklığı $143-145^\circ\text{C}$ olarak bilinmektedir [2,8,18,27,42]. PEEK liflerinin ısıl bozunma sıcaklığı bazı kaynaklarda 350°C 'den yüksek [35] olarak genellenirken, bazı kaynaklarda 500°C olarak belirtilmektedir. Fakat bu liflerin uygulama sıcaklıkları işlem sürelerine bağlı olarak değişiklik göstermektedir. Örneğin devamlılığı olan uzun süreli uygulamalarda 260°C 'e kadar olan sıcaklıklarda sorunsuz şekilde kullanılabilen PEEK lifleri, işlem süresi kısa olmak şartı ile 300°C sıcaklığa kadar ortamlarda kullanılabilirler (Şekil 2) [1,14,15,20,42]. Bu lifler yüksek sıcaklıklara olduğu kadar düşük sıcaklıklara da dayanıklıdır. -60°C 'e varan sıcaklıklarda yapısında her hangi bir gevrekleşme yaşanmadan yapısını ve özelliklerini koruyabilmektedir [1].

Polieter Eter Keton (Peek) Lifleri



Şekil 2. 28 gün boyunca hava ortamında yüksek sıcaklığa maruz bırakılan PEEK ve çeşitli liflerin mukavemetlerinin karşılaştırılması; 7 gün boyunca basınçlı su buharına maruz bırakılan PEEK ve çeşitli liflerin karşılaştırılması [1].

Literatürde PEEK liflerinin termal özelliklerini inceleyen ve bu liflerin termal özelliklerini diğer ısıya ve aleve dayanıklı lifler ile kıyaslayan birçok çalışma mevcuttur. Örneğin, Şekil 2' de PEEK, m-aramid, PPS (polifenilsülfon), PET liflerinin 7 gün boyunca buhara maruz bırakıldığında ve 28 gün boyunca sıcak hava ile muamele edildiğinde mukavemet değerlerindeki değişim gösterilmektedir. Bu iki grafikten (Şekil 2) de görüleceği gibi PEEK lifleri 300C°' e kadar sıcaklıklarda hem kuru hava ortamında hem de buharlı hava ortamında oksidasyona ve hidrolize dayanıklılık göstererek iyi bir performans sergileyebilmektedir [1,15].

PEEK liflerinin termal özelliklerinin araştırıldığı bir diğer çalışmada da Polieterimid (PEI) lifleri ile PEEK lifleri karşılaştırılmaktadır. Bu çalışmada her iki lif türü de 30 dakika boyunca 180C°' den 240 C°'e kadar farklı sıcaklıklarda işleme tabi tutulmuş ve liflerin ısıl büzülme oranları % olarak karşılaştırılmıştır. 180C°'de PEI lifleri PEEK liflerinden daha az bir büzüşme yaşarken sıcaklık artışı ile PEI liflerinin yaşadığı büzüşme yüzdesi PEEK liflerine göre daha hızlı artmakta, 240C°' de PEI lifleri %80 oranında büzüşürken PEEK liflerinde sadece %15-18 oranında büzüşme gerçekleşmektedir [42].

Bir malzemenin güç tutuşurluğunun seviyelerini belirlemek için farklı yöntemler mevcuttur. Bu yöntemlerden en yaygın kullanılanı malzemenin yanması için gerekli oksijen miktarını belirleyen LOI testidir. Bu test yönteminde LOI değeri 25'in üzerinde olan malzemeler güç tutuşur olarak nitelendirilir. PEEK liflerinin yanması için gerekli limit oksijen miktarı (LOI) %35'dir [8,35] ve bu lifler aynı zamanda kendi kendini söndürebilme yeteneğine sahiptir [43]. Ayrıca duman (duman yoğunluğu: 2,06) ve zehirli gaz üretimi çok az seviyede olan PEEK lifleri iyi güç tutuşurluk özellikleri sergilemektedir [1,44].

Materyallerin termal dayanımlarının değerlendirildiği bir diğer test yöntemi de Konik kalorimetre testidir. Bu testte daha çok liflerin aleve karşı gösterdikleri dayanım değerlendirilmektedir. Belirli oranlarda ısı akışına maruz bırakılan liflerin ısı yayılım hızları, tutuşma süreleri gibi özellikleri belirlenerek aleve karşı gösterdikleri davranışlar incelenmektedir. PEEK lifli kumaşlara 75 kW/m²'lik ısı akışı verilerek konik kalorimetre testi uygulandığında, ısı yayılım hızınının 183 kW/m² olduğu kaydedilmektedir ki bu liflerin güç tutuşur bir lif türü olduğunun sağlaması niteliğindedir [44].

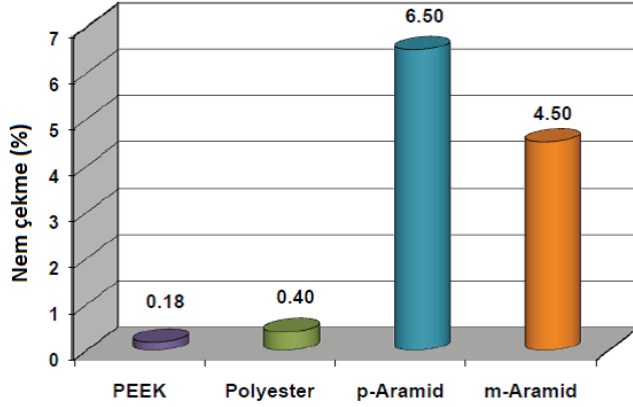
PEEK lifleri üstün termal özelliklerini; kimyasallara, yüksek sıcaklıklara, aleve karşı dayanıklı diğer yüksek performanslı PBI (Polibenzimidazol), PI (Poliimid), PPS (Polifenilsülfon) liflerinde de olduğu

gibi aromatik yapının sonucu oluşan yüksek kararlılığa sahip yapıya borçludur [35]. Bu liflerin maliyetlerinin yüksek olması termal dayanıklılık hedeflenen kumaşlarda daha ucuz olan aramid lifleri ile karışım halinde kullanılmalarına neden olmaktadır [35].

Farklı tekstil formlarında geniş bir kullanıma sahip PEEK polimeri birçok uygulamada termoplastik reçine olarak da kullanılabilir [6,35,37]. Genellikle kimyasal dayanım, yüksek ısı dayanımı, düşük duman çıkışı, yanmaya dayanım gibi özelliklerin arandığı uygulamalarda tercih edilen termoplastik reçine formu yaygın bir kullanıma sahip olduğundan, bu yapının kullanılabilir sıcaklığı büyük önem taşımaktadır [7,45,46]. Erime sıcaklığı 350-390C° arasında değişen PEEK termoplastik reçine formunun maksimum işlem sıcaklığı yaklaşık 250C° civarındadır [47,48]. PEEK reçine yapılar rüzgâr türbinlerinin kanatlarında, batarya (pil) kılıflarında, güç tutuşur tekstillerde, robotik ve otonom sistemlerde bulunan kompozit yapılarda kullanılmaktadır [49]. Ayrıca bu yapıların mühimmat (cephane) koruyucu kılıflarında ve depolama konteynirlerinde kullanılmalarına da rastlamak mümkündür [49].

3.3. Kimyasallara karşı dayanımı

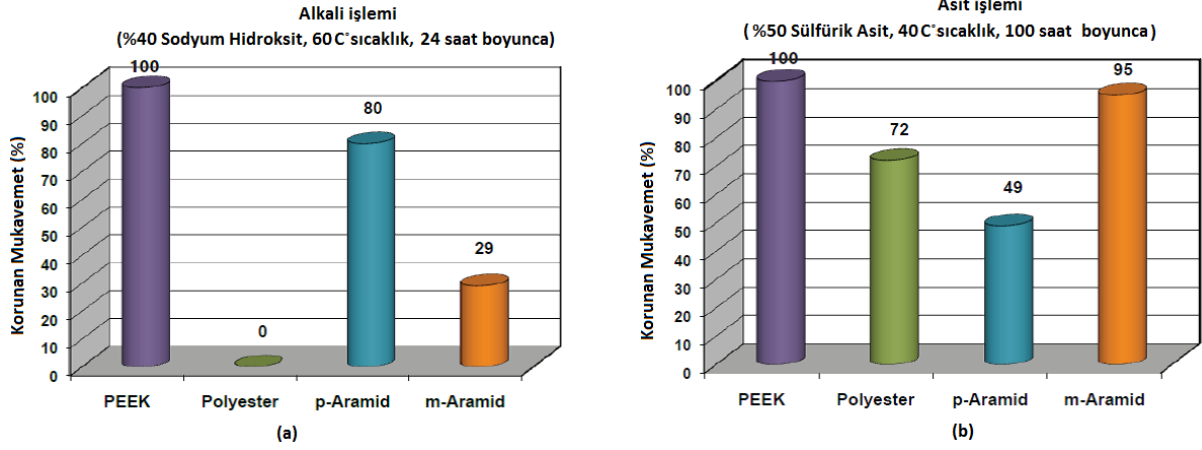
Teknik tekstiller pazarında yüksek performans özelliklerine sahip birçok lif türü bulunmaktadır. Ancak PEEK lifleri sahip olduğu yüksek performans özelliklerini yüksek sıcaklıkların yanında aşındırıcı kimyasalların bulunduğu ortamlarda da sürdürmeyi başardığından diğer yüksek performans lifleri arasından sıyrılmaktadır [40,43]. Kimyasal maddelerin birçoğuna karşı oldukça yüksek dayanım sergileyen PEEK lifleri sadece bazı yüksek konsantrasyonlu asitlerden (sülfürik asit, nitrik asit gibi) etkilenmektedir [6,20,24]. Nem çekme özelliğinin diğer yüksek performanslı lifler ile kıyaslandığında daha az olduğu gözlemlenen PEEK liflerinin 20C° de % 65 bağıl nem ortamında nem çekmesinin %0,18'lerde olduğu bilinmektedir (Şekil 3) [35].



Şekil 3. Çeşitli liflerin nem çekme yüzdelerinin karşılaştırılması (%65 bağıl nem ve 20C° sıcaklık ortamında) [15].

Çeşitli kimyasal maddeler kullanılarak yapılan uygulamalar sonrası PEEK lifleri ile poliester ve bazı aramid liflerinin korudukları mukavemet değerleri incelenmiştir. Şekil 4-a'da %40 sodyum hidroksit ile 60C° de bir gün boyunca gerçekleştirilen işlem sonucunda PEEK, m-aramid, p-aramid ve poliester liflerinin korudukları mukavemet değerleri verilmiştir. Bu değerlendirmelere göre şekilden de görüldüğü gibi PEEK liflerinin mukavemetlerinde herhangi bir kayıp yaşanmazken, p-aramid lifleri yaklaşık %20'lik bir mukavemet kaybı yaşamakta, m-aramid lifleri mukavemetlerinin sadece %29'unu koruyabilmekte, poliester lifleri ise mukavemetlerini tamamen kaybetmektedir [15].

Polieter Eter Keton (Peek) Lifleri



Şekil 4. PEEK, poliester, p-aramid ve m-aramid liflerinin alkali/asit ile muamalesi sonucunda korunan mukavemetlerinin kıyaslanması [15]

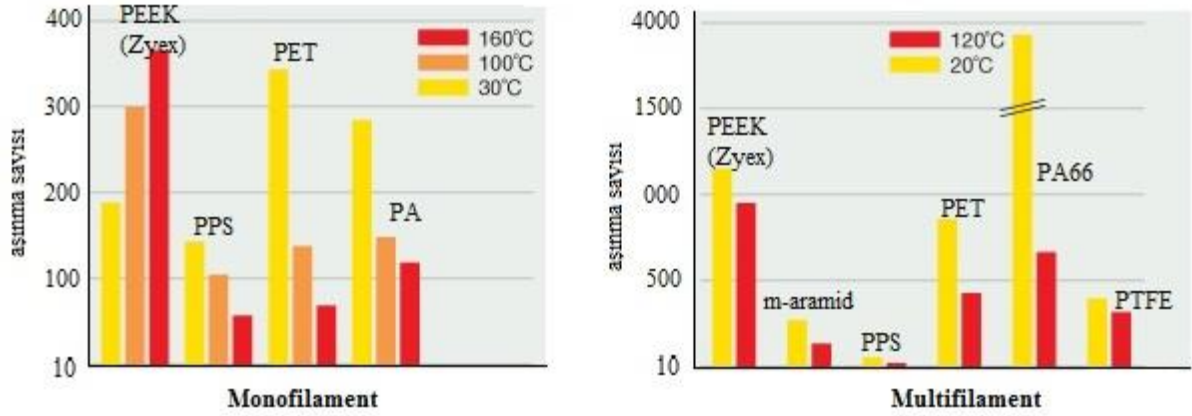
PEEK liflerinin asitlere karşı da oldukça dayanıklı olduğu belirtilmektedir. Şekil 4-b' de %50'lik sülfürik asit ile 40C° de 100 saat boyunca işlem gören PEEK, m-aramid, p-aramid ve poliester liflerinin korunan mukavemet yüzdeleri verilmektedir. Bazlara karşı dayanıklı olan p-aramid liflerinin asit ile işleme sonrasında mukavemetinin %49'unu koruyabildiği gözlenirken, PEEK liflerinin hem asidik hem bazik ortamlarda mukavemet özelliklerinde kayıp yaşamadığı kaydedilmiştir. PEEK liflerinin çeşitli kimyasallara karşı gösterdiği dayanma kabiliyeti ve diğer yüksek performans özellikli lifler ile karşılaştırılması Tablo 4'de gösterilmiştir.

Tablo 4. Çeşitli yüksek performanslı liflerin kimyasallara karşı davranışlarının kıyaslanması [25].

	Polieter eter keton (PEEK)	Polimid (PI)	Polieterimid (PEI)	Polifenilsülfon (PPS)	Polietersülfon (PES)	Poliamidimid (PAI)
Konsantrasyonu yüksek asitler	Zayıf	İyi	-	Orta	Orta	İyi
Seyreltik asitler	İyi	İyi	İyi	İyi	İyi	İyi
Alkoller	İyi	İyi	-	İyi	İyi	İyi
Alkaliler	İyi	Zayıf	Orta	İyi	İyi	Zayıf
Aromatik Hidrokarbonlar	İyi	İyi	İyi	İyi	Orta	İyi
Gresler ve yağlar	İyi	İyi	-	İyi	İyi	İyi
Halojenler	İyi	İyi	-	Orta	İyi	İyi
Ketonlar	İyi	İyi	-	İyi	Zayıf	İyi

3.4. Aşınma dayanımı

Aşınma dayanımı oldukça iyi olan bu polimerin sürtünme katsayısı düşüktür (Şekil 5) [1]. Tok bir polimer olan PEEK polimeri özellikle yüksek sıcaklıklarda ve kısmen yüksek yüzey hızlarında iyi aşınma direncine sahiptir [1]. Mükemmel dinamik geri dönüş (toparlanma) özelliği ve esnek yorulma performansına sahip PEEK polimeri özellikle kendi camlaşma sıcaklığı (T_g 143C°) altındaki sıcaklıklarda düşük sünme ve düşük büzülme özellikleri sergilemektedir [1].



Şekil 5. PEEK ve bazı liflerin aşınma dayanımlarının karşılaştırılması [1,50].

3.5. Elektrik Özellikleri

PEEK lifleri elektrik iletkenliğine sahip liflerdir. Bu özellikleri sayesinde elektrik elektronik endüstrisinde geniş bir kullanım alanına sahiptirler. Sadece kablolarda değil aynı zamanda, elektrik iletkenliğinin istendiği kompozit yapılarda ve yakıt hücrelerinde iletkenlik saplayan membran yapılarda da elektriksel özellikleri sayesinde kullanılabilirler. Tablo 5' de PEEK liflerinin ve bazı yüksek performanslı liflerin elektriksel özellikleri karşılaştırılmıştır.

Tablo 5. Çeşitli yüksek performanslı liflerin elektriksel özelliklerinin karşılaştırılması [25].

	Polieter eter keton (PEEK)	Polimid (PI)	Polieterimid (PEI)	Polifenilensülfid (PPS)	Polietersülfon (PES)	Poliamidimid (PAI)
Dielektrik sabiti (@1Mhz)	3,2-3,3	3,4	3,1	3,8-4,2	3,7	5,4
Dielektrik Kuvveti (kV.mm ⁻¹)	19	22	30	18	16	23
Güç Kaybı katsayısı (@1MHz)	0,003	0,00018	0,0013 @1kHz	0,0013-0,004	0,003	0,042
Hacimsel Özdirenç (ohm.cm)	10 ¹⁵ -10 ¹⁶	10 ¹⁸	7. 10 ¹⁵	10 ¹⁶	10 ¹⁷	-

3.6. Işınlara karşı dayanımı

Yüksek performanslı lifler için ışınlara dayanım büyük önem taşımaktadır. Bir lifin performans özellikleri ne kadar yüksek olursa olsun ışınlara karşı dayanımı düşük olduğunda bu yüksek performans özelliklerinde kayıplar yaşanacak ve ürünün ömrünü olumsuz etkileyecektir. PEEK lifleri UV, alfa, beta ve gamma ışınlarına karşı dayanıklıdır [51]. Bu sayede bu ışınlara maruz kalınan alanlarda rahatlıkla kullanılabilirler [51]. Özellikle medikal ürünlerin sterilizasyonunda bu ışınlar sık kullanıldığından bu liflerin dayanıklılığı ve biyouyumluluğu PEEK lifli ürünleri medikal tekstiler için ideal bir malzeme haline getirmektedir. Tablo 6'da PEEK lifleri ve çeşitli yüksek performanslı liflerin farklı ışınlara karşı dayanımı gösterilmektedir [25].

Polieter Eter Keton (Peek) Lifleri

Tablo 6. Çeşitli yüksek performanslı liflerin ışıklara karşı dayanımı [25,51].

	Polieter eter keton (PEEK)	Poliimid (PI)	Polieterimid (PEI)	Polietersülfon (PES)	Poliamidimid (PAI)
Radyasyon direnci (alfa)	İyi	İyi	-	İyi	İyi
Radyasyon direnci (beta)	-	İyi	-	-	İyi
Radyasyon direnci (gama)	-	İyi	-	-	İyi
Kırılma indisi	-	1,66	-	1,65	-
UV ışınlarına gösterilen direnç	Orta	İyi	İyi	Orta	İyi

3.7. Diğer özellikleri

PEEK lifleri sıra dışı bir saflığa sahiptir. Üretimi sırasında stabilizasyon için ilave kimyasallara ihtiyaç duyulmamaktadır. Bu sayede EEC (European Economic Commission) ve FDA (Food and Drug Administration) tarafından medikal ve yiyecekler ile temas haline kullanılmasına izin verilmiştir. Ayrıca düşük yüzey enerjisi sayesinde kendi kendini temizleme yeteneğine sahip PEEK lifleri kullanımı sırasında kirlenmeyi de minimuma indirmektedir [1,43].

Elektronik aletlerde sık kullanılan bir malzeme olan PEEK aynı zamanda RoHS yönetmeliklerine de uygundur. RoHS yönetmelikleri yeni nesil elektrik-elektronik aletlerde kurşun, kadmiyum, polibromlu bifenil (PBB), civa, heksavalent krom bileşikler, polibromlu difenileter (PBDE) gibi belirli maddelerin kullanımı sınırlamakta ya da yasaklamaktadır. PEEK yapısında bu tür tehlikeli maddeler içermediğinden elektrik-elektronik aletlerde rahatlıkla kullanılabilir [52].

PEEK liflerinin yapısında halojen gibi ilave kimyasalların olmaması bu liflerin geri dönüşümü için oldukça önemlidir [15]. PEEK lifleri bu sayede belirli şartlar altında bünyesinde barındırdığı önemli fiziksel özelliklerinden çok az bir kayıpla geri kazandırılabilir ve geri dönüştürülebilir [1,43].

4. KULLANIM ALANLARI

Polieter eter keton (PEEK) lifleri iyi fiziksel özellikleri ve dayanıklılığı ile günümüzde birçok endüstri dalının vazgeçilmez hammaddesi haline gelmiştir. Her geçen gün bilinirliğinin artması bu lifin zaten yaygın olan kullanım alanlarına bir yenisini daha eklemektedir. Monofilament, multifilament ya da stapel lifler olarak çeşitli formlarda ve yapılarda karşımıza çıkabilen PEEK lifleri; örme, dokuma, dokusuz yüzey gibi temel tekstil formlarının [15] yanı sıra üç boyutlu örme/dokuma kumaşlarda [53], kompozit yapılarda [15,22,23,42,54-59] ve membran yapılarda da kullanılabilir [52].

Neredeyse teknik tekstillerin tüm alanlarında kullanıma sahip PEEK lifleri, yarının gelecek vaat eden yüksek performanslı liflerinden biridir. Karbon lifleri [4,12,38,59], PBI lifleri [60], cam lifleri [58,61,62] gibi çeşitli lifler de karışım halinde de kullanılabilen bu lifler, ayrıca içi boş lifler olarak da üretilebilir [42,55,57,60]. PEEK polimeri ve PEEK lifleri yakıt hücrelerinde kullanılan membran yapılar ya da içi boş lifli yapıların kullanıldığı filtreler gibi yeni nesil kullanım alanlarının yanı sıra koruyucu teknik tekstiller, taşımacılık teknik tekstilleri, endüstriyel teknik tekstiller gibi daha birçok alanda geniş bir kullanım potansiyeline sahiptir [8,50,60,63].

4.1 Koruyucu teknik tekstiller

PEEK liflerinin kimyasallar ile kolay kolay tepkimeye girmemesi ve yüksek sıcaklık ortamlarında kullanılabilirliği bu lifleri koruyucu teknik tekstiller için iyi bir aday haline getirmektedir. Özellikle alevden koruma sağlayan giysilerin üretiminde tercih edilen bir yüksek performanslı lif türüdür [64,65]. Sadece hammadde olarak değil aynı zamanda koruyucu teknik tekstil malzemelerinin üretiminde

kullanılan dikiş ipliği gibi yardımcı malzemeler olarak da bu liflerin kullanımına rastlamak mümkündür [1].

4.2. Spor ve serbest zaman teknik tekstilleri

PEEK liflerinin kullanıldığı diğer bir alan ise spor ve serbest zaman teknik tekstilleridir. Spor malzemelerinde ve müzik aletlerinde kullanım örnekleri bulunan PEEK lifleri, özellikle kullanım sırasındaki yüksek geri dönme özelliği sayesinde tenis, squash ve racquet ball (squash a benzeyen fakat daha büyük bir top ile oynanan spor) gibi sporlarda kullanılan raket tellerinde monofilament olarak tercih edilebilmektedir [22]. Raket telleri pazarında kullanımı artmaya devam eden PEEK lifleri ayrıca gitar, keman gibi birçok telli müzik aletlerinde de kullanılabilir. Sıra dışı ses niteliği (tonal kalitesi) ile telli müzik enstrümanlarında geniş bir kullanım potansiyeline sahiptir (Şekil 6).



Şekil 6. PEEK sicimli raketler, PEEK polimerinden üretilen keman ve yaylı enstrümanlarda kullanılan PEEK teller [50,66] [67]

4.3. Taşımacılık teknik tekstilleri

Hava, kara, deniz taşıma araçlarında ve uzay sanayinde kullanılan teknik tekstillerinin genel adı olarak bilinen taşımacılık teknik tekstillerinin üretiminde ve yardımcı elemanlarında kullanılan teknik tekstil liflerinden biri de PEEK lifleridir [49,64]. Bu lifler taşımacılık teknik tekstillerinde hava, kara ve deniz taşıtlarında çeşitli tekstil formlarında karşımıza çıkmaktadır [5].

PEEK lifleri ısı kararlılığı sayesinde uçaklardaki, uzay araçlarındaki ve motorlu taşıtlardaki motor parçaları ve bu parçalar ile ilgili olan elektrik kabloları için ideal bir malzemedir [9,10,13,16,17,50]. Ayrıca, üstün mekanik özellikleri, aşırı sıcak ortamlarda kullanılabilirliği ve ağırlık tasarrufu sağlaması PEEK lifli malzemeleri uzay-havacılık uygulamaları için önemli bir hammadde haline getirmiştir [3,11,13,15,37,50].

Uçaklarda genellikle kullanılan paslanmaz çelik, titanyum, alüminyum gibi metaller yerine PEEK liflerinin kullanılması %70'e varan oranda daha hafif malzemelerin üretilmesini sağlamaktadır. Ayrıca bu liflerin yorulma ömürleri ve özgül mukavemetleri alüminyum ile kıyaslandığında PEEK liflerinin

Polieter Eter Keton (Peek) Lifleri

100 kat daha uzun bir yorulma ömrünün olduğu ayrıca %20'e varan oranlarda daha yüksek özgül mukavemete ve sertliğe sahip olduğu gözlemlenmektedir [61]. Uzun menzilli uçuş yapan bir uçağın ağırlığından 45 kg azaltmak, yakıt tüketiminde yıllık yaklaşık \$10,000 kar edilmesini sağlamaktadır. Bu rakamın sadece bir uçak ve 45 kg için olduğu düşünülürse, PEEK liflerinin uçak, helikopter, uzay gemisi gibi hava taşıtlarında kullanımının önemi ortaya çıkmaktadır [16,50,61]. Bunun yanında kimyasallara karşı dayanım da havacılık sektörü için önemli bir kriter olarak kabul edildiğinden PEEK liflerinin kullanıldığı yapılar (gövde [9,28,62], yakıt filtresi [9,17,61], kablolar [50], uydu parçaları [28], motorda bazı kısımlar [9,13,17], vb.) bu sektör için oldukça önemlidir [47].

PEEK polimeri lif, iplik, kumaş (dokuma, örme, dokusuz yüzey), reçine ve kompozit gibi çeşitli yapılarda başta Boeing ve Airbus gibi önde gelen uçak üreticileri olmak üzere birçok gemi ve otomobil üreticisi şirket tarafından da tercih edilen bir malzeme haline gelmiştir [5,11,49,61].

PEEK liflerinin taşımacılık teknik tekstillerinde en yaygın kullanılan formu kompozit yapılardır. PEEK lifleri bu kompozit yapılarda tek başına kullanılabildiği gibi bazı yüksek performans özelliklerine sahip lifler (başta karbon lifleri [33,36,68,69] olmak üzere PTFE lifleri [68,69], Polifenilsülfon (PPS) lifleri [68], grafit lifleri [34], cam lifleri [34,62]) ile birlikte de kullanılabilmektedir [38,42]. Ayrıca, çoğunlukla kütle boyama yöntemi ile renklendirilmiş monofilamentlerden elde edilen PEEK şerit bantlarının uzay, havacılık, otomotiv ve endüstriyel uygulamalarındaki kullanımları da her geçen gün artmaktadır [5].

4.4. Endüstriyel teknik tekstiller

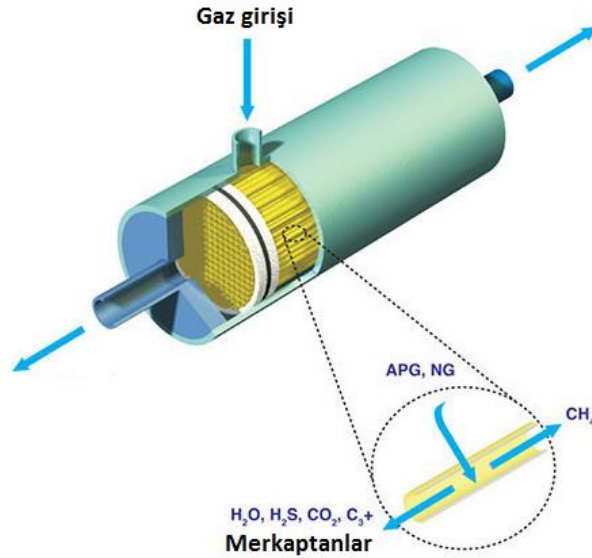
PEEK liflerinin sahip olduğu yüksek performans özellikleri bu liflerin endüstriyel teknik tekstillerde kullanımını da oldukça pozitif yönde etkilemektedir [21]. Bu sebeple endüstriyel alanlarda geniş bir yelpazede kullanıma sahiptir. Kablolar, filtreler, yakıt hücreleri, fırçalar, konveyör kayışları ve contalar PEEK malzemesinin kullanıldığı başlıca alanlardır.

PEEK polimerinin ve PEEK liflerinin elektrik iletkenliğinin iyi olması ve yüksek sıcaklıklara dayanıklı olması elektrik kabloları başta olmak üzere elektrik-elektronik endüstrisinde birçok alanda bu liflerin kullanımına ortam sağlamaktadır [9,14,15,17,24]. PEEK liflerinin RoHs'e uyumlu olması PEEK lifli kabloların kullanım potansiyelini artırırken, bu lifler Yüksek derecede gamma ışınlarının bulunduğu nükleer tesislerde robotik cihazların kablolarında dahi kullanılabilmektedir. PEEK lifleri sadece kablo olarak değil aynı zamanda elektrik iletkenliğinin istendiği çeşitli kompozit yapılarda da karşımıza çıkabilmektedir [17,70,71].

PEEK liflerinin bir diğer yaygın taşıma teknik tekstil kullanım alanı ise konveyör kayışlarıdır [50,64]. Konveyör bantları (kayışları), ürünleri akan bir sistem üzerinde taşımak amacıyla kullanılır. Ancak endüstriyel üretim alanlarının çeşitliliği göz önüne alındığında, bu bantların bazen oldukça zorlu ortam şartlarından etkilenmemesi gerekmektedir. PEEK liflerinin sahip olduğu özellikler bu uygulama için bu lifi ön plana çıkartmaktadır. Mesela dokusuz yüzey kumaş üretiminde 300C°'nin üzerindeki sıcaklıklarda gerçekleştirilen birçok işlem basamağı olabilmekte ve hattın akış hızı dakikada 300 m'yi bulabilmektedir. Bu üretimin gerçekleşebilmesi için ortam şartlarına dayanıklı bir konveyör bantın kullanılması şarttır. Ayrıca makaralar ve silindirlerle aktarımın sağlandığı bazı ortamlarda sıcaklık ve kimyasallara karşı dayanımın yanında sürtünmeye ve aşınmaya karşı dayanım da önem taşımaktadır. PEEK liflerinden üretilen konveyör bantları bu ortamlarda diğer yüksek performanslı lifli ya da çelik konveyör bantları ile kıyaslandığında, düşük sürtünme katsayısı ve uzun kullanım ömrü sayesinde daha uygun bir maliyete sahiptir. PEEK monofilamentlerinden üretilen konveyör bantların kullanıldığı başlıca alanlar; tekstil endüstrisi [50] (dokusuz yüzey kumaş üretimi, baskı ve boya işlemleri, ısıl işlemler), kâğıt endüstrisi, gıda endüstrisi (besinlerin kurutulması) olarak sıralanabilmektedir [15].

Düşük ağırlıklı kompozit malzemeler için oldukça ideal bir materyal olan PEEK lifleri çeşitli yöntemler ile kompozit yapılar içerisinde kullanılmaktadır [22]. Yüksek performanslı PEEK lifler ile güçlendirilmiş termoplastik kompozitlerin geniş bir kullanım alanı bulunmaktadır [16,61]. Örneğin, PEEK liflerinden elde edilmiş ince bir kumaş sentetik kauçuk contaların güçlendirilmesinde kullanılabilir [9]. PEEK lifleri, iyi esnek yorulma dayanımları, kimyasallara ve yüksek sıcaklıklara karşı gösterdikleri kararlı yapıları sayesinde bu lifleri ihtiva eden malzemenin daha uzun ömürlü olmasını sağlamaktadırlar. Bununla birlikte, ağır kimyasalların bulunduğu ortamlarda kullanılacak borularda güçlendirme amaçlı kullanılabilen PEEK lifleri [15] aynı zamanda enjeksiyon kalıplarının ve püskürtme haddelerinin sıcak-temizlenmesinde kullanılan endüstriyel fırçalarda da kullanılabilir [50].

PEEK polimerinin ve PEEK polimerinden elde edilen lif başta olmak üzere çeşitli tekstil formlarının en geniş kullanım alanlarından biri de filtrelerdir. PEEK polimerinin öne çıkan performans özellikleri sayesinde oldukça zorlu ortamlarda (yüksek sıcaklık, ağır kimyasallar, vs.) kullanılan filtreler üretilebilmektedir. PEEK lifli filtrelerin yapısında, PEEK lifleri dokuma, dokusuz yüzey gibi kumaş formlarında da kullanılabilir gibi içi boş PEEK liflerinden üretilen membran yapılar şeklinde de bulunabilmektedir. PEEK lifli filtreler genellikle kimyasal madde tozlarının suyunun uzaklaştırılmasında, sıcak gazların bulunduğu ortamlarda [50,64] (Şekil 7), yüksek basınçlı alanlarda [50,64] ya da baskı filtrelerinde kullanılabilir [8,50].

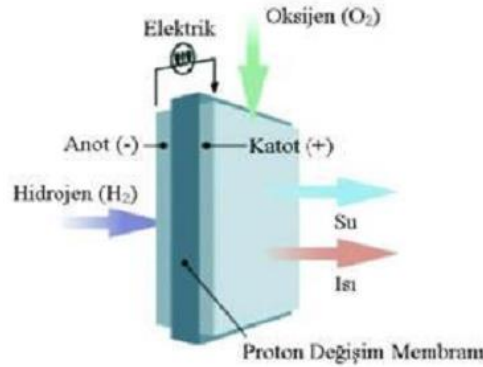


Şekil 7. İçin boş PEEK lifli membran yapılarının kullanıldığı gaz filtreleri [63].

PEEK liflerinin son yıllardaki bir diğer kullanım alanı da yakıt hücreleridir. Yeni nesil çevre dostu enerji üretim mekanizması olan yakıt hücreleri, yakıt enerjisini elektrokimyasal reaksiyon ile doğrudan elektrik enerjisine dönüştürme esasına dayanmaktadır. Bu yeni enerji üretim yöntemi bir cep telefonunun ihtiyacı karşılayacak kadar az ya da koskoca bir şehrin ihtiyacı kadar çok güç üretebilecek bir kapasiteye sahiptir [60,72] (Şekil). Sıradışı bir enerji üretim potansiyeline sahip bu mekanizmada kullanılan materyaller de yöntemin kendisi gibi üstün performans özelliklerine sahiptir. PEEK polimerinin popüler kullanım alanlarından biri yakıt hücreleridir. Tek başına ya da bazı yüksek performanslı polimerler ile karışım halinde kullanımları da bulunan PEEK polimerinin yakıt

Polieter Eter Keton (Peek) Lifleri

hücrelerinde proton değişim membranlar olarak kullanılabilirliğini araştıran çok sayıda çalışma mevcuttur [73,74].



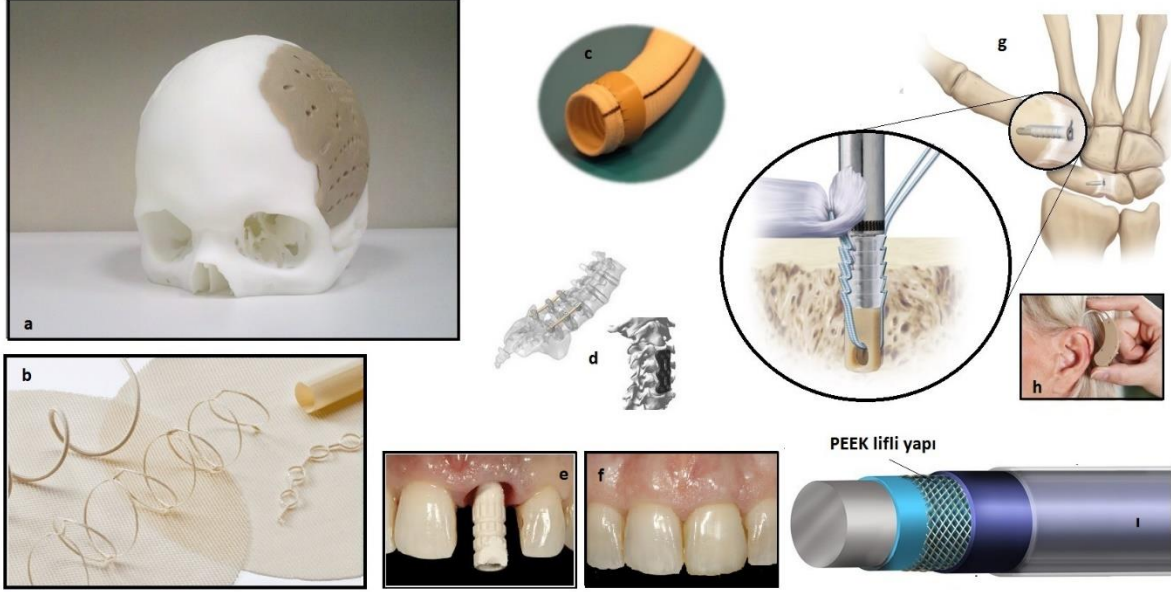
Şekil 8. Yakıt Hücresi [60,75].

4.5. Medikal teknik tekstiller

PEEK polimeri ve PEEK liflerinin bir diğer yaygın kullanım alanı da medikal teknik tekstillerdir [76] (Şekil). Biyouyumluluğu oldukça iyi olan ve artarda yapılan basınçlı kap sterilizasyonlarına karşı dayanıklı olan PEEK polimerinin ve bu polimerden üretilen PEEK liflerinin vücut içerisinde kullanılan çeşitli implantlar ve ameliyat aletleri gibi teknik tekstillerde kullanımına sıklıkla rastlanmaktadır [8,77]. Bu lifler aynı zamanda beta ve x ışınlarına karşı da dayanıklı olduğundan medikal teknik tekstiller için ideal bir hammadde haline gelmiştir [15].

Genellikle omurilik tedavisinde kullanılan implantlarda [78], güçlendirme uygulamalarında [79], ameliyatlarda kullanılan bezlerde/ipliklerde [80], kafa kemiklerinin dikişe benzer ek yerleri ve kemik bağ dokularında kullanılan bağlarda [81], sonda borularında [82] ve pinömatik cihazlarda kullanılan PEEK lifleri, bunlara ek olarak diş implantlarında da yaygın bir kullanıma sahiptir [43,83]. Ortopedik implantlarda karbon lifleri ile güçlendirilmiş PEEK kompozitler de kullanılabilir [62,76]. Bazı çalışmalarda da PEEK liflerinin mükemmel biyouyumluluğundan faydalanmak amacı ile karbon lifli malzemelerin üzerine PEEK lifli yapıların kılıf şeklinde kaplanarak kullanılabilirliği belirtilmektedir [29]. PEEK kaplamanın herhangi bir nedenle bozunması ve karbon liflerinin yüzeyde belirmesi halinde bu liflerin biyouyumluluğu olmadığından dokuyu hemen etkileyecektir [29].

PEEK, Osseo-integrasyon kapasitesi (canlı kemik ile yüklenmiş implant arasındaki yapısal ve işlevsel bağlantı [84]) sayesinde diş implantlarında kullanım için oldukça elverişli bir materyaldir [83]. Yerleştirilmesi kolay olan PEEK implantları ani yüklemeler altında oldukça iyi bir performans sergilemektedir. Estetik alanda kullanımı hem hekim hem de hasta için oldukça önemli avantajlara sahiptir [24]. Diş implantları arasında oldukça yaygın kullanılan bir başka materyal olan titanyum ile gerilim dağılımları karşılaştırıldığında iki malzemenin de bir biri üzerinde herhangi bir üstünlüğünün olmadığı gözlemlenmektedir. Ancak ulaşılabilir boyutların sınırlı olması ve azaltılmış radyo-opasitesi (oluşumların ve dokuların radyasyonu emme kapasitesi) kaygı yaratabilmektedir [83]. PEEK implantların genellikle birlikte kullanıldığı dokular kemik dokularıdır ve kemik dokular vücut içerisinde en radyo-opak doku türleridir. Kemik dokuların radyolojik yöntemler ile görüntülenmesi oldukça kolay iken radyo-opaklığı az olan materyallerin görüntülenebilmesi için kontrast madde kullanımı zorunlu hale gelmektedir [85].



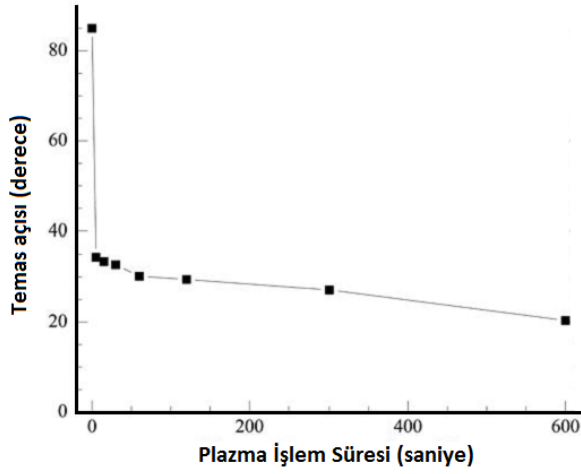
Şekil 9. a) Vücut içerisinde kemik yerine kullanılan PEEK implantlar [81], b) Çözümlü örme tekniği ile üretilmiş PEEK lifli ameliyat malzemeleri [80,86], c) PEEK lifli kan damarları [87], d) Omurların tedavisinde kullanılan PEEK implantlar [88,89], e-f) Diş implantları [90], g) Kas ve kemik dokuları sabitleyiciler [79], h) PEEK işitme cihazları [91], i) PEEK lifli sonda boruları [82].

5. PEEK LİFLERİNE UYGULANAN TERBİYE İŞLEMLERİ

Yüksek mukavemet özelliklerine ve üstün termal özelliklere sahip yüksek performanslı lifler genellikle kendi doğalarından gelen orijinal renkleri ile kullanılmaktadırlar. Çünkü çoğunlukla bu liflerin kimyasal yapısı boyarmadde molekülleri ile lif arasında bağ kurulmasına uygun değildir. Bu sebeple yüksek performanslı liflerde renklendirme işlemi lif çekimi öncesinde polimer çözeltisine pigment boyarmaddelerin ilavesi ile gerçekleştirilir. Yüksek termal özelliklere ve mukavemete sahip yüksek performanslı liflerden biri olan PEEK liflerinde de genellikle renklendirme işlemi, kütle boyama yöntemi ile organik ve inorganik pigmentler kullanılarak kolaylıkla gerçekleştirilebilmektedir [24]. PEEK liflerinin de aralarında bulunduğu aramid, PEN lifleri gibi ısı direnci yüksek sentetik liflerin boyanabilmesine yönelik bazı araştırmalar mevcuttur [92]. Bu araştırmalara göre, PEEK lifleri yüksek basınç ortamlarında çalışmaya uygun kapalı sistem boyama makinalarında 150C° ve daha yüksek sıcaklıklarda dispers boyarmaddeler ile boyanabilmektedirler [92].

PEEK lifleri sadece doğasından gelen tokluk, işlenebilirlik ve tekrar kullanılabilirlik gibi termoplastik özelliklere değil aynı zamanda iyi bir termal dayanıma, nem dayanımına ve çözümlere karşı düşük bir hassasiyete sahiptir. Ancak erime noktası yüksek olan bu liflerin ıslanabilirliği sınırlıdır [57]. Özellikle kompozit yapıların üretilmesi sırasında liflerin ıslanabilirliği büyük önem taşıdığından ya farklı lifler (Karbon lifleri [4,12,57], vb.) ile birlikte kullanılmakta ya da liflerin ıslanabilirliğini arttırmaya yönelik bazı ön işlemler (plazma modifikasyonu [57]) uygulanmaktadır. Her iki yöntemin kullanıldığı uygulamalara rastlamak da mümkündür [57]. Bu yöntemler sadece PEEK liflerinin ıslanabilirliğini değil aynı zamanda aşınma direncini geliştirmek için de uygulanabilmektedir. Mesela kompozit malzemelerde PEEK liflerinin Karbon lifleri ile birlikte kullanılması, kompozit yapının aşınma direncini ve darbe dayanımını arttırmaktadır [10,59]. Şekil 10'da N₂/O₂ plazma uygulanmış PEEK lifli yapının su damlası temas açısı değerleri verilmiştir. Plazma işlem süresi ile temas açısı arasındaki değişim

gösterilmektedir. 20 saniyelik işlem sonrasında PEEK lifli yüzeyin hidrofil bir karakter sergilediği gözlemlenmektedir [93,94].



Şekil 10. N₂/O₂ plazma uygulanmış PEEK lifli kompozit yapının su damlası temas açısı [93,94].

6. SONUÇ

Tekstil endüstrisi dünya ekonomisinin önde gelen kaynaklarından biridir. Sadece konvansiyonel tekstil üretimi ile değil son yılların yükselen değeri olan teknik tekstiller üretimi ile de dünya ekonomisine büyük katkılar sağlamaktadır. Aynı zamanda her geçen yıl yeni üretilen üstün performans özelliklerine sahip lifler ve bu liflerin özelliklerinden ilham alınarak geliştirilen yeni kullanım alanları sayesinde sadece tekstil değil birçok endüstriye de değer kazandırmaktadır. Hal böyle iken ülkemiz de başta olmak üzere birçok konvansiyonel tekstil üreticisi, her geçen gün daralan kâr payı ve artan rekabet ile üretimin sağlandığı konvansiyonel üretim yerine, katma değeri yüksek ürünler olan teknik tekstilleri üretmeyi tercih etmektedir. Bu noktada da araştırma ve geliştirme çalışmaları büyük önem kazanmaktadır. Teknik tekstillerin üretiminde kullanılan materyallerin genellikle üstün performans özelliklerine sahip hammaddeler olması maliyeti de arttırmaktadır. Bu sebeple hedeflenen ürün özelliklerine, en uygun maliyetle ulaşmak önemli bir parametre haline gelmektedir. Tüm bunların gerçekleştirilebilmesi için de teknik tekstillerde kullanılacak hammaddelerin özelliklerinin, üretim yöntemlerinin, kullanım alanlarının bilinmesi gerekmektedir.

Bu çalışmada yüksek performanslı lif pazarının öne çıkan lif tür türlerinden biri olan PEEK lifleri kapsamlı şekilde incelenmiştir. Sadece tekstil lifi olarak değil film, reçine, monofilament gibi farklı formlarda karşımıza çıkan PEEK polimeri, üstün performans özelliklerine sahiptir. Bu sayede, hem teknik tekstillerde hem de birçok farklı endüstri alanında geniş bir kullanım bulmaktadır. Kimyasallara, ısıya ve aleve karşı dayanıklılığının yanı sıra biyoyumlu bir materyal olması, yapısında zararlı maddelerin bulunmaması, aşınmaya, sürtünmeye ve radyasyona karşı gösterdiği direnç sayesinde bugün teknik tekstiller endüstrisinin en yaygın kullanılan liflerinden biri haline gelmiştir ve gelecekteki kullanımını da bugünden garantilemektedir. Bu derleme çalışmasında hedeflenen; üstün performans özelliklerine sahip bu PEEK liflerinin yapısının, özelliklerinin ve kullanım alanlarının bilinirliğinin artırılması, yüksek performanslı liflerin teknik tekstillerdeki önemi konusunda bilinç kazandırmak ve Türkçe literatüre katkı sağlamaktır.

KAYNAKLAR

- [1] Hearle, J.W. High-performance fibres, CRC Press, Cambridge,2001.
- [2] Eichhorn, S.J., Hearle, J.W.S., Jaffe, M., Kikutani, T. Handbook of textile fibre structure volume 2, Woodhead Publishing Limited, Cambridge,2009.
- [3] Ram, A. Fundamentals of polymer engineering, Springer Science & Business Media,2013.
- [4] Sperling, L.H. Introduction to physical polymer science, John Wiley & Sons,2005.
- [5] Nicholson, J.W. The chemistry of polymers, Royal Society of Chemistry, Cambridge,2012.
- [6] Lawrence, C. High performance textiles and their applications, Elsevier,2014.
- [7] Shekar, R.I., Kotresh T., Rao P., Kumar K. Properties of high modulus peek yarns for aerospace applications, Journal of Applied Polymer Science, 112, (4),2009, 2497-2510.
- [8] Bourbigot, S., Flambard X. Heat resistance and flammability of high performance fibres: A review, Fire and Materials, 26, (4-5),2002, 155-168.
- [9] Carraher Jr, C.E. Carraher's polymer chemistry, CRC Press,2013.
- [10] Meyers, R.A. Encyclopedia of physical science and technology, Academic Press, Orlando,1987.
- [11] Ebnesajjad, S., Khaladkar P.R. Fluoropolymer applications in the chemical processing industries: The definitive user's guide and databook, William Andrew,2004.
- [12] Crawford, R., Crawford R.J. Plastics engineering, Butterworth-Heinemann,1998.
- [13] Carraher Jr, C.E. Introduction to polymer chemistry, CRC press,2012.
- [14] Chanda, M., Roy S.K. Plastics fundamentals, properties, and testing, CRC Press, Florida,2010.
- [15] Performance fibers,
<http://www.performancefibers.com/PDFs/Europe/PF%20PEEK%20White%20Paper,%20Feb%202011.pdf>, Retrieved: Ağustos 2015.
- [16] Van der Vegt, A. From polymers to plastics, Delf University Press, Delft,2006.
- [17] Seymour, R.B., Carraher C.E. Polymer chemistry, Marcel Dekker,1981.
- [18] Odian, G.G., Odian G. Principles of polymerization, Wiley-Interscience, New York,2004.
- [19] Polyether ether ketone (peek) market - global trends & forecasts to 2018,
<http://www.prnewswire.com/news-releases/polyether-ether-ketone-peek-market---global-trends--forecasts-to-2018-243930651.html>, Retrieved: Ağustos 2015.
- [20] Scott, R.A. Textiles for protection, CRC Press, Cambridge,2005.
- [21] Glossary, C.T. Celanese acetate volume 10016, New York,2001, 63.
- [22] Gupta, V., Kothari V. Manufactured fibre technology, Chapman and Hall, London,1997.
- [23] Mukhopadhyay, S.K. High performance synthetic fibers for composites, National Academies Press, Washington, D.C.,1992.
- [24] Mikitaev, A.K., Ligidov M.K., Zaikov G.E. Polymers, polymer blends, polymer composites and filled polymers: Synthesis, properties and applications, Nova Publishers,2006.
- [25] McKeen, L.W. Fluorinated coatings and finishes handbook: The definitive user's guide, William Andrew,2006.
- [26] Richard A. Pethrick, Zaikov G.E., Pielichowski J. Monomers, oligomers, polymers, composites and nanocomposites research: Synthesis, properties and applications, Nova Science Publishers, Inc. , New York,2009.
- [27] Houcks, M.M. Identification of textile fibers, Woodhead Publishing Limited, Oxford,2009.
- [28] Mazumdar, S. Composites manufacturing: Materials, product, and process engineering, CRC press,2001.
- [29] Mortensen, A. Concise encyclopedia of composite materials, Elsevier, Amsterdam,2006.
- [30] Kelly, A., Zweben C.H. Comprehensive composite materials, Elsevier,2000.
- [31] Gao, S., Gao S., Xu B., Yu H. Effects of different ph-values on the nanomechanical surface properties of peek and cfr-peek compared to dental resin-based materials, Materials, 8, (8),2015, 4751-4767.
- [32] Crompton, T.R. Polymer reference book, iSmithers Rapra Publishing, Shropshire,2006.
- [33] Buckley, R.W. Polymer enhancement of technical textiles, Rapra Technology Limited,2003.
- [34] Messler, R.W. Joining of materials and structures: From pragmatic process to enabling technology, Elsevier Butterworth-Heinemann, Burlington, MA,2004.
- [35] Pohl, G. Textiles, polymers and composites for buildings, Elsevier,2010.

- [36] Alagirusamy, R., Das A. Technical textile yarns, Woodhead Publishing Limited, Cambridge,2010.
- [37] Callister, W.D., Rethwisch D.G. Fundamentals of materials science and engineering: An integrated approach, John Wiley & Sons,2012.
- [38] Mark, J.E. Physical properties of polymers handbook, Springer, New York,2007.
- [39] Stylios, G.K. International journal of clothing science and technology, IJCST, 136.
- [40] Shishoo, R. Textiles in sport, Woodhead Publishing Limited, Cambridge,2005.
- [41] Hearle, J.W., Morton W.E. Physical properties of textile fibres, CRC Press, Cambridge,2008.
- [42] Mera, H., Takata T. High-performance fibers, Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry,1989.
- [43] High performance peek (polyetheretherketone) yarn and fibers, <http://www.swicofil.com/zyex.html>, Retrieved: Ağustos 2015.
- [44] LI, M., ZHANG T. Flame-retardant properties of peek fabric, Journal of Textile Research, 1,2010, 019.
- [45] Miraftab, M. Fatigue failure of textile fibres, Elsevier,2009.
- [46] Morgan, P. Carbon fibers and their composites, CRC press,2005.
- [47] Eker, A.A. Plastik matrisli kompozitler, http://www.yildiz.edu.tr/~akdogan/lessons/imalattakompozit/Plastik_Matrisli_Kompozitler.pdf, Retrieved: Ağustos 2015.
- [48] Zor, M. Kompozit malzemelerle ilgili genel bilgiler, http://kisi.deu.edu.tr/~mehmet.zor/composite%20materials/2-Genel_bilgiler.pdf, Retrieved: ağustos 2015.
- [49] Parry, D. Nrl licenses new polymer resin for commercial applications, <http://www.nrl.navy.mil/media/news-releases/2015/nrl-licenses-new-polymer-resin-for-commercial-applications#sthash.4z0xQRmM.dpuf>, Retrieved: Ağustos 2015.
- [50] Zyex fibre endurance, <http://www.zyex.com/fibreendurance.html>, Retrieved: Ağustos 2015.
- [51] Mattila, H.R. Intelligent textiles and clothing, Woodhead Publishing Limited, Cambridge,2006.
- [52] Rohs compliance faq, <http://www.rohscompliancedefinition.com/rohs-compliance-faq.html>, Retrieved: Ağustos 2015.
- [53] Hu, J. 3-d fibrous assemblies: Properties, applications and modelling of three-dimensional textile structures, Elsevier,2008.
- [54] Hongu, T., Takigami M., Phillips G. New millennium fibers, Woodhead Publishing Limited, Cambridge,2005.
- [55] Ramakrishna, S., Fujihara K., Teo W.-E., Lim T.-C., Ma Z. An introduction to electrospinning and nanofibers, World Scientific Publishing Company, Singapore,2005.
- [56] Pastore, C., Kiekens P. Surface characteristics of fibers and textiles, CRC Press,2000.
- [57] Jang, J., Kim H. Improvement of carbon fiber/peek hybrid fabric composites using plasma treatment, Polymer composites, 18, (1),1997, 125-132.
- [58] Voss, H., Friedrich K. On the wear behaviour of short-fibre-reinforced peek composites, Wear, 116, (1),1987, 1-18.
- [59] Hanchi, J., Eiss Jr N.S. Dry sliding friction and wear of short carbon-fiber-reinforced polyetheretherketone (peek) at elevated temperatures, Wear, 203–204,1997, 380-386.
- [60] Kalaycı, E., Avinç O., Yavaş A. Polibenzimidazol (pbi) lifleri, Tekstil ve Mühendis, 21, (96),2014, 51-67.
- [61] Composites march to the beat of revolutionary concepts in approach to design, <https://essaycomposites.wordpress.com/category/aerospace/>, Retrieved: Ağustos 2015.
- [62] Biron, M. Thermosets and composites: Technical information for plastics users, Elsevier Advanced Technology, Oxford,2003.
- [63] Custom gas treating systems, <http://ugs.solutions/products/custom-gas-treating-systems/>, Retrieved: Ağustos 2015.
- [64] Mecit, D., Ilgaz S., Duran D., Başal D., Gülümser T., Tarakçıoğlu I. Teknik tekstiller ve kullanım alanları (bölüm 2), Tekstil ve Konfeksiyon, 17, (3),2007, 154-161.
- [65] Aydın, Ö., Günaydın G.K. Elektromanyetik kalkanlama amaçlı koruyucu tekstiller, Akdeniz Sanat Dergisi, 4, (7),2014.

- [66] Solid concepts adds high temperature peek to laser sintering materials portfolio, <http://www.medicalplasticsnews.com/technology/solid-concepts-adds-high-temperature-peek-to-laser-sintering/>, Retrieved: Ağustos 2015.
- [67] The definitive guide to tennis racquets, <http://therevelationist.hubpages.com/hub/The-Definitive-Guide-to-Tennis-Racquets>, Retrieved: Ağustos 2015.
- [68] Friedrich, K., Fakirov S., Zhang Z. Polymer composites: From nano-to macro-scale, Springer Science & Business Media,2005.
- [69] Majumdar, A. Soft computing in textile engineering, Elsevier,2010.
- [70] Hufenbach, W., Modler N., Winkler A. Sensitivity analysis for the manufacturing of thermoplastic e-preforms for active textile reinforced thermoplastic composites, *Procedia Materials Science*, 2,2013, 1-9.
- [71] Cranston, R.W., Kyratzis I.L., Nichols L.V., O'shea M.S., Peeters G., Van Der Werff L.C. Composite sensor fibres and applications therefor, Google Patents, 2012.
- [72] Vielstich, W., Lamm A., Gasteiger H.A. Handbook of fuel cells, John Wiley & Sons, New York,2010.
- [73] Mittal, V. High performance polymers and engineering plastics, John Wiley & Sons, New Jersey,2011.
- [74] KICKELBICK, G. Hybrid materials: Synthesis, characterization, and applications, John Wiley & Sons,2007.
- [75] Hidrojen yakıt pili teknolojileri, <http://scelik.tr.gg>, Retrieved: Ağustos 2014
- [76] Bartels, V. Handbook of medical textiles, Elsevier,2011.
- [77] Jockisch, K., Brown S., Bauer T., Merritt K. Biological response to chopped-carbon-fiber-reinforced peek, *Journal of biomedical materials research*, 26, (2),1992, 133-146.
- [78] Chan, F.W., Coleman J.C., Murrell B., Nockels R.P., Taylor B.A., Lanman T.H., Ochoa J.A. Biomechanical assessment of a peek rod system for semi-rigid fixation of lumbar fusion constructs.
- [79] Knotless suture anchors, <http://www.arthrex.com/hand-wrist/knotless-suture-anchors>, Retrieved: Ağustos 2015.
- [80] Schmieding, J.W., Schanville T.L. Suture with filaments formed of polyether-ketone variant, Google Patents, 2012.
- [81] Fda approves first ever additively manufactured long term plastic implant, <http://www.medicalplasticsnews.com/medical-devices/FDA-Approves-First-Ever-Additively-Manufactured-Long-Term-Plastic-Implant/>, Retrieved: Ağustos 2015.
- [82] Catheter componentry, <http://www.zeusinc.com/industries/medical>, Retrieved: Ağustos 2015.
- [83] Marya, K., Dua J., Chawla S., Sonoo P.R., Aggarwal A., Singh V. Polyetheretherketone (peek) dental implants: A case for immediate loading, *International Journal of Oral Implantology and Clinical Research*, 2, (2),2011, 97-103.
- [84] Çayır, F., Osseointegrasyon, Diş Hekimliği Fakültesi Ağız, Diş ve Çene Hastalıkları Cerrahisi Anabilim Dalı, Ege Üniversitesi, İzmir, 2011.
- [85] Radyoopasite, <http://www.saglikkitabi.org/radyoopasite>, Retrieved: Ağustos 2015.
- [86] Andersson, C. Soft power: How biomedical textiles are driving innovation in orthopaedics, <http://www.emdt.co.uk/article/soft-power-how-biomedical-textiles-are-driving-innovation-orthopaedics>, Retrieved: Ağustos 2015.
- [87] Peek improves performance of anastomotic device, <http://www.emdt.co.uk/article/anastomotic-device>, Retrieved: Ağustos 2015.
- [88] Kurtz, S.M. Implantable peek polymers: A decade of progress in spine http://www.odtmag.com/contents/view_features/2010-02-11/implantable-peek-polymers--a-decade-of-progre, Retrieved: Ağustos 2015.
- [89] Carbon fibre-reinforced peek for cervical plate implant, http://www.composites.ugent.be/home_made_composites/composites_in_daily_life.html, Retrieved: Ağustos 2015.
- [90] Chu, S.J., Salama M.A., Salama H., Garber D., Saito H., Sarnachiaro G., Tarnow D. The dual-zone therapeutic concept of managing immediate implant placement and provisional restoration in anterior extraction sockets, *Compendium of continuing education in dentistry (Jamesburg, NJ: 1995)*, 33, (7),2011, 524-532, 534.

Polieter Eter Keton (Peek) Lifleri

- [91] Peek for medical devices, <http://medical.vestakeep.com/product/medical/en/applications/Pages/PEEK%20for%20Medical%20Devices.aspx>, Retrieved: Ağustos 2015.
- [92] Kobayashi, S., Okamoto T. Method of dyeing a high heat-resistant synthetic fiber material, Google Patents, 1995.
- [93] Ha, S.-W., Kirch M., Birchler F., Eckert K.-L., Mayer J., Wintermantel E., Sittig C., Pfund-Klingenfuss I., Textor M., Spencer N. Surface activation of polyetheretherketone (peek) and formation of calcium phosphate coatings by precipitation, *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 8, (11),1997, 683-690.
- [94] Using plasma treatment for surface activation, <http://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=10904>, Retrieved: Ağustos 2015.



Sustainable Landscaping with Turfgrasses

Songül SEVER MUTLU¹, Ceren SELİM^{1*}

¹Akdeniz University, Faculty of Architecture, Department of Landscape Architecture, 07070, Antalya

Received: 24.08.2016; Accepted: 11.04.2017

Abstract. Turfgrasses are an important component of the landscape adding social, physical, and economic value to our lives. The demand for green space in densely populated urban areas continues to rise. However, the general public where turfgrass exacerbate pressure on available water resources, are prone to develop a negative environmental perception for turfgrass. In general, turf sites of urban cities cause considerable water consumption and therefore is not considered sustainable. But many turfgrass species have the ability to survive for extended periods without water. There are many strategies to reduce irrigation and other management inputs on turfgrasses and hence to alleviate pressure on fresh water resources caused by landscaping. Using native and well adapted grass species may offer sustainable solution. Interest is in the rise among landscape managers for native plants in urban landscaping in recent years. Because of dry summers, limited water, high temperature stress and salinity, it is both expensive and challenging to maintain traditionally used cool-climate grasses not well adapted to Mediterranean region. Therefore, several warm-climate turfgrass species/cultivars were compared for their drought resistance and adaptability to the region. To develop native bermudagrass cultivars, bermudagrass genotypes were collected from the Mediterranean region of Turkey and were characterized for drought tolerance and turf qualities. Results from these studies indicated that several turfgrass species/cultivar and native germplasms offer great potential for use in sustainable urban landscapes in semiarid climates.

Keywords: Native plants, warm-climate grass, Mediterranean, drought

Çim Bitkileriyle Sürdürülebilir Peyzajlar Oluşturulması

Özet. Çim alanlar, sağladıkları sosyal fiziksel ve ekonomik değerlerle peyzaj alanlarının önemli bileşenlerindedir. Yoğun yerleşimlerin yaşandığı kentsel alanlarda yeşil alanlara duyulan ihtiyaç artmaya devam etmektedir. Ancak, çim alanların su kaynakları üzerinde baskı oluşturduğuna dair genel bir kanının varlığı, çim bitkileri üzerinde de negative bir çevresel algının oluşmasına neden olmaktadır. Çim bitkilerinin genellikle su kaybına neden olduğu kanısından dolayı uygun olarak nitelendirilmemektedir. Fakat birçok çim türü bu kanının aksine uzun dönem susuz hayatta kalma yeteneğine sahiptirler. Çim alanların sulama ve diğer yönetim girdilerinin azaltılması ve su kaynakları üzerindeki baskının hafifletilmesi için birçok strateji mevcuttur. Yerel ve adaptasyon kabiliyeti yüksek çim türlerinin kullanılması uygun bir çözüm yolu olarak görülmektedir. Son yıllarda kentsel alanlarda doğal türlerin kullanılması konusunda artan bir ilginin var olduğu bilinmektedir. Sıcak geçen yaz mevsimi, kıt su kaynakları, kuraklık ve tuzluluktan kaynaklanan stres dolayısıyla serin-iklim çim türleri Akdeniz iklimine iyi adapte olamamaktadır. Bu nedenle, Akdeniz bölgesinde kurağa dayanımı ve adaptasyon kabiliyeti yüksek sıcak iklim çim tür/çeşitleri tercih edilmelidir. Yerel Bermuda çimi çeşitlerinin geliştirilmesi için, Türkiye'nin Akdeniz Bölgesi boyunca Bermuda çimi genotipleri toplanmış ve kurağa dayanımları, kaliteleri belirlenmiştir. Bu çalışmalardan elde edilen sonuçlar göstermektedir ki, yarıkurak iklimlerde sürdürülebilir peyzajlar oluşturmak için çok sayıda çim bitkisi türü/çeşidi ve gen kaynaklarının kullanılması büyük potansiyeller sunmaktadır.

Keywords: Yerel bitkiler, sıcak iklim çim türleri, Akdeniz, kuraklık

INTRODUCTION

Turfgrasses have been used to enhance living environment by humans for centuries [1]. With the functional, recreational and aesthetic contributions, turfgrasses have become an important component of the urban landscapes. Some of the environmental and functional benefits of growing turfgrasses include rain water entrapment and ground water recharge, protection against soil erosion, dust

* Corresponding author. *Email address:* cerenselim@akdeniz.edu.tr

Sustainable Landscaping with Turfgrasses

prevention, soil improvement and restoration, carbon dioxide sequestering, enhanced heat dissipation, and reduction in noise and glare [2]. In addition, turfgrasses can enhance social harmony, work productivity, physical health and mental wellbeing of people by providing a suitable environment for a range of recreational and social activities [2-5]. A number of psychological, social and behavioral research demonstrated that the availability of accessible and attractive green spaces is an integral part of urban quality of life [6, 7]. As the demand for green space in densely populated urban areas continues to rise, the benefits of turfgrasses are even more pronounced [8].

Despite these benefits, a negative environmental perception for using turfgrasses in urban environments has developed over the past two decades by general public especially within the countries where drought is an occasional or regular occurrence [9]. Claims that turfgrass utilizes excessive water and contaminates the environment with chemical residues have led to this negative public perception and replacement of turf area by alternative landscapes, such as xeriscaping, and replacement of natural turf with artificial turf in some countries [10, 11]. The forms of landscaping with increased proportion of hardscapes and semi-hardscapes may be aesthetically pleasing and require minimal inputs for maintenance, such as water however, they fail to provide many positive environmental benefits of turfgrass [12]. Besides, such designs by absorbing large amounts of energy and then radiating that heat energy back into the surrounding area can create heat sinks [12]. The use of artificial turf in place of natural turf has been proposed for sport fields to reduce management inputs. Despite the many improvements, synthetic turf poses serious health problems for users due to rapid heat build up to dangerous level on a hot summer day and the potential exposure to lead and other heavy metals [11, 13, 14].

Significant progress has been made both in water usage by turfgrass [15] and the management of pesticide and nutrient leaching from turfgrass [16] over two decades. Thus, as indicated by Higginson and McMaugh (2008), there is no justifiable scientific basis for the negative press inflicted on turfgrasses in the media [11]. Research on various land use types compared with turfgrass indicates that sediment and nutrient losses from urban and turfgrass systems is considerably less than losses from agricultural and forest systems [17]. It was also indicated that most pesticides currently used in turfgrass present relatively low risk for groundwater contamination [15]. As stated by Beard and Kenna, (2008) a healthy turfgrass system provides considerable protection against leaching due to high levels of organic matter and associated microbial activity which serve to immobilize and degrade applied pesticides and nitrates [15]. With respect to water consumption, turfgrass is often considered as wasting water in minds and therefore is not considered sustainable [18]. However as indicated by Johnson (2008) turfgrass does not require inordinate amounts of water and instead often requires less water than some agricultural crops, even in arid regions [19]. A study undertaken in residential landscapes in Florida investigated the water use rates of two contrasting residential landscapes, a monoculture of St. Augustine grass (*Stenotaphrum secundatum* cv. 'Floritam') turfgrass lawn, and an alternative presumed resource-conservative ornamental mixed-species landscape [20]. The authors found that in year four, the mature turfgrass landscape required less than two-thirds of the irrigation that the mixed-species landscape required.

There are many strategies to reduce irrigation and other management inputs on turfgrass and hence to overcome perceived negative environmental impacts. Using drought hardy native and well adapted grass species for a given region is one of them [19, 21] which can lead to a significant reduction in the need for watering, mowing and fertilizing [11]. Native grasses are better adapted to low maintenance conditions especially in the semiarid and arid regions, can tolerate stressful conditions in a number of ways and brings the serenity and beauty of native grassland communities closer to home [19]. Therefore, the interest in the use of native plants in urban landscapes has been increasing among landscape

managers. The use of alternative waters (municipal recycled, untreated household grey, or other low quality water) for turfgrass irrigation is indicated as another way of conserving potable water especially in dry regions and in highly populated metropolitan areas where water is limited [15].

Antalya province located along the Mediterranean coastal region of Turkey leads in number of golf courses; natural turfgrass sports fields (soccer fields), sod production, and other maintained turf areas. For concerns over water availability, turf areas especially golf courses in Antalya are also receiving serious negative environmental criticism recently. Sustainable turfgrass management approaches are being investigated in Turkey. In the following sections such studies and progress made toward turf sustainability in urban landscapes of coastal Mediterranean region of Turkey are highlighted.

Case Study 1: Adaptation and Drought Resistance Assessment of of Warm-season Turfgrasses in the Mediterranean Region

Traditionally cool-climate turfgrasses such as perennial ryegrass (*Lolium perenne*) and tall fescue (*Festuca arundinaceae*) are the dominant species used as turf in the Mediterranean region of Turkey and similar regions of neighboring countries [22, 23]. The cool-climate species, like tall fescue, require significant amounts of water and fertilizer for a green, dense stand [24]. However, due to dry summer, limited water, high temperature stress, high soil pH and salinity, it is expensive and challenging to maintain traditionally used cool-climate grasses not well adapted to Mediterranean region. Increasing the adaptive range of warm-climate grasses has been reported as a strategy for water conservation [10]. Compared to cool-climate grasses, the warm-climate species require about 45% less water [25], exhibit greater drought tolerance [26] and possess a higher nitrogen (N) use efficiency under a wide range of adaptation to soil conditions depending on the species [27, 28]. Two separate studies were conducted to assess the adaptation and drought resistance of six warm-climate turfgrass species and several of their cultivars to Mediterranean growing conditions of Turkey during 2006 and 2007 [29, 30]. Information of this nature was lacking and would be helpful to landscape managers working in the region. The warm climate turfgrass species studied were bermudagrass (*Cynodon dactylon*), buffalograss (*Buchloë dactyloides*), zoysiagrass (*Zoysia japonica*), bahiagrass (*Paspalum notatum*), seashore paspalum (*Paspalum vaginatum*), and centipedegrass (*Eremochloa ophiurioides*). Tall fescue was included as a cool-climate turfgrass species for comparison. For the drought study the fully established turfs were subjected to drought stress for 90 day, followed by resumption of irrigation for recovery of the turfs [30]. Among the summary points of the adaptation study, bermudagrass, bahiagrass and seashore paspalum established faster and extended growing season by retaining their green color 15 d or longer than the rest of the warm-season in the fall [29]. Seashore paspalum, bermudagrass, buffalograss, and zoysiagrass exhibited acceptable turfgrass quality for 7 months throughout the growing season. Tall fescue, a cool-climate turfgrass species, did not survive summer heat stress necessitating reseeding each year in fall. Results showed that warm-climate species have great potential for summer and fall utilization in the Mediterranean region where they perform better than cool-climate species commonly used in the region, especially when heat and water limitations exist.

Bermudagrass and buffalograss exhibited superior drought resistance as demonstrated by lower leaf firing and better shoot recovery values, with an acceptable turfgrass quality up to 30 day under drought stress that can be utilized for water-efficient turf management under the Mediterranean environment [30]. Tall fescue was unable to recover from the drought stress in the same study. Short and Colmer (2007) also demonstrated the opportunity for water conservation when warm-climate turfgrass species were used under Mediterranean-like climate in Australia [31].

Case Study 2: Making use of native turfgrass species

This project focused on collecting and evaluating Turkish *Cynodon* genotypes for turf quality and drought tolerance. Mediterranean region was shown to be within the center of diversity for bermudagrass. Results of the study showed that a large genetic variation in drought resistance exist among bermudagrass genotypes native to the region. Some of these genotypes were found to be superior to commercial bermudagrass cultivars for their drought resistance, quality and color, indicating a genetic potential for the development of native bermudagrass cultivars. Thus, a follow up project has just been initiated recently with the aim of developing turf type drought resistant bermudagrass cultivars for use in water-efficient landscaping under Mediterranean environment.

In addition to drought resistance, there is a considerable need for the evaluation of grasses for their suitability for salt tolerance for urban landscaping in salt-affected areas. Similar to the coastal regions of the world, rapidly developing Mediterranean coastal areas of Turkey suffering the problem of seawater contamination of freshwater wells due to overuse of freshwater aquifer. Many local and federal governments encourage or require use of secondary, saline water sources such as reclaimed water, brackish water, in addition to implementing restrictions and/or penalties on potable water use for landscape irrigation [32, 33, 34]. Therefore, there is a need for salt-tolerant turfgrass cultivars. In light of the need, native bermudagrass germplasms collected from the Mediterranean region will also be screened for salt tolerance and promising ones will be used for development of salt tolerant bermudagrass cultivars. The interest in using alternative water resources for irrigation of turf is also increasing in Turkey. Some golf clubs began utilizing reclaimed water sources for irrigation. In addition, some clubs converted their green on the course to seashore paspalum, a highly salt tolerant species. Maintaining turfgrasses with poor quality water can provide benefits by filtering pollutants and reducing the dependence on potable water resources [10]

In conjunction with the use of the drought tolerant native or well adapted cultivars for a given environment, the use of improved irrigation systems can lead up to 40 % water savings compared with conventional irrigation techniques [11]. Many golf courses in the Mediterranean region uses improved irrigation systems that apply water only when it is required by use of *in situ* soil moisture monitoring systems. Pathan et al.(2003), demonstrated that use of the soil moisture sensor-controlled turf irrigation system saved 100 L of water from leaching per square meter during a summer period of 154 days in Western Australia [35]. The study to determine irrigation schedule in the Mediterranean of Turkey showed that bermudagrass can be sustained with watering rate of 50-75% of evaporation seasonally [36]. Similar water efficiency was reported by Short and Colmer (1999) from Perth in Western Australia. They reported that warm season grasses could maintain acceptable growth and color with only 50-60% of available water [37].

Since water use by a turfgrass can be altered substantially by any changes in management practices [15], it is important to identify optimal sustainable turfgrass management system which require less inputs under Mediterranean conditions for various species and cultivars. Specific cultural practices can be used to decrease water use in urban landscapes, including mowing height and frequency, turfgrass nutrition and turfgrass irrigation. Secondary cultural practices, such as plant growth regulators also influence potential water conservation [15]. The main objective of plant growth regulator (PGR) application to turfgrasses is to restrict leaf growth and the subsequent need for frequent mowing and watering. Severmutlu et al. (2012) showed that mowing can be reduced over 60 % for most warm-climate turfgrass species with PGR application in summer under Mediterranean conditions. This in turn would reduce the need for water and fertilizer [38].

CONCLUSION

Demands for parks, sports fields, and other recreational space in urban areas continues to rise. To meet increasing green space need without imposing pressure on limited water sources, it is crucial to develop and to use water efficient native turfgrass cultivars and/or well adapted species for the region. In conclusion, bermudagrass and buffalograss species/cultivars possess superior drought resistance with higher turfgrass quality, which can be used for water-efficient landscaping under the Mediterranean environment. In addition, seashore paspalum is recommended for their superior salt tolerance and adaptability to the region. These results will be helpful to landscape managers seeking to manage and recommend suitable warm-climate turfgrass species and cultivars for water conservation for the Mediterranean region. Future research on the long-term performance of these species under different fertilization, mowing height, and irrigation regimes including reclaimed water sources should also be considered to develop specific maintenance recommendations for a given species under Mediterranean environment. With the use of native and well adapted drought resistant species such as bermudagrass, buffalograss in conjunction with the best management practices, improved irrigation technologies, it may be possible to sustain turfgrasses in urban landscapes with full benefits under Mediterranean climates.

REFERENCES

- [1]. Beard, J. and Green, R.L. (1993) 'Turfgrass and Golf Course benefits-A Scientific Assessment', in USGA Green Section Record, 23(3), 26-30.
- [2]. Beard, J. and Green, R.L. (1994) 'The role of turfgrasses in environmental protection and their benefits to humans' in J. Environ. Qual. 23, 452-460.
- [3]. Maller, C., Townsend, M., Brown, P. and Leger, St. L. (2002) Healthy Parks Healthy People - The Health Benefits of Contact with Nature in a Park Context – A Review of Current Literature. Deakin University and Parks Victoria. Social and Mental Health Priority Area Occasional Paper Series 1. 86pp.
- [4]. Ulrich, R.S. (1984) 'View through a window may influence recovery from surgery', Science, 224, 420-421.
- [5]. Pretty J, Peacock J, Hine R, Sellens M, South N and Griffin M. (2007). 'Green Exercise in the UK Countryside: Effects on Health and Psychological Well-Being, and Implications for Policy and Planning' in Journal of Environmental Planning and Management, 50(2), 211-231.
- [6]. Herzele, A.V. and Wiedemann, T. (2003) 'A monitoring tool for the provision of accessible and attractive urban green spaces' in Landscape and Urban Planning 63, 109–126.
- [7]. Hartig, T., Evansb, G.W., Jamnerc, L.D., Davisd, D.S. and Garling, T. (2003) 'Tracking restoration in natural and urban field settings', in Journal of Environmental Psychology 23, 109–123.
- [8]. Richardson, M.D., Karcher, D.E., Hignight, K.W. and Rush, D. (2009) 'Turfgrass cultivars for water limited Environments' in Proceedings from the International Workshop on Summer Dormancy in Grasses-coping with increasing aridity and heat under climate change, April 6-8, Ardmore, OK.
- [9]. Robbins, P. and Sharp, J. (2003) 'Producing and consuming Chemicals: The moral economy of the American lawn' in Economic Geography, 79, 425-451.
- [10]. Cisar, J.L. (2004) 'Managing Turf Sustainably, New directions for a diverse planet' in Proceedings of the 4th International Crop Science Congress, 26 Sept-1 Oct, Brisbane, Australia.
- [11]. Higginson, R. and McMaugh, P. (2008) 'The Environmental, Social, Economic and Health Benefits of Turfgrasses' A literature Review in Final Report, Project No.TU07034, Horticulture Australia LTD.
- [12]. Rogers, W. (1991) 'Turf's Role in Today's Multi-use Landscape Designs – An Architect's Viewpoint' in Journal of Environmental Turfgrass 3(1): 3.

Sustainable Landscaping with Turfgrasses

- [13]. Denly, E., Rutkowski, K. and Vetrano, K.M. (2008) A Review of the Potential Health and Safety Risks from Synthetic Turf Fields containing Crumb Rubber Infill. New York City Department of Health and Mental Hygiene, New York, USA. 200pp.
- [14]. Health Alert Network (2008) Potential Exposure to Lead in Artificial Turf: Public Health Issues, Actions and Recommendations. Health Alert Network Press Release of June 18th.
- [15]. Beard, J.B and Kenna, M.P. (2008) Water Quality and Quantity Issues for Turfgrasses in Urban Landscapes. Iowa: Council for Agricultural Science and Technology Special Publication, No.27, 298pp.
- [16]. Clark, J.M. and Kenna, M.P. (2000) 'Fate and Management of Turfgrass Chemicals', in ACS Symposium No.743, the American Chemical Society, Washington, DC., pp.480.
- [17]. Koehler, F.A., Humenik, F.J., Johnson, D.D., Kreglow J.M., Dressing, S.A. and Maas, R.P. (1982) Best management practices for agricultural nonpoint source control: II. Commercial Fertilizer. USDA Coop. Agree. 12-05-300-472. USEPA Interagency Agree. AD-12-F-0-037-0. North Carolina Agric. Ext. Serv., Raleigh, NC.
- [18]. Jenkins, V.S. (1994) The lawn: A history of an American Obsession. Washington, D.C.: Smithsonian Institute Press.
- [19]. Johnson, P.G. (2008) Native Grasses as Drought-Tolerant Turfgrasses of the Future, in Pessaraki, M. (ed.) Handbook of Turfgrass Management and Physiology. Boca Raton, FL:Taylor and Francis Group.
- [20]. Park, D. M., Cisar, J. L., Snyder, G. H., Erickson, J. E., Daroub, S. H. and Williams, K. E. (2005) 'Comparison of actual and predicted water budgets from two contrasting residential landscapes in South Florida', in International Turfgrass Society Research Journal, 10, 885-889.
- [21]. Martin, P.M. (2004) 'The potential of native grasses for use as managed turf' in Proceedings of the 4th International Crop Science Congress. Brisbane, Australia. 26 Sep to 10 Oct, pp.17.
- [22]. Croce, P., De Luca, A., Mocioni, M. Volterrani, M., and Beard, J.B. (2001) 'Warm-season turfgrass species and cultivar characterizations for a Mediterranean climate' in Intl. Turf. Soc. Res. J. 9:855–859.
- [23]. Volterrani, M., Grossi N., Pardini,G., Miele, S., Gaetani, M. and Magni, S. (1997) 'Warm season turfgrass adaptation' in Italy. Intl. Turfgrass Soc. Res. J. 8, 1344–1354.
- [24]. Bormann, F.H. and Balmori, D. (1993) Redesigning the American lawn. Yale Univ. Press, Binghamton, NY.
- [25]. Brian, I., Bravdo,B., Bushkin-Harav, I. and Rawitz, E. (1981) ' Water consumption and growth rate of 11 turfgrasses as affected by mowing height, irrigation frequency, and soil moisture', Agron. J. 73, 85-90.
- [26]. Beard, J.B. (1989) 'Turfgrass water stress: Drought resistance components, physiological mechanisms, and species-genotype', in Takatoh H. (ed.). Proc. Intl. Turf Res. Conf., 6th, Tokyo, 31 July–5 Aug., Jpn. Soc. Turfgrass Sci., p. 23-28.
- [27]. Moore, K.J., Boote, K.J. and Sanderson, M.A. (2004) Physiology and developmental morphology, In Moser L.E., Burson, B.L. and Sollenberger, L.E. (eds.). Warm-season (C4) grasses. Monogr. No. 45. Amer. Soc. Agron., Crop Sci. Soc. Amer., Soil Sci. Soc. Amer., Madison, WI. pp. 179-216.
- [28]. Wedin, D.A. (2004) C4 Grasses: Resource use, ecology and global change, In Moser L.E., Burson, B.L. and Sollenberger, L.E. (eds.). Warm-season (C4) grasses. Monogr. No. 45. Amer. Soc. Agron., Crop Sci. Soc. Amer., Soil Sci. Soc. Amer., Madison, WI. pp. 15-50.
- [29]. Severmutlu, S., Mutlu, Shearman, R.C., Gurbuz, E. Gulsen, O., Hocagil, M., Karaguzel, O., Heng-Moss, T., Riordan, T.P. and Gaussoin, R.E. (2011a) 'Establishment and Turf Qualities of Warm-season Turfgrasses in the Mediterranean Region' in Horttechnology, 21(1), 67-81.
- [30]. Severmutlu, S., Mutlu, N., Gurbuz, E. Gulsen, O., Hocagil, M., Karaguzel, O., Heng-Moss, T., Shearman, R.C. and Gaussoin, R.E. (2011b) 'Drought Resistance of Warm-season Turfgrasses Grown in Mediterranean Region of Turkey' in Horttechnology, 21(6), 726-736.
- [31]. Short, D.C. and Colmer, T.D. (2007) 'Development and use of a variable-speed lateral boom irrigation system to definewater requirements of 11 turfgrass genotypes under field conditions' in Aust. J. Exp. Agr. 47, 86–95.
- [32]. Council of Australian Governments (2004) National Water Initiative, <http://www.coag.gov.au/meetings/25060/#nwi>.

- [33]. Florida Department of Environmental Protection (2010) Applicable rules for reuse projects, chap.62-610, Reuse of reclaimed water and land application, <http://www.dep.state.fl.us/water/reuse/index.html>.
- [34]. California State Water Resources Control Board (2011) Porter-Cologne Act provisions on reasonableness and reclamation promotion. California Water Code, Section 13552-13577, http://www.swrcb.ca.gov/water_laws/index.html.
- [35]. Pathan, S.M., Barton L. and Colmer, T.D. (2003) Evaluation of a soil moisture sensor to reduce water and nutrient leaching in turf. Project TU02006, Horticulture Australia Limited, Sydney, Australia.
- [36]. Emekli, Y., Bastug, R., Buyuktas, D. and Emekli, N.Y. (2007) 'Evaluation of a crop water stress index for irrigation scheduling of bermudagrass' in *Agricultural Water Management*, 90, 205-212.
- [37]. Short, D. and Colmer, T. (1999) 'Update on WA water use study: a comparison of eleven turfgrass genotypes during the summer in Perth' in *Australian Turfgrass Management* 1(5), Oct-Nov 1999.
- [38]. Severmutlu, S., Mutlu, Gurbuz, and Riordan, T.P. (2012) 'Effects of Seasonal Application of Trinexapac-Ethyl on Warm-season Turfgrass Species growth under Mediterranean Environment' submitted.



<http://dx.doi.org/10.17776/cumuscij.308479>

TGA (Tahmin-Gözlem-Açıklama) Yöntemiyle Bitkilerde Oksin Işık İlişkisinin Öğretimi Üzerine Bir Çalışma

Sema Nur GÜNGÖR, Muhlis ÖZKAN

Uludağ Üniversitesi, Eğitim Fakültesi, Matematik ve Fen Bilimleri Eğitimi Bölümü

Received: 19.10.2016; Accepted: 14.03.2017

Özet. Bu çalışmada, fen bilgisi öğretmen adaylarına beyaz yulafta (*Avena sativa L.*) bitkisel büyüme hormonlarından oksinin (indol-3-asetik asit=IAA) ışıkla ilişkisinin, TGA yöntemiyle öğretimi amaçlanmıştır. Nitel araştırma yöntemlerinden, durum çalışması deseninin uygulandığı çalışmaya; 2014-2015 eğitim-öğretim yılının bahar döneminde Uludağ Üniversitesi Eğitim Fakültesi'nin Fen Bilgisi Öğretmenliği Anabilim Dalında öğrenim gören ve "Genel Biyoloji Laboratuvarı" dersini alan 32 öğretmen adayı katılmıştır. Araştırmada veri toplama aracı olarak "Mika ve Bir Yönlü Işık" başlıklı TGA yöntemine göre düzenlenmiş bir çalışma yaprağı kullanılmıştır. Verilerin analizinde, frekans (f) ve yüzde (%) dağılımlarından yararlanılmıştır. Sonuç olarak öğretmen adaylarının tamamının tahminde bulunarak sürece etkin biçimde katıldığı, %96,9'unun gözlem yaparak gözlemlerine gerekçe yazdıkları ve %84,4'ünün de açıklama aşamasına katıldığı tespit edilmiştir. Bu sonuçlardan hareketle, öğretmen adaylarının bu tür bir öğretim yaklaşımının öne çıkarılması halinde, tüm aşamalara etkin biçimde katılma eğiliminde oldukları ortaya koyulmuştur.

Anahtar Kelimeler: Fen bilgisi öğretmen adayları, Oksin (IAA), TGA yöntemi.

A Study on Teaching the Auxin-Light Relationship in Plants Through Predict-Observe-Explain (POE) Method

Abstract. The purpose of this study is to teach pre-service science teachers the relationship between auxin (indole-3-acetic acid=IAA), which is a plant growth hormone, and light in *Avena sativa L.* through Predict-Observe-Explain (POE) method. Case study design, which is a qualitative research method, was employed. The study participants were 32 pre-service teachers studying at the Department of Science Teaching of Faculty of Education at Uludağ University in the spring semester of the 2014-2015 academic year and taking the "General Biology Laboratory" course. A worksheet titled "Mica and One-Way Light" arranged based on the POE method was used for data collection. Data were analyzed through frequency (f) and percentage (%) distribution. It was found out that all the pre-service teachers actively participated in the process by making predictions; 96.9% engaged in observation and wrote down justifications for their observations; and 84.4% participated in the explain stage. The results of this study show that pre-service teachers tend to actively participate in all stages if this kind of a teaching approach is adopted.

Keywords: Pre-service science teachers, Auxin (IAA), POE method.

1. GİRİŞ

Bitki büyüme hormonlarından oksin (indol-3-asetik asit=IAA), bütün yüksek bitkiler tarafından uç tomurcukların bölünebilir dokularında, genç yapraklarda, tohumun embriyosunda, sürgünlerde, gelişmekte olan tohum ve meyvelerde sentezlenerek uç kısımdan köke doğru tek

Bu çalışma Sema Nur GÜNGÖR'ün Prof. Dr. Muhlis ÖZKAN danışmanlığında yürütülen doktora tezinin bir bölümüdür. Bu çalışmanın kısa özeti; 12. Ulusal Fen Bilimleri ve Matematik Eğitimi Kongresi, 28-30 Eylül 2016, Trabzon'da sunulmuştur.

* Corresponding author. Email address: semanur.gungor@hotmail.com

yönlü (bazipetal taşınma) iletilmektedir. Bu iletim sırasında kimyasal değişime uğramayan oksinin (IAA), bitkinin güneş ışığı görmeyen yerlerdeki üretimi daha hızlıdır. Bitki karanlıkta tutulur ya da tüm yanlardan eşit şekilde ışıklandırılırsa, koleoptil yukarı doğru dik büyür. Eğer büyüyen koleoptil tek yönden ışıklandırılırsa, ışığa doğru kıvrılır. Bu yanıt, koleoptilin ışık alamayan tarafındaki hücrelerin farklı ve hızlı büyüme göstermesi sonucunda oluşur. Işık alamayan tarafın ışık alan taraftan daha hızlı uzadığı bilinmektedir [1-3].

TGA yöntemi, deneysel ve uygulamalı derslerdeki bir kısım konu ve kavramların öğretimi için uygundur. Üç aşamalı olarak uygulanan bu yöntemin, ilk aşamasında, belirlenen konu öğrenciye öncelikle kuramsal olarak anlatılır ve öğrenciden konuya ilişkin tahminde bulunması istenir. İkinci aşamada, etkinlik gerçekleştirilirken öğrenciden gözlem yapması beklenir. Üçüncü aşamada ise öğrenciden, tahmini ile gözlemleri arasındaki farklılık veya benzerlikleri nedenleri ile birlikte açıklaması istenir.

TGA yöntemi öğrencilerin, olayların açıklanmasında basit bir bilimsel anlatım kullanarak iletişim kurma alışkanlıklarının geliştirilmesini, bireysel ve grup etkinliklerinde dayanışma ve sorumluluk bilinci ile hareket etmeyi, inceleme, araştırma, gözlem ve deney sonuçlarını yazı, çizim ve grafiklerle gösterebilmelerini, kavram yanılgılarının ortaya çıkarılması ve giderilmesini, bazı temel kavramları derinlemesine öğrenmelerini, bilimsel süreç becerilerini ve önbilgilerini etkin bir şekilde kullanabilmelerini, öğrenciye mevcut bilgisini ve deneyimlerini günlük hayatta karşılaştığı benzer olaylardan yararlanıp bunları tahminlerini desteklemek için kullanmasını sağlar [4-7]. TGA yönteminin uygulamaları sırasında, öne çıkan bu nitelikler dikkate alındığında, fen bilgisi öğretmen adaylarının bu yöntemi etkin biçimde kullanmalarının önemi ortaya çıkmaktadır. Çünkü fen bilgisi öğretmenleri için; laboratuvar ortamında öğretim yapabilme, fen kavramlarının öğretiminde deneylerden yararlanabilme, öğrenci katılımlarının sağlandığı etkinlikleri planlayabilme becerileri, önemli mesleki yeterliliklerdir. Öğretmen adaylarının, bu becerileri kazanabilmeleri için, lisans öğrenimleri sırasında ilgili konularda örnek uygulamalar yapmış olmalarının yararlı olacağı düşünülmektedir. Öğretmenlerin bir konu ya da kavramı öğretirken kullandığı öğretim materyalleri, oluşturduğu öğrenme ortamı vb. öğrencilere bilgiye ulaşma ve olayları yorumlama yollarını görmeleri açısından önemli yarar sağlar [7]. Bununla birlikte yöntemin, tüm aşamalarının sadece deney basamaklarından ibaretmiş gibi algılanması, TGA'nın öğretim yöntemi olarak kullanılmasını sınırlandırmaktadır. Yönteme yönelik bir diğer sıkıntı da uygulama ve yapılacak deneylerin bir kısmında, varsayımlar doğrultusunda gözlem yapma olanağının bulunmamasıdır.

Bitkilerde büyüme ve gelişme konusu ile ilgili yapılan araştırmalar [8-17] incelendiğinde, yöntemin uygulandığı sınırlı sayıda çalışmaya rastlanmaktadır [14, 18, 19]. Biyolojide bitki hormonlarının öğretimiyle ilgili az sayıda çalışma yapılmış olması TGA yöntemiyle bu tür konu ve kavramların öğretiminin uygulandığı bir araştırmaya rastlanmaması, bu çalışmanın yapılmasına gerekçe oluşturmuştur. Ayrıca TGA yönteminin, fen öğretiminde öğrencinin araştırmacı kimliğini ön plana çıkarıp başarısını arttırması, olumlu yönlerinin öne çıkması ve uygulanabilirliği yüksek ve kolay olması açısından da tercih edilmekte olduğu belirtilmektedir[4-6, 20-22].

Çalışmada, fen bilgisi öğretmen adaylarına, beyaz yulafta oksinin (IAA) ışıkla ilişkisinin, TGA yöntemiyle öğretimi amaçlanmıştır. Böylece deneysel etkinliklerle, öğretmen adaylarının günlük yaşamlarında karşılaştıkları olgulara, olaylara veya problemlere bakış açılarının değişeceği, problem çözme sürecinde, fen derslerindeki kavramları öğrenme ve bilimsel yöntemi uygulamaya yönelik olumlu tutumlar geliştirecekleri düşünülmektedir. Bu süreç öğretmen adaylarının günlük yaşamlarıyla, fen kavramları arasındaki ilişkiyi görmelerini sağlayacak şekilde tasarlandığında, anlamlı ve derin öğrenmenin gerçekleşmesine olumlu etkileri olacağı kanısındayız.

2. YÖNTEM

Araştırmada tek bir birimin (birey, kurum, program, okul, vb.) analiz edildiği bütüncül tek durum deseni kullanılmıştır [23]. Çalışma grubunu, 2014-2015 eğitim-öğretim yılında Uludağ Üniversitesi Eğitim Fakültesi'nin Fen Bilgisi Öğretmenliği 2. sınıfında öğrenim gören ve “Genel Biyoloji Laboratuvarı” dersini alan 32 öğretmen adayı oluşturmaktadır.

2.1. Veri Toplama Aracı

Çalışmada veri toplama aracı olarak, araştırmacılar tarafından hazırlanan; “Mika ve Bir Yönlü Işık” başlıklı TGA yöntemine göre düzenlenmiş bir çalışma yaprağı kullanılmıştır. Eğitim Fakültesi İlköğretim Bölümü Fen Bilgisi Eğitimi programı ve 2013 Ortaöğretim Biyoloji Dersi Öğretim Programı'nda bitkisel hormonlar konusunda belirtilen kazanımlar esas alınarak [24] ve alan yazın taraması yapılmış ve daha sonra hazırlanan çalışma yaprağında; tahmin, gözlem ve açıklama olmak üzere üç bölüm ve bu bölümlerin altında açık uçlu sorular bulunmaktadır. Çalışma yaprağında yer alan soruların; açık, anlaşılır, görünüş geçerliliği bakımından uygun olup olmadığını, araştırılan konuyu temsil etme gücünün ve içerik geçerliliğinin artırılmasını, gereksiz, düzeltilmesi gereken ya da anlaşılmayan herhangi bir ifade olup olmadığını tespit ve kapsam geçerliliğini kontrol etmek için alan uzmanlarının görüşüne başvurulmuştur.

2.2. Uygulama

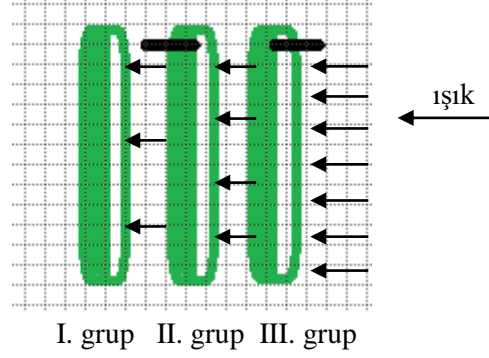
Öğretmen adaylarına etkinlik öncesi, TGA yöntemine dayalı olarak hazırlanmış çalışma yaprağı, deneyin yapılışı ve oksinin (IAA) etkileri, özellikleri, sentezlendiği yerler, taşınması ve bu etkinlik için neden seçildiğine ilişkin bilgi ve açıklamaların yer aldığı üç farklı öğretim materyali dağıtılmıştır.

Çalışma yaprağında yer alan tahmin aşamasında; öğretmen adaylarından deney yapılmadan önce, konuyla ilgili tahminlerini nedenleriyle birlikte yazmaları, gözlem aşamasında deneyi yapmaları ve gözlem sonuçlarını kaydetmeleri, açıklama aşamasında ise tahminleriyle gözlem sonuçlarının uyuşup uyuşmadığını nedenleriyle birlikte bireysel olarak açıklamaları istenmiştir.

Öğrencilere, bir hafta önce karanlıkta çimlendirilmiş yulaflar hazır olarak verilmiştir. Etkinliği uygulayan öğrenciler bitki gelişimiyle ilgili her gün gözlem yapmış ve sonuçları kaydederek gözlemlerine dayalı çıkarımlarda bulunmuştur. Tamamında beyaz yulaf koleoptillerinin kullanıldığı etkinliklerin yapılışı iki hafta sürmüştür.

Etkinlik: Mika ve Bir Yönlü Işık

Bu etkinlikte, üç grup yulaf koleoptili kullanılmıştır. Birinci gruptaki bitkiler, kontrol amaçlı olarak büyümeye bırakılmıştır. İkinci grup için koleoptilin sol tarafına, üçüncü grup için koleoptilin sağ tarafına gelecek şekilde küçük bir mika parçası yerleştirilmiştir (Şekil 1). Her üç gruptaki koleoptiller sadece sağ taraftan gelen tek yönlü bir ışıkla aydınlatılmıştır.



Şekil 1. Işıklandırılmış koleoptiller

2.3. Verilerin Analizi

Veri analizinde öncelikle katılımcıların çalışma yaprakları, 1'den 32'ye kadar numaralandırılmıştır. Çalışma yapraklarının tahmin ve açıklama aşamalarından elde edilen veriler “doğru”, “kısmen doğru” ve “yanlış” şeklinde üç kategori altında değerlendirilerek analizi uygulanmış, herhangi bir puanlama yapılmamıştır. Gözlem basamağında ise verilen yanıtların frekans ve yüzde değerlerine bakılmıştır.

2.4. Geçerlik ve güvenilirlik

Veri toplama aracı bir fen eğitimcisi ve biyoloji öğretim üyesinin görüşüne sunulmuş ve olumlu görüş alınmıştır. Buna göre, çalışma yaprakları geçerliliğinin sağlandığı kanısına varılmıştır.

Çalışma yaprağında, verilecek yanıtların her birinin, ayrı bir satıra yazılması sağlanarak verilen yanıtın önceki yanıtlardan az etkilenmesi sağlanarak güvenilirliğin yüksek tutulması amaçlanmıştır.

Güvenirliğin tespiti için veriler iki araştırmacı tarafından ayrı ayrı gruplandırılmış ve uyum yüzdesi %88,3 olarak hesaplanmıştır. Uzlaşma yüzdesinin %70 ve üstünde olması kabul edilebilir değer sayılmaktadır [25]. Ayrıca tahmin ve açıklama aşamalarına ilişkin öğretmen adaylarından doğrudan alıntılara yer verilmiştir.

3. BULGULAR

Çalışma yaprağında yer alan tahmin, gözlem ve açıklama aşamaları için öğretmen adaylarına “Etkinlikte meydana gelecek değişimlere ilişkin tahminlerinizi nedenleriyle birlikte yazınız.” şeklinde soru yöneltilmiş:

I. grup için (kontrol grubu):

“Hiç bir işlem uygulanmayan kontrol grubundaki koleoptillere, sağ taraftan ışık verilirse, oksin hormonunun ışık olan taraftan uzaklaşacağı, biriktiği yerde daha fazla hücre bölünmesi gerçekleşerek koleoptilin ışığa yöneleceğini yani asimetrik büyüme gerçekleşeceğini”,

II. grup için (sol tarafta mika):

“Sol taraftan yarıya kadar kesilip araya mika yerleştirilen ve sağ taraftan ışık verilen koleoptilin ucunda üretilen oksinin ışıktan uzaklaşarak mikanın üstünde birikeceğini, koleoptilin alt kısımlarına iletilemeyeceğinden sadece sağ taraftaki ışıktan dolayı çok yavaş ilerleyen büyüme ve yönelmenin gerçekleşeceğini”,

III. grup için (sağ tarafta mika):

“Sağ taraftan yarıya kadar kesilip araya mika yerleştirilen ve aynı taraftan ışık verilen koleoptilin ucunda üretilen oksinin ışıktan uzaklaşarak mikanın üstünde birikeceğini, oksinin mika ve ışığın olmadığı tarafta alt kısımlara iletileceğinden büyümenin koleoptilin daha çok sol tarafında, yönelmenin ise ışığa doğru (sağ tarafa) gerçekleşeceğini açıklamaları beklenir.” şeklinde cevap vermeleri beklenmiştir.

Öğretmen adaylarından alınan cevapların frekans ve yüzdeleri Tablo 1’de verilmiştir. Öğretmen adaylarının tahmin ve açıklamalarının nedenlerine ilişkin cevapları da ayrıca sunulmuştur.

Tablo 1. “Bir bitkinin ışığa yönelmesinin sebebi nedir?” başlıklı etkinliğe ilişkin öğretmen adaylarının tahmin ve açıklamaları

	TAHMİN (N=32)						AÇIKLAMA (N=32)					
	Doğru		Kısmen Doğru		Yanlış		Doğru		Kısme n Doğru		Yanlış	
	f	%	f	%	f	%	f	%	f	%	f	%
Beklenen Cevap	11	34,4	10	31,2	11	34,4	17	53,1	7	21,9	3	9,4

Tablo 1’de görüldüğü gibi öğretmen adaylarının tamamının koleoptillerde meydana gelecek değişimlere ilişkin tahminde bulunduğu, doğru tahmin oranının %34,4, kısmen doğru tahmin oranının %31,2 ve yanlış tahmin oranının da %34,4 olduğu tespit edilmiştir. Kontrol grubundaki koleoptiller için, öğretmen adaylarının tümü koleoptillerin büyüyeceğini doğru tahmin etmiş, ancak yönelmeden bahsetmedikleri için, verdikleri yanıtlar kısmen doğru tahmin kategorisinde değerlendirilmiştir. Sağ tarafa mika yerleştirilen koleoptiller için kısmen doğru tahminde bulunan öğretmen adayları “Sağ tarafa mika yerleştirilen koleoptiller büyür.”, “Işık sağ taraftan verildiği için koleoptil sağa doğru yönelir.” şeklinde açıklama yapmıştır. Yanlış tahminde bulunan öğretmen adaylarının ise “Sol tarafında mika olan koleoptilde, sağdan ışık gelince oksin sağ tarafta birikir”, “İkinci grupta mikanın olduğu tarafa doğru büyüme olur.”, “İkinci grup koleoptilleri sağdan aldığı güneş ışığıyla gelişir.”, “Üçüncü grupta düz bir

büyüme olur”, “Işığın olduğu tarafta büyüme daha çok olur.” şeklinde tahminlerine gerekçe gösterdikleri belirlenmiştir.

Etkinliğe yönelik tahmin ve gözlem sonuçları arasındaki uyumu açıklayan öğretmen adaylarının %53,1’inin doğru, %21,9’unun kısmen doğru ve %9,4’ünün yanlış açıklama yaptığı tespit edilmiştir. Öğretmen adaylarının %15,6’sının bu soruyu cevapsız bıraktığı belirlenmiştir.

Bu etkinlikle ilgili olarak doğru tahmin ve açıklamada bulunan öğretmen adaylarından bazılarının görüşleri aşağıda verilmiştir.

A2: Hiçbir işlem uygulanmayan koleoptilin büyümesi normaldir, çünkü arada mika yok.

A7: Mika difüzyonu engelleyen bir madde olduğu için hormon geçişi olmaz. Bitki tam gelişemeyeceğinden sararır (II. grup).

A10: Kontrol grubunda büyüme ve aynı zamanda sağa yönelim vardır.

A12: Sol tarafa mika eklediğimizde koleoptilin sağ tarafında hafif büyüme gözlenebilir.

A14: Işıktan dolayı kontrol grubundaki koleoptil sağ tarafa doğru yönelir.

A15: Oksin hormonu ışıksız ortamda daha etkindir ve uç kısımdan salgılandığı için her iki koleoptil de (II. ve III. grup) farklı yönde büyür.

A27: Bu etkinlikteki kontrol grubunda diğerlerinden farklı olarak ışık kullanılmıştır. Oksin ışığın olmadığı yerde daha çok birikir. Bu yüzden de kontrol grubundaki koleoptillerde büyüme olur.

A28: Kontrol grubunda mika kullanılmadığı için hormon geçişi vardır ancak ışıktan sebep sol tarafta büyüme daha çok olur.

A29: Mika koyduğumuz tarafın tersine yönelme olacağını düşünmüştük. Ancak mikayı nere koyarsak orada büyüme olmayacağını diğer tarafta da ışığa bağlı olarak büyüme gerçekleşeceğini (oksenden dolayı) öğrendik.

Gözlem aşamasında, öğretmen adaylarının gözlem sonuçlarına ve gözleme dayalı çıkarımlarına yer verilmiştir. Öğretmen adaylarının çoğu, gözlem aşamasında, gözlenmesi gereken hususları işlem basamakları itibariyle doğru tespit etmiştir. Tablo 2’ye göre bazı öğretmen adaylarının, her bir etkinliğe yönelik birden fazla gözlem sonucu kaydettikleri görülmektedir.

TGA (Tahmin-Gözlem-Açıklama) Yöntemiyle Bitkilerde

Tablo 2. Gözleme dayalı olarak yulaf koleoptillerinde meydana gelecek değişimlere ilişkin öğretmen adaylarının cevapları

Öğrenci Gözlem Sonuçları	f	%
Sağ tarafına mika yerleştirilen koleoptilde büyüme sol tarafta olduğu için yönelme sağa (ışığa) doğru gerçekleşti.	29	90,6
Kontrol grubunda büyüme gözlemlendi.	24	75
Sol tarafına mika yerleştirilen koleoptilde büyüme kısmen gözlemlendi.	22	68,8
Sol tarafına mika yerleştirilen koleoptilde yönelme gözlemlendi.	14	43,8
Bitki sarardığından gözlem yapılamadı.	2	6,2
Sol tarafına mika yerleştirilen koleoptilde büyüme sağ tarafa doğru olduğu için yönelme sola doğru gerçekleşti.	1	3,1
Sağ ve sol tarafa mika yerleştirilen koleoptillerde büyüme gerçekleşmedi.	1	3,1
Sağ tarafa mika yerleştirilen koleoptilde sol tarafa doğru büyüme gerçekleşirken yönelme gözlenmedi.	1	3,1
Sağ tarafa mika yerleştirilen koleoptilde büyüme gerçekleşmedi.	1	3,1
Cevap yok.	1	3,1

Tablo 2'ye göre öğretmen adaylarının %96,9'unun etkinliğe ilişkin gözlem sonuçlarını kaydettiği tespit edilmiştir. %90,6'sı sağ tarafına mika yerleştirilen koleoptilde büyümenin sol tarafa doğru olduğu için yönelmenin sağa (ışığa) doğru gerçekleştiğini, %75'i kontrol grubunda büyümenin gözlemlendiğini, %68,8'i sol tarafına mika yerleştirilen koleoptilde büyümenin kısmen gözlemlendiğini, %43,8'i bu koleoptilde yönelme gözlemlendiğini, %6,2'si bitki sarardığı için gözlem yapılamadığını, %3,1'i büyümenin sağ tarafa doğru olduğu için yönelmenin sola doğru gerçekleştiğini, %3,1'i sağ ve sol tarafa mika yerleştirilen koleoptillerde büyüme gerçekleşmediğini, %3,1'i sağ tarafa mika yerleştirilen koleoptilde sol tarafa doğru büyüme gerçekleşirken yönelmenin gözlenmediğini, %3,1'i bu koleoptilde büyümenin gerçekleşmediğini belirtmiş, %3,1'i ise bu etkinlik için gözlemlerine yönelik hiçbir sonuç yazmamıştır. Öğretmen adaylarının %6,2'si "*Sol tarafına mika yerleştirilen yulaf koleoptillerine sağ taraftan ışık verilirse uçlarda üretilen oksin ışıktan uzaklaşır ve mikanın üstünde birikir. Oksin alt kısımlara taşınmadığından büyüme ve yönelme bu kısımda gerçekleşmez.*", %3,1'i "*Mikanın olduğu tarafta difüzyon olamayacağı için büyüme gerçekleşmez.*" şeklinde gözlemlerine dayalı doğru, %3,1'i "*Mika koyulan koleoptillerin hiç biri uç kısımdan büyümemiş, solmuştur.*" şeklinde de yanlış çıkarımda bulunmuşlardır.

4. TARTIŞMA ve SONUÇ

Araştırmada öğretmen adaylarının TGA yönteminin uygulanmasına, büyük ölçüde katıldıkları belirlenmiştir. Tahmin aşamasında, öğretmen adaylarının tamamının bu sürece etkin biçimde katıldığı, %34,4'ünün de tahminlerini doğru yaptığı tespit edilmiştir. Alanyazında öğretmen adaylarının, doğru tahminde bulunmaları halinde mutlu oldukları, yanlış tahmin yaptıklarında ise üzüldükleri, ancak tahmin ve gözlemlerini karşılaştırarak yanlış bilgilerinin farkına vardıklarından, kendilerini daha iyi hissettikleri ve bu nedenle de özgüvenlerinin arttığı belirtilmektedir [18, 26, 27].

Tahmin yönteminin birinci aşamasında öğrencileri olaya ilişkin tahminler yürütmeye zorlayarak, onları üst düzey düşünmeye yöneltir. Ayrıca tahmin aşaması onların hayal güçlerini kullanmalarına ve burada yapılandıkları düşünceleri rahatça açıklamalarına olanak verir, öğrencilerin ifade etme becerilerini geliştirir. Tüm bunlar dikkate alındığında tahmin aşamasının, yöntemin en önemli basamağı olduğu görülmektedir.

Tahmin aşamasında öğretmen adaylarının %34,4'ünün yanlış tahminde bulunduğu ve tahminlerinin nedenlerini de yanlış açıkladıkları belirlenmiştir. Yanlış tahmin nedenlerinin; yanlış ya da eksik ön bilgi ve alternatif kavramlara sahip olmalarından, bu bilgileri etkin kullanmada yetersiz kalmalarından, deney basamaklarını tam olarak anlama noktasında sorun yaşamalarından, işlenen konuya ilgi duymamalarından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Öğretmen adaylarının büyük bir kısmının (%96,9) uygulamaların izlenmesi sırasında gözlemlerini kaydettikleri ve gözlemlerine gerekçeler yazdıkları, %81,4'ünün ise doğru gözlem ve gözleme dayalı çıkarım yaptıkları belirlenmiştir. Öğretmen adaylarının %15,5'inin yanlış gözlem yaptığı ve bu sonucun ışığın, oksinin (IAA) koleoptil ucundan aşağıya taşınarak asimetrik olarak dağılmasına ve bunun sonucu olarak da ışık almayan taraftaki hücrelerin ışık alan taraftaki hücrelerden daha hızlı büyümesine neden olduğunun öğretmen adayları tarafından doğru anlaşılmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Araştırmada TGA yönteminin açıklama aşamasına öğretmen adaylarının %84,4 oranında katıldığı, tahmin ve gözlemlerin uyuyup uyuşmadığı noktasındaki düşüncelerini yazdıkları ve tahmin ile gözlem sonuçları uyum gösteren öğretmen adaylarının %53,1 olduğu belirlenmiştir. Öğretmen adaylarının açıklama aşamasındaki katılımı ve tahmin ile gözlem arasında uygunluk oranı, yöntemin bu aşamasında da başarılı olduğunu göstermektedir.

Açıklama basamağında öğrenciler, aslında tüm olayların, onların tahmin ettiği gibi gerçekleşmeyebileceğini ve olayların her zaman beklenen sonuçları vermeyebileceğini öğrenir. Böylelikle bu basamakta öğrenciler, gerçeği ancak olayları izlemek suretiyle anlayabileceğinin farkına varır ve yalnızca tahminleri ile kesin sonuçlara gitmekten vazgeçer. Sonuç olarak açıklama basamağında öğrenciler, birden fazla ve bazı durumlarda birbiriyle çelişen fikirlere sahip oldukları durumlarda, bu fikirlerin uyumsuzluğundan uyumlu bir bütün elde etmeyi öğrenmiş olur [28].

Tahmin ile gözlem sonuçları uyum göstermeyen öğretmen adaylarının %9,4 oranında olduğu, %15,6'sının ise herhangi bir açıklama yapmadığı tespit edilmiştir. Öğretmen adaylarının açıklama yazmama nedenlerinin, bu aşamada zorlanmalarından, tahmin ile gözlem arasında ilişki kurmada sorun yaşamalarından, yorum yapma, temel ve üst düzey bilimsel süreç becerilerinin yetersiz olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Bu sonuçlar alan yazındaki araştırma sonuçlarıyla da benzerlik göstermektedir [29-31].

Uygulama sürecinde öğretmen adaylarının TGA yönteminin tüm basamaklarındaki çalışma yapraklarından elde edilen açıklamalar incelendiğinde, bu etkinliklerden zevk aldıkları, yanlış bilgilerinin düzeltme imkânı buldukları, etkinliklerin bireyler arası etkileşime olumlu katkısı olduğu, anlaşılmaktadır. Bu açıklamaların, öğretmen adaylarının öğrenmeleri hakkında fikir

verebileceği de dikkate alınmalıdır. Yıldırım ve Maşeroğlu [28] da yaptıkları çalışmada benzer sonuçlara ulaşmıştır.

Alan yazında, bitki hormonlarına yönelik olarak planlı bir TGA uygulaması olmadığı için, araştırma sonuçlarıyla daha ayrıntılı bir karşılaştırma yapılamadığı, ancak yöntemde aynı bilginin tahmin, gözlem ve açıklama aşamalarında kullanıldığı ve dolayısıyla esasen aşamaların birbirinden kopuk olmadığı ve bu nedenle de daha bütünleşik yapı kazandığı anlaşılmaktadır. Öğretmen adaylarının bu tür bir öğretim yaklaşımının uygulanması halinde, tüm aşamalara etkin biçimde katılma eğiliminde oldukları kanısındayız.

5. KAYNAKLAR

- [1]. Akman, Y., Düzenli, S. Bitki fizyolojisi. ISBN. 975-97436-0-4. Ankara, 2010.
- [2]. Campbell, N., A., Reece, J., B. Biyoloji. E. Gündüz, A. Demirsoy, İ. Türkan, (Çev.). Ankara: Palme, 2006.
- [3]. Sadava, D., Hillis, D., M., Heller, H., C., Berenbaum, M., R. Life: the science of biology. E. Gündüz, İ. Türkan (Çev.). Ankara: Palme, 2014.
- [4]. Akgün, A., Tokur, F., Özkara, D. TGA stratejisinin basınç konusunun öğretimine olan etkisinin incelenmesi. Amasya Üniversitesi Eğitim Fakültesi Dergisi 2013; 2, 2: 348-369.
- [5]. Bilen, K., & Köse, S. Kavram öğretiminde etkili bir strateji TGA (tahmin et-gözle-açıkla) "Bitkilerde madde taşınımı". Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi Eğitim Fakültesi Dergisi 2012a; 12, 24: 21-42.
- [6]. Gunstone, R.F., Mitchell, I.J., the Monash Children's Group. Two teaching strategies for considering children's science. The Yearbook of the International Council of Associations of Science Education 1988; 1: 12.
- [7]. Tekin, S. Kimya laboratuvarının etkililiğinin aksiyon araştırması yaklaşımıyla geliştirilmesi. Kastamonu Eğitim Fakültesi 2008; 16, 2: 567-576.
- [8]. Akçay, S. Aydoğdu, M., Yıldırım, H. İ., Şensoy, Ö. Fen eğitiminde ilköğretim 6. sınıflarda çiçekli bitkiler konusunun öğretiminde bilgisayar destekli öğretimin öğrenci başarısına etkisi. Kastamonu Eğitim Dergisi 2005; 13, 1: 103-116.
- [9]. Barman, C. Stein, M., McNair, S., Barman, N. Students' ideas about plants and plant growth. American Biology Teacher 2006; 68, 2: 73-79.
- [10]. Christdiou, V., Hatzinikita, V. Preschool children's explanations of plant growth and rainformation: A comparative analysis. Research in Science Education 2005; 35: 471-495.
- [11]. Koçak, E. İlköğretim 5. sınıf öğrencilerinde "sindirim ve görevli yapılar", "boşaltım ve görevli yapılar" ve "çiçekli bir bitkiyi tanıyalım" konularının modelle öğretiminin öğrenci başarısına etkisi. (Yayımlanmış yüksek lisans tezi). Atatürk Üniversitesi, Erzurum, 2006.
- [12]. Lin, S. Development and application of a two-tier diagnostic test for high school students' understanding of flowering plant growth and development. International Journal of Science and Mathematics Education 2004; 2: 175-199.
- [13]. Mutlu M., Özel M. Sınıf öğretmen adaylarının çiçekli bitkilerin büyüme ve gelişme konuları ile ilgili anlama düzeyleri ve kavram yanılgıları. Kastamonu Eğitim Dergisi 2008; 16, 1: 107-124.
- [14]. Tokur, F. TGA stratejisinin fen bilgisi öğretmen adaylarının bitkilerde büyüme gelişme konusunu anlamalarına etkisi. (Yayımlanmamış yüksek lisans tezi). Adıyaman Üniversitesi, Adıyaman, 2011.
- [15]. Türkmen, L., Dikmenli, M., Çardak, O. İlköğretim öğrencilerinin bitkiler hakkındaki alternatif kavramları. Afyon Kocatepe Üniversitesi Sosyal Bilimler Dergisi 2003; 5, 2: 53-70.

- [16]. Uşak, M. Fen bilgisi öğretmen adaylarının çiçekli bitkiler konusundaki pedagojik alan bilgileri. (Yayımlanmış doktora tezi). Gazi Üniversitesi, Ankara, 2005.
- [17]. Yakışan, M., Selvi, M., Yürük, N. Biyoloji öğretmen adaylarının tohumlu bitkiler hakkındaki alternatif kavramları. *Türk Fen Eğitimi Dergisi* 2007; 1: 60-79.
- [18]. Bilen, K., Köse, S. Yapılandırmacı öğrenme teorisine dayalı etkili bir strateji: Tahmin-gözlem-açıklama (TGA) "Bitkilerde büyüme ve gelişme". *Pamukkale Üniversitesi Eğitim Fakültesi Dergisi* 2012b; 31, 1: 123-136.
- [19]. Tokur, F., Duruk, Ü., Akgün, A. TGA etkinliklerinin fen bilgisi öğretmen adaylarının çiçekli bitkilerin büyüme ve gelişmesi ile ilgili sahip olduğu kavram yanılgılarının giderilmesine etkisi. *Route Educational & Social Science Journal* 2014; 1, 1: 68-80.
- [20]. Bilen, K., Aydoğdu, M. Fen Bilgisi öğretmen adaylarına bitkilerde fotosentez ve solunum kavramlarını öğretmede TGA (Tahmin Et-Gözle-Açıkla) stratejisinin kullanımı. *Mustafa Kemal Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü Dergisi* 2010; 7, 14: 179-194.
- [21]. Bilen, K., Aydoğdu, M. TGA (tahmin et-gözle-açıkla) stratejisine dayalı laboratuvar uygulamalarının öğrencilerin bilimsel süreç becerileri ve bilimin doğası hakkındaki düşünceleri üzerine etkisi. *Gaziantep Üniversitesi Sosyal Bilimler Dergisi* 2012; 11, 1: 49-69.
- [22]. Bilen, K., Köse, S., Uşak, M. Tahmin et-gözle-açıkla (TGA) stratejisine dayalı laboratuvar uygulamalarının fen bilgisi öğretmen adaylarının osmoz ve difüzyon konusunu anlamalarına etkisi. *Pamukkale Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü Dergisi* 2011; 9: 115-127.
- [23]. Yıldırım, A., Şimşek, H. Sosyal bilimlerde nitel araştırma yöntemleri. Ankara: Seçkin, 2008.
- [24]. MEB. İlköğretim kurumları (ilkokullar ve ortaokullar) fen bilimleri dersi (3, 4, 5, 6,7 ve 8. sınıflar) fen bilimleri öğretim programı. Ankara, 2013.
- [25]. Miles, M. B., M. Huberman. *Qualitative data analysis: A sourcebook of new methods*. 2d Edition. Beverly Hills, CA: Sage Publications, 1994.
- [26]. Bilen, K. "Tahmin Et-Gözle-Açıkla" yöntemine dayalı laboratuvar uygulamalarının öğretmen adaylarının kavramsal başarılarına, bilimsel süreç becerilerine, tutumlarına ve bilimin doğası hakkındaki görüşlerine etkisi. (Yayımlanmış Doktora tezi). Gazi Üniversitesi, Eğitim Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 2009.
- [27]. Karaer, H. Yapılandırıcı öğrenme teorisine dayalı bir laboratuvar aktivitesi (kromatografi yöntemi ile mürekkebin bileşenlerine ayrılması). *Amasya Üniversitesi Kastamonu Eğitim Dergisi* 2007; 15, 2: 591-602.
- [28]. Yıldırım, N., Maşeroğlu, P. Kimyayı günlük hayatla ilişkilendirmede tahmin-gözlem-açıklamaya dayalı etkinlikler ve öğrenci görüşleri. *Turkish Online Journal of Qualitative Inquiry* 2016; 7, 1: 117-145.
- [29]. Kırılmazkaya, G., Kırbağ Zengin, F. Tahmin et-gözle-açıkla yönteminin ortaokul öğrencilerinin akademik başarılarına ve fene karşı tutumlarına etkisinin incelenmesi. *Uluslararası Sosyal Araştırmalar Dergisi* 2015; 8, 4: 975-981.
- [30]. Köse, S., Coştu, B., Keser, Ö. F. Fen konularındaki kavram yanılgılarının belirlenmesi: TGA yöntemi ve örnek etkinlikler. *Pamukkale Üniversitesi Eğitim Fakültesi Dergisi* 2003; 13, 1: 43-53.
- [31]. White, R., Gunstone, R. *Probing understanding*. First edition. London and New York: The Falmer Pres, 1992.



Inverse Problems for Dirac Operator with Boundary Conditions Involving A Herglotz-Nevanlinna function

Yalçın GÜLDÜ, A. Sinan ÖZKAN

Department of Mathematics, Faculty of Science, Cumhuriyet University 58140 Sivas, Turkey

Received: 25.10.2016; Accepted: 09.11.2016

Abstract. In this paper, we deal with the inverse problems for Dirac operator with rationally eigenvalue dependent boundary condition and linearly eigenvalue dependent jump conditions. We prove that when $Q(x)$ is known on $\left(\frac{1}{2}, 1\right)$ then only one spectrum excluding a finite number of eigenvalues is sufficient to determine $Q(x)$ on the interval $(0, 1)$ and the other coefficients of the problem. Moreover, it is shown that $Q(x)$ is uniquely determined by the classical spectral data, i.e., eigenvalues and normalising numbers.

Keywords. Inverse problem, impulsive differential equation, boundary value problem

Herglotz-Nevanlinna Fonksiyonu İçeren Sınır Koşullarına Sahip Dirac Operatörü için Ters Problemler

Özet. Bu makalede, sınır koşulları spektral parametreye rasyonel, süreksizlik koşulları ise lineer şekilde bağlı olan Dirac operatörü için ters problem ele alınmıştır. $(\frac{1}{2}, 1)$ aralığında $Q(x)$ potansiyel fonksiyonu biliniyorken, tek spektrumun sonlu sayıda özdeğerlerin dışında $(0, 1)$ aralığında $Q(x)$ potansiyel fonksiyonunu ve problemin diğer katsayılarını tek olarak belirlediği ispatlanmaktadır. Ayrıca, $Q(x)$ fonksiyonunun klasik spektral veriler, yani özdeğerler ve normalleştirici sayılar yardımıyla tek olarak belirlendiği gösterilmektedir.

Anahtar kelimeler: Ters problem, süreksiz Dirac operatör, sınır-değer problem

1. INTRODUCTION

We consider the boundary value problem $L = L(Q, f, \alpha, \beta, \gamma)$ generated by the system of Dirac differential equation

$$\ell y := By' + Q(x)y = \lambda y, x \in I := \left(0, \frac{1}{2}\right) \cup \left(\frac{1}{2}, 1\right) \quad (1)$$

with $B = \begin{pmatrix} 0 & 1 \\ -1 & 0 \end{pmatrix}$, $Q(x) = \begin{pmatrix} p(x) & q(x) \\ q(x) & -p(x) \end{pmatrix}$, $y(x) = \begin{pmatrix} y_1(x) \\ y_2(x) \end{pmatrix}$ subject to the boundary conditions

$$U(y) := y_1(0) = 0 \quad (2)$$

$$V(y) := y_2(1) + f(\lambda)y_1(1) = 0 \quad (3)$$

* Corresponding author. Email address: yguldu@gmail.com

and the jump conditions

$$\begin{cases} y_1(\frac{1}{2}+0) = \alpha y_1(\frac{1}{2}-0) \\ y_2(\frac{1}{2}+0) = \alpha^{-1} y_2(\frac{1}{2}-0) + (\beta\lambda + \gamma) y_1(\frac{1}{2}-0). \end{cases} \quad (4)$$

Here $p(x)$ and $q(x)$ are real valued functions in $L_2(0,1)$; λ is a spectral parameter; α , β and γ are real numbers, $\alpha > 0$, $\beta > 0$; $f(\lambda)$ is a rational function of Herglotz–Nevanlinna type such that

$$f(\lambda) = a\lambda + b - \sum_{k=1}^N \frac{f_k}{\lambda - g_k}$$

where a , b , f_k , g_k are real numbers, $a > 0$, $f_k > 0$, $g_1 < g_2 < \dots < g_N$. We shall note that if $f(\lambda) = \infty$ then the condition (3) will be as the condition $y_1(1) = 0$.

Inverse problems for Dirac operator have been rather well studied and continued acceleratingly (see [14], [15], [18], [24] and references therein)

When the spectrum of a differential operator and the potential on a half of the interval are known, one can recover the differential operator on whole interval. Such problems are known as half-inverse problems. The first study on the half-inverse problem for Sturm-Liouville operator was made by Hochstadt and Lieberman in 1978 [21]. They proved that if the potential function $q(x)$ of Sturm-Liouville equation is given over the interval $(\frac{1}{2}, 1)$, then one spectrum is enough to determine $q(x)$ on

the interval $(0, \frac{1}{2})$. After that in 1984, Hald [20] showed that if the potential is known over half the interval and if one boundary condition is given, then the eigenvalues uniquely determine the potential and the other boundary condition. In 1994, T. N. Arutyunyan [3] proved that the potential $Q(x)$ is uniquely determined by the eigenvalues and normalising coefficients. Later, in [16] and in [25], it is provided some results in inverse spectral analysis with partial data on the potential.

Spectral problems involving eigenvalue dependent boundary conditions arise in various problems of mathematics as well as in applications. Firstly, in 1973, Walter [36] was interested in an expansion theorem for the this kind of eigenvalue problem. In 1977, Fulton [13] also examined the Sturm-Liouville eigenvalue problem. Inverse problems for some classes of differential operators linearly eigenvalue dependent are analysed in diverse papers (see [1, 2, 9, 17, 22]). More general boundary conditions are observed in [4-6, 10, 12, 26, 29, 30, 34,35]. On the other hand, when $f(\lambda)$ is a rational function of Herglotz–Nevanlinna type, direct and inverse spectral problems for Sturm-Liouville operator were investigated in [7, 8, 27].

Recently, also some new uniqueness results in inverse spectral analysis with partial information on the potential for Sturm-Liouville and Dirac operator have been given (see , [28, 31-33]).

In the present paper, our research is connected to a Dirac equation with rationally eigenvalue dependent boundary conditions and linearly eigenvalue dependent jump conditions. We prove that the potential in

$(0,1)$ and the remaining coefficients of the boundary value problem can be uniquely determined by the potential in $(\frac{1}{2},1)$ and one spectrum excluding finite eigenvalues. We also show that $Q(x)$ is uniquely determined by the sequences of eigenvalues and normalising numbers.

2. PRELIMINARIES

Firstly, we define an operator such that (1)-(4) can be regarded as an eigenvalue problem of it. See [8] and [27] for a similar operator associated with the Sturm- Liouville problem.

Consider the space $H = L_2(0,1) \oplus L_2(0,1) \oplus \mathbf{C}^{N+2}$ with the inner product defined by

$$\langle Y, Z \rangle := \int_0^1 [y_1(x)\bar{z}_1(x) + y_2(x)\bar{z}_2(x)]dx + \sum_{k=1}^N \frac{Y_k \bar{Z}_k}{f_k} + \frac{Y_{N+1} \bar{Z}_{N+1}}{a} + \frac{\alpha Y_{N+2} \bar{Z}_{N+2}}{\beta} \quad (5)$$

where $Y = (y_1(x), y_2(x), Y_1, Y_2, \dots, Y_{N+2})$, $Z = (z_1(x), z_2(x), Z_1, Z_2, \dots, Z_{N+2})$. Define the operator T with the domain

$$D(T) = \{Y \in H : y_1(x) \text{ and } y_2(x) \text{ are absolutely continuous in } I, \ell_y \in L_2(0,1), y_1(0) = 0, y_1(\frac{1}{2}+0) - \alpha y_1(\frac{1}{2}-0) = 0, Y_{N+1} = -a y_1(1), Y_{N+2} = \beta y_1(\frac{1}{2}-0)\} \text{ such that}$$

$$T(Y) = Z = (z_1(x), z_2(x), Z_1, Z_2, \dots, Z_{N+2}),$$

where $z(x) = \begin{pmatrix} z_1(x) \\ z_2(x) \end{pmatrix} = \ell_y(x)$,

$$Z_i = g_i Y_i - f_i y_1(1), \text{ for } i = \overline{1, N}$$

$$Z_{N+1} = y_2(1) + b y_1(1) + \sum_{k=1}^N Y_k$$

and

$$Z_{N+2} = y_2(\frac{1}{2}+0) - \alpha^{-1} y_1(\frac{1}{2}-0) - \gamma y_1(\frac{1}{2}-0)$$

Theorem 1 *Eigenvalues of the operator T coincide with eigenvalues of the problem L .*

Proof. The following equalities obtained from $TY = \lambda Y$ are enough to see validity of this theorem:

$$g_1 Y_1 - b_1 y_1(1) = \lambda Y_1$$

$$g_2 Y_2 - b_2 y_1(1) = \lambda Y_2$$

...

$$g_N Y_1 - b_N y_1(1) = \lambda Y_N$$

$$y_2(1) + b y_1(1) + \sum_{k=1}^N Y_k = -a \lambda y_1(1)$$

$$y_2\left(\frac{1}{2} + 0\right) - \alpha^{-1} y_2\left(\frac{1}{2} - 0\right) - \gamma y_1\left(\frac{1}{2} - 0\right) = \lambda \beta y_1\left(\frac{1}{2} - 0\right).$$

Let the function $\varphi(x, \lambda) = (\varphi_1(x, \lambda) \ \varphi_2(x, \lambda))^T$ be the solution of (1) under the initial conditions

$$\varphi(0, \lambda) = \begin{pmatrix} 0 \\ -1 \end{pmatrix} \quad (6)$$

and under the jump conditions (4). $\varphi(x, \lambda)$ satisfies the following integral equations:

For $x < \frac{1}{2}$

$$\varphi_1(x, \lambda) = \sin \lambda x + \int_0^x \sin \lambda(x-t) \Phi^+(t, \lambda) dt + \int_0^x \cos \lambda(x-t) \Phi^-(t, \lambda) dt$$

$$\varphi_2(x, \lambda) = -\cos \lambda x - \int_0^x \cos \lambda(x-t) \Phi^+(t, \lambda) dt + \int_0^x \sin \lambda(x-t) \Phi^-(t, \lambda) dt$$

and for $x > \frac{1}{2}$

$$\begin{aligned} \varphi_1(x, \lambda) &= \alpha^+ \sin \lambda x + \alpha^- \sin \lambda(1-x) + \\ &+ \int_0^{1/2} (\alpha^+ \sin \lambda(x-t) + \alpha^- \sin \lambda(1-x-t)) \Phi^+(t, \lambda) dt \\ &+ \int_0^{1/2} (\alpha^+ \cos \lambda(x-t) + \alpha^- \cos \lambda(1-x-t)) \Phi^-(t, \lambda) dt \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 & + \int_{1/2}^x [\sin \lambda(x-t)\Phi^+(t, \lambda) + \cos \lambda(x-t)\Phi^-(t, \lambda)] dt \\
 & + \frac{(\beta\lambda + \gamma)}{2} \left\{ \cos \lambda x - \cos \lambda(1-x) + \int_0^{1/2} [\cos \lambda(x-t) - \cos \lambda(1-x-t)]\Phi^+(t, \lambda) dt \right. \\
 & \quad \left. - \int_0^{1/2} [\sin \lambda(x-t) - \sin \lambda(1-x-t)]\Phi^-(t, \lambda) dt \right\}
 \end{aligned}$$

$$\varphi_2(x, \lambda) = -\alpha^+ \cos \lambda x + \alpha^- \cos \lambda(1-x)$$

$$\begin{aligned}
 & - \int_0^{1/2} (\alpha^+ \cos \lambda(x-t) - \alpha^- \cos \lambda(1-x-t))\Phi^+(t, \lambda) dt \\
 & + \int_0^{1/2} (\alpha^+ \sin \lambda(x-t) - \alpha^- \sin \lambda(1-x-t))\Phi^-(t, \lambda) dt \\
 & - \int_{1/2}^x [\cos \lambda(x-t)\Phi^+(t, \lambda) + \sin \lambda(x-t)\Phi^-(t, \lambda)] dt \\
 & + \frac{(\beta\lambda + \gamma)}{2} \left\{ \sin \lambda x + \sin \lambda(1-x) + \int_0^{1/2} [\sin \lambda(x-t) + \sin \lambda(1-x-t)]\Phi^+(t, \lambda) dt \right. \\
 & \quad \left. + \int_0^{1/2} [\cos \lambda(x-t) + \cos \lambda(1-x-t)]\Phi^-(t, \lambda) dt \right\}
 \end{aligned}$$

where $\Phi^+(t, \lambda) = \varphi_1(t, \lambda)p(t) + \varphi_2(t, \lambda)q(t)$, $\Phi^-(t, \lambda) = \varphi_1(t, \lambda)q(t) - \varphi_2(t, \lambda)p(t)$ and $\alpha^\pm = \frac{1}{2} \left(\alpha \pm \frac{1}{\alpha} \right)$.

Moreover, it is shown in [14] that, $\varphi(x, \lambda)$ has a representation as follows:

$$\varphi(x, \lambda) = \varphi_0(x, \lambda) + \int_0^x K(x, t)\varphi_0(t, \lambda) dt, \text{ for } x \in \left(0, \frac{1}{2} \right) \quad (7)$$

where $\varphi_0(x, \lambda) = (\sin \lambda x \quad -\cos \lambda x)^T$, $K(x, t) = (K_{ij}(x, t))_{i,j=1,2}$

$K_{ij}(x, \cdot) \in L_2(0, 1)$ for each fixed x .

The following asymptotic relations can be proved easily;

$$\varphi_1(x, \lambda) = \begin{cases} \sin \lambda x + o(\exp \tau x), & x < \frac{1}{2} \\ \frac{\beta \lambda}{2} [\cos \lambda x - \cos \lambda(1-x)] + o(\lambda \exp \tau x), & x > \frac{1}{2} \end{cases}$$

$$\varphi_2(x, \lambda) = \begin{cases} -\cos \lambda x + o(\exp \tau x), & x < \frac{1}{2} \\ \frac{\beta \lambda}{2} [\sin \lambda x + \sin \lambda(1-x)] + o(\lambda \exp \tau x), & x > \frac{1}{2} \end{cases}$$

where $\tau = |Im\lambda|$.

It is clear that $f(\lambda)$ can be written as follows:

$$f(\lambda) = \frac{a(\lambda)}{b(\lambda)}$$

where

$$a(\lambda) = (a\lambda + b) \prod_{k=1}^N (\lambda - g_k) - \sum_{k=1}^N f_k \prod_{\substack{j=1 \\ j \neq k}}^N (\lambda - g_j),$$

$$b(\lambda) = \prod_{k=1}^N (\lambda - g_k).$$

Let the function $\psi(x, \lambda) = (\psi_1(x, \lambda) \ \psi_2(x, \lambda))^T$ be the solution of (1) under the initial conditions

$$\psi(1, \lambda) = \begin{pmatrix} b(\lambda) \\ -a(\lambda) \end{pmatrix} \tag{8}$$

and under the jump conditions (4).

Consider the function

$$\begin{aligned} \Delta(\lambda) &:= W[\psi, \varphi] = \varphi_2(x, \lambda)\psi_1(x, \lambda) - \varphi_1(x, \lambda)\psi_2(x, \lambda) \\ &= a(\lambda)\varphi_1(1, \lambda) + b(\lambda)\varphi_2(1, \lambda) = -\psi_1(0, \lambda). \end{aligned} \tag{9}$$

It is obvious that $\Delta(\lambda)$ is entire function and the zeros, namely $\{\lambda_n\}_{n \in \mathbb{Z}}$ of $\Delta(\lambda)$ are eigenvalues of the problem (1)-(4). Additionally, the equality $\psi(x, \lambda_n) = \chi_n \varphi(x, \lambda)$ holds for all x and λ , where

$$\chi_n = \psi_2(0, \lambda_n) = \frac{b(\lambda_n)}{\varphi_1(1, \lambda_n)}.$$

3. UNIQUENESS THEOREMS

3.1 According to the mixed given data

The first main result of this work is a generalized of Hochstadt and Lieberman theorem [21]. We prove that when $Q(x)$ is known on $\left(\frac{1}{2}, 1\right)$ then only one spectrum excluding a finite number of eigenvalues is sufficient to determine $Q(x)$ on the interval $(0,1)$ and the coefficients α , β and γ . Together with L , we consider the problem \tilde{L} of the same form but with a different coefficients $\tilde{Q}(x) = \begin{pmatrix} \tilde{p}(x) & q(x) \\ q(x) & -\tilde{p}(x) \end{pmatrix}$, $\tilde{\alpha}$, $\tilde{\beta}$ and $\tilde{\gamma}$. It is assumed in what follows that if a certain symbol s denotes an object related to L , then the corresponding symbol \tilde{s} with tilde denote the analogous object related to \tilde{L} . Let us denote by $\varphi(x, \lambda_n)$, the eigenfunction which corresponds to λ_n .

Let Z_0 be any subset with $N-1$ elements of Z . Denote $\sigma := \{\lambda_n\}_{n \in Z \setminus Z_0}$ and consider the following representation:

$$\Delta(\lambda) = R(\lambda) \prod_{n \in Z_0} (\lambda - \lambda_n)$$

where $R(\lambda) = C \prod_{\lambda_n \in \sigma} \left(1 - \frac{\lambda}{\lambda_n}\right)$, C is a constant which depends only on λ_n (the case $\Delta(0) = 0$ requires minor modifications).

Theorem 2 *If $\sigma = \tilde{\sigma}$, $f(\lambda) \equiv \tilde{f}(\lambda)$ and $Q(x) = \tilde{Q}(x)$ on $\left(\frac{1}{2}, 1\right)$ then $Q(x) = \tilde{Q}(x)$*

almost everywhere on $(0,1)$, $\alpha = \tilde{\alpha}$ and $\beta = \tilde{\beta}$ and $\gamma = \tilde{\gamma}$.

Before the proof of theorem, we need to prove the following lemma.

Lemma 1 *i) The eigenvalues λ_n are real numbers.*

ii) $\left. \frac{d\Delta(\lambda)}{d\lambda} \right|_{\lambda=\lambda_n} \neq 0$, i.e., $\{\lambda_n\}_{n \in Z}$ are simple zeros of $\Delta(\lambda)$.

Proof. i) According to the Theorem 1, it is enough to show that eigenvalues of T are real. For Y in $D(T)$, we calculate that

$$\begin{aligned}
 \langle TY, Y \rangle &= \int_0^1 \ell y(x) \bar{y}(x) dx + \sum_{k=1}^N \frac{TY_k \bar{Y}_k}{f_k} + \frac{TY_{N+1} \bar{Y}_{N+1}}{a} + \frac{\alpha TY_{N+2} \bar{Y}_{N+2}}{\beta} \\
 &= \int_0^1 p(x) (|y_1(x)|^2 - |y_2(x)|^2) dx + \int_0^1 2\operatorname{Re}[y_2(x) \bar{y}_1(x)] q(x) dx \\
 &\quad + \bar{y}_1\left(\frac{1}{2}-0\right) y_2\left(\frac{1}{2}-0\right) - \bar{y}_1(0) y_2(0) - \bar{y}_1\left(\frac{1}{2}+0\right) y_2\left(\frac{1}{2}+0\right) \\
 &\quad + \bar{y}_1(1) y_2(1) - \int_0^1 2\operatorname{Re}[y_2(x) \bar{y}_1(x)] dx + \sum_{k=1}^N \frac{[g_k Y_k - f_k y_1(1)] \bar{Y}_k}{f_k} \\
 &\quad - \left[y_2(1) + b y_1(1) + \sum_{k=1}^N Y_k \right] \bar{y}_1(1) \\
 &\quad + \alpha \left[y_2\left(\frac{1}{2}+0\right) - \alpha^{-1} y_2\left(\frac{1}{2}-0\right) - \gamma_1\left(\frac{1}{2}-0\right) \right] \bar{y}_1\left(\frac{1}{2}-0\right).
 \end{aligned}$$

By using the structure of T , we obtain

$$\begin{aligned}
 \langle TY, Y \rangle &= \int_0^1 p(x) (|y_1(x)|^2 - |y_2(x)|^2) dx + \int_0^1 2\operatorname{Re}[y_2(x) \bar{y}_1(x)] q(x) dx \\
 &\quad - \int_0^1 2\operatorname{Re}[y_2(x) \bar{y}_1(x)] dx + \sum_{k=1}^N \frac{g_k}{f_k} |Y_k|^2 - \sum_{k=1}^N 2\operatorname{Re}[y_1(1) \bar{Y}_k] \\
 &\quad - b |y_1(1)|^2 - \alpha \gamma \left| y_1\left(\frac{1}{2}-0\right) \right|^2.
 \end{aligned}$$

We conclude that $\langle TY, Y \rangle$ are real for each Y in $D(T)$. Thus, all eigenvalues of the operator T (or problem L) are real numbers.

ii) Assume $\lambda_n \neq g_k$. If $\lambda_n = g_k$, the proof is similar.

Write the equation (1) for $\varphi(x, \lambda_n)$ and $\psi(x, \lambda)$ respectively.

$$\begin{cases} \varphi_2'(x, \lambda_n) + p(x) \varphi_1(x, \lambda_n) + q(x) \varphi_2(x, \lambda_n) = \lambda_n \varphi_1(x, \lambda_n), \\ -\varphi_1'(x, \lambda_n) + q(x) \varphi_1(x, \lambda_n) - p(x) \varphi_2(x, \lambda_n) = \lambda_n \varphi_2(x, \lambda_n) \end{cases}$$

$$\begin{cases} \psi_2'(x, \lambda) + p(x)\psi_1(x, \lambda) + q(x)\psi_2(x, \lambda) = \lambda\psi_1(x, \lambda), \\ -\psi_1'(x, \lambda) + q(x)\psi_1(x, \lambda) - p(x)\psi_2(x, \lambda) = \lambda\psi_2(x, \lambda). \end{cases}$$

After some operations, we obtain

$$\begin{aligned} & \varphi_1(x, \lambda_n)\psi_2(x, \lambda) - \varphi_2(x, \lambda_n)\psi_1(x, \lambda) \left(\frac{\frac{1}{2}}{0} + \left| \frac{1}{\frac{1}{2}} \right| \right) \\ &= (\lambda - \lambda_n) \int_0^1 [\psi_1(x, \lambda)\varphi_1(x, \lambda_n) + \psi_2(x, \lambda)\varphi_2(x, \lambda_n)] dx. \end{aligned}$$

Take into account of boundary and discontinuity conditions to get

$$\begin{aligned} & \psi_1(0, \lambda) - a(\lambda)\varphi_1(1, \lambda_n) - b(\lambda)\varphi_2(1, \lambda_n) \\ & - \varphi_1(\frac{1}{2} + 0, \lambda_n)\psi_2(\frac{1}{2} + 0, \lambda) + \varphi_2(\frac{1}{2} + 0, \lambda_n)\psi_1(\frac{1}{2} + 0, \lambda) \\ & + \varphi_1(\frac{1}{2} - 0, \lambda_n)\psi_2(\frac{1}{2} - 0, \lambda) - \varphi_2(\frac{1}{2} - 0, \lambda_n)\psi_1(\frac{1}{2} - 0, \lambda) \\ &= (\lambda - \lambda_n) \int_0^1 [\psi_1(x, \lambda)\varphi_1(x, \lambda_n) + \psi_2(x, \lambda)\varphi_2(x, \lambda_n)] dx. \end{aligned}$$

Using (4) and (9) we get

$$\begin{aligned} & -\Delta(\lambda) - b(\lambda)\varphi_1(1, \lambda_n)(f(\lambda) - f(\lambda_n)) - \alpha\beta(\lambda - \lambda_n)\varphi_1(\frac{1}{2} - 0, \lambda_n)\psi_1(\frac{1}{2} - 0, \lambda) \\ &= (\lambda - \lambda_n) \int_0^1 [\psi_1(x, \lambda)\varphi_1(x, \lambda_n) + \psi_2(x, \lambda)\varphi_2(x, \lambda_n)] dx. \end{aligned}$$

If we divide both side of this equality by $(\lambda - \lambda_n)$ and take limit for $\lambda \rightarrow \lambda_n$,

$$\chi_n \left[\int_0^1 [\varphi_1^2(x, \lambda_n) + \varphi_2^2(x, \lambda_n)] dx + \varphi_1^2(1, \lambda_n)f'(\lambda_n) + \alpha\beta\varphi_1^2(\frac{1}{2} - 0, \lambda_n) \right] = -\Delta'(\lambda_n).$$

Since $\alpha > 0$, $\beta > 0$ and $f'(\lambda_n) > 0$ for all λ_n , $\Delta'(\lambda_n) \neq 0$.

Let us write the equation (1) for φ and $\tilde{\varphi}$,

$$B\varphi'(x, \lambda) + Q(x)\varphi(x, \lambda) = \lambda\varphi(x, \lambda)$$

$$B\tilde{\varphi}'(x, \lambda) + \tilde{Q}(x)\tilde{\varphi}(x, \lambda) = \lambda\tilde{\varphi}(x, \lambda)$$

Multiply these equalities by $\tilde{\varphi}^T(x, \lambda)$ and $\varphi^T(x, \lambda)$ respectively from left hand side and subtract then we get

$$\begin{aligned} & \frac{d}{dx} \{ \varphi_1(x, \lambda)\tilde{\varphi}_2(x, \lambda) - \tilde{\varphi}_1(x, \lambda)\varphi_2(x, \lambda) \} \\ &= [Q(x) - \tilde{Q}(x)]\varphi(x, \lambda)\tilde{\varphi}(x, \lambda). \end{aligned} \quad (10)$$

After integrating this equality on $(0,1)$, taking into account the hypothesis

$$Q(x) = \tilde{Q}(x) \text{ on } \left(\frac{1}{2}, 1\right), \text{ we find}$$

$$\begin{aligned} & \{ \varphi_1(x, \lambda)\tilde{\varphi}_2(x, \lambda) - \tilde{\varphi}_1(x, \lambda)\varphi_2(x, \lambda) \} \left(\left|_0^{1/2} + \left|_{1/2}^1 \right. \right) \\ &= \int_0^{\frac{1}{2}} [p(x) - \tilde{p}(x)] \langle \tilde{\varphi}(x, \lambda)^T J, \varphi(x, \lambda) \rangle dx \end{aligned} \quad (11)$$

where $\langle \cdot, \cdot \rangle$ denotes the classical inner product of \mathbf{C}^2 and $J := \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & -1 \end{pmatrix}$. Denote

$$H(\lambda) := \varphi_2(1, \lambda)\tilde{\varphi}_1(1, \lambda) - \varphi_1(1, \lambda)\tilde{\varphi}_2(1, \lambda). \quad (12)$$

One can calculate from (4) and (11) that

$$\begin{aligned} \varphi_2(1, \lambda)\tilde{\varphi}_1(1, \lambda) - \varphi_1(1, \lambda)\tilde{\varphi}_2(1, \lambda) &= \int_0^{\frac{1}{2}} [p(x) - \tilde{p}(x)] \langle \tilde{\varphi}(x, \lambda)^T J, \varphi(x, \lambda) \rangle dx \quad (13) \\ &+ \left(1 - \frac{\alpha}{\tilde{\alpha}}\right) \varphi_1\left(\frac{1}{2} - 0, \lambda\right)\tilde{\varphi}_2\left(\frac{1}{2} - 0, \lambda\right) - \left(1 - \frac{\tilde{\alpha}}{\alpha}\right) \varphi_2\left(\frac{1}{2} - 0, \lambda\right)\tilde{\varphi}_1\left(\frac{1}{2} - 0, \lambda\right) \\ &+ [\lambda(\tilde{\alpha}\beta - \alpha\tilde{\beta}) + \tilde{\alpha}\gamma - \alpha\tilde{\gamma}] \varphi_1\left(\frac{1}{2} - 0, \lambda\right)\tilde{\varphi}_1\left(\frac{1}{2} - 0, \lambda\right). \end{aligned}$$

It is obtained from $f(\lambda) \equiv \tilde{f}(\lambda)$ that $\varphi_2(1, \lambda_n)\tilde{\varphi}_1(1, \lambda_n) - \varphi_1(1, \lambda_n)\tilde{\varphi}_2(1, \lambda_n) = 0$. Therefore, $H(\lambda_n) = 0$ for all $\lambda_n \in \sigma$.

Now, define $F(\lambda) := \frac{H(\lambda)}{R(\lambda)}$ which is an entire function on λ . From asymptotic relations of

$\varphi_1(x, \lambda)$ and $\varphi_2(x, \lambda)$, it is valid that $F(\lambda) = O\left(\frac{1}{|\lambda|}\right)$. Therefore, from Liouville's Theorem,

$F(\lambda) \equiv 0$ and so $H(\lambda) \equiv 0$. One can calculate that

$$\int_0^{\frac{1}{2}} [p(x) - \tilde{p}(x)] \langle \tilde{\varphi}(x, \lambda)^T J, \varphi(x, \lambda) \rangle dx = \frac{1}{2} \int_0^{\frac{1}{2}} [p(x) - \tilde{p}(x)] dx + o(1), \text{ for } \lambda \rightarrow \infty, \lambda \in \mathbb{R}.$$

Therefore it can be written the following equality from (13),

$$\begin{aligned} & \frac{1}{2} \left[\lambda (\tilde{\alpha}\beta - \alpha\tilde{\beta}) + \tilde{\alpha}\gamma - \alpha\tilde{\gamma} \right] (1 - \cos \lambda + o(1)) - \frac{1}{2} \left(\frac{\tilde{\alpha}}{\alpha} - \frac{\alpha}{\tilde{\alpha}} \right) [\sin \lambda + o(1)] \\ & + \frac{1}{2} \int_0^{\frac{1}{2}} [p(x) - \tilde{p}(x)] dx = o(1) \text{ for } \lambda \rightarrow \infty, \lambda \in \mathbb{R}. \end{aligned}$$

We obtain from the last relation that, $\frac{\tilde{\alpha}}{\alpha} = \frac{\alpha}{\tilde{\alpha}} = \frac{\beta}{\tilde{\beta}} = \frac{\gamma}{\tilde{\gamma}}$ and so, $\alpha = \tilde{\alpha}$, $\gamma = \tilde{\gamma}$, $\beta = \tilde{\beta}$,

$$\int_0^{\frac{1}{2}} [p(x) - \tilde{p}(x)] dx = 0. \text{ As a consequent,}$$

$$\int_0^{\frac{1}{2}} [p(x) - \tilde{p}(x)] \langle \tilde{\varphi}(x, \lambda)^T J, \varphi(x, \lambda) \rangle dx = 0 \text{ holds on the whole } \lambda \text{-plane.}$$

On the other hand, the following equality is valid,

$$\langle \tilde{\varphi}(x, \lambda)^T J, \varphi(x, \lambda) \rangle = -\cos 2\lambda x + \int_0^x K_1(x, t) \cos 2\lambda t dt + \int_0^x K_2(x, t) \sin 2\lambda t dt$$

where $K_i(x, t)$, $i = 1, 2$, depend only on x and t . It follows from (13) that

$$\int_0^{\frac{1}{2}} P(x) \left\{ \cos 2\lambda x - \int_0^x K_1(x, t) \cos 2\lambda t dt - \int_0^x K_2(x, t) \sin 2\lambda t dt \right\} dx = 0 \quad (14)$$

for all λ , where $P(x) := [p(x) - \tilde{p}(x)]$. This can be rewritten as

$$\begin{aligned} & \int_0^{\frac{1}{2}} \cos 2\lambda \tau \left[P(\tau) + \int_{\tau}^{\frac{1}{2}} P(x) K_1(x, t) dx \right] dt \\ & + \int_0^{\frac{1}{2}} \sin 2\lambda t \int_{\tau}^{\frac{1}{2}} P(x) K_2(x, t) dx dt = 0 \end{aligned} \quad (15)$$

Therefore, we obtain from the completeness of the vector functions $(\cos 2\lambda\tau \ \sin 2\lambda t)^T$ in $L_2(0, \frac{1}{2}) \oplus L_2(0, \frac{1}{2})$ that $P(x) = 0$, i.e. $p(x) = \tilde{p}(x)$ for $x \in (0, \frac{1}{2})$. This completes the proof.

3.2 According to the classical spectral data

In [23], it is proven that the coefficients of the problem L are uniquely determined by the Weyl function. We aim to prove uniqueness of the coefficients according to the eigenvalues and normalising numbers, namely spectral data. Consider the problem \tilde{L} with the coefficient $\tilde{Q}(x) = \begin{pmatrix} \tilde{p}(x) & \tilde{q}(x) \\ \tilde{q}(x) & -\tilde{p}(x) \end{pmatrix}$.

For an element $Y = (y_1(x), y_2(x), Y_1, Y_2, \dots, Y_{N+2})$ in H , the norm of Y is defined by $\|Y\|^2 := \langle Y, Y \rangle$. From (5), we get

$$\|Y\|^2 = \int_0^1 [|y_1(x)|^2 + |y_2(x)|^2] dx + \sum_{k=1}^N \frac{|Y_k|^2}{f_k} + \frac{|Y_{N+1}|^2}{a} + \frac{\alpha |Y_{N+2}|^2}{\beta} \quad (16)$$

Let λ_n be an eigenvalue of T (or the problem L) and $Y(n)$ eigenvector for λ_n . Then the numbers $\rho_n := \|Y(n)\|^2$ are called as normalizing numbers.

Lemma 2 *The equality*

$$\begin{aligned} \rho_n &= \int_0^1 [\varphi_1^2(x, \lambda_n) + \varphi_2^2(x, \lambda_n)] dx \\ &+ f'(\lambda_n) \varphi_1^2(1, \lambda_n) + \alpha \beta \varphi_1^2(d_1 - 0, \lambda_n) \end{aligned}$$

is valid.

Proof. Let $\lambda_n \neq g_k$. Since $\lambda_n = g_k$ is equivalent to $\varphi_1(1, g_k) = 0$, this case requires minor modification in the following proof.

Using the structure of T and the inner product in (5), a direct calculation yields

$$\begin{aligned} \|Y(n)\|^2 &= \int_0^1 [\varphi_1^2(x, \lambda_n) + \varphi_2^2(x, \lambda_n)] dx \\ &+ \sum_{k=1}^N \frac{|Y_k|^2}{f_k} + \frac{|Y_{N+1}|^2}{a} + \frac{\alpha |Y_{N+2}|^2}{\beta} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 &= \int_0^1 [\varphi_1^2(x, \lambda_n) + \varphi_2^2(x, \lambda_n)] dx \\
 &+ \varphi_1^2(1, \lambda_n) \sum_{k=1}^N \frac{f_k}{[g_k - \lambda_n]^2} + a \varphi_1^2(1, \lambda_n) \\
 &= \int_0^1 [\varphi_1^2(x, \lambda_n) + \varphi_2^2(x, \lambda_n)] dx \\
 &+ \varphi_1^2(1, \lambda_n) \left\{ a + \sum_{k=1}^N \frac{f_k}{[g_k - \lambda_n]^2} \right\} + \alpha \beta \varphi_1^2\left(\frac{1}{2} - 0, \lambda_n\right) \\
 &= \int_0^1 [\varphi_1^2(x, \lambda_n) + \varphi_2^2(x, \lambda_n)] dx + f'(\lambda_n) \varphi_1^2(1, \lambda_n) + \alpha \beta \varphi_1^2\left(\frac{1}{2} - 0, \lambda_n\right)
 \end{aligned}$$

Take into account Lemma 1 and Lemma 2 to get the following relation

$$\Delta'(\lambda_n) = \rho_n \chi_n \quad (17)$$

The Weyl function is defined as follows;

$$m(\lambda) = \frac{\psi_2(0, \lambda)}{\Delta(\lambda)}. \quad (18)$$

Theorem 3 [23] *If $m(\lambda) = \tilde{m}(\lambda)$ then $L = \tilde{L}$; i.e. the Weyl function $m(\lambda)$ determines uniquely the problem L .*

Theorem 4 *If $\{\lambda_n, \rho_n\} = \{\tilde{\lambda}_n, \tilde{\rho}_n\}$ then $L = \tilde{L}$; i.e. the spectral data $\{\lambda_n, \rho_n\}$ determine uniquely the problem L .*

Proof. Since $\lambda_n = \tilde{\lambda}_n$, $\Delta(\lambda) = \tilde{\Delta}(\lambda)$. Therefore, from (17) $\chi_n = \tilde{\chi}_n$ so $\psi_2(0, \lambda_n) = \tilde{\psi}_2(0, \lambda_n)$. Hence the function defined as

$$G(\lambda) := \frac{\psi_2(0, \lambda) - \tilde{\psi}_2(0, \lambda)}{\Delta(\lambda)}$$

is an entire on λ . Moreover, one can obtained that $G(\lambda) = o(1)$ for $|\lambda| \rightarrow \infty$. $G(\lambda) \equiv 0$ and so $\psi_2(0, \lambda) \equiv \tilde{\psi}_2(0, \lambda)$. From (18) we have $m(\lambda) = \tilde{m}(\lambda)$. Consequently, from Theorem 3, $L = \tilde{L}$.

REFERENCES

- [1]. R.Kh. Amirov, A.S. Ozkan and B. Keskin, Inverse problems for impulsive Sturm-Liouville operator with spectral parameter linearly contained in boundary conditions, *Integral Transforms and Special Functions*, 20(8)(2009), 607-618.
- [2]. R. Kh. Amirov, B. Keskin, A. S. Ozkan, Direct and inverse problems for the Dirac operator with spectral parameter linearly contained in boundary condition, *Ukrainian Math. J.*, 61(91)(2009), 1155–1166.
- [3]. T. N. Arutyunyan, Isospectral Dirac operators, *Izv. Nats. Akad. Nauk Armenii Mat.* 29(2)(1994), 3–14, ; English transl. in *J. Contemp. Math. Anal.*, *Armen. Acad. Sci.* 29(2)(1994), 1-10.
- [4]. P.A. Binding, P.J. Browne and K. Seddighi, Sturm–Liouville problems with eigenparameter dependent boundary conditions, *Proc. Edinburgh Math. Soc.*, 37(2)(1993), 57-72.
- [5]. P.A. Binding, P.J. Browne and B.A. Watson, Inverse spectral problems for Sturm–Liouville equations with eigenparameter dependent boundary conditions, *J. London Math. Soc.*, 62(2000), 161-182.
- [6]. P.A. Binding, P.J. Browne and B.A. Watson, Equivalence of inverse Sturm–Liouville problems with boundary conditions rationally dependent on the eigenparameter, *J. Math. Anal. Appl.*, 291(2004), 246-261.
- [7]. P.A. Binding, P.J. Browne, B.A. Watson, Sturm–Liouville problems with boundary conditions rationally dependent on the eigenparameter, I, *Proc. Edinburgh Math. Soc.*, 45(2002), 631–645.
- [8]. P.A. Binding, P.J. Browne, B.A. Watson, Sturm–Liouville problems with boundary conditions rationally dependent on the eigenparameter, II, *Journal of Computational and Applied Mathematics*, 148(2002), 147-168.
- [9]. P.J. Browne and B.D. Sleeman, A uniqueness theorem for inverse eigenparameter dependent Sturm-Liouville problems, *Inverse Problems*, 13(1997), 1453-1462.
- [10]. Chernozhukova and G. Freiling, A uniqueness theorem for the boundary value problems with non-linear dependence on the spectral parameter in the boundary conditions, *Inverse Problems in Science and Engineering*, 17(6)(2009), 777-785.
- [11]. G. Freiling and V.A. Yurko, *Inverse Sturm–Liouville problems and their applications*, Nova Science, New York, 2001.
- [12]. G. Freiling and V.A. Yurko, Inverse problems for Sturm–Liouville equations with boundary conditions polynomially dependent on the spectral parameter, *Inverse Problems*, 26(2010) 055003 (17pp.).
- [13]. C.T. Fulton, Two-point boundary value problems with eigenvalue parameter contained in the boundary conditions, *Proc. R. Soc. Edinburgh*, A77(1977), 293-308.
- [14]. M. G. Gasymov, Inverse problem of the scattering theory for Dirac system of order $2n$, *Tr. Mosk. Mat. Obshch.*, 19(1968), 41-112, Birkhauser, Basel, (1997).
- [15]. M. G. Gasymov and T. T. Dzhabiev, Determination of a system of Dirac differential equations using two spectra, *Proceeding of School-Seminar on the Spectral Theory of Operators and Representations of Group Theory [in Russian]*, Elm, Baku, (1975), 46-71.
- [16]. F. Gesztesy and B. Simon . Inverse spectral analysis with partial information on the potential II: The case of discrete spectrum. *Trans. Amer. Math. Soc.* 352(6)(2000), 2765–2787.
- [17]. N.J. Guliyev, Inverse eigenvalue problems for Sturm-Liouville equations with spectral parameter linearly contained in one of the boundary condition, *Inverse Problems*, 21(2005), 1315-1330.
- [18]. M. Guseinov, On the representation of Jost solutions of a system of Dirac differential equations with discontinuous coefficients, *Izv. Akad. Nauk Azerb. SSR*, 5(1999), 41-45.

- [19]. Y. Güldü, A Half-Inverse Problem for Impulsive Dirac Operator with Discontinuous Coefficient, *Abstract and Applied Analysis*, Volume 2013, Article ID 181809.
- [20]. O.H. Hald, Discontinuous inverse eigenvalue problems, *Comm. Pure Appl. Math.*, 37(1984), 539-577.
- [21]. H. Hochstadt and B. Lieberman, An inverse Sturm-Liouville problem with mixed given data, *SIAM J. Appl. Math.* 34(1978), 676–680.
- [22]. B. Keskin and A.S. Ozkan, Inverse spectral problems for Dirac operator with eigenvalue dependent boundary and jump conditions, *Acta Math. Hungar.*, 130(4)(2011), 309-320.
- [23]. B. Keskin, Inverse spectral problems for impulsive Dirac operators with spectral parameters contained in the boundary and discontinuity conditions polynomially, *Neural Computing and Applications*, 23(5)(2013), 1329-1333.
- [24]. B.M. Levitan, and I. S. Sargsyan, *Sturm-Liouville and Dirac operators* [in Russian], Nauka, Moscow, 1988.
- [25]. M.M. Malamud, Uniqueness questions in inverse problems for systems of differential equations on a finite interval, *Trans. Moscow Math. Soc.* 60(1999), 204–262.
- [26]. R. Mennicken, H. Schmid and A.A. Shkalikov, On the eigenvalue accumulation of Sturm-Liouville problems depending nonlinearly on the spectral parameter, *Math. Nachr.*, 189(1998), 157-170.
- [27]. A.S. Ozkan, Half-inverse Sturm-Liouville problem with boundary and discontinuity conditions dependent on the spectral parameter, *Inverse Problems in Science and Engineering* 22(5)(2014), 848-859.
- [28]. L. Sakhnovich, Half inverse problems on the finite interval. *Inverse Problems* 17(2001), 527–532.
- [29]. H. Schmid and C. Tretter, Singular Dirac systems and Sturm–Liouville problems nonlinear in the spectral parameter, *Journal of Differential Equations*, 181(2)(2002), 511-542.
- [30]. A.A. Shkalikov, Boundary value problems for ordinary differential equations with a parameter in the boundary conditions. *J. Sov. Math.* 33(1986), 1311-1342. Translation from *Tr. Semin. Im. I.G. Petrovskogo* 9(1983), 190-229.
- [31]. C-Fu Yang and Z-You Huang, A half-inverse problem with eigenparameter dependent boundary conditions, *Numerical Functional Analysis and Optimization*, 31(6)(2010), 754-762.
- [32]. C-Fu Yang, Hochstadt-Lieberman theorem for Dirac operator with eigenparameter dependent boundary conditions, *Nonlinear Analysis Series A: Theory, Methods and Applications*, 74(2011), 2475-2484.
- [33]. C-Fu Yang, Determination of Dirac operator with eigenparameter dependent boundary conditions from interior spectral data, *Inverse Problems in Science and Engineering*, 20(3)(2012), 351–369.
- [34]. V.A. Yurko, Boundary value problems with a parameter in the boundary conditions, *Izv. Akad. Nauk Armyan. SSR, Ser. Mat.*, 19(5)(1984), 398–409. English translation in *Soviet J. Contemporary Math. Anal.*, 19(5)(1984), 62-73.
- [35]. V.A. Yurko, An inverse problem for pencils of differential operators, *Mat Sbornik*, 191(10) (2000), 137-158 (Russian). English translation in *Sbornik Mathematics*, 191(2000), 1561-1586.
- [36]. J. Walter, Regular eigenvalue problems with eigenvalue parameter in the boundary conditions. *Math. Z.* 133(1973), 301-312.



Doğal Taşların Sürtünme Katsayılarını (COF) Belirleyerek Yüzey Özelliklerinin Kayma Güvenlik Risk Analizi

Gültekin ÇOŞKUN¹, Gencay SARIİŞİK²

¹Cumhuriyet Üniversitesi, Sivas Meslek Yüksekokulu, Sivas, Türkiye

²Harran Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi Endüstri Mühendisliği Bölümü, Şanlıurfa, Türkiye

Received: 14.01.2017; Accepted: 23.03.2017

Özet. Çalışmada yalınayak ve ayakkabı ile yürürken doğal taş zemin kaplamalarında yayaların kayma riskini azaltmak için en uygun yüzey işleme tekniklerini ve çevre koşullarını belirlemeye çalışılmıştır. Sürtünme katsayıları (COF) değerleri 15 farklı türde oluşmuş doğal taş, dört yüzey işleme teknikleri (cılalı, honlu, patinatolu ve eskitilmiş) ve iki farklı test (eğik düzlem ve pandül) ile belirlenmiştir. Doğal taşların COF değerlerini etkileyen parametrelerin ortam koşulları (yaş, kuru ve yağlı) ve uygulanan yüzey işleme teknikleri olduğu tespit edilmiştir. Doğal taşların istatistiksel sonuçlara göre COF değerlerine bağlı olarak güvenli kullanım alanlarına göre sınıflandırılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Doğal taşlar, Eğik düzlem testi, Pandül testi, Sürtünme katsayısı, Zemin yüzeyi, Kayma güvenliği

Slip Safety Risk Analysis of Surface Properties by Determining Coefficients of Friction (COF) of Natural Stones

Abstract. The present work attempts to determine the most suitable surface processing techniques and environment conditions to reduce the slipping risk of pedestrians while walking barefoot and wearing shoes on natural stone floor coverings. Coefficients of friction (COF) values have been found by the natural stone formed in 15 different types, four surface processing techniques (polished, honed, patinated and tumbled) and two different (ramp and pendulum) tests. It was found that the parameters that affected COF values of the natural stones were environment conditions (wet, dry and lubricated) and the applied surface processing techniques. The natural stones were then grouped according to places for safe utilization depending on COF values and surface roughness, according to the statistical results.

Keywords: Natural stones, Ramp test, Pendulum test, Coefficient of friction, Floor surface, Slip safety

1. GİRİŞ

Günümüz inşaat sektöründe ve mimarisinde topluma açık ve kapalı birçok alanda doğal taşlar yaya yüzey zemin kaplaması olarak geniş bir uygulama alanına sahiptir. Doğal taşların yaya yüzey zemin kaplaması olarak kullanımında dikkat edilecek özelliklerinden ve en önemlilerinden biri de kayma risklerinin belirlenmesidir. [1-6]. Yaya yüzey zemin kaplamalarında meydana gelen kayma vakaları; ortam, kirleticiler (su, yağ, donma, toz), çevresel faktörler, yetersiz zaman, sıcaklık, aydınlatma, ayakkabı, zeminin yüzey özellikleri, kişi ve kişinin ruh hali dâhil bir ya da birden fazla sebepten kaynaklanır [7].

Diğer yazarlar birleşmiş materyallerde zemin yüzeyi ve ayakkabı türlerini incelemiştir [8-11]. Pürüzlülüğün ölçüğü mikroskopik olabilmesine rağmen, her yüzeyin bir derece pürüzlülüğü vardır [4].

* Corresponding author. Email address: coskungc@gmail.com

Doğal Taşların Sürtünme Katsayıları

İki pürüzlü yüzey arasındaki kayma direnci, iki tür etkileşime neden olur: adhezyon ve kenetlenme. Adhezyon iki yüzey arasındaki moleküler çekimden kaynaklanır ve her iki yüzey de oldukça pürüzsüz olduğundan bulunmaktadır. Kenetlenme mikroskobik olarak küçük olan girinti ve çıkıntı içeren mekanik bir etkileşimdir. Yağlı ortam hem adhezyonu hem de bir dereceye kadar kenetlenmeyi yenebilir. Yüzyıllar önce bilim adamları, iki sert yüzey arasındaki harekete direnç gösteren sürtünme kuvvetinin, yüzeylerin birbirine basma kuvveti orantılı olduğu fark edilmiştir. "Sürtünme katsayısı" COF, sürtünme kuvveti ile basma kuvveti arasındaki sabit oran için kullanılan terimdir. Çekme veya kayma direncinin şu anki kadar basit olmadığı bilinmektedir; özellikle sulu veya yağlı yüzeyleri birbirinden ayırdığında, ancak sürtünme katsayısı kavramı hala kullanılmaktadır [12].

Literatürde birçok farklı test cihazı belirlenmiştir [13-18]. Çıktı miktarı belki COF veya kuvvet, tork, enerji kaybı veya eğim açısı olabilir. Bir yöntemin kabul edilebilirliğini belirlemek için iki kriter öne sürülmüştür: (a) ölçüm koşulları değişmediğinde belirli bir yöntem kullanılarak elde edilen verilerin dağılımı açısından değerlendirilen tekrarlanabilirliği ve (b) geçerliliğidir. Strandberg (1983), yürürken gerçek kayma direnci ile ilişkili olan ilgili ölçümleri sağlayan geçerli bir yöntemi tanımlamıştır [19].

Bu çalışmada zemin kaplamalarında kullanılan on beş farklı doğal taş üzerinde, eğik düzlem ve pandül test cihazı kullanılarak doğal taşların kuru, ıslak ve yağlı ortamda kayma risklerinin belirlenmesinde etken olan kayma açıları ve kayma dirençleri belirlenmiştir. Elde edilen test sonuçları sürtünme katsayısı değerleri hesaplanarak karşılaştırılmaları yapılmıştır.

2. MATERYAL ve METOT

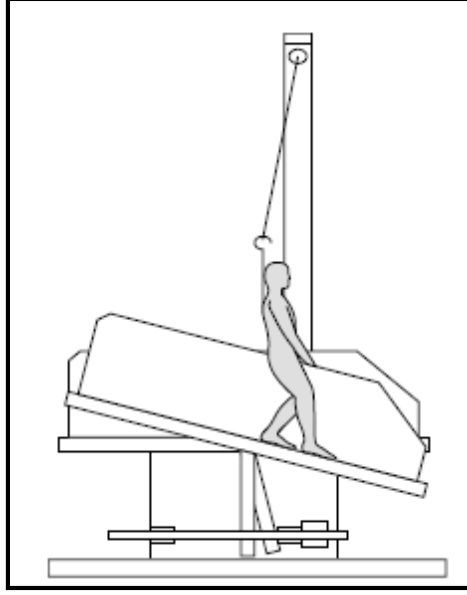
2.1 Materyal

Günümüzde doğal taşlar (kireçtaşı, traverten ve beyaz mermer) topluma açık ve kapalı alanlarda yaya yüzey zemin kaplama malzemesi olarak insan yoğunluğunun fazla olduğu bina, okul, hastahane, otogar, metro ve alışveriş merkezlerinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Farklı bölgelerden seçilmiş ve dört farklı (cilalı, honlu, eskitme ve patinato) yüzey işleminde 15 adet doğal taş örneği kullanılmıştır.

2.2 Metot

2.2.1 Eğik Düzlem Test Cihazı

Eğik düzlem test cihazı, DIN 51097 ve ISO 10545-17, DIN 51130 standartlarına [201-21] göre uygun olarak tasarlanan ve zemin kaplamalarının yüzeylerinin dinamik sürtünme katsayılarının belirlenmesinde kullanılan laboratuvar ölçekli bir test cihazıdır (Şekil 1). Eğik düzlem test cihazında elde edilen kayma açısının tanjantı, çıplak ayak ile kaplama malzemesi yüzeyi arasındaki sürtünme katsayısını verir [22-23].



Şekil 1. Eğik Düzlem Test Cihazı [24].

a. DIN 51097 standardına göre yapılan çalışmalar

Islak ve çıplak ayakla yürünen alanlardaki yer döşemelerinde kullanılan doğal taş örneklerinin, kaymayı önleyici özelliklerinin saptanması ve değerlendirilmesi amacıyla, DIN 51097 standardı dikkate alınmıştır (Şekil 2).



Şekil 2. DIN 51097 standardına göre ölçüm.

Buna göre, çıplak ayakla yürünen ıslak alanlar olarak; havuzlar, banyolar, soyunma odaları, sağlık merkezleri ve tuvalet gibi mekânlarda kullanılacak kaplama malzemelerinin kayma özellikleri belirlenmektedir. DIN 51097 standardına göre, kayma açıları A, B ve C olarak sınıflanmakta olup, her bir kodun açıl aralıkları ve karşılık gelen kayma riski (potansiyelleri) Çizelge 1’de verilmektedir.

Doğal Taşların Sürtünme Katsayıları

Çizelge 1. Çıplak ayakla gezilen ıslak bölgelerin kaymayı önleme özelliğinin belirlenme testi sonuçlarının sınıflandırılması [20].

Sınıflama	Kritik Açı	Cof (μ)	Kayma Riski (Potansiyeli)
A	$\geq 12^\circ$	0,21-0,31	Yüksek
B	$\geq 18^\circ$	0,32-0,42	Orta
C	$\geq 24^\circ$	$\geq 0,45$	Düşük

Test cihazı, 600 mm genişliğinde ve 2000 mm uzunluğuna sahip, eğimi uzunlamasına 0° ile 45° arasında ayarlanabilen, düz ve eğilmeyen bir döşemeden oluşmaktadır. Testin uygulanması esnasında sürekli ve eşit olarak 6 ± 1 litre/dakika test sıvısı eğik düzlem test cihazı üzerinde bulunan delikli borudan örnek yüzey üzerine dökülerek ıslatılmıştır. Örnek üzerinde yürüyecek kişi, elindeki kumanda ile test cihazın hareketini başlatır. Dik durarak yarım adım boyunda adımlar atarak ileriye ve geriye doğru suyun aktığı yönde, yatay düzlemden başlayarak eğimi yaklaşık 1% ile artan test edilecek doğal taş üzerinde hareket eder. Kişinin yürüyüşü sırasındaki eğim artışına bağlı olarak ve yüzey özelliğine göre kaydığı anda cihazı durdurur. Yapılan yürüme sonucunda kişinin güvenli yürüyüş sınırına ulaştığı eğim açısı, eğik düzlem test cihazı üzerinde bulunan açıölçerden kritik bölgede 10 kez tekrarlanarak ileri ve geri gidişi ile tespit edilmiştir. Elde edilen 10 verinin aritmetik ortalaması alınarak, kayma açısı değerleri kaydedilmektedir.

b. DIN 51130 standardına göre yapılan çalışmalar

Ayakkabı ile yürünen yerlerde kullanılan zemin kaplamalarının kaymayı önleyici özelliklerinin saptanması ve değerlendirilmesi amacıyla DIN 51130 ve ISO 10545-17 standardı dikkate alınarak testler yapılmıştır (Şekil 3). Bu test yöntemi ile yüksek kayma riski olan ve ayakkabıyla yürünen yerlerde kullanılan yer kaplamalarının kaymazlık özelliklerinin belirlenmesi amaçlanmaktadır. Yüksek kayma riskli işlerin çalışma odaları ve alanları; üretim veya işlem aşamasında yağ, su, yiyecek, yiyecek atıkları, toz ve bitkisel maddeler gibi kayganlaştırıcı maddelere maruz kalan çalışma odaları veya alanları bu kategoride incelenmiştir. Test personeli deney esnasında ST şeklinde S1 tipinde, DIN 4843'e uygun nitril kauçuk esaslı olarak üretilmiş DIN 53505'e göre 73 ± 5 shore-A sertliği olan ve DIN 51130'da verilen taban şekline sahip koruyucu ayakkabıları giymektedir. Deneylere başlanmadan önce, eğik düzlem test cihazında test yürüyüşünde bulunacak test personelinin ölçümleme işlemi yapılmıştır.



Şekil 3. DIN 51130 standardına göre ölçüm.

Test işlemine başlamadan önce deney odası, ayakkabı, yağlayıcı ve taban yüzeyinin sıcaklığı $23\pm 5^{\circ}\text{C}$ 'de olması sağlanır ve örnek doğal taş eğik düzlem test platformuna yerleştirilir. Test platformuna yerleştirilen doğal taş örneklerinin yüzeyleri, deneye başlamadan önce temizlenir. Örnek yüzeyine sürülmek üzere 200 ml makine yağı hazırlanır. Örnek yüzeyine fırça ile düzgün bir şekilde yayılır. Aynı şekilde standartlara uygun test ayakkabısının tabanları da fırça ile yağlanmıştır. Test ayakkabılarını giyen test personeli test edilecek yüzey üzerinde dik pozisyonda ileri-geri doğru yatay düzlemde başlayarak eğimi yaklaşık $1^{\circ}/\text{s}$ ile artan eğik düzlem test cihazı üzerinde bulunan örnek üzerinde hareket eder. Kritik açı makine yağı sürülmüş yüzey üzerinde belirlenir. Kişinin, güvenli yürüyüş sınırına ulaştığı eğim açısı kritik bölgede 10 kez tekrarlanarak ileri-geri gidiş ile tespit edilmiş ve elde edilen veriler kaydedilmektedir.

Eğik düzlem test cihazı ile elde edilen kayma açılarının düzeltilmiş değerleri uygulama alanlarına göre sınıflandırılmıştır. DIN 51130 ve ISO 10545-17 standardına göre kayma açıları R9, R10, R11, R12 ve R13 olarak kodlanmakta olup her bir kodun açısal aralıkları ve karşılık gelen kullanım alanları Çizelge 2'de verilmektedir.

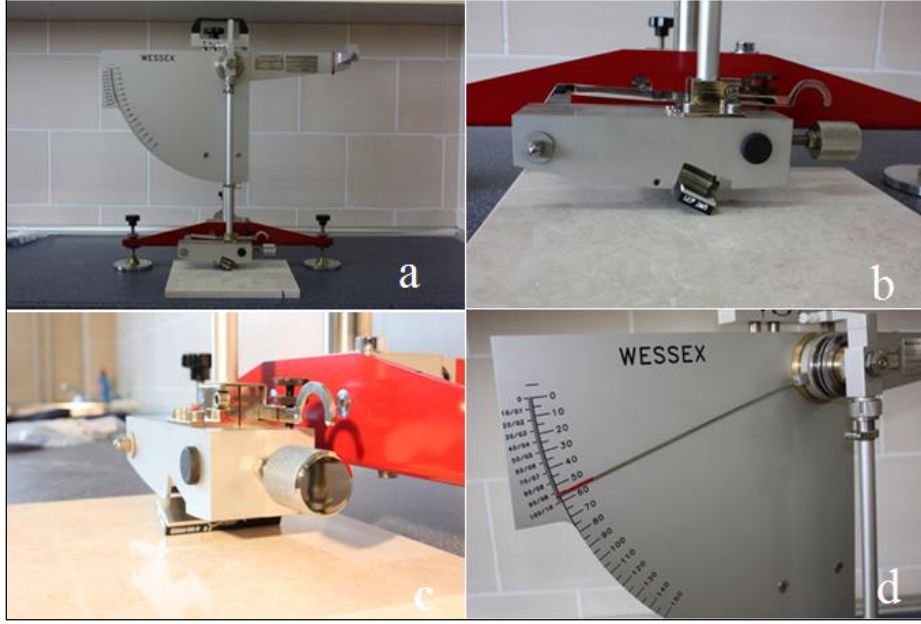
Çizelge 2. Kuru bölgelerin yağlanmasıyla kaymayı önleme özelliğinin belirlenmesi test sonuçlarının uygulama alanına göre sınıflandırılması [21].

Sınıflama	Kritik Açı	Cof (μ)	Kayma Riski
R 9	6° - $10,0^{\circ}$	0,11-0,18	Yüksek
R10	$10,1^{\circ}$ - $19,0^{\circ}$	0,18-0,34	Orta ve Yüksek
R11	$19,1^{\circ}$ - $27,0^{\circ}$	0,34-0,51	Orta ve Düşük
R12	$27,1^{\circ}$ - $35,0^{\circ}$	0,51-0,70	Düşük
R13	$>35,0^{\circ}$	$>0,70$	Düşük

2.2.2 Pandül Test Cihazı

Pandül test cihazı, zemin kaplamalarının kayma direncinin belirlenmesinde TS EN 14231 standardına [25] göre çalışan taşınabilir ölçekli bir test cihazı olup, kaydırıcı ve deney yüzeyi arasındaki sürtünmeyi ölçmek ve kayma direncine ait standart bir değer tayin etmek üzere tasarlanmıştır (Şekil 4). Bu çalışmada WESSEX, S885 model taşınabilir pandül test cihazı kullanılmış olup, ayakkabı altlığını temsilen 4S lastik kauçuk pençe ölçümlerde kullanılmıştır.

Doğal Taşların Sürtünme Katsayıları



Şekil 4. Pandül test cihazı.

Test cihazı, kaydırıcıda dâhil olmak üzere pandül kolunun kütlesi, (1.50 ± 0.03) kg olmalıdır, ağırlık merkezi askı ekseninden (410 ± 5) mm mesafede kol ekseninde olmalıdır. Kaydırıcı tertibat; pandül kolu, yaptığı salınımın en alt noktasındayken, kaydırıcının kayma yapan kenarı deney numunesiyle temas halinde olduğu halde, kaydırıcı düzlemi, yatayla $(26 \pm 3)^\circ$ açı yapacak şekilde kol ucuna monte edilmelidir. Söz konusu bu düzenekte, pandül salınım yaptıkça, numunenin yüzey pürüzlülüğünün izlenmesi için kaydırıcı kendi ekseninde etrafında engel olmadan dönebilir.

Test aşamasında; deney numuneleri, mamulün tamamı veya birimin üst yüzeyini ihtiva edecek özellikte kesilmiş bir parçası olmalıdır. Her bir numune, 136×86 mm bir deney alanı sağlamalıdır. Bu çalışmada deney numunelerinin nihai ürünü olan $30,5 \times 30,5 \times 1,0$ cm plaka boyutu kullanılmıştır. Bu alan, C skalası üzerinde okumaların yapılacağı, 126 mm^2 lik kayma uzunluğunda ve 76 mm genişliğinde bir kaydırıcının kullanımıyla deneye tâbi tutulmalıdır. Sürtünme deney donanımı, kaydırıcı ve numuneler, deneyin başlamasından en az 2 saat önce $(20 \pm 5)^\circ \text{C}$ 'lık oda sıcaklığında laboratuvar ölçümleri için muhafaza edilir. Numunenin büyüklüğüne göre uygun kaydırıcı ve deney skalası seçilmelidir. Çalışma yerlerinin zeminlerinde yapılacak ölçümlerde, deney için belirlenmiş yüzeylerde bulunan ince taneler fırça ile temizlenir ve suyla yıkanarak uzaklaştırılır. Deney yüzeyi ve kaydırıcının sıcaklığı 1°C yaklaşımla ölçülür. Yüzeyin sıcaklığı 5°C ilâ 40°C aralığının dışında ise, deney yapılmamalıdır. Sürtünme deney cihazı, sert, düz bir yüzey üzerine yerleştirilir. Destek kolunu düşey olacak şekilde seviye ayar vidalarıyla ayarlanır. Sonra, pandül kolunun serbestçe salınım yapması için pandülün askı eksenini yükseltilir.

Pandül kolu ve ibre, sağ yatay konumdan bırakıldığında deney skalasında sıfır işaretinde duracak şekilde ibre mekanizmasındaki sürtünme ayarlanır. Deney numunesi, uzun tarafı pandül hattında olacak ve lâstik kaydırıcıya ve pandül süspansiyon eksenine göre merkezde bulunacak şekilde sıkı biçimde yerleştirilerek, lâstik kaydırıcı ve pandül askı eksenine göre merkezlenir. Kaydırıcı hattının, kayma mesafesi boyunca numunenin uzun eksenine paralel olması sağlanır. Belirli kayma uzunluğunda ve lâstik kaydırıcının tüm genişliği boyunca temas ettiği numunenin üzerinden geçen pandül kolunun yüksekliği ayarlanır.

Pandül test değeri (PTV) aşağıdaki formül kullanılarak sürtünme katsayısına (Cof) çevrilebilmektedir.

$$\mu = \left[\frac{110}{PTV} - \frac{1}{3} \right]^{-1}$$

Bu formül kullanılarak doğal taşlar üzerinde kuru ve ıslak ortamda yapılan pandül deney verilerinin, sürtünme katsayısı (Cof) değerleri bulunmaktadır.

Kuru Şartlarda Deney İşlemi

Doğal taş örnekleri, laboratuvar ölçümleri için deneyin yapılmasından önce (105 ± 5) °C sıcaklıkta kurutulur. Pandül cihazında ibre başlangıç konumuna getirilir. Yüzeyle yapılan işlemler cihazın serbest bırakma düğmesine bastırılarak pandül kolunun serbest olarak hareketi sağlanır ve kaydırıcının deney yüzeyine yeniden temas etmesinden önce geri dönüş hareketinde tutulur. Skalada okunan değer kaydedilir. Hazırlanmış mekanizmayla kaydırıcı ve yüzeyin temasını sağlayacak şekilde, kol ve ibre yeniden başlangıç konumuna getirilir. Aralarında üç birimden daha fazla bir farkın olmadığı art arda beş okuma (C skalası üzerinde) alınacak şekilde aynı işlemler tekrar edilir. F skalası kullanılırsa, art arda yapılan beş okuma arasında 0,03'ten daha fazla fark olmamalıdır. Laboratuvar ölçümleri için numune, 180° döndürüldükten sonra yeniden yerleştirilir ve bütün işlemler kontrol edilerek tekrarlanır.

Yaş Şartlarda Deney İşlemi

Doğal taş örnekleri, laboratuvar ölçümleri için deneyin yapılmasından önce (20 ± 5) °C sıcaklıktaki su içerisinde en az 2 saat süreyle bekletilir. Pandülün her kaymasından önce deney yüzeyi ve kaydırıcı, (20 ± 5) °C sıcaklıktaki damıtık veya deiyonize su ile devamlı olarak ıslatılır. Yüzey üzerinde hareket eden deney cihazının başlığı yukarı kaldırılır ve sıfır hata için serbest kayma kontrol edilir. Laboratuvar ölçümleri için numune, 180° döndürüldükten sonra yeniden yerleştirilir ve bütün işlemler tekrar kontrol edilerek tekrarlanır. Her bir yüzey üzerinde kuru ve ıslak ortamda 6 farklı pozisyonda ölçülmüş beşli grup halindeki okuma değerlerinin ortalaması alınarak kayma direnci değerleri hesaplanmıştır. Elde edilen pandül test verileri kayma potansiyeline göre Çizelge 3'de verilen sınıflama kullanılmaktadır.

Çizelge 3. Kayma direncinin kayma potansiyeline göre yorumlanması [26,27].

Sınıflama	Pandül Değeri	Cof (μ)	Kayma Potansiyeli
Z	< 24	< 0.25	Çok Yüksek
Y	25-34	0.25-0.34	Yüksek
X	35-44	0.36-0.46	Orta
W	45-54	0.47-0.59	Düşük
V	> 54	> 0.59	Çok Düşük

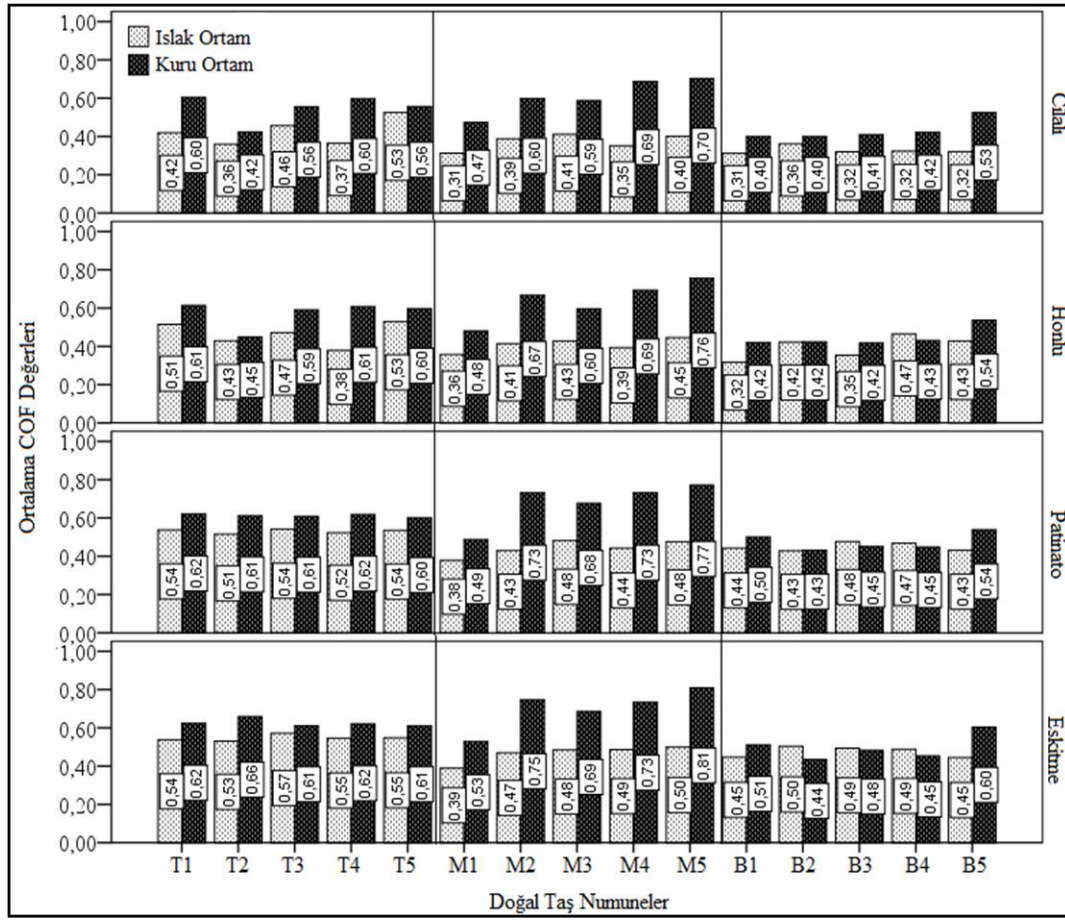
3. BULGULAR ve DEĞERLENDİRMELER

3.1. Kuru ve Islak Ortamda Doğal Taşların Eğik Düzlem Test Yöntemi (DIN 51097) ile COF Analizi

Eğik düzlem test (DIN 51097) yöntemi deneylerinde kullanılan 15 doğal taş türü için, 2 ortam ve 4 yüzey işleme tekniği ile varyans (ANOVA) yöntemi kullanarak istatistiksel olarak analiz edilmiştir. Deneysel çalışmada her bir doğal taş numunesinin test yüzeyi ölçümlerinde 75 veri alınmıştır. Toplam (15 doğal

Doğal Taşların Sürtünme Katsayıları

taş türü × 2 ortam × 4 yüzey işleme × 75 tekrarlı veri) 9000 veri kullanılmıştır. Doğal taş numunelerinde COF değerleri ile kuru ve ıslak ortamın ve cilalı, honlu, patinato ve eskitilmiş yüzey işlemenin $p < 0.001$ anlamlılık düzeyinde etkili olduğu görülmüştür.

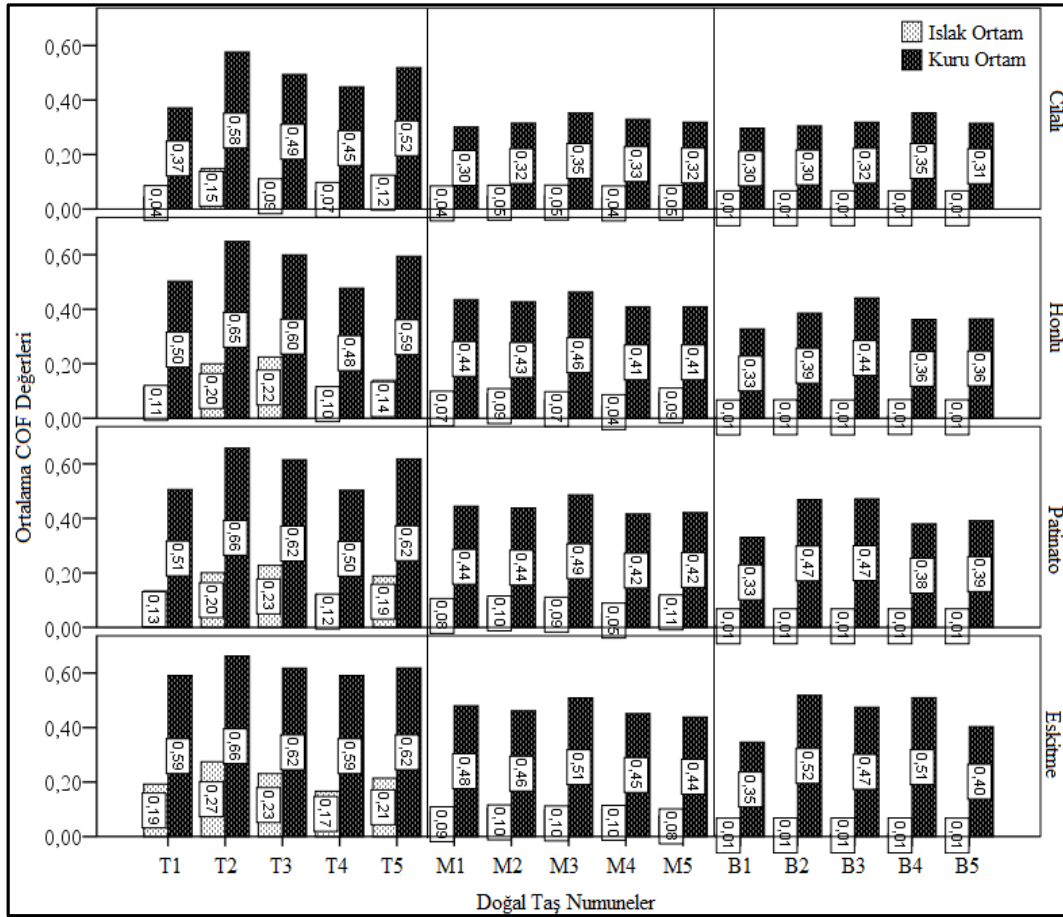


Şekil 5. Islak ve kuru ortamda doğal taşların eğik düzlem test (DIN 51097) yöntemi ile COF değerleri.

Tüm örneklerde, eğik düzlem test (DIN 51097) yönteminde ıslak ortam kuru ortamdaki COF değerinden daha düşük bir COF değeri vermiştir. Beklendiği gibi, su ve benzeri malzemeler çıplak ayak ve doğal taş yüzeyi arasındaki kayma riskini artırır. Kuru ortamda cilalı yüzeyde, B2 örneğinin aritmetik ortalaması en düşük COF değere (0.40μ) sahiptir. Eskitilmiş yüzeylerde, M5 örneğinin aritmetik ortalaması en yüksek COF değere (0.81μ) sahiptir. Islak ortamda, doğal taş örneklerinde COF değerlerinin düştüğü görülmüştür. Cilalı yüzeyler için, M1 ve B1 örneği en düşük aritmetik ortalamaya (0.31μ) sahiptir. Eskitilmiş yüzeyler için T3 örneğinin en yüksek aritmetik ortalamaya (0.57μ) sahiptir. Eskitilmiş yüzeylerde, M2, M3, M4 ve M5 örnekleri en yüksek COF değerine sahip olduklarından, bu dört doğal taş insanların çıplak ayakla yürüdüğü alanlarda tercih edilebilir. Eskitilmiş yüzeylerde çıplak ayak için hem kuru hem de ıslak ortamlarda güvenli doğal taş yüzeyleri olması tercih edilebilir. Şekil 5 incelendiğinde, çıplak ayaklı cilalı, honlu, patinato ve eskitilmiş doğal taşların COF değerlerinin ıslak ortamdaki değerlerden daha düşük olduğu anlaşılmaktadır. Bu bulguya göre, ıslak ortamlarda cilalı doğal taşlar ile kaplı zeminler için kayma riski önemli ölçüde artmaktadır.

3.2. Kuru ve Islak Ortamda Doğal Taşların Eğik Düzlem Test Yöntemi (DIN 51130) ile COF Analizi

Eğik düzlem test (DIN 51130) yöntemi deneylerinde kullanılan 15 doğal taş türü için, 2 ortam ve 4 yüzey işleme ile ilişkisi varyans (ANOVA) yöntemi kullanılarak istatistiksel olarak analiz edilmiştir. Deneysel çalışmada her bir doğal taş numunesinin test yüzeyi ölçümlerinden 75 veri alınmıştır. Toplam (15doğal taş türü × 2 ortam × 4 yüzey işleme × 75 tekrarlı veri) 9000 veri kullanılmıştır. Doğal taş numunelerinde COF değerleri ile kuru ve ıslak ortamın ve cilalı, honlu, patinato ve eskitilmiş yüzey işlemenin $p < 0.001$ anlamlılık düzeyinde etkili olduğu görülmüştür.



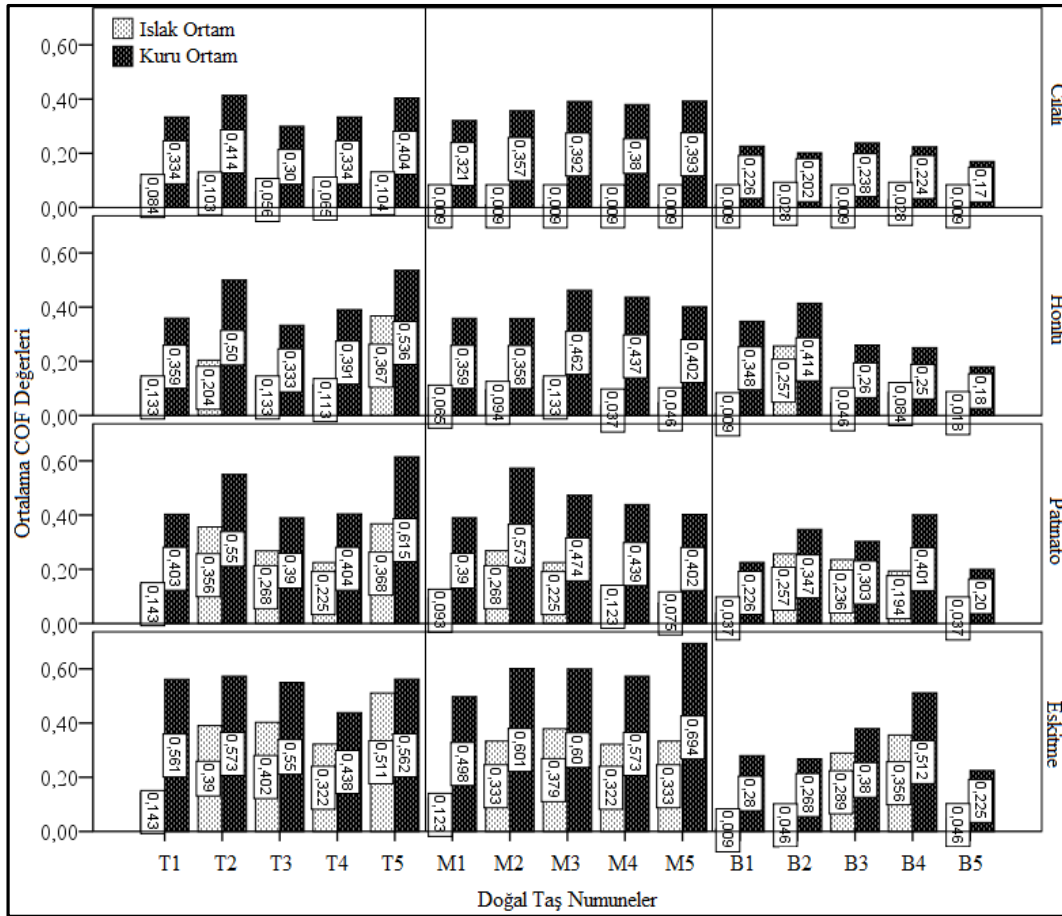
Şekil 6. Islak ve kuru ortamda doğal taşların eğik düzlem test (DIN 51130) yöntemi ile COF değerleri.

Çıplak ayağa göre kuru ortamda, cilalı yüzeyler için doğal taşörneklerinde COF değerleri azalmıştır (Şekil 6). Cilalanmış yüzeylerde, M1 örneği en düşük aritmetik ortalamaya (0.30μ), T2 örneğinin en yüksek aritmetik ortalamasına (0.58μ) sahiptir. Honlu yüzeylerde, B1 örneği en düşük aritmetik ortalamaya (0.33μ), B5 örneğinin en yüksek aritmetik ortalamasına (0.65μ) sahiptir. Eskitilmiş yüzeyler, tüm örnekler için en yüksek COF değerlerine sahip olduğu için kayma riski taşıyan zemin kaplamalarında tercih edilmelidir. Yağlı ortamlarda, cilalı, honlu, patinato ve eskitilmiş yüzeyler için tüm örneklerde COF değerleri belirgin şekilde azalmıştır. Cilalı yüzeyler için tüm örneklerin ortalama COF değerleri 0.01 ile 0.15μ arasında değişir. Eskitilmiş yüzeylerde ortalama kayma açısı 0.01 ile 0.23μ arasında değişir. Yağlı ortamda bu küçük COF değerleri kayma riski açısından değerlendirildiğinde, cilalı, honlu, patinato ve eskitilmiş doğal taşların güvensiz olduğu söylenebilir.

3.3. Kuru ve Islak Ortamda Doğal Taşların Pandül Yöntemi ile COF Analizi

Pandül yöntemi deneylerinde kullanılan 15 doğal taş türü için, 2 ortam ve 4 yüzey işleme ile ilişkisi varyans (ANOVA) yöntemi kullanılarak istatistiksel olarak analiz edilmiştir. Deneysel çalışmada her bir doğal taş numunesinin test yüzeyi ölçümlerinden 25 veri alınmıştır. Toplam (15 doğal taş türü \times 2 ortam \times 4 yüzey işleme \times 25 tekrarlı veri) 3000 veri kullanılmıştır. Doğal taş numunelerinde COF değerleri ile kuru ve ıslak ortamlarda cilalı, honlu, patinato ve eskitilmiş yüzey işlemenin $p < 0.001$ anlamlılık düzeyinde etkili olduğu görülmüştür.

Kuru ortamlarda cilalı yüzeylerin COF değerleri düşük iken, eskitilmiş yüzeylerin COF değerleri artmıştır (Şekil 7). Cilalı yüzey için B5 örneği en düşük aritmetik ortalamaya (0.17μ) sahipken, eskitilmiş yüzeyler için B5 numunesi COF için en yüksek aritmetik ortalamaya (0.414μ) sahiptir. Yüzeyleri eskitilmiş olan tüm örnekler, COF değerleri daha yüksek olduğu için tüm uygulamalarda tercih edilebilir. Cilalı yüzeyler için B1-B5 örnekleri 0.009μ aritmetik ortalaması ile en düşük değere sahiptir. Eskitilmiş yüzeyler için T5 numunesi, 0.511μ aritmetik ortalama ile en yüksek değere sahiptir. Kuru ortamlarda cilalı, honlu, patinato ve eskitilmiş doğal taşların COF değerlerin pandül yönteminde ıslak ortamdaki değerlerden daha yüksek olduğu gözlenmiştir (Şekil 7). Test sonuçlarına göre, ıslak ortamda cilalı, honlu, patinato ve eskitilmiş doğal taşlarda kayma riski daha yüksek olduğu için zemin kaplamaları ve diğer kullanımlarda dikkatlice kullanılmalıdır. Cilalı, honlu, patinato ve eskitilmiş yüzeyler dedoğal taşların düşük COF değerleri nedeniyle ıslak ortamlarda kullanılması önerilmemiştir.



Şekil 7. Islak ve kuru ortamda doğal taşların pandül yöntemi ile COF değerleri.

3.6. Doğal Taşların COF Değerlerine Göre Sınıflandırılması

Doğal taşlar DIN 51097 standartlarına göre yapılan testler ile COF değerleri tespit edilmiştir. Çizelge 4'de "Çıplak ayakla gezilen ıslak bölgelerin kaymayı önleme özelliğinin belirlenmesi" standardına göre doğal taşların sınıflandırılması yapılmıştır.

Bu çalışmada kullanılan doğal taş örnekleri, patinatolu ve eskitilmiş yüzeylerde kuru ortamda kayma açısı 0.45 μ 'dan büyük olduğu için C sınıfına dahil edilmiştir. C sınıfında yer alan doğal taşlar havuzların kıyı eğimlerinde B sınıflandırılmasında yer almayan su içindeki merdivenler kullanılabilir. Doğal taşlar cilalı ve honlu yüzeylerde COF değeri ıslak ortamda 0,32-0,42 μ arasında olduğu için B sınıfına dahil edilir. B sınıfında yer alan doğal taşlar yüzme havuzu çevresindeki alanlar, platformlar, çocuk havuzları, yağmurlu alanlardaki merdivenler, yüzme havuzu dışındaki merdiven basamaklarında kullanılabilir. Sadece cilalı yüzeylerde ıslak ortamda M1 ve T1 doğal taşları COF değeri ıslak ortamda 0,21-0,31 μ arasında olduğu için A sınıfına dahil edilir. A sınıfında yer alan doğal taşlar genellikle kuru iken yalnızca kullanılan koridorlar, tek ya da grup soyunma odaları (sporcular için), tüm yüzme havuzlarında derinliği 80 cm geçmeyen sığ yüzme havuzlarında kullanılabilir.

Çizelge 4. Doğal taşların DIN 51097standardına göre sınıflandırılması.

Doğaltaş	Ortam	Yüzey İşleme	T1		T2		T3		T4		T5	
			COF	Sınıf	COF	Sınıf	COF	Sınıf	COF	Sınıf	COF	Sınıf
Traverten	Islak	Cilalı	0,42	B	0,36	B	0,46	C	0,37	B	0,53	C
		Honlu	0,51	C	0,43	C	0,47	C	0,38	B	0,53	C
		Patinato	0,54	C	0,51	C	0,54	C	0,52	C	0,54	C
		Eskitme	0,54	C	0,53	C	0,57	C	0,55	C	0,55	C
	Kuru	Cilalı	0,60	C	0,42	B	0,56	C	0,60	C	0,56	C
		Honlu	0,61	C	0,45	C	0,59	C	0,61	C	0,60	C
		Patinato	0,62	C	0,61	C	0,61	C	0,62	C	0,60	C
		Eskitme	0,62	C	0,66	C	0,61	C	0,62	C	0,61	C
			M1		M2		M3		M4		M5	
Mermer	Islak	Cilalı	0,31	A	0,39	B	0,41	B	0,35	B	0,40	B
		Honlu	0,36	B	0,41	B	0,43	C	0,39	B	0,45	C
		Patinato	0,38	B	0,43	B	0,48	C	0,44	C	0,48	C
		Eskitme	0,39	B	0,47	C	0,48	C	0,49	C	0,50	C
	Kuru	Cilalı	0,47	C	0,60	C	0,59	C	0,69	C	0,70	C
		Honlu	0,48	C	0,67	C	0,60	C	0,69	C	0,76	C
		Patinato	0,49	C	0,73	C	0,68	C	0,73	C	0,77	C
		Eskitme	0,53	C	0,75	C	0,69	C	0,73	C	0,81	C
			B 1		B 2		B 3		B 4		B 5	
Kireçtaşı	Islak	Cilalı	0,31	A	0,36	B	0,32	B	0,32	B	0,32	B
		Honlu	0,32	B	0,42	B	0,35	B	0,47	C	0,43	C
		Patinato	0,44	B	0,43	C	0,48	C	0,47	C	0,43	C
		Eskitme	0,45	C	0,50	C	0,49	C	0,49	C	0,45	C
	Kuru	Cilalı	0,40	B	0,40	B	0,41	B	0,42	C	0,53	C
		Honlu	0,42	B	0,42	B	0,42	B	0,43	C	0,54	C
		Patinato	0,50	C	0,43	C	0,45	C	0,45	C	0,54	C
		Eskitme	0,51	C	0,44	C	0,48	C	0,45	C	0,60	C

Doğal taşlar DIN 51130 standartlarına göre yapılan testler ile COF değerleri tespit edilmiştir. Çizelge 5'de "Ayakkabı ile gezilen kuru bölgelerin yağlanmasıyla kaymayı önleme özelliğinin belirlenmesi" standardına göre doğal taşların sınıflandırılması yapılmıştır.

Yağlı ve kuru ortamlarda test edilen doğal taşlar DIN 51130 standardı göre sınıflandırılmıştır. Doğal taşların COF değerleri, yağlı ortamlarda 0.11-0.18 μ arasında olduğu için R9 sınıfına dahil edilmiştir.

Doğal Taşların Sürtünme Katsayıları

R9 sınıflandırmasında yer alan doğal taşlar oturmaya ayrılmış alan, okullar, muayenehanelerde kullanılabilir. Doğal taşların COF değerleri kuru ortamlarda ve cilalı yüzeylerde 0,18-0,34 μ arasında olduğu için R10 sınıfına dahil edilmiştir. R10 sınıfındaki doğal taşlar banyo, depo ve restoran mutfaklarında kullanılabilir. Doğal taşlar ıslak ortamlarda honlu, patinatolu ve eskitilmiş yüzeylerde 0,34-0,51 μ arasında olduğu için R11 sınıfına dahil edilmiştir. R11 sınıfındaki doğal taşlar soğutma odaları, süt üretim alanları, çamaşırhanelerde kullanılabilir. Doğal taşlar ıslak ortamlarda honlu, patinatolu ve eskitilmiş yüzeylerde 0,51-0,70 μ arasında olduğu için R12 sınıfına dahil edilmiştir. R12 sınıfındaki doğal taşlar et üretim tesisleri, endüstriyel mutfaklar ve şeker üretim alanlarında kullanılabilir.

Çizelge 5. Doğal taşların DIN 51130 standardına göre sınıflandırılması.

Doğaltaş	Ortam	Yüzey İşleme	T1		T2		T3		T4		T5	
			COF	Sınıf	COF	Sınıf	COF	Sınıf	COF	Sınıf	COF	Sınıf
Traverten	Yağlı	Cilalı	0,04	R9	0,15	R9	0,09	R9	0,07	R9	0,12	R9
		Honlu	0,11	R9	0,20	R10	0,22	R10	0,10	R9	0,14	R9
		Patinato	0,13	R9	0,20	R10	0,23	R10	0,12	R9	0,19	R10
		Eskitme	0,19	R10	0,27	R10	0,23	R10	0,17	R9	0,21	R10
	Kuru	Cilalı	0,37	R11	0,58	R12	0,49	R11	0,45	R11	0,52	R12
		Honlu	0,50	R11	0,65	R12	0,60	R12	0,48	R11	0,59	R12
		Patinato	0,51	R12	0,66	R12	0,62	R12	0,50	R11	0,62	R12
		Eskitme	0,59	R12	0,66	R12	0,62	R12	0,59	R12	0,62	R12
			M1		M2		M3		M4		M5	
Mermer	Yağlı	Cilalı	0,04	R9	0,05	R9	0,05	R9	0,04	R9	0,05	R9
		Honlu	0,07	R9	0,09	R9	0,07	R9	0,04	R9	0,09	R9
		Patinato	0,08	R9	0,10	R9	0,09	R9	0,05	R9	0,11	R9
		Eskitme	0,09	R9	0,10	R9	0,10	R9	0,10	R9	0,08	R9
	Kuru	Cilalı	0,30	R10	0,32	R10	0,35	R11	0,33	R10	0,32	R10
		Honlu	0,44	R11	0,43	R11	0,46	R11	0,41	R11	0,41	R11
		Patinato	0,44	R11	0,44	R11	0,49	R11	0,42	R11	0,42	R11
		Eskitme	0,48	R11	0,46	R11	0,51	R11	0,45	R11	0,44	R11
			B 1		B 2		B 3		B 4		B 5	
Kireçtaşı	Yağlı	Cilalı	0,01	R9	0,01	R9	0,01	R9	0,01	R9	0,01	R9
		Honlu	0,01	R9	0,01	R9	0,01	R9	0,01	R9	0,01	R9
		Patinato	0,01	R9	0,01	R9	0,01	R9	0,01	R9	0,01	R9
		Eskitme	0,01	R9	0,01	R9	0,01	R9	0,01	R9	0,01	R9
	Kuru	Cilalı	0,30	R10	0,30	R10	0,32	R10	0,35	R11	0,31	R10
		Honlu	0,33	R10	0,39	R11	0,44	R11	0,36	R11	0,36	R11
		Patinato	0,33	R10	0,47	R11	0,47	R11	0,38	R11	0,39	R11
		Eskitme	0,35	R11	0,52	R12	0,47	R11	0,51	R12	0,40	R11

Doğal taşlarda TS EN 14231 standartlarına göre yapılan testler ile COF değerleri tespit edilmiştir. Çizelge 6'da "Pandül deney donanımıyla kayma direncinin tayini" standardına göre doğal taşların sınıflandırılması yapılmıştır.

Islak ve kuru ortamlarda test edilen doğal taşlar TS EN 14231 standardı göre sınıflandırılmıştır. Islak ortamda cilalı, honlu, patinatolu ve eskitilmiş yüzeyler doğal taş örnekleri 0.25 μ 'dan küçük olduğu için Z sınıfı içinde yer almaktadır. Z sınıfında yer alan doğal taşlar alışveriş merkezlerinde kullanılabilir. Kuru ortamda, COF değerleri 0.25-0.34 μ arasında olduğu için Y sınıfı içinde yer almaktadır. Y sınıfında yer alan doğal taşlar banyo, depo, çamaşırhanelerde kullanılabilir. Kuru ortamda, COF değerleri 0.36-

ÇOŞKUN, SARIİŞİK

0.46 μ arasında olduğu için X sınıfı içinde yer almaktadır. X sınıfında yer alan doğal taşlar alışveriş merkezleri yemek alanları, otel giriş salonları, ortak soyunma odaları ve iç mekân basamaklarında kullanılabilir. Kuru ortamda, COF değerleri 0.47-0.59 μ arasında olduğu için W sınıfı içinde yer almaktadır. W sınıfında yer alan doğal taşlar dış mekân yürüyüş yolları, yüzme havuzu çevresi, dış mekân basamaklarda kullanılabilir. Kuru ortamda, COF değerleri 0.59 μ 'dan büyük olduğu için V sınıfı içinde yer almaktadır. V sınıfında yer alan doğal taşlar dış mekân eğimli alanlarda kullanılabilir.

Çizelge 6. Doğal taşların TS EN 14231 standardına göre sınıflandırılması.

Doğaltaş	Ortam	Yüzey İşleme	T1		T2		T3		T4		T5	
			COF	Sınıf	COF	Sınıf	COF	Sınıf	COF	Sınıf	COF	Sınıf
Traverten	Islak	Cilalı	0,08	Z	0,10	Z,	0,06	Z	0,07	Z	0,10	Z
		Honlu	0,13	Z	0,20	Z	0,13	Z	0,11	Z	0,37	X
		Patinato	0,14	Z	0,36	X	0,27	Y	0,23	Z	0,37	X
		Eskitme	0,14	Z	0,39	X	0,40	X	0,32	Y	0,51	W
	Kuru	Cilalı	0,33	Y	0,41	X	0,30	Y	0,33	Y	0,40	X
		Honlu	0,36	X	0,50	W	0,33	Y	0,39	X	0,54	W
		Patinato	0,40	X	0,55	W	0,39	X	0,40	X	0,56	W
		Eskitme	0,56	W	0,57	W	0,55	W	0,44	W	0,61	V
			M1		M2		M3		M4		M5	
Mermer	Islak	Cilalı	0,01	Z	0,01	Z	0,01	Z	0,01	Z	0,01	Z
		Honlu	0,07	Z	0,09	Z	0,13	Z	0,04	Z	0,05	Z
		Patinato	0,09	Z	0,27	Y	0,23	Z	0,12	Z	0,07	Z
		Eskitme	0,12	Z	0,33	Y	0,38	X	0,32	Y	0,33	Y
	Kuru	Cilalı	0,32	Y	0,36	X	0,39	X	0,38	X	0,39	X
		Honlu	0,36	X	0,36	X	0,46	X	0,44	X	0,40	X
		Patinato	0,39	X	0,57	W	0,47	W	0,44	X	0,40	X
		Eskitme	0,50	W	0,60	V	0,60	V	0,57	W	0,69	V
			B 1		B 2		B 3		B 4		B 5	
Kireçtaşı	Islak	Cilalı	0,01	Z	0,03	Z	0,01	Z	0,03	Z	0,01	Z
		Honlu	0,01	Z	0,26	Y	0,05	Z	0,08	Z	0,02	Z
		Patinato	0,04	Z	0,26	Y	0,24	Z	0,19	Z	0,04	Z
		Eskitme	0,01	Z	0,05	Z	0,29	Y	0,36	X	0,05	Z
	Kuru	Cilalı	0,23	Z	0,20	Z	0,24	Z	0,22	Z	0,17	Z
		Honlu	0,23	Z	0,27	Y	0,26	Y	0,25	Z	0,18	Z
		Patinato	0,28	Y	0,35	Y	0,30	Y	0,40	X	0,20	Z
		Eskitme	0,35	Y	0,41	X	0,38	X	0,51	W	0,23	Z

4. SONUÇLAR

Doğal taş örnekleri DIN 51097, DIN 51130 ve TS EN 14231 standartlarına göre yapılan testler ile COF değerleri belirlenmiş ve sınıflandırmaları yapılmıştır.

Deneysel çalışmanın sonuçları aşağıda özetlenmiştir;

- Islak ortamda, doğal taşların COF değerleri azaldığı için özellikle cilalanmış yüzeylerde kayma riski yüksektir. Islak ortamda çıplak ayakla yürünen alanlarda eskitilmiş yüzeylerde kullanımı daha güvenli olduğu belirlenmiştir.
- Kuru ortamda, doğal taşlar tüm yüzeylerde ayakkabı ile yürünen alanlarda, COF değerleri yüksek olduğu için kayma riski düşüktür. Doğal taşlar yağlı ortamlarda ayakkabı ile yürünen alanlarda, COF değerinin düşük olmasından dolayı, kayma riski tüm yüzeyler için daha yüksektir. Buna göre, kuru ortamlarda ayakkabı ile yürünen alanlarda doğal taşların kullanımı daha güvenlidir. Bununla birlikte, bu konuda geliştirilen ve yayınlanan standartlar kuru ortamları dikkate almamaktadır. Bu çalışmada kuru ortamlarda farklı yüzey işleme yöntemleri ile doğal taşların kayma riski belirlenmiştir.

Pandül yönteminde kuru ortamlarda doğal taşların COF değeri tüm yüzeylerde yükseldiği için kayma riski düşüktür. Pandül yöntemi ile ıslak ortamlarda COF değeri düştüğünden, tüm yüzeyler için kayma riski daha düşüktür. Buna göre zemin kaplamalarında doğal taşların kullanımı kuru ortamlarda daha güvenli olabilir. Pandül yönteminden elde edilen sonuçlara göre, ıslak ortamlarda, doğal taşların zorunlu olduğu durumlarda eskitilmiş plakalar kullanmak daha uygun olacaktır.

KAYNAKLAR

- [1]. Adams, N., 1997; "Slips and Falls-Some Arguments About Measuring Coefficients of Friction (COF)", Ergonomics [2] Bowman, R., 2003; "Slip Resistance Ignorance: A Recipe for Costly Falls", www.infotile.com/tiletoday/issues/pdf/40article.pdf.
- [2]. Bowman R (2004) Practical Aspects of Slip Resistance of Stone, see <http://www.discoveringstone.com> (accessed 29/05/2011).
- [3]. Bowman R (2010) Slip Resistance Testing-Zones of Uncertainty. Bol. Soc. Esp. Ceram. Vidrio, Vol. 49(4), pp. 227-238.
- [4]. Chang, W.R., 1999; "The effect of surface roughness on the measurement of slip resistance", International Journal of Industrial Ergonomics, 24, 299-313.
- [5]. Chang WR, Matz S (2001) The slip resistance of common footwear materials measured with two slipmeters. Applied Ergonomics 32(6): 540-558.
- [6]. Chang WR, Kim IJ, Manning DP, Bunterngchit Y (2001) The role of surface roughness in the measurement of slipperiness. Ergonomics 44(13): 1200-1216.
- [7]. Coşkun, G., 2013. Karbonat Kökenli Bazı Doğal Taşlarda Yüzey İşleme Tekniklerinin ve Pürüzlülüğün Kayma Direncine Etkileri", Doktora Tezi., Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 293, 2013.
- [8]. Coşkun, G., Sarıışık, G., & Sarıışık, A. (2016). Classification of parameters affecting slip safety of limestones. Cogent Engineering, 3(1), 1217821.
- [9]. DIN EN 51097, 1992; "Testing of floor Coverings; Determination of The Anti-Slip Properties; Wet Loaded Barefoot Areas; Walking Method-Ramp Test", Deutsche Norm, Berlin.

- [10]. DIN EN 51130, 1992; “Testing of Floor Coverings; Determination of The Anti-Slip Properties; Workrooms and Fields of Activities with Slip Danger; Walking Method; Ramp Test”, Deutsche Norm, Berlin
- [11]. Grönqvist, R., 1995; “Mechanisms of friction and assessment of slip resistance of new and used footwear sales on contaminated metals”, *Ergonomics*, 38, 224–41.
- [12]. Grönqvist R, Hirvonen M, Tohv A (1999) Evaluation of three portable floor slipperiness testers. *International Journal of Industrial Ergonomics* 25, 85-95.
- [13]. Gabbrielli Katalog, 2011
- [14]. Kim, I.J., 1996; “Microscopic investigation to analyze the slip resistance of shoes”, *Proceedings of the Fourth Pan Pacific Conference on Occupational Ergonomics*, November. Taiwan, ROC, 68-73.
- [15]. Kim, I.J., 2001; “Microscopic observations of the progressive wear on shoe surfaces that affect the slip resistance characteristics”, *International Journal of Industrial Ergonomics*, 28, 17-29.
- [16]. Kim, I., Smith, R., 2000. Observation of the floor surface topography changes in pedestrian slip resistance measurements. *International Journal of Industrial Ergonomics* 26, 581-601.
- [17]. Kim, I., 2004a. Development of a new analyzing model for quantifying pedestrian slip resistance characteristics: part I - basic concepts and theories. *International Journal of Industrial Ergonomics* 33, 395-401.
- [18]. Kim, I., 2004b. Development of a new analyzing model for quantifying pedestrian slip resistance characteristics: part II – experiments and validations. *International Journal of Industrial Ergonomics* 33, 403-414.
- [19]. Leclercq, S., 1999. The prevention of slipping accidents: a review and discussion of work related to the methodology of measuring slip resistance. *Safety Science* 31, 95–125.
- [20]. Manning, D.P., Jones, C., Rowland ,F.J., Roff, M., 1998; “The surface roughness of a rubber soling material determines the coefficient of friction on water-lubricated surfaces”, *Journal of Safety Research*, 29, 275–283.
- [21]. Powers CM, Kulig K, Flynn J, Brault JR (1999) Repeatability and bias of two walkway safety tribometers. *Journal of Testing and Evaluation* 27(6): 368-374.
- [22]. Ricotti R, Delucchi M, Cerisola G (2009) A comparison of results from portable and laboratory floor slipperiness testers. *International Journal of Industrial Ergonomics*, 39, 353-357.
- [23]. Rowland FJ, Jones C, Manning DP (1996) Surface roughness of footwear soling materials: Relevance to slip resistance. *Journal of Testing and Evaluation*, 24 (6), 368–376. <http://dx.doi.org/10.1520/JTE11459J>.
- [24]. Sarıışık A (2009) Safety analysis of slipping barefoot on marble covered wet areas. *Safety Science* 47(10): 417-1428.
- [25]. Sarıışık A, Akdaş H, Sarıışık G, Çoşkun G (2011) Slip Safety Analysis of Differently Surface Processed Dimension Marbles. *Journal of Testing and Evaluation*, Vol. 39, No. 5.
- [26]. Strandberg, L., 1983. Ergonomics applied to slipping accidents. In: Kvalseth, T.O. (Ed.), *Ergonomics of Workstation Design*. Butterworths, London, pp. 201-228.
- [27]. TS EN 14231 (2004) “Natural Stone Test Methods-Determination of the Slip Resistance by Means of the Pendulum Tester,” Turkish Standards Institute, p.13.



Yarıiletken Yüzeylerde Öbek Oluşumu ve İstatistiği

Mehmet ESEN

Çukurova Üniversitesi Adana Meslek Yüksekokulu, Beyazevler, Adana,

Received: 15.03.2017; Accepted: 23.03.2017

Özet: Çalışmada yarıiletken yüzeyler Monte Carlo yöntemi ile büyütülmüş, belirli bir kaplama oranına eriştikten sonra yüzeye gelen parçacık akısı durdurularak yüzeyin denge şekline ulaşması beklenmiştir. Daha sonra yüzey üzerinde oluşan bir atom yüksekliğindeki öbeklerin istatistiksel dağılımı incelenmiştir. Çalışma farklı sıcaklıklar, farklı akı değerleri ve farklı kaplama oranları için tekrarlanmış, bunların öbek istatistiği üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Ayrıca öbek oluşumu ve bunların istatistiği ile problemin enerji parametreleri arasındaki bağlantıları araştırılmıştır. Çalışmada 60, 80, 100, 130K sıcaklık değerleri kullanılmıştır. Simülasyon yüzeyi olarak 200x200 atomdan oluşan kare bir örgü seçilmiştir. Yüzey kaplama oranı %5, %10 ve %15 değerlerine ulaşıldığında büyütme durdurulmuş ve dengeye ulaşması beklenmiştir. Yüzeyde oluşan öbeklerin istatistikleri incelendiğinde yüzey sıcaklığı, akı ve kaplama oranının öbeklerin istatistiklerini etkiledikleri görülmüştür.

Anahtar Kelimeler: Monte Carlo, Akı, Büyütme, Öbek, İstatistik

Cluster Formation on Semiconductor surface and Statistics

Abstract: In the present study semiconductor surfaces are grown by Monte Carlo technique where particle flux coming to the surface is stopped after the particle coverage of the surface has reached a predetermined value and thereafter the simulation is continued until the surface reached its equilibrium shape. Then the statistical distribution of monolayer clusters is examined. The study is carried out for different growth temperatures, different particle flux values to the surface and different coverage values and their effect on the statistics of clusters is investigated. Furthermore the relation between the energy parameters of the problem and cluster formation and their statistics are studied. In this study 60, 80, 100 and 130 K temperature values are used. The simulation area is chosen as a 200x200 square grid. When the coverage reached a value of 5%, 10 and 15%, the growth is stopped and the surface is allowed to equilibrate. When the statistical distribution of clusters is investigated, it is observed that the distribution is affected by temperature, particle flux to the surface and the coverage of the surface.

Keywords: Monte Carlo, Flux, Growth, Cluster, Statistics

1. GİRİŞ

Yüzeylerin oluşumu hakkında deneysel ve teorik çalışmalar, yaygın şekilde yapılmıştır ve etmektedir [1-13]. Yarıiletken yüzeylerin yüzey yapısını incelemek, yarıiletken yüzeylerin cihaz yapımındaki teknolojinin gelişiminde öncü bir rol oynar. Deneysel çalışmalarda büyütme, ve ölçme deneysel süreçler olup büyütme sürecinin seyrini gözlemek için büyütme süreci durdurulup ölçme yapmak gerektiğinden, büyütme sürecinin sürekliliği devamlılık arz etmez ve nihai yüzey şekillerinde farklılaşmalar oluşabilir. Bu noktada teorik incelemelerin önemi artmaktadır. Teorik yüzey büyütme sırasında tüm parametreler kontrolümüz altında olmakta ve teorik çalışmada analizin, tersi istenmediği sürece büyüme yapısının değişimine etkisi olmaz. Kristal yarıiletken yüzey büyütme tercihleri amaca göre değişebilmektedir, ani ve yüksek akı ile büyütme, düşük akı ile katmanlar tamamlanarak büyütme, basamaklar halinde büyütme gibi yöntemler kullanılmaktadır. Yarıiletken yüzey büyütme

* Corresponding author. Email address: mehesen@cu.edu.tr

tekniklerinden biri de sınırlı bir akı gönderilerek yüzeyin kısmi olarak kaplanması ve oluşabilecek basamaklar, adacıklar, tek/ikili/üçlü atom öbekleri gibi yapıların, akı kesilerek, belirli bir süre aktivasyonlarını aynı kinetik ve termal şartlar sağlanarak belirli bir zaman sürdürmektir. Büyütme ve dinlendirme süreçleri sırasında yüzeyin nasıl değişeceği ve büyümenin nasıl süreceğini o ana kadar oluşmuş yüzey yapısı, termal parametreler, yüzey enerji parametreleri, akı miktarı gibi parametreler etkiler. Yüzeyin sınırlı kaplanması sırasında parçacıkların yüzey üzerinde serbest difüzyonu, basamak/öbek kenarı boyunca difüzyonu, basamak kenarına birleşme/ayırılma süreçleri, basamak/öbek üzerinden alt terasa geçme gibi süreçler yüzey dinamiğini belirleyen süreçlerdir ve yüzeyin nihai şeklinin oluşmasında etkilidir. Bahsedilen süreçler içerisinde Schwoebel bariyer etkisi; yani üst terastan alt terasa enerji bariyerini geçerek inme için geçerli olan bariyer enerjisi sıfır (0) kabul edilmiştir, böylelikle teras üzerinde yeni teras oluşumu engellenmiştir. Bu nedenle bu çalışmada sadece bir atom yüksekliğinde öbeklerin oluşumu ve onların istatistiği araştırılmıştır. Deneysel çalışmalarda gözlenen yüzeye akı gelmesi ve yüzeyden atom buharlaşması olaylarından, yüzeyden atom buharlaşması (desorbition) olayı simülasyona katılmamıştır. Yüzey öbeklerinin oluşumu, öbeklerin difüzyonu konuları iki boyutlu sistemler için incelenmiş olup oluşan öbeklerin ölçeklenerek heterojen bir dağılıma sahip oldukları gözlenmiştir. Benzeri çalışmalar 2 ve 3 boyutlu sistemler için yapılmıştır [8-9].

2. TEORİK ALTYAPI

Simülasyon sırasında Kinetik Monte Carlo (KMC) algoritması kullanılmıştır. Yüzeyde bulunan atomların hareket edebilme olasılıkları yönlere bağlı olarak hesaplanmış ve oluşabilme olasılığına bağlı olarak, rasgele bir sayı yardımı ile olayın oluşması sağlanmıştır. Zamanın ötelenmesi de rasgele bir sayı seçilerek ve parçacıkların toplam geçiş oranları kullanılarak yapılmaktadır[10]. Simülasyonlar sırasında büyüyen yüzeyde bulunan atomların basamağa bağlanma veya basamaktan ayrılma olasılıkları, üst terastan aşağı inme olasılıkları Schwoebel bariyer etkisi, yüzey üzerinde serbest difüzyon, basamak kenarı boyunca difüzyon olayları KMC algoritmasına dahil edilen yüzey olaylarıdır[11,12]. Yüzeyde bulunan bir atom kare örgü üzerinde boş olan komşu bir konuma geçeceği sırada

$$E = E_d + nE_b \quad (1)$$

kadarlık bir enerji bariyerini aşmak zorunda kalmaktadır. Burada E_d yüzeydeki serbest, bağı bulunmayan bir atomun yüzeydeki difüzyon bariyer enerjisidir. E_b ise iki birbirine bağlı atomların bağı enerjisidir, n ise bir atomun bağı yaptığı komşu atom sayısını göstermektedir. $n = 1,2,3,4$ değerlerini alabilir. $n = 4$ olduğu durumda atomun hareket etme olasılığı sıfır (0) kabul edilmiştir. Basamak/öbek boyunca hareket için aşılması gerekli enerji E_{ds} dir. Bu enerji bariyerleri (E_{ds} hariç) Şekil 1'de sembolik olarak gösterilmiştir. Bir atomun komşu boş bir noktaya geçme olasılığı,

$$w(T) = \nu \exp(-E/k_B T) \quad (2)$$

ile verilir. Burada ν bir atomun/parçacığın yüzeye dik olarak yaptığı salınımların frekansı, k_B Boltzmann sabiti, T ortamın mutlak sıcaklığıdır. Atomun titreşim frekansı ν , $10^{12-13} s^{-1}$ civarındadır ve simülasyon için $10^{13} s^{-1}$ değeri kullanılmıştır, kullanılan metot hakkında detay için [13] çalışmasına bakılabilir. Simülasyon sırasında enerji parametreleri meV cinsinden olmak üzere $E_b = 125, E_d = 150, E_k = 0$ ve $E_{ds} = 100$ olarak seçilmiştir. Burada önemli olan enerji bariyer değerlerinin mutlak değerinden ziyade onların birbirlerine göre değeridir. Simülasyon $T = 60 - 130$ K sıcaklık değerleri için yüzeye gönderilen farklı parçacık akı değerleri için yapılmıştır.

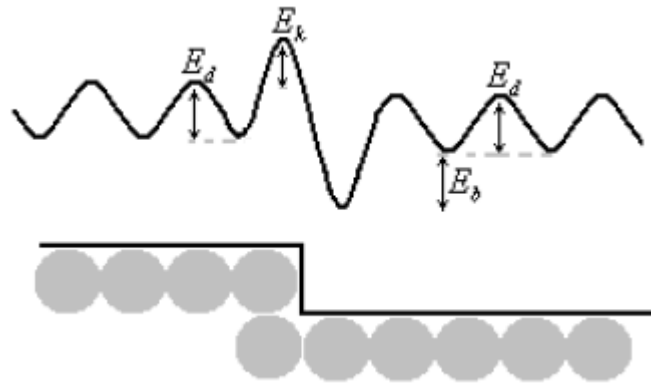
Yarıiletken Yüzeylerde Öbek Oluşumu ve İstatistiği

Yüzeyde oluşan tüm olayların oluşabilme olasılıkları sıcaklığa bağlı olarak artmaktadır çünkü Denklem (2)'de görülebileceği gibi sıcaklık yüzey aktifliğini arttırmaktadır ve özellikle tek atomların yüzey üzerinde difüzyonunu arttırmaktadır. Simülasyon sırasında uzunlukları a cinsinden 200×200 boyutunda bir simülasyon yüzeyi kullanılmıştır. Yüzey %5 (yani 2000 atom), %10 (4000 atom) ve %15 (6000 atom) oranlarında kaplanmıştır.

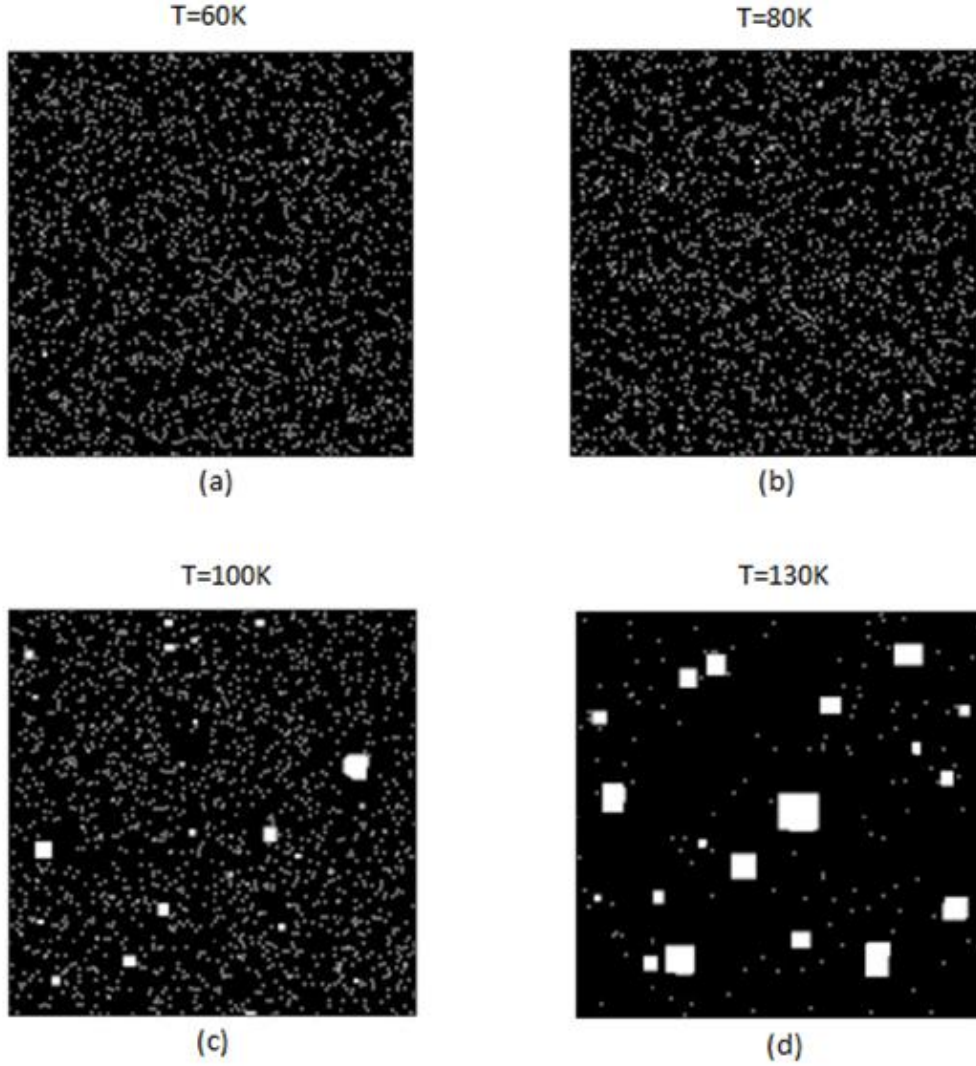
Yüzeyin kaplanması Monte Carlo (MC) yöntemi ile yüzey üzerinde rastgele seçilen boş bir noktaya bir parçacık yerleştirilmesi şeklinde yapılmıştır. Yüzeye gönderilen parçacık akısı başka türlü belirtilmediyse yüzey saniyede $0.18 \mu\text{m}$ mertebesinde büyüyecek şekilde seçilmiştir. Akının göreceli olarak yüksek seçilmesinin sebebi M C simülasyonlarının hızlandırmak içindir. Kaplama oranlarının sınırlı tutulması deneysel çalışmalarda sık uygulanan bir yöntemdir ve yüzeydeki atomlara olası en düzgün şekilleri oluşturmasına zaman ve olanak tanımaktadır. Bu kaplama oranları ve sıcaklık değiştirilerek yüzeyde oluşan adacık (öbek) istatistikleri incelenmiştir. Yüzeyde oluşan adacıkların şekillerinin, akı miktarı ve sıcaklık parametrelerinden daha fazla etkilendiği görülmüştür. Düşük akı miktarı ve düşük sıcaklıklarda oluşan adacıklar kareye yakın paketlenmiş şekillerde bulunmuştur. Fakat çok düşük sıcaklıklarda ise akı miktarı düşük dahi olsa oluşan adacıklar saçaklanarak oluşmuş ve kapalı paketlenmiş formu oluşmamaktadır. Çok yüksek sıcaklıklarla ilgili sonuçlar burada gösterilmemiştir fakat bu durumda adacık oluşmamakta veya oluşmuş adacıklar dağılarak yüzeyde tekli atom halinde rastgele difüzyona uğramaktadır.

3. BULGULAR ve TARTIŞMA

Yapılan çalışmada 200×200 kare bir ızgara üzerine gönderilen belirli bir parçacık akısı altında yüzeye gönderilen parçacıkların dağılımı ve oluşan yapıların şekilleri incelenmiştir. Yüzey üzerinde bulunan bir parçacık kare örgü nedeniyle sadece dört yönde ilerleme olasılığına sahiptir. Parçacıkların bir konumdan başka komşu bir konuma geçme olasılıkları yüzeydeki bütün parçacıklar için Denklem (2) kullanılarak hesaplanmıştır. Parçacıkların hareketi Kinetik Monte Carlo yöntemi[10, 13] kullanılarak yapılmıştır. Çalışma yüzeyin belirli kaplama oranları için gerçekleştirilmiştir, kaplama oranları sırası ile %5, %10 ve %15 olarak seçilmiştir. Bunlara karşılık gelen yüzey morfolojileri sırası ile Şekil 2, 4 ve 6'da ve bu yüzeylere karşılık gelen yüzey üzerindeki öbeklerin istatistiği ise sırası ile Şekil 3, 5 ve 7'de gösterilmiştir. Verilen bir sıcaklıkta yüzeye gelen parçacık akısı rastgele sayılar seçilerek kontrol edilmiş ve istenen oranda kaplama sayısına erişilince yüzeye gelen parçacık akısı durdurulmuştur. Bundan sonra yüzeyin dinamiği Monte Carlo yöntemi ile incelenmeye devam edilmiş yüzey dengeye ulaşana kadar simülasyon sürdürülmüştür. Simülasyon sırasında yüzeyde oluşan öbeklerin istatistiği takip edilmiş önemli bir değişikliğin artık oluşmadığı ana kadar simülasyona devam edilmiştir. Üç ve daha fazla parçacığın oluşturduğu gruplar öbek olarak kabul edilmiş, diğerleri istatistiğe dahil edilmemiştir.

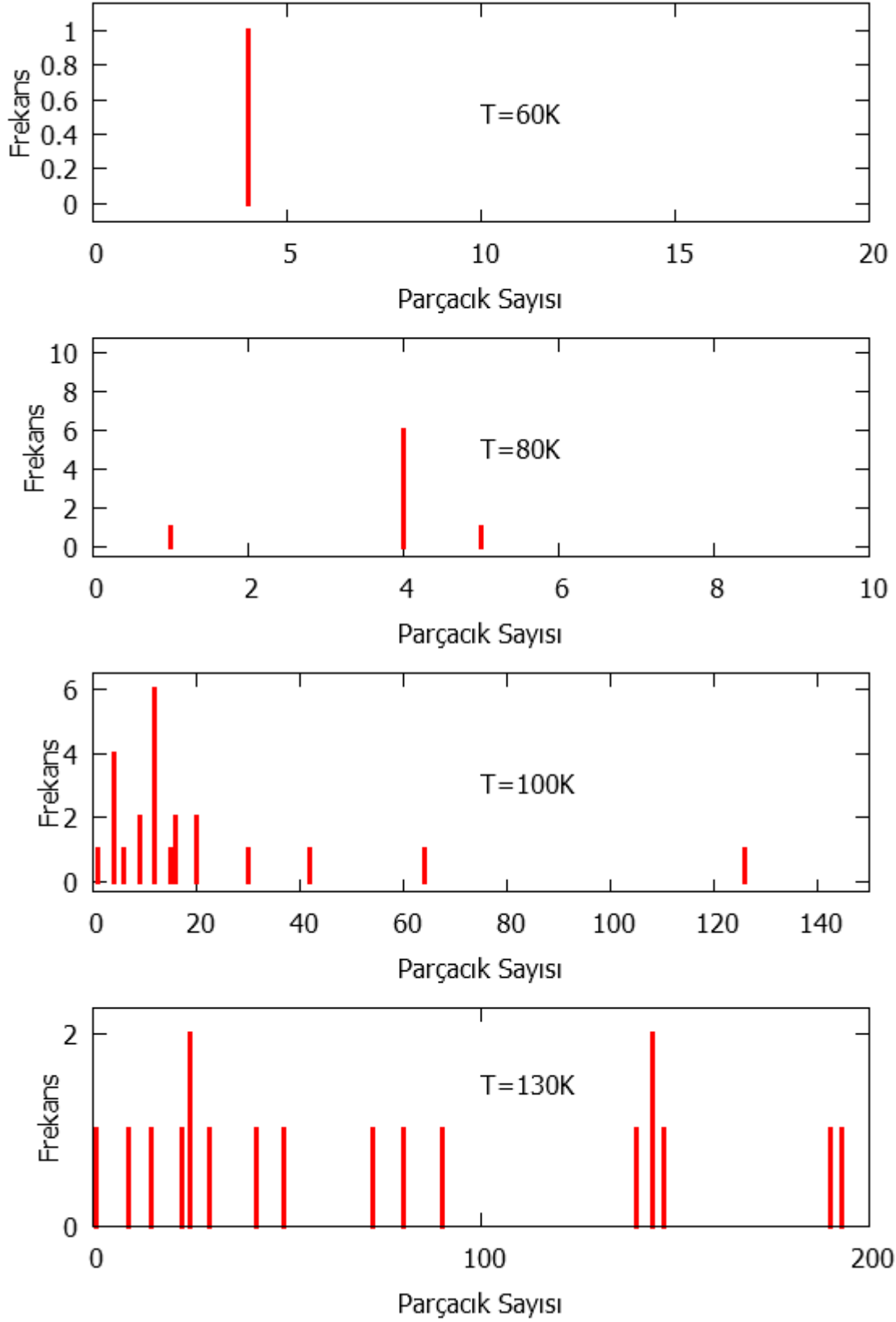


Şekil 1. Bir yüzey üzerinde atomların hareketleri sırasında aşmak zorunda oldukları potansiyel enerji engelleri. E_a yüzey üzerinde serbestçe hareket eden bir parçacığın aşması gereken enerji engeli, E_b bir öbek kenarında bağ yapmış bir atomun, en yakın komşu atomuyla yaptığı bağ enerjisidir. E_k bir parçacığın bir basamak veya öbek kenarından aşağı inerken aşması gereken ilave enerji engelidir ve Schwoebel bariyeri olarak bilinir bu çalışmada 0 kabul edilmiştir çünkü sadece tek katmandan oluşan yapılar incelenmiştir.

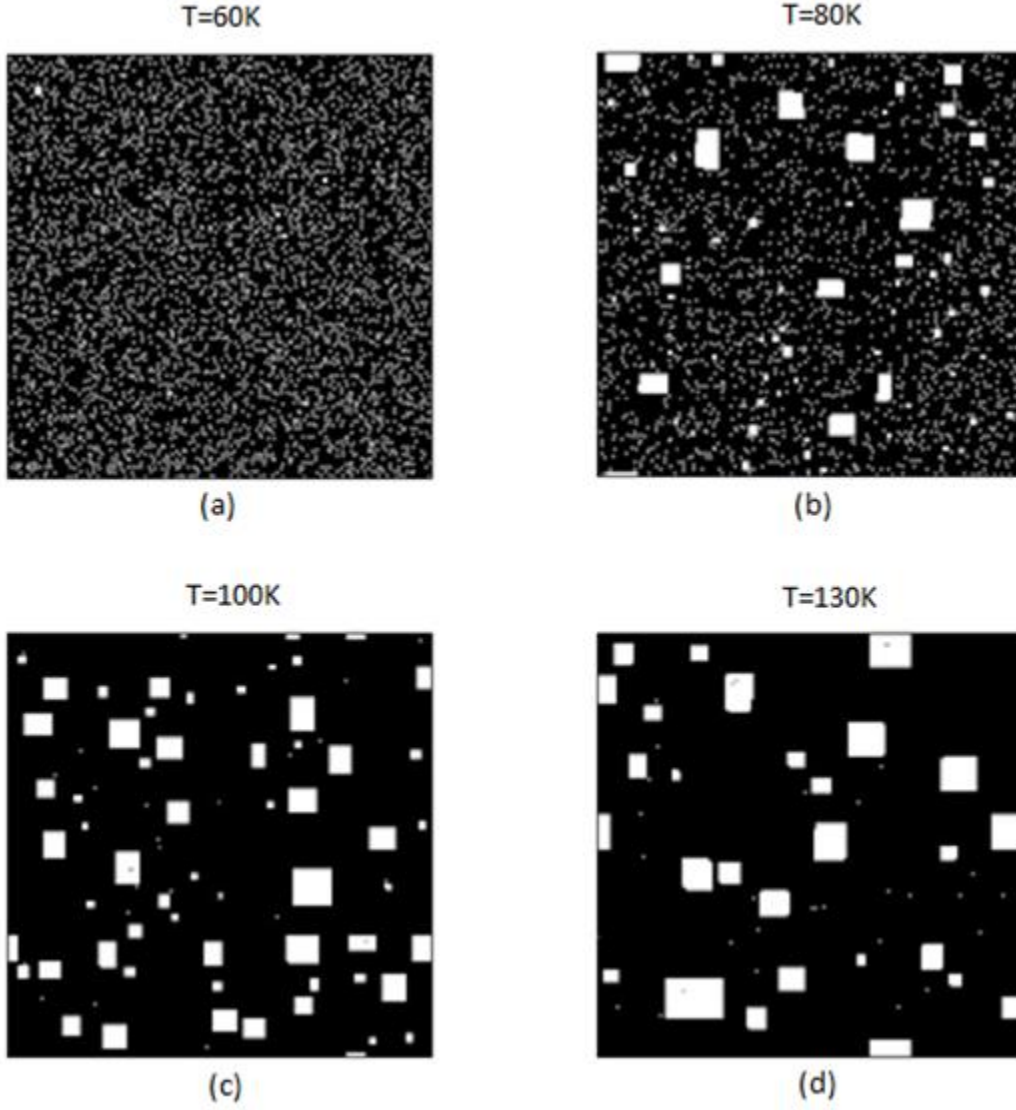


Şekil 2. %5(2000atom) doluluk oranı ve $4.0e-8$ yüzey akısı ile büyütülmüş farklı sıcaklıklardaki yüzeylerin dengeye ulaştıktan sonraki görünüşleri.

Yarıiletken Yüzeylerde Öbek Oluşumu ve İstatistiği



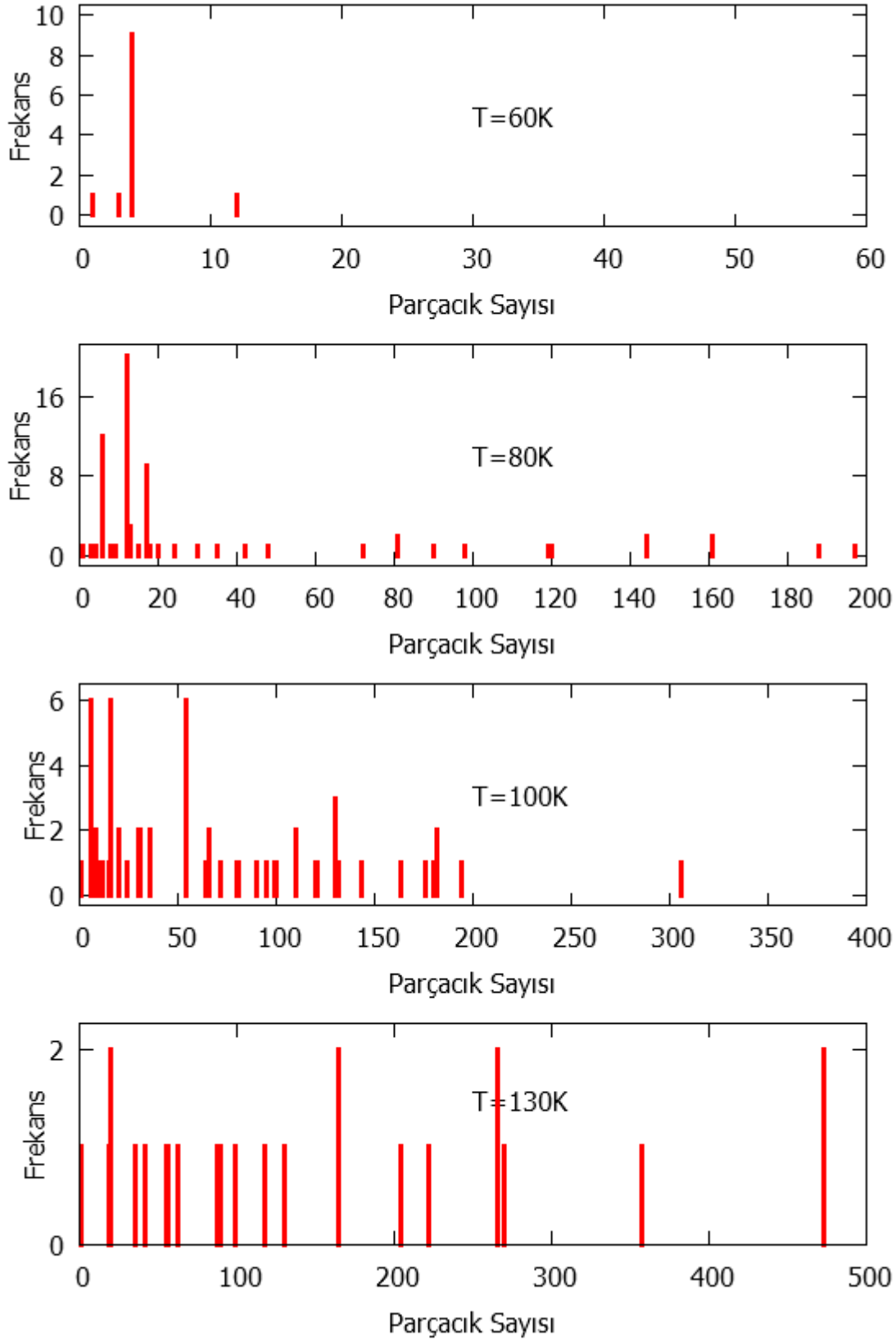
Şekil 3. %5 doluluk oranı ve farklı sıcaklıklar için dengeye ulaşılmış yüzeylerdeki öbek sayılarının istatistikleri.



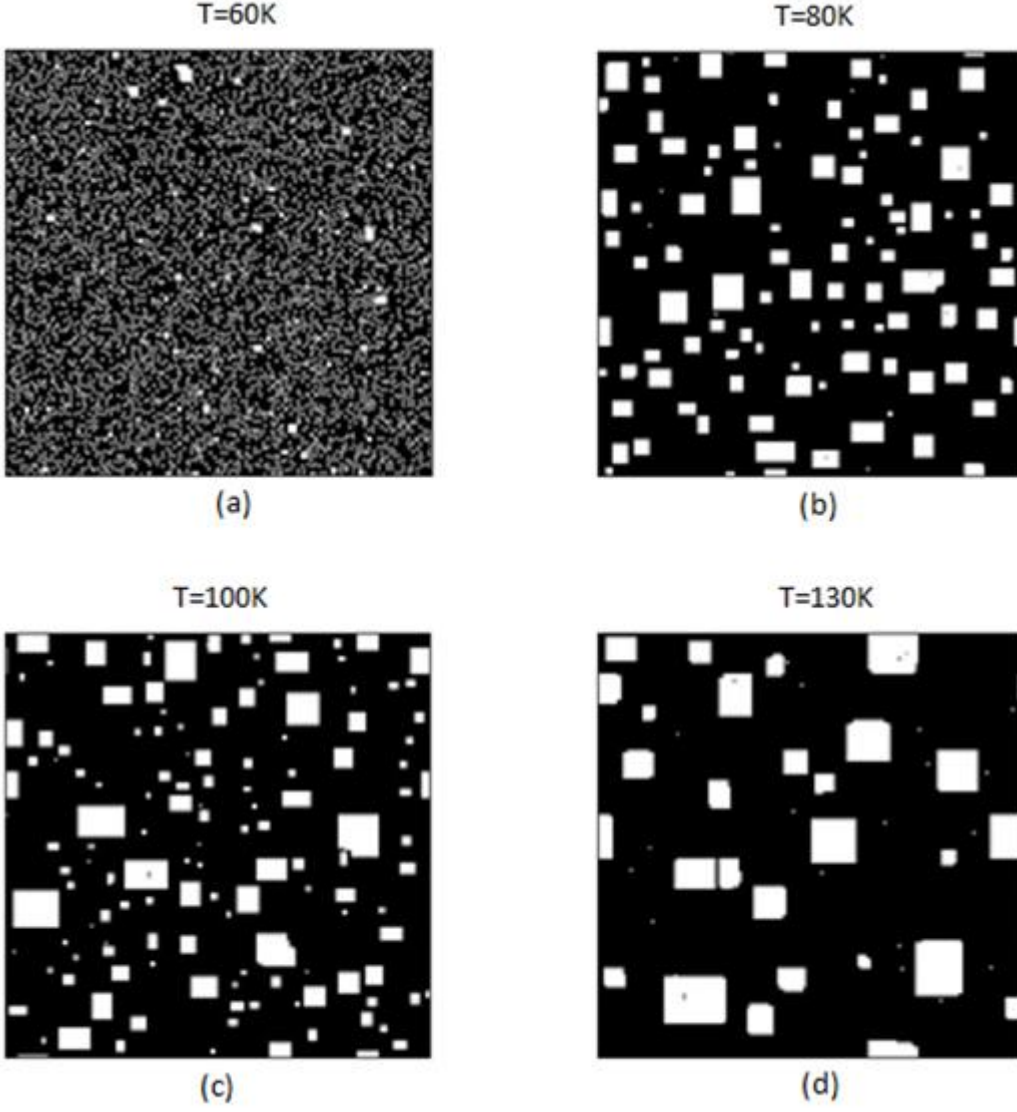
Şekil 4. %10(4000atom) doluluk oranı ve $4.0e-8$ yüzey akısı ile büyütülmüş farklı sıcaklıklardaki yüzeylerin dengeye ulaştıktan sonraki görünüşleri.

Yüzey şekilleri incelendiğinde %5, %10, %15 kaplama oranları için, Şekil 2(a), 4(a) ve 6(a)'da görüldüğü gibi 60K sıcaklığına karşılık gelen yüzeylerde bir öbek oluşumu yok denecek kadar azdır. Bunun sebebi sıcaklığın düşük olması ve bu nedenle yüzeye gelen atomların hareket kabiliyetlerinin çok az olması sebebiyle ilk geldikleri yerlerden yüzey üzerinde hareket edememeleridir. Bu durumun oluşmasının sebebi (2) nolu denklemlerle açıklanabilir. Yüzey üzerinde serbestçe hareket edecek bir parçacığın E_d enerji engelini aşması gerekir (Şekil 1). Sıcaklık düşük olduğunda $\exp(-E_d/k_B T)$ teriminin argümanı büyüdüğünden parçacığın yüzey üzerinde hareket olasılığı da azalmaktadır. Bu durumda yüzeye gelen her parçacık yüzeye konduğu noktadan hemen hemen hiç uzaklaşmamakta ve böylece öbek oluşumu meydana gelmemektedir. Fakat yüzey kaplama oranı arttığında parçacıklar arasındaki mesafe azaldığından Şekil 6(a)'da görüldüğü gibi çok nadir de olsa küçük boyutlu öbeklerin oluşması meydana gelmektedir. Bu durum öbek istatistiğini veren Şekil 3,5 ve 7'nin $T=60K$ sıcaklığına karşılık gelen grafiklerine bakıldığında açıkça görülmektedir. Örneğin Şekil 7'de görülebileceği gibi yüksek kaplama oranlarında çok az da olsa 10-50 atomlu birkaç öbek mevcuttur.

Yarıiletken Yüzeylerde Öbek Oluşumu ve İstatistiği

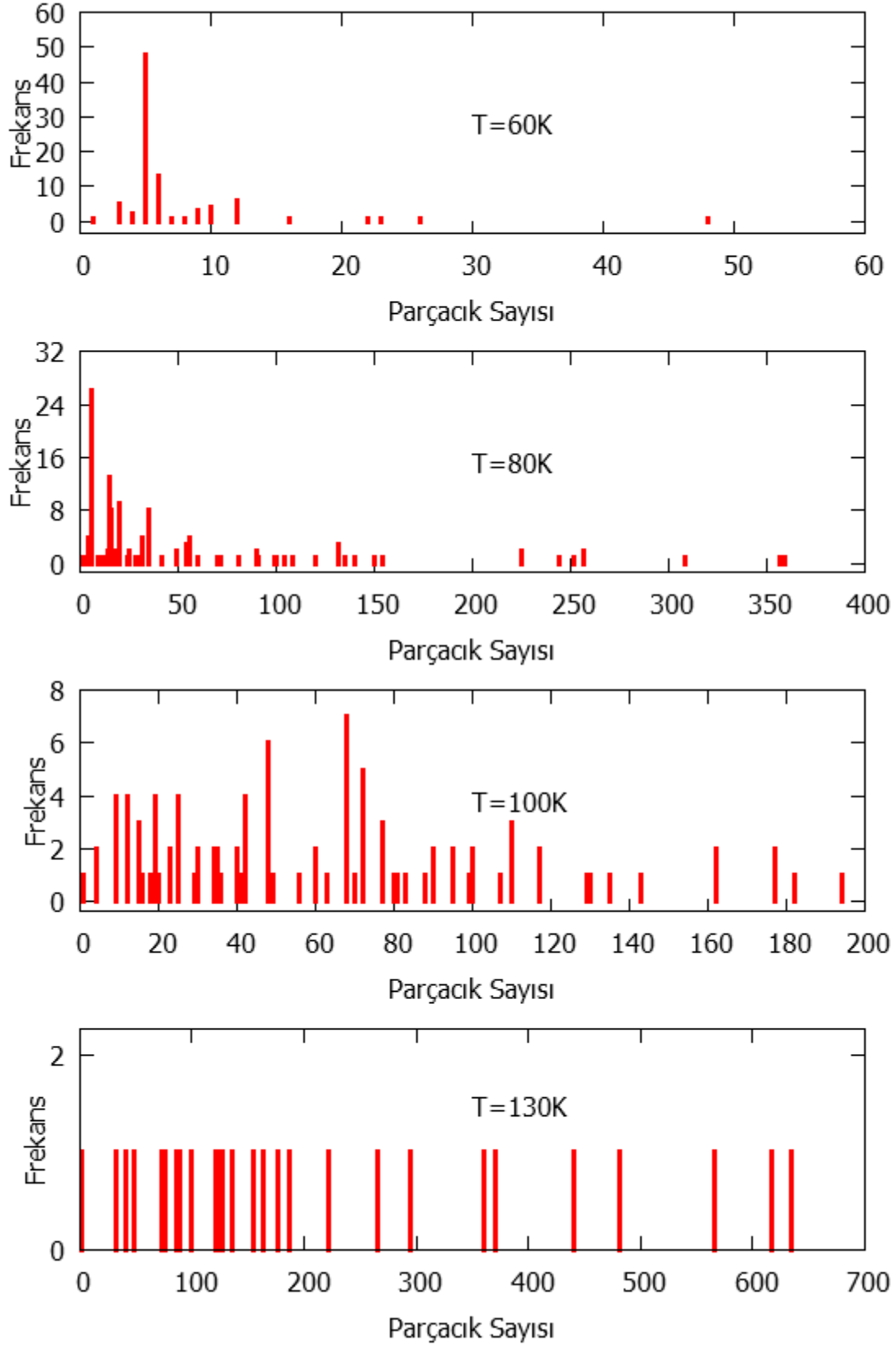


Şekil 5. %10 doluluk oranı ve farklı sıcaklıklar için dengeye ulaşmış yüzeylerdeki öbek sayılarının istatistikleri.



Şekil 6. %15(6000atom) doluluk oranı ve $4.0e-8$ yüzey akısı ile büyütülmüş farklı sıcaklıklardaki yüzeylerin dengeye ulaştıktan sonraki görünüşleri.

Yarıiletken Yüzeylerde Öbek Oluşumu ve İstatistiği



Şekil 7. %15 doluluk oranı ve farklı sıcaklıklar için dengeye ulaşmış yüzeylerdeki öbek sayılarının istatistikleri.

Her kaplama oranı için Şekil 2,4 ve 6'da verilen yüzeyler (a)-(d) sırası ile incelendiğinde, sıcaklık arttıkça yüzey aktifliğinin arttığı ve böylelikle difüzyon olaylarının oluşma olasılığının arttığı gözlemlenebilir. Difüzyon olaylarının artması neticesinde atomların yan yana gelme olasılıkları artmış ve komşu olan atomlar E_b enerjisi ile aralarında bağ yaparak öbeksizleşmeler oluşmuştur. Her akı miktarı için sıcaklığın artması öbeksizleşmeyi arttırmıştır.

Yukarıdaki tartışmadan da anlaşılacağı gibi öbek oluşumu hem sıcaklık hem de yüzeye gelen parçacık akısının kontrolü altındadır. Sıcaklık parçacıkların yüzey üzerindeki hareket kabiliyetlerini arttırdığından parçacıklar yüzey üzerinde daha geniş bir alanda gezinmekte böylece birbirleri ile karşılaşarak bağ yapma olasılıkları artmaktadır. Üç veya daha fazla parçacığın bir araya gelerek öbek oluşturması, öbeğin bulunduğu bölgede serbest gezinen parçacıklar için yüksek enerji ile bağlanabilecekleri bir merkez oluşturmaktadır. Bir öbek kenarına yapışan bir parçacık bir veya daha fazla bağ yaptığından, öbek kenarları parçacıkların bağlanabilecekleri ve kararlı kalabilecekleri merkezlerden oluşmaktadır. Öbek alanı ne kadar büyükse bu merkezlerin sayısı da o kadar fazladır. Aslında öbek kenar uzunluğu öbeğin alanının kökü ile orantılıdır.

Öbeklerin başlangıçta oluşmaya başladığı noktaların nasıl dağıldığı detaylı olarak incelenmemiştir, fakat bir öbek bir kez oluştuğundan sonra etrafındaki serbest atomlar için bir tuzak görevi gördüğünden, bir öbeğin yakın çevresinde başka bir öbeğin oluşma olasılığı oldukça düşüktür. Öbekler arasındaki ortalama mesafe yüzeye gelen parçacık akısına bağlı olacaktır fakat bu durum detaylı incelenmemiştir.

Şekil 2,4 ve 6'da gösterilen yüzeyler incelendiğinde öbeklerin şekillerinin hemen hemen kare şeklinde olduğu görülecektir. Bunun bir sebebi seçilen örgünün kare olmasıdır. Bir diğer sebebi ise sıcaklığın yeterince yüksek olmamasıdır. Öbek kenarındaki bir parçacık üç bağ yaptığından bağlarını koparma olasılığı oldukça düşüktür. Öbek kenarında hareket eden tek atomlar ise öbek köşesindeki boşlukları doldurarak öbekleri daha kararlı hale getirmektedirler. Bu nedenle sıcaklığın çok yüksek olmadığı durumlarda en kararlı öbek şekli kare veya dikdörtgen şeklindedir. Öbekler aslında sürekli bir parçacık alış verişini içerisindedir. Bir öbekten parçacık kopması en büyük olasılıkla köşelerden olabilir, çünkü diğerlerine nazaran en az sayıda bağ yapan parçacıklar bunlardır. Bu çalışmada gösterilmemiştir fakat sıcaklık arttırılırsa öbekler köşelerden parçacık salmaya başlayacak ve öbek köşeleri yuvarlanacaktır. Ayrıca başka bir çalışmada detaylı incelendiğinden burada göz önüne alınmamıştır fakat öbeklerin her biri yüzey üzerinde bir bütün halinde gezinmektedir. Bu konunun detayları için [14] çalışmasına bakılabilir.

Yüzey üzerinde oluşan öbekleri oluşturan parçacık sayıları ve öbek sayıları açısından yüzey morfolojisinin istatistiklerinin detayları Şekil 3,5 ve 7'de görülebilir. Genel kural olarak düşük sıcaklıklarda çok sayıda ama küçük boyutlu öbekler mevcuttur. Sıcaklık arttıkça küçük öbeklerin birleşmesi sonucu daha büyük öbekler meydana gelmekte böylece az sayıda fakat büyük boyutlu öbekler meydana gelmektedir. Öbeklerin sayısı ve boyutu ayrıca yüzeyin kaplanma oranına da bağlıdır. Örneğin düşük sıcaklıklardaki dağılıma örnek olarak $T = 80 \text{ K}$ için kaplanma oranı düşük ise öbek sayısı ve öbekleri oluşturan parçacık sayısı da düşüktür. Aynı sıcaklık için kaplama oranı arttığında hem öbek sayısı hem de öbekleri oluşturan parçacık sayısı artmaktadır (Şekil 3, 5 ve 7).

4. SONUÇ

200x200 boyutunda seçilen düz bir yüzey üzerine parçacık akısı gönderildiğinde yüzeyde oluşan adacıkların (öbeklerin) oluşması ve bunların dağılımı sıcaklığın ve yüzey kaplama oranının bir fonksiyonu olarak Kinetik Monte Carlo yöntemi ile incelenmiştir. Öbek oluşum düşük sıcaklık ve düşük kaplama oranı değerlerinde çok azdır. Bunun sebebi hem düşük sıcaklık nedeniyle parçacıkların hareket kabiliyetlerinin az olması hem de parçacıklar arasındaki ortalama mesafenin büyük olması nedeniyle

Yarıiletken Yüzeylerde Öbek Oluşumu ve İstatistiği

parçacıkların bir araya gelerek adacık oluşturmasının zor olmasıdır. Sıcaklık arttığında adacık oluşma oranı ve yeterince parçacık varsa (kaplama oranı yüksekse) adacıkları oluşturan parçacık sayısı da artmaktadır. Yüzey şekilleri ve öbek istatistikleri farklı sıcaklık ve yüzey kaplanma oranları için sunulmuştur. Sıcaklık çok yüksek olduğunda öbekler dağılmaktadır fakat bu çalışmada bu konu detaylı incelenmemiştir.

KAYNAKLAR

- [1]. Geguzin Ya.E., Ovcharenko N.N. ,Soviet Physics Crystallography1961, 6, 75.
- [2]. Ratsh C. , Zangwill A., Applied Physics Letters, 1991, 58, 403.
- [3]. Ozdemir M.,Zangwill A., Journal of Vacuum Science and Technology, 1992, A10, 684.
- [4]. Mirin R.P., Tan I.H., Weman T., Leonard M., Yasuda T., Bowers J.E., Hu E.L., Journal of Vacuum Science and Technology, 1992, A10, 697.
- [5]. Haider N., Wilby M.R., Vvedensky D.D., Applied Physics Letters, 1993, 62, 3108.
- [6]. Ohtsuka M., Suzuki A., Journal of Applied Physics, 1993, 73, 7358.
- [7]. Scheiner D., Hanein Y., Heiblum M., Semiconductor Science and Technology, 1997, 12, 1046.
- [8]. Noh J D, Lee H K , Park H. Physical Review, 2011, E 84, 010101.
- [9]. Lv J P, Yang X ,Deng Y., Physical Review, 2012, E 86, 022105.
- [10]. Fichthorn K.A., Weinberg W.H., Journal of Chemical Physics, 1991, 95, 1090.
- [11]. Ehrlich G., Hudda F.G., Journal of Chemical Physics, 1966,44, 1039.
- [12]. Schwoebel R.L., Shipsey E.J., Journal of Applied Physics ,1966, 37, 3682.
- [13]. Esen M., Tuzemen A.T., Ozdemir M., European Physical Journal B ,2012, 85, 117.
- [14]. Esen M., Tuzemen A.T., Ozdemir M., Chinese Physics B, 2016, 25, 1 ,013601.



Influence of Various Laser Surface Modifications on SBS of Titanium and Zirconium Oxide Substructures

Ayşegül GOZE SAYGIN¹, Ali Kemal OZDEMIR², Oğuzhan GORLER¹

¹Departments of Prosthodontics, Cumhuriyet University, Dentistry Faculty, Sivas;

²Department of Prosthodontics, Trakya University, Dentistry Faculty, Edirne; Turkey

Received: 14.03.2017; Accepted: 23.03.2017

Abstract. In prosthodontics, to increase the bonding of metals with porcelain by several means including laser surface treatments is still an important research topic. The current study was undertaken to evaluate the influence of surface treatment with Ho:YAG, Er:YAG, and Nd:YAG lasers on the shear bond strength (SBS) of low fusion dental porcelain to titanium and zirconium oxide substructures. Titanium (n=70) and zirconium oxide (n=70) specimens were categorized into 7 study groups (n=10): sandblasting, Er:YAG 1.5W and 2.5W, Nd:YAG 1.5W and 2.5W, and Ho:YAG 4W and 10W. Their surface morphology was examined with under scanning electron microscopy (SEM) after surface treatment. After application of low fusion dental porcelain, the SBS test was performed applying a universal testing machine. In the titanium specimens, the SBSs of the Nd:YAG laser 2.5W and 1.5W were significantly higher than those of the sandblasting and other lasers, respectively (p<0.05); In the zirconium oxide specimens, the SBSs of the sandblasting, Nd:YAG 1.5W and Nd:YAG 2.5W lasers were significantly higher than those of the other lasers, respectively (p<0.05); In the titanium specimens, Er:YAG 1.5W, Nd:YAG 2.5W, and Ho:YAG 10W lasers provided significantly higher SBSs compared to those in the zirconium oxide specimens (p<0.05). To increase SBS of low fusion porcelain with titanium and zirconium oxide substructures, Nd:YAG laser is more successful compared to Er:YAG and Ho:YAG lasers. The laser applications provide different SBS results although there are no obvious differences among their surfaces by SEM; this requires further research in order to clarify the mechanism of these differences.

Keywords: Ho:YAG laser, Nd:YAG laser, Er:YAG laser, shear bond strength, titanium, zirconium, low-fusion dental porcelain, CAD/CAM

Zirkonyum Oksit ve Titanyum Metal Alt Yapıların SBS Üzerine Farklı Lazer Yüzey Uygulamalarının Etkisi

Özet: Protetik diş tedavisinde lazer yüzey uygulamalarını da içeren birçok yöntem, porselen alt yapı ile metalin bağlantısını arttırmak için halen önemli bir araştırma konusudur. Çalışma; titanyum ve zirkonyum oksit alt yapılara uygulanan düşük ısı porseleninin makaslama bağlantı dayanımına (SBS); Ho:YAG, Er:YAG ve Nd:YAG lazer ile yüzey şartlandırmalarının etkisini geliştirmeyi amaçlamıştır. Titanyum (n=70) ve zirkonyum oksit (n=70) örnekler 7 çalışma grubuna ayrılmıştır (n=10): Kumlama, Er:YAG 1.5 W ve 2.5 W, Nd:YAG 1.5 W ve Er:YAG 2.5 W, ve Ho:YAG 4W VE 10 W. Yüzey morfolojileri, şartlandırma sonrasında taramalı elektron mikroskobu (SEM) altında incelenmiştir. Dental düşük ısı porseleninin uygulanmasından sonra SBS testi universal test makinesi kullanılarak yapılmıştır. Titanyum örneklerde Nd:YAG lazer 2.5 W ve 1.5 W SBS sırasıyla kumlama ve diğer lazerlerden önemli ölçüde yüksektir (p<0.05). Zirkonyum oksit örneklerde Kumlama, Nd:YAG 1.5W and Nd:YAG 2.5W lazerler sırasıyla diğer lazerlerden önemli ölçüde yüksektir. Titanyum örneklerde Er:YAG 1.5W, Nd:YAG 2.5W, ve Ho:YAG 10W lazer zirkonyum oksit örnekler ile karşılaştırıldığı zaman SBS önemli derecede üstünlük sağlamıştır (p<0.05). Titanyum ve zirkonyum oksit alt yapılar ile düşük ısı porseleninin SBS arttırmak için Nd:YAG lazer Er:YAG ve Ho:YAG ile karşılaştırıldığı zaman daha başarılıdır. SEM vasıtasıyla yüzeyleri arasında

* Corresponding author. Email address: aysegulgoze@hotmail.com

Influence of Various Laser Surface Modifications

belirgin bir fark olmamasına rağmen lazer uygulamaları farklı SBS sonuçları sağlamıştır ; bu durum bu farkların işleyişini açıklamak için daha fazla araştırmayı gerektirmektedir.

Anahtar Kelimeler: Ho: YAG Lazer, Nd: YAG Lazer, Er:YAG Lazer, Makaslama Bağlantı Dayanımı, Titanyum, Zirkonyum Oksit, Dental Düşük Isı Porseleni , CAD/CAM

1. INTRODUCTION

Metal-ceramic restorations are recently preferred in prosthodontics since they harmonize the esthetic properties of dental ceramic materials with the high strength of metals to increase the long-term satisfaction of patients [1-3]. In this context, titanium and zirconium oxide are the leading metals which were introduced for dental applications as a core materials suitable for veneering with dental porcelain in combination with CAD/CAM techniques [4]. The most common clinical failures of dental prostheses is fracture of porcelain material at the interface between metal and porcelain [5, 6]. Sufficient bond strength among the veneering dental porcelain and the framework materials is therefore the main factor determining their long-term clinical success of fixed dental prostheses.

Although several methods had been introduced to improve the mechanical bonding between metal and ceramic, bonding in zirconium- and titanium- porcelain systems compared to the conventional metal-porcelain systems is not still as expected for the successful performance of veneer/framework bilayered restorations [6-9]. The bonding of ceramic to a metal substructure is developed by many factors between porcelain and metal. The quality of mechanical bonding is related to the degree of roughness in the metal surface. Therefore, interfacial bond strength can to be optimized by the surface pretreatment of the metal substructure to increase the surface roughness of metal before the ceramic application [6, 10]. To improve the surface roughness effect of titanium and zirconium, many methods had been introduced, including sandblasting with Al₂O₃ particles [11], and laser applications [11, 12].

The emergence of lasers with variable wavelength and their ability to be used for various purposes make their applications an important research topic [11, 12] Among those surface treatments, laser etching has a potential to produce a controlled micro-topography of metal surface [13] There is a need for a standardized and optimized method of laser surface treatment for increasing the shear bond strength (SBS) of metal surfaces. Among the lasers used in dentistry, Ho:YAG, Nd:YAG, and Er:YAG lasers have a wavelength of 2940, 1064, and 2100 nm, respectively [14]. We aimed to determine the SBSs of the low-fusion dental porcelain bonded to the CAD/CAM-fabricated titanium and zirconium substructures after surface modifications with Ho:YAG, Er:YAG, and Nd:YAG lasers in vitro settings. The null hypothesis was that the laser treatment modalities would not change the SBSs of the low-fusion dental porcelain bonded to the CAD/CAM-fabricated titanium and zirconium substructures after surface modifications with Ho:YAG, Nd:YAG, and Er:YAG and lasers.

2. MATERIALS AND METHODS

Preparation of samples

In this study, the SBS values of low temperature porcelain with zirconium oxide and titanium metal substructure applications were examined.

By choosing the SBS as the main numeric variable of the study and assuming a difference of 18.5 MPa with 14.9 MPa standard deviation of experimental data, based on the findings from similar studies published in the literature, the number of samples (i.e. sample size=10) tested for each group was computed with the “Sample Size for Analysis of Variance Program” module of the online Computer

Program to Calculate Sample Size Requirement in the Analysis of Variance (http://www.statstodo.com/SSizAOV_Pgm.php) after setting of desired statistical power at 90% ($1-\beta = 0.90$) at a significance level of 1% ($\alpha < 0.01$).

140 samples in total were milled. Zirconium oxide (Alliance ring block) and Titanium (Copra-Ti ring block) substructures were prepared in the final dimensions of 7 mm in diameter and 3 mm in thickness in line with ISO 11405 standard in CAD/CAM (Yenadent DC-40, Turkey) device, and surface sandblasting (Mikrotek MKK-975 pen sandblasting device) was applied to all samples. Then the laser process was applied in two different output powers for 20 seconds in the presence of water (Table 1).

Table 1. Settings of applied laser modalities.

Lasers	Er:YAG		Nd:YAG		Ho:YAG	
Power (W)	1.5	2.5	1.5	2.5	4	10
Pulse energy (mJ)	150	250	150	250	500	1000
Repetition rate (Hz)	10	10	10	10	8	10
Duration (sec)	20	20	20	20	20	20

Table 2. Distribution of samples according to the groups (SB: Sandblasted).

Groups	SB No Laser	SB+ Er:YAG 1.5W	SB+ Er:YAG 2.5W	SB+ Nd:YAG 1.5W	SB+ Nd:YAG 2.5W	SB+ Ho:YAG 4W	SB+ Ho:YAG 10W
ZrO ₂	10	10	10	10	10	10	10
Ti	10	10	10	10	10	10	10
<ul style="list-style-type: none"> • Er:YAG (Deka Laser, Smart 2940D Plus, Florence, Italy) • Nd:YAG (Deka Laser, Smarty A10, Florence, Italy) • Ho:YAG (Holmium Laser StoneLight, AMS Inc., Minnetonka, MN) 							

140 samples were divided randomly into titanium and zirconium oxide groups (n=70) and both titanium and zirconium oxide samples were divided into 7 subgroups according to applied laser surface treatment (Table 2). In all the subgroups, low temperature porcelain (Ti-22 Kuraray-Noritake) was applied to sintered zirconium oxide and titanium metal substructures after the application of surface treatments. Metal substructures were soaked in 37±1°C distilled water for 24 hours after embedding in acrylic blocks.

Veneer porcelain was applied on the substructures of all groups as 5 mm in diameter and 3 mm in height in line with ISO/TR 11405 standards. After the porcelain application, the samples were placed in the porcelain furnace with a metal mould and the porcelains were fired in the furnace. The firing process was performed in a programmable vacuum porcelain furnace.

Porcelain applied zirconium oxide and titanium substructure samples prepared for the study were embedded in acrylic resin in aluminium moulds with a diameter of 14 mm and height of 12 mm. All samples were soaked in distilled water at 37±1°C for 24 hours before the test (Nüve BM 302, Nüve San. M. I TAS, Ankara, Turkey).

Influence of Various Laser Surface Modifications

The samples taken out of the distilled water were exposed to shear bond test at 0.5 mm/min head speed in Universal test device (Lloyd instruments LF Plus Segensworth Fareham/England) in Cumhuriyet University Faculty of Dentistry Research Laboratory. The blade tip to perform the cutting was prepared at a thickness of 1 mm and bluntly as specified in ISO TR 11405 specification (Figure 1). The blade tip was positioned in a way that it is at an angle of 90° at the point where the samples met the substructure and substructure material. The forces were measured as Newton (N) and Newton (N) values were turned into Megapascal (MPa) value in order to be able to determine the amount of load per unit area.

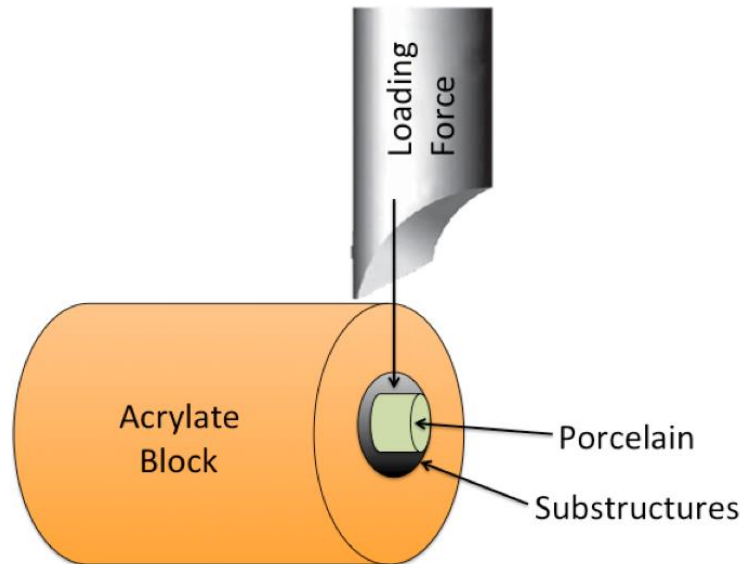


FIG.1

Figure 1. Representative drawing of study specimens, including titanium and zirconium oxide substructure and porcelain, used in the experiments.

Statistical analysis

Data were presented as the mean \pm SD and analyzed with ANOVA followed by the Student-Newman-Keuls test for post hoc pairwise comparisons. The difference was considered significant when the P value was <0.05 .

RESULTS

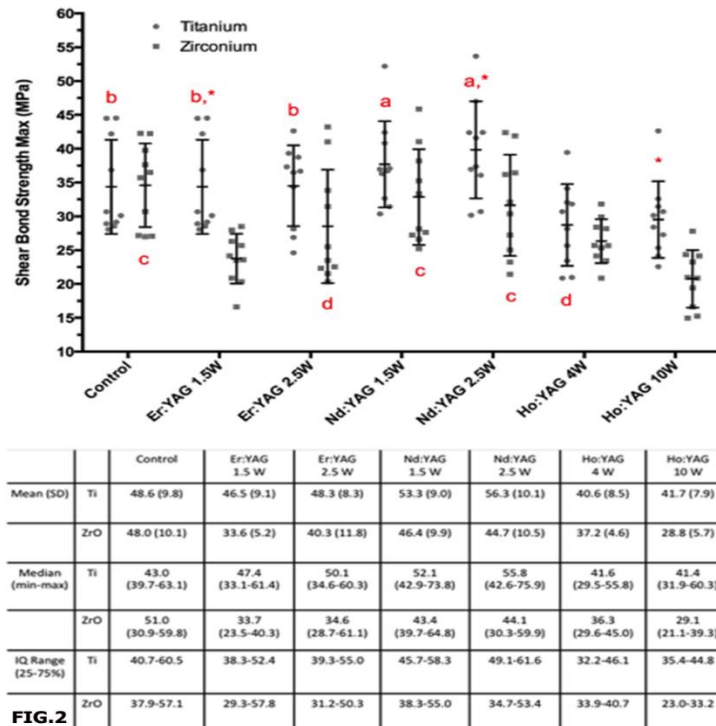


FIG.2

Figure 2. presents the SBS values of titanium and zirconium oxide substructures to low fusion-dental porcelain in the sandblasting, and Er:YAG 1.5W, Er:YAG 2.5W, Nd:YAG 1.5W, Nd:YAG 2.5W, Ho:YAG 4W and Ho:YAG 10W laser groups. In the titanium specimens, the SBS values of the Nd:YAG laser 2.5W and 1.5W groups were significantly higher than those of the control and other laser groups, respectively ($p < 0.05$); the SBS values of control, Er:YAG 2.5W and Er:YAG 1.5W groups were significantly higher than those of the Ho:YAG 4W and Ho:YAG 10W groups ($p < 0.05$). Of the SBS values, we found no significant differences among the Nd:YAG laser 2.5W and 1.5W groups; among the control, Er:YAG 2.5W and Er:YAG 1.5W groups; and between the Ho:YAG 4W and Ho:YAG 10W groups ($p > 0.05$).

In the zirconium oxide specimens, the SBS values of the control, Nd:YAG 1.5W and Nd:YAG 2.5W groups were significantly higher than those of the other laser groups, respectively ($p < 0.05$); the SBS values of Er:YAG 2.5W, Ho:YAG 4W, and Er:YAG 1.5W groups were significantly higher than the Ho:YAG 10W laser group, respectively ($p < 0.05$). Of the SBS values, we found no significant differences among the control, Nd:YAG laser 1.5W and 2.5W groups; among the control, Er:YAG 2.5W, Ho:YAG 4W, and Er:YAG 1.5W groups ($p > 0.05$).

On the titanium specimens, Er:YAG 1.5W, Nd:YAG 2.5W, and Ho:YAG 10W laser applications provided significantly higher SBS values compared to those of zirconium oxide specimens ($p < 0.05$). In the other laser applications, the titanium and zirconium oxide specimens had comparable SBS values ($p > 0.05$).

SEM images revealed that the laser surface treatments showed in irregularities, abrasion, and many cavities on the outer surface of titanium and zirconium oxide substructures. Sandblasting caused more roughening on the surfaces of titanium samples compared to zirconium oxide ones. Er:YAG laser caused micro porosity on the surface of titanium samples but deep defects on the surface of zirconium oxide samples. Nd:YAG laser caused more homogeneous surface roughness on both titanium and zirconium

Influence of Various Laser Surface Modifications

oxide samples compared to the other laser modalities. Ho:YAG laser caused shallow and more heterogeneous surface roughness on both titanium and zirconium oxide samples compared to the other laser modalities, although on the surface of titanium samples, there were deep laser penetration areas (Figure 3).

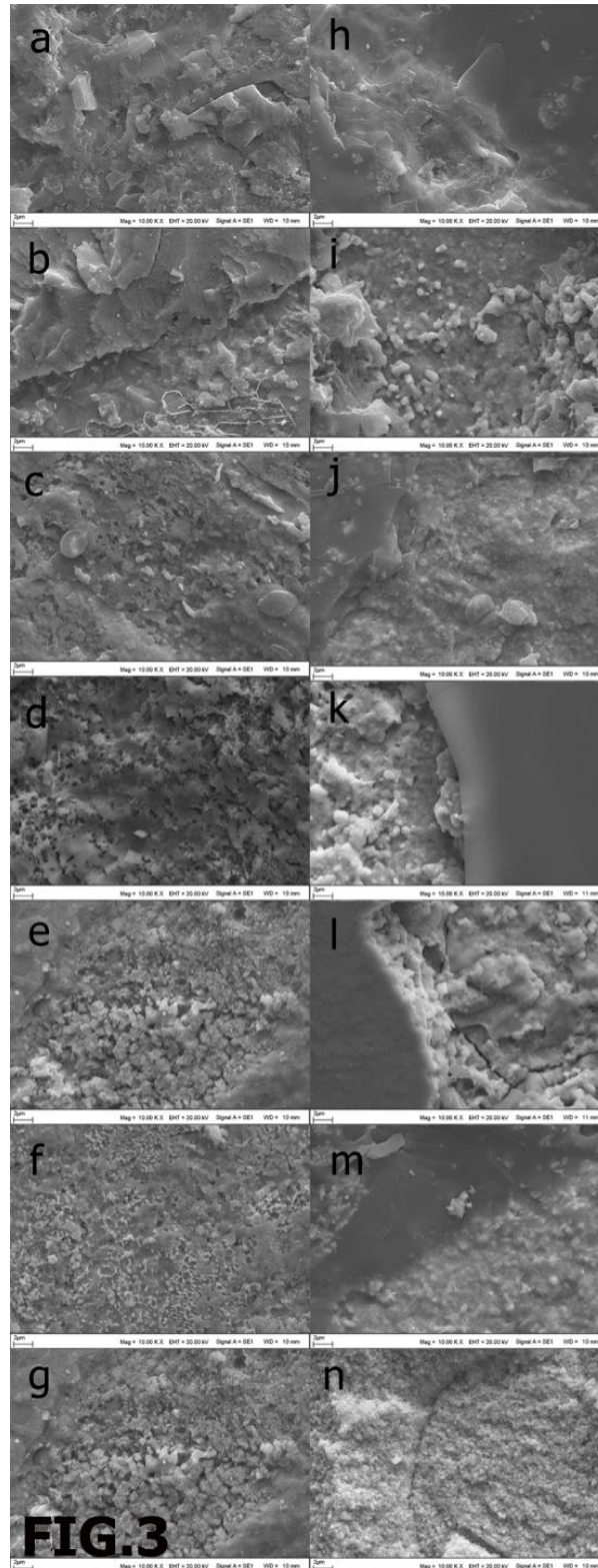


Figure 3. Representative scanning electron microscopic images of laser treated surfaces of titanium and zirconium oxide metal substructures. 10k magnification of titanium placements; a. sandblasting, b. Er:YAG 1.5W, c. Er:YAG

2.5W, d. Nd:YAG 1.5W, e. Nd:YAG 2.5W, f. Ho:YAG 4W, g. Ho:YAG 10W; 10k magnification of zirconium oxide placements: h. sandblasting, i. Er:YAG 1.5W, j. Er:YAG 2.5W, k. Nd:YAG 1.5W, l. Nd:YAG 2.5W, m. Ho:YAG 4W, n. Ho:YAG 10W. SEM images revealed that the surface treatment resulted in irregularities, many small pits, and scratches on the surface of the metal substructures; however, there was no meaningful differences among the surface changes of samples due to the applied laser type and power.

3. DISCUSSION

In the literature, there are studies investigated the effect of Er:YAG and Nd:YAG lasers for the surface treatment of titanium and zirconium oxide with the following ranges of power: 1-5W [37-41]. In a recent study of our research group, Ho:YAG laser was used similarly with a power setting of 4W[39].

The SBS values of low fusion dental porcelain and sandblasting applied titanium and zirconium oxide substructures were found similar. Certain significant differences were detected between SBS values after the laser application to sandblasted titanium substructures. Nd:YAG laser applications increased the SBS values when compared to the sandblasting, Er:YAG and Ho:YAG laser applications. Er:YAG laser applications had a similar effect on SBS values with the sandblasting application. Ho:YAG laser applications reduced the SBS values when compared to the application of sandblasting. SBS values obtained after low and high power laser applications chosen for the research were found similar. In the light of these findings; Nd:YAG, Er:YAG and Ho:YAG laser applications had a similar effect on sandblasted titanium substructure's SBS values, while Nd:YAG had a laser increasing effect, Er:YAG provided a similar effect with laser sandblasting, and Ho:YAG laser showed a decreasing effect.

Certain significant differences were detected between SBS values after the laser applications on sandblasted zirconium oxide substructures. Nd:YAG laser sandblasting applications increased the SBS values when compared to Er:YAG and Ho:YAG laser applications. Nd:YAG laser applications had a similar effect on SBS values with sandblasting. Ho:YAG laser applications decreased the SBS values when compared to the sandblasting application. SBS values obtained after the laser applications of low and high power chosen for the research were found similar. In the light of these findings; Nd:YAG, Er:YAG and Ho:YAG laser applications of low and high power had a similar effect on the SBS values of sandblasted zirconium substructures. While Nd:YAG laser had an increasing effect, it provided a similar effect with sandblasting, and Er:YAG laser and Ho:YAG laser showed a decreasing effect.

Considering the titanium and zirconium oxide substructures, after applications of Er:YAG 1.5W, Nd:YAG 2.5W, and Ho:YAG 10W laser modalities, the SBS values were higher in the titanium substructures, and after applications of other laser modalities, the SBS values were found similar. Overall, while Nd:YAG laser increased the SBS value of titanium substructures and low fusion dental porcelain when compared to sandblasting, Er:YAG did not change it, but Ho:YAG decreased it. While Nd:YAG laser did not change the SBS value of zirconium oxide substructures and low fusion dental porcelain when compared to sandblasting, Er:YAG and Ho:YAG decreased it. Upon viewing the laser modalities applied for the research, it was seen that Nd:YAG laser was more successful when compared to other laser applications and Ho:YAG laser was unsuccessful.

SBS test is considerably applied in dental literature to assess the primary mechanical characterizations of dissimilar forms of dental metaloceramic applications [14]. This test provide a controlled environment offering controlled conditions to choose the specimen properties and the loading forces. The fracture form's mechanics enable enhance knowledge of the failure mechanism [15, 16]. The bonding strength of metaloceramic restorations is determined by several factors: especially the grade

Influence of Various Laser Surface Modifications

of compressive stress in the veneering ceramic and titanium or zirconium frameworks [17-20]. Between those factors, the mechanical bonding is primarily linked on the surface irregularity of titanium and zirconium oxide [21, 22]. In metaloceramic restorations, a bond strength greater than 25 MPa between the layering porcelain and metal is believed to be adequate according to the International Standards Organization (ISO) Bond strength tests evaluate resistance to exercised stress and similar residual stress [23].

Metaloceramic restorations already indicate the generality of most dependable dental restorations particularly if a good bonding among the two materials is accomplished [24]. Actually, the good bonding among materials is of perfect essential since, considering the long durability of metaloceramic restorations, failures yet arise primarily by reason interfacial feature of the metaloceramic bond [25]. Computer aided design and computer aided manufacturing (CAD/CAM) technologies contributed considerably to the prosthodontics by improving the manufacturing methods and materials [26]. The success of CAD/CAM technologies was demonstrated by recent studies investigated the ceramic bonding to metal structures provided by these technologies compared to conventional techniques [27].

Titanium preferred for dental prostheses due to its considerable useful mechanical properties and excellent biocompatibility [28-30]. These type of prostheses were evaluated in several clinical studies with promising clinical results [31-33].

The fabrication of titanium prostheses was improved after the application of dental CAD/CAM system and this provided high precision and this improved clinical outcomes [34, 35]. As stated in a recent review, In vitro efficiency of ceramic-titanium restorations is considerably satisfactory to suggest as a treatment option [35], although there are limited data currently available on the clinical outcome of CAD/CAM-fabricated ceramic-titanium prostheses [39]. In a study by Walter et al. [32] the clinical outcome of titanium and high-gold porcelain-fused-to-metal fixed partial dentures fabricated from CAD/CAM-milled titanium.

Murray et al. [40] examined the effect of laser application on the surface of Ni-Cr alloy on the tensile bond strength of composite resin compared to the traditional sandblasting technique. It was point out that laser treatment might be a pertinent option to other surface pretreatments for increasing the bond strength of dental materials. In this study, metal substructures surfaces were irradiated with Er: YAG, Nd:YAG and Ho:YAG lasers as surface treatments. Additionally, the output power of the Er:YAG, Nd:YAG and Ho:YAG lasers affected the bond between the titanium and zirconium oxide substructure surfaces.

Li et al. [41] suggested that SBS would clearly decrease if laser energy was 0.6 W and lower parameters. Compatible, in our study, we used higher parameters than 0.6W.

Oskoe et al. [42] studied that was to compare the effect of surface treatment with Er; Cr:YSSG, Nd:YAG, and CO₂ lasers. They found effective that lasers on repair SBS of a Sloane-based composite resin. Er; Cr:YSSG was found more effective compared to other lasers. In our study, we found that Nd:YAG laser more effective on zirconium oxide and titanium metal substructure surfaces.

Long-term evaluation of the clinical performance of the metaloceramic restorations requires long-term follow-up periods. In the era of continuous addition of new materials for clinical use, it is difficult to interpret the results of previous materials for the prediction of performance of new materials. For this reason, there is inevitably a need to improve and use in vitro test for the metaloceramic restorations. In this study, CAD/CAM system and low-fusion dental porcelain were used. Therefore, clinical implications should not be drawn from results of this study.

4. CONCLUSIONS

Effective surface treatment is considered essential for successful metaloceramic restorations. Within the restriction of this study, the following conclusions can be drawn. Considering the power settings of Ho:YAG, Er:YAG, and Nd:YAG laser applications, this study demonstrated that not all titanium and zirconium oxide specimens display the expected quality of surface roughness after studied laser applications and the expected SBS to veneering porcelain. For increasing SBS between low fusion porcelain and titanium and zirconium oxide substructures, among the studied laser modalities, Nd:YAG laser is more successful compared to Er:YAG and Ho:YAG lasers. That the laser applications used in the research exhibited different experimental results although there are no obvious differences between the surface images of titanium and zirconium oxide substructures through SEM imaging requires further research in order to illuminate this subject. Particularly, assessing the substructure surfaces that are exposed to separation after SBS measurement may put forth whether there is a difference between separation mechanisms through assessment with SEM investigations. These findings may initiate the development of the laser applications of suitable properties in terms of developing successful laser surface treatments.

Author Disclosure Statement

This study was supported by CUBAP (Cumhuriyet University Research and Support Fund DIS-148, Sivas, Turkey)

Conflict of interest

The authors declare that there is no conflict of interest.

REFERENCES

- [1]. Zarone F, Russo S, Sorrentino R. From porcelain-fused-to-metal to zirconia: clinical and experimental considerations. *Dent Mater.* 2011 Jan;27(1):83-96.
- [2]. Larsson C. Zirconium dioxide based dental restorations. Studies on clinical performance and fracture behaviour. *Swed Dent J Suppl.* 2011;(213):9-84.
- [3]. Pjetursson BE, Brägger U, Lang NP, Zwahlen M. Comparison of survival and complication rates of tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs) and implant-supported FDPs and single crowns (SCs). *Clin Oral Implants Res.* 2007 Jun;18 Suppl 3:97-113.
- [4]. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater.* 2008 Mar;24(3):299-307. Epub 2007 Jul 19.
- [5]. Graham JD, Johnson A, Wildgoose DG, Shareef MY, Cannavina G. The effect of surface treatments on the bond strength of a nonprecious alloy-ceramic interface. *Int J Prosthodont.* 1999 Jul-Aug;12(4):330-4.
- [6]. Deepak K, Ahila S C, Muthukumar B, Vasanthkumar M. Comparative evaluation of effect of laser on shear bond strength of ceramic bonded with two base metal alloys: An in-vitro study. *Indian J Dent Res* 2013;24:610-5
- [7]. Komine, F.a, Strub, J.R.b, Matsumura, H.a Bonding between layering materials and zirconia frameworks (Review) *Japanese Dental Science Review* Volume 48, Issue 2, August 2012, Pages 153-161
- [8]. Guo, L.ab, Wu, H.b, Liu, X.cd, Zhu, Y.a, Gao, J.b, Guo, T.c Effect of fluoride corrosion on the bonding strength of Ti-porcelain under static loads (Article) *Materials Letters* Volume 63, Issue 28, 30 November 2009, Pages 2486-2488
- [9]. Elsaka SE, Swain MV. Effect of surface treatments on adhesion of low-fusing porcelain to

Influence of Various Laser Surface Modifications

- titanium as determined by strain energy release rate. *Dent Mater.* 2011 Dec;27(12):1213-20.
- [10]. Haselton DR, Diaz-Arnold AM, Dunne JT Jr. Shear bond strengths of 2 intraoral porcelain repair systems to porcelain or metal substrates. *J Prosthet Dent.* 2001 Nov;86(5):526-31.
- [11]. de Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic. *Dent Mater.* 2009 Feb;25(2):172-9.
- [12]. Atsü S, Berksun S. Bond strength of three porcelains to two forms of titanium using two firing atmospheres. *J Prosthet Dent.* 2000 Nov;84(5):567-74.
- [13]. Gilbert JL, Covey DA, Lautenschlager EP. Bond characteristics of porcelain fused to milled titanium. *Dent Mater.* 1994 Mar;10(2):134-40.
- [14]. Akova T, Ucar Y, Tukay A, Balkaya MC, Brantley WA. Comparison of the bond strength of laser-sintered and cast base metal dental alloys to porcelain. *Dent Mater.* 2008 Oct;24(10):1400-4.
- [15]. Kelly JR, Giordano R, Pober R, Cima MJ. Fracture surface analysis of dental ceramics: clinically failed restorations. *Int J Prosthodont* 1990;3(5):430-440.
- [16]. Aboushelib MN, Feilzer AJ, Kleverlaan CJ. Bridging the gap between clinical failure and laboratory fracture strength tests using a fractographic approach. *Dent Mater.* 2009 Mar;25(3):383-91.
- [17]. al-Shehri SA, Mohammed H, Wilson CA. Influence of lamination on the flexure strength of dental castable ceramic. *J Prosthet Dent* 1996; 76: 23-28.
- [18]. De Jager N, Pallav P, Feilzer AJ. The influence of design parameters on the FEA-determined stress distribution in CAD-CAM produced all-ceramic crowns. *Dent Mater* 2005; 21: 242-251.
- [19]. Reyes MJ, Oshida Y, Andres CJ, Barco T, Hovijitra S, Brown D. Titanium-porcelain system. Part III: effects of surface modification on bond strengths. *Biomed Mater Eng.* 2001;11(2):117-36.
- [20]. Guo, L.a, Tian, J.a, Wu, J.a, Li, B.b, Zhu, Y.a, Xu, C.a, Qiang, Y.a Effect of surface texturing on the bonding strength of titanium-porcelain (Article) *Materials Letters* Volume 131, 15 September 2014, Pages 321-323
- [21]. Guo, L.ab, Liu, X.cd, Gao, J.b, Yang, J.b, Guo, T.c, Zhu, Y.a Effect of surface modifications on the bonding strength of titanium-porcelain (Article) *Materials and Manufacturing Processes* Volume 25, Issue 8, July 2010, Pages 710-717
- [22]. Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Effect of zirconia type on its bond strength with different veneer ceramics. *J Prosthodont.* 2008 Jul;17(5):401-8.
- [23]. Bagby M, Marshall SJ, Marshall GW Jr. Metal ceramic compatibility: a review of the literature. *J Prosthet Dent.* 1990 Jan;63(1):21-5.
- [24]. Salazar M SM, Pereira SM, Ccahuana V VZ, Passos SP, Vanderlei AD, Pavanelli CA, Bottino MA. Shear bond strength between metal alloy and a ceramic system, submitted to different thermocycling immersion times. *Acta Odontol Latinoam.* 2007;20(2):97-102.
- [25]. R. Van Noort *Introduction to Dental Materials (3rd ed.)* Elsevier (2007)
- [26]. Liu PR, Essig ME. Panorama of dental CAD/CAM restorative systems. *Compend Contin Educ Dent.* 2008 Oct;29(8):482, 484, 486-8 passim.
- [27]. Iseri U, Ozkurt Z, Kazazoglu E. Shear bond strengths of veneering porcelain to cast, machined and laser-sintered titanium. *Dent Mater J.* 2011;30(3):274-80. Epub 2011 May 20.
- [28]. Wang RR, Fenton A. Titanium for prosthodontic applications: a review of the literature. *Quintessence Int.* 1996 Jun;27(6):401-8.
- [29]. Pröbster L, Geis-Gerstorfer J, Simonis A, Setz J, Weber H. [Titanium--present status of a new dental material]. [Article in German]. *Dent Labor (Munch).* 1991 Aug;39(8):1073-8.
- [30]. Reppel PD, Walter M, Böning K. Metallkeramischer zahnrestz aus titan. *Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift*, 1992;47(8):524 – 526.

- [31]. Chai J, McGivney GP, Munoz CA, Rubenstein JE. A multicenter longitudinal clinical trial of a new system for restorations. *J Prosthet Dent.* 1997 Jan;77(1):1-11.
- [32]. Walter M, Reppel PD, Böning K, Freesmeyer WB. Six-year follow-up of titanium and high-gold porcelain-fused-to-metal fixed partial dentures. *J Oral Rehabil.* 1999 Feb;26(2):91-6.
- [33]. Lövgren R, Andersson B, Carlsson GE, Odman P. Prospective clinical 5-year study of ceramic-veneered titanium restorations with the Procera system. *J Prosthet Dent.* 2000 Nov;84(5):514-21.
- [34]. Inagaki R, Kikuchi M, Takahashi M, Takada Y, Sasaki K. Machinability of an experimental Ti-Ag alloy in terms of tool life in a dental CAD/CAM system. *Dent Mater J.* 2015;34(5):679-85.
- [35]. Ayobian-Markazi N, Karimi M, Safar-Hajhosseini A. Effects of Er: YAG laser irradiation on wettability, surface roughness, and biocompatibility of SLA titanium surfaces: an in vitro study. *Lasers Med Sci.* 2015 Feb;30(2):561-6.
- [36]. ISO 963:1999 metal-ceramic dental restorative systems International Organization for Standardization, Geneva (1999)
- [37]. Hauser-Gerspach I, Mauth C, Waltimo T, Meyer J, Stübinger S. Effects of Er:YAG laser on bacteria associated with titanium surfaces and cellular response in vitro. *Lasers Med Sci.* 2014 Jul;29(4):1329-37.
- [38]. Mahmoodi N, Hooshmand T, Heidari S, Khoshro K. Effect of sandblasting, silica coating, and laser treatment on the microtensile bond strength of a dental zirconia ceramic to resin cements. *Lasers Med Sci.* 2016 Feb;31(2):205-11.
- [39]. Erdur EA, Basciftci FA. Effect of Ti:Sapphire-femtosecond laser on the surface roughness of ceramics. *Lasers Surg Med.* 2015 Dec;47(10):833-8.
- [40]. Gorler O, Dogan DO, Ulgey M, Goze A, Hubbezoğlu I, Zan R, Ozdemir AK. The Effects of Er:YAG, Nd:YAG, and Ho:YAG Laser Surface Treatments to Acrylic Resin Denture Bases on the Tensile Bond Strength of Silicone-Based Resilient Liners. *Photomed Laser Surg.* 2015 Aug;33(8):409-14.
- [41]. Patzelt SB, Spies BC, Kohal RJ. CAD/CAM-fabricated implant-supported restorations: a systematic review. *Clin Oral Implants Res.* 2015 Sep;26 Suppl 11:77-85.
- [42]. Murray AK, Attrill DC, Dickinson MR. The effects of XeCl laser etching of Ni-Cr alloy on bond strengths to composite resin: a comparison with sandblasting procedures. *Dent Mater.* 2005 Jun;21(6):538-44.



Morphometric Measurements of Calcaneus; Boehler's angle and Bone Length Estimation

Ilhan OTAG^{1*}, Hasan TETIKER², Yasar TASTEMUR³, Vedat SABANCIOGULLARI³,
Mehmet Ilkay KOSAR², Mehmet CIMEN³

¹Vocational School of Health Services, Cumhuriyet University, Sivas, Turkey

²Muğla Sıtkı Koçman University, Faculty of Medicine, Department of Anatomy, Muğla, Turkey

³Cumhuriyet University, Faculty of Medicine, Department of Anatomy, Sivas, Turkey

Received: 14.02.2017; Accepted: 23.03.2017

Abstract: Measurements of bones give us information about the individual and the population it belongs to. In these studies, in addition to head and pelvis skeleton, calcaneus bone is also one of the other studied body bones as it can be preserved well. In the present study, 65 (35 right-30 left) well-preserved calcaneus bones were evaluated in Anatomy Laboratories of Cumhuriyet University and Muğla Sıtkı Koçman University. With these bones, 10 linear measurements were made and Boehler's angle was measured. In calcaneus measurements, right-left side difference was determined in body height (BH) of the bone ($P<0.05$). Boehler's angle was found 20-40°, and a significant correlation was found between Boehler's angle and minimum width (MINW) of the bone ($P<0.01$). A significant correlation was detected between all other linear bone measurements except for anteroposterior maximum length (MAXL) of calcaneus and width of calcaneal sulcus (WSC) ($P<0.01$). By regression of calcaneus measurements, anteroposterior length of the bone can be calculated up to 1mm. Calcaneus is one of the bones commonly used by anthropologists and forensic scientists as it is preserved well. Morphometric values of calcaneus and the analyses made shall contribute to anatomy science, orthopedic surgery, kinesiology and forensic sciences.

Keywords: Calcaneus, measurement, Boehler's angle, osteology

Kalcaneus'un Morfometrik Ölçümleri; Boehler Açısı ve Kemik Boyunun Hesaplanması

Özet: Kemiklerden elde edilen ölçümler bize birey ve ait olduğu popülasyona ait bilgiler verir. Bu çalışmalarda özellikle tercih edilen kafa ve pelvis iskeleti yanında calcaneus kemiği de iyi korunabilmesi nedeni ile çalışılan vücudun diğer kemiklerinden biridir. Çalışmamızda Cumhuriyet Üniversitesi ve Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi, Anatomi Laboratuvarlarında bulunan iyi korunmuş 65 (35 sağ-30 sol) calcaneus değerlendirildi. Kemiklerden 10 linear ölçüm ve Boehler's açısı ölçüldü. Calcaneus ölçümlerinde kemiğin vücut yüksekliğinde (BH) sağ-sol taraf farklılığı belirlendi ($P<0.05$). Boehler's açısı 20-40° arasında bulundu ve Boehler's açısı ile kemiğin minimum genişliği (MINW) arasında anlamlı bir korelasyon olduğu bulundu ($P<0.01$). Calcaneusun anteroposterior maksimum uzunluğu (MAXL) ile calcaneal sulcus genişliği (WSC) haricinde diğer tüm linear kemik ölçümleri arasında anlamlı bir korelasyon belirlendi ($P<0.01$). Calcaneus ölçümlerinin regresyonu ile kemiğin anteroposterior uzunluğu 1mm yakınlığa kadar hesaplanabilir. Calcaneus iyi korunduğu antropologlar ve adli bilimciler tarafından sıklıkla kullanılan kemiklerdendir. Calcaneus morfometrik değerleri ve yapılan analizler anatomi bilimi, ortopedik cerrahi, kinesyoloji, antropoloji ve adli bilimlere katkı sağlayacaktır.

Anahtar Kelimeler: Kalcaneus, ölçüm, Boehler açısı, osteoloji

* Corresponding author. Email address: ilhanotag@gmail.com

1. INTRODUCTION

The standardized measurements from bones enable us to obtain information such as population affinity, gender, age, history of the individual before death and time of death [1].

Use of cranio-facial morphology is still the most determinant in evaluation of population affinity. However, complexity of this method is a disadvantage and requires the researchers to be experienced for several years [2]. Pelvis measurements are the other skeletal parts used by the researchers to determine differences [2,3]. When the head and pelvis skeleton is ill-preserved, it may be possible that these bones have been broken or even lost, or they may not show all of the analyses for the purpose of research. In such cases, use of other bones is required to evaluate the research. The researchers made gender, age, stature and measurement analyses from the bones other than the head and pelvis skeleton. They determined length of humerus in association with depth and width of intertubercular sulcus [4]. They studied gender differences on femur [5]. They calculated length of talus with other measurements of the bone [6].

Calcaneus is the biggest tarsal bone among all other tarsal bones. It makes up talocalcaneal/subtalar joint with talus. This joint allows for eversion and inversion movements of the foot. Morphometric values of calcaneus are important for anatomy science, diagnosis procedure and treatment in orthopedic surgery, kinesiology, anthropology and forensic sciences. The differences in anatomical structure of calcaneus play an important role in dynamic, kinetic and static of the foot [7]. Calcaneus is one of the bones used in determination of gender and calculation of stature [8,9]. Furthermore, it is one of the bones used in forensic sciences as it is preserved well and abundant [7].

2. MATERIAL AND METHOD

In our study, totally 65 well-preserved calcaneus bones (35 right, 30 left) - 53 calcaneus in Laboratory of Anatomy Department of Cumhuriyet University and 12 calcaneus in Laboratory of Anatomy Department in Muğla Sıtkı Koçman University – were used. In calcaneus analyses, 10 distances were measured and 11 measurements were made including Boehler's angle (Figure 1). These measurements are Maximum anteroposterior length (MAXL), maximum height (MAXH), cuboidal facet height (CFH), body height (BH), load arm length (LAL), minimum transverse width (MINW), maximum transverse width (MAXW), dorsal articular facet breadth (DAFB), dorsal articular facet length (DAFL), width of the sulcus calcanei (WSC) and Boehler's angle (BA): These lines are; 1-superior margin of posterior to facet superior margin on anterior process 2-superior margin of posterior facet to superior margin of tuberosity

Morphometric Measurements of Calcaneus

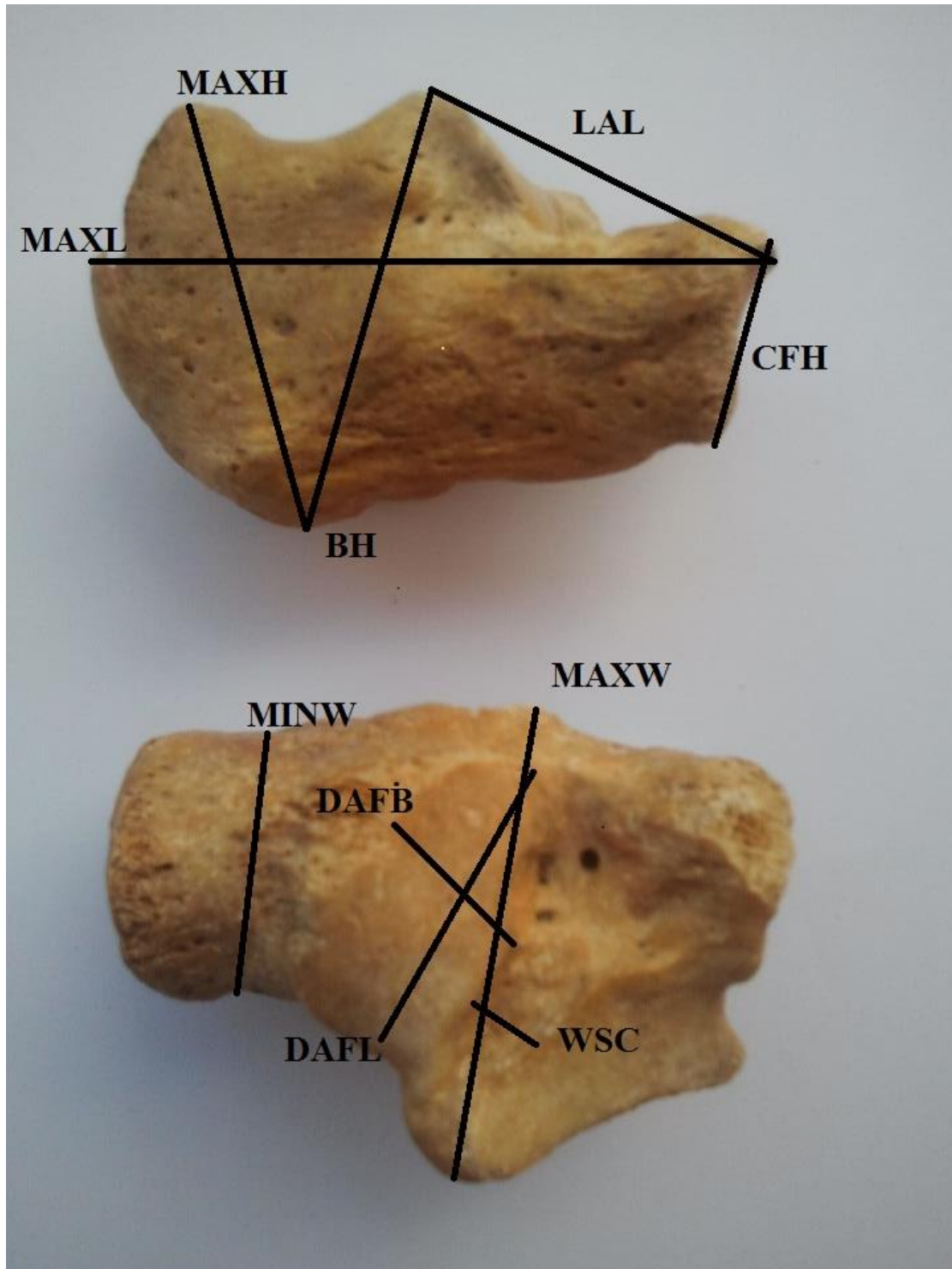


Figure 1. Measurement points used in calcaneus bone; MAXL;Maximum anteroposterior length MAXH; maximum height CFH; cuboidal facet height BH; body height LAL;load arm length MINW;minimum transverse width MAXW;maximum transverse width DAFB;dorsal articular facet breadth DAFL;dorsal articular facet length WSC; width of the sulcus calcanei



Figure 2. Boehler's angle: These lines are; 1-superior margin of posterior facet to superior margin on anterior process 2-superior margin of posterior facet to superior margin of tuberosity

A sliding caliper with sensitivity of 0.1 mm was used in linear measurements and a goniometer was used in measurement of Boehler's angle. All calcaneus data was analyzed in order to determine right-left differences. Correlation of Boehler's angle and MAXL data with other measurements of the bone was examined. Regression of MAXL measurement of calcaneus with other bone measurements was evaluated. In statistical analyses, SPSS (version 14) was used.

3. RESULTS

When right-left difference was evaluated from calcaneus data, BH shows a statistically significant difference between right and left calcaneus ($P < 0.05$). There is no significant difference between right and left side in terms of other measurements of calcaneus except for BH ($P > 0.05$) (Table 1). Boehler's angle was found between 20 and 40 degrees in our study.

Morphometric Measurements of Calcaneus

Table 1. Measurement values of calcaneus.

Parameter	Side	N	Mean	SD	SEM
MAXL (mm)	R	35	76.21	5.68	0.96
	L	30	76.14	5.53	1.00
MAXH (mm)	R	35	44.05	4.73	0.80
	L	30	45.83	3.33	0.60
CFH (mm)	R	35	24.48	2.19	0.37
	L	30	24.94	3.10	0.56
BH*(mm)	R	35	49.00	3.70	0.62
	L	30	51.60	5.44	0.99
LAL (mm)	R	35	47.09	3.27	0.55
	L	30	47.63	3.58	0.65
MINW (mm)	R	35	25.19	3.08	0.52
	L	30	26.22	2.40	0.43
MAXW (mm)	R	35	42.97	3.75	0.63
	L	30	43.51	3.34	0.60
DAFB (mm)	R	35	21.19	2.47	0.41
	L	30	21.89	2.24	0.41
DAFL (mm)	R	35	29.52	2.64	0.44
	L	30	30.01	2.56	0.46
WSC (mm)	R	35	4.96	1.48	0.25
	L	30	5.28	1.16	0.21
BA (°)	R	35	29.97	5.22	0.88
	L	30	28.50	5.00	0.91
*P< 0.05					

When relationship of Boehler's angle with other measurements of calcaneus was examined, a significant correlation was found between Boehler's angle and MINW(P<0.01) (Table 2).

Table 2. Correlation of Boehler's angle with calcaneus measurements.

Parametre			
BA	MAXL	0.34	
	MAXH	0.12	
	CFH	0.58	
	BH	0.78	
	LAL	0.53	
	MINW*	0.00	
	MAXW	0.58	
	DAFB	0.06	
	DAFL	0.40	
	WSC	0.51	
	*P< 0.01		

When correlation of MAXL measurement with other calcaneus measurements, a significant correlation was detected with MAXH, CFH, BH, LAL, MINW, MAXW, DAFB and DAFL (P<0.01). There was no statistically significant correlation between MAXL and WSC and BA (Table 3).

Table 3. Correlation of antero-posterior length of calcaneus with other bone measurements

Parametre		
MAXL	MAXH*	0.000
	CFH*	0.002
	BH*	0.000
	LAL*	0.000
	MINW*	0.000
	MAXW*	0.000
	DAFB*	0.000
	DAFL*	0.000
	WSC	0.440
	BA	0.344
*P<0.01		

In simple regression analysis, a significant regression of MAXL measurement was determined with MAXH, CFH, BH, LAL, MINW, MAXW, DAFB and DAFL measurements (Table 4).

Table 4. Simple regression of maximum antero-posterior length of calcaneus with other measurements

Parametre		Costant±SE	B±SE	R ²	SEE	P
MAXL	MAXH	37.6 ± 5.7	0.85 ± 0.12	0.42	4.2	0.000
	CFH	56.1 ± 6.0	0.81 ± 0.24	0.14	5.1	0.002
	BH	31.2 ± 4.8	0.89 ± 0.09	0.57	3.6	0.000
	LAL	20.7 ± 6.8	1.17 ± 0.14	0.51	3.9	0.000
	MINW	48.8 ± 5.4	1.06 ± 0.21	0.29	4.7	0.000
	MAXW	41.9 ± 7.3	0.79 ± 0.17	0.25	4.8	0.000
	DAFB	53.2 ± 5.6	1.06 ± 0.26	0.20	4.9	0.000
	DAFL	30.7 ± 5.6	1.52 ± 0.18	0.50	3.9	0.000
SE:StandardError, SEE: StandardError of theEstimate						

4. DISCUSSION

Osteotomy, anatomic reduction and soft tissue relaxation to determine normal dimensions are among treatment options for complex foot disabilities. During making some structural treatment plans, it is useful to know pathology and anatomy of the deformed foot. Many foot diseases such as talocalcanealarthritis and coalition, intra-articular breaks, flatfoot relate to talus or calcaneus and other bones of the foot [10]. Detailed knowledge about calcaneus anatomy can facilitate alternative treatment procedures. Furthermore, calcaneus measurements are necessary for osteotomy [11,12].

In the present study, we made morphometrical measurements on well-preserved calcaneus bones from skeleton remains. When we evaluated these measurements, we determined that right-left difference of calcaneus existed statistically significantly only in BH measurements (P<0.05). In their study, Arı and Kafa stated that right-left difference of calcaneus was significant in DAFB and DAFL measurements [13], Koshy et al stated that there was a significant difference in MAXW measurement [6] and Gualdi-Russo stated that there was no significant difference [14]. It is observed that right-left difference of calcaneus measurements is limited.

Morphometric Measurements of Calcaneus

A foot is divided into three parts: forefoot, midfoot and hindfoot. The joint between inferior surface of talus and superior surface of calcaneus is known as subtalar joint and inversion and eversion movements of hindfoot occur here. Calcaneus breaks are the most common tarsal breaks. Many breaks are obviously distinct. However, the breaks which are diagnosed hardly can only be diagnosed with low Boehler's angle [15]. Boehler's angle is composed of the line combining posterior tuberosity of calcaneus and peak of posterior surface and the line between the peak of posterior surface and anterior process of calcaneus [16]. Boehler's angle shows the strongest relationship for walking dynamic and produces clinical information for the researched issues. The main aim of treatment of calcaneal breaks reconstruction of Boehler's angle and restoration of calcaneus shape together with convenience of joint surface [17]. Especially for calcaneus breaks, Boehler's angle is used in diagnosis and treatment in orthopedic surgery. Decrease of Boehler's angle is important for breaks. If the Boehler's angle belonging to the populations cannot be determined, many variations can be observed in angle measurement after operation [18]. In our study, we found Boehler's angle between 20-40°. Boehler's angle was found between 25-40° in the study performed in Caucasia region [19], between 28-38° in Nigeria [20] and between 20-50° in Uganda [21]. It is seen that Boehler's angle varies among populations. We researched relationship of Boehler's angle with other measurements of calcaneus bone (Table 2). Boehler's angle displays a significant relationship only with MINW among calcaneus measurements. There is no statistically significant correlation with other calcaneus measurements.

When correlation of antero-posterior maximum length of calcaneus with other measurements of the bone is examined, we determined that it had a significant relationship with other calcaneus measurements except for calcaneal sulcus width and Boehler's angle (Table 3). This relationship between calcaneus measurements shows that the bone preserves its general morphology in spite of the variations in its morphological measurements of the bone.

In simple regression analysis, it was determined that antero-posterior length of calcaneus bone had a significant regression with MAXH, CFH, BH, LAL, MINW, MAXW, DAFB and DAFL measurements (Table 4). These findings show that antero-posterior length of calcaneus bone can sometimes be calculated with a difference of 1 mm from other measurements of the bone.

We are in the opinion that our morphometrical studies and evaluations on calcaneus bone among skeleton remains provide useful information for anthropologists and forensic scientists in Anatolia region as well as contributing to the researchers in anatomic literature and clinical field.

REFERENCES

- [1]. Thomas, P. Talkingbones: the science of forensic anthropology . New York, Facts on Files, 1995. pp.136.
- [2]. Iscan, M.Y. and Steyn, M. Craniometric determination of population affinity in South Africans. *Int. J. LegMed.*,1999. 112: 91-97.
- [3]. Patriquin, M.L., Steyn, M. and Loth, S.R. Metric assessment of race from the pelvis in South Africans. *Forensic Sci. Int.*,2002.127: 104-113.
- [4]. Vettivel, S., Selvaraj, K.G., Chandi, J.M., Indrasingh, I. And Chandi, G. Intertubercular sulcus of the humerus as an indicator of handedness and humeral length. *Clin. Anat.*,1995.8: 44-50.
- [5]. Otağ, İ. and Çimen, M. Sex Determination from Femur by Morphometric Methods. *Cumhuriyet Med. J.*,2003. 25(4): 165-170.
- [6]. Koshy, S., Vettivel, S. And Selvaraj, K.G. Estimation of length of calcaneum and talus from their bony markers. *Forensic Sci. Int.*,2002. 129: 200-204.

- [7]. Kidd, R.S. and Oxnard, C.E. Patterns of morphological discrimination in selected human tarsal elements. *Am. J. Phys. Antropol.*,2002.117: 169-181.
- [8]. Bidmos, M.A. and Asala S.A. Sexual dimorphism of the calcaneus of South African black. *J. Forensic Sci.*,2004. 49(3): 446-450.
- [9]. Holland, T. Estimation of adult stature from the calcaneus and talus. *Am. J. Phys. Antropol.*,1995. 96: 315-320.
- [10]. Zwipp, H. And Rammelt, S. Subtalarearthrodese mit calcaneus-osteotomie. *Orthopade*,2006. 35(4): 387-406.
- [11]. Doğan, A., Albayrak, M.,Akman, Y.E. and Zorer,G.The results of calcaneal length ening osteotomyfort he treatment of flexible pes planovalgus and evalution of alignment of the foot. *ActaOrthop. Tramamol. Turc.*,2006. 40(5): 356-366.
- [12]. Kwak, Y.H., Park, K.B., Park, H.W. and Kim, H.W. Use of allograft in skeletally immature patients for calcaneal neck length ening osteotomy. *Yonsei Med. J.*,2008.49(1): 79-83.
- [13]. Ari, I.& Kafa I.M. Bone Length Estimation and Population-SpecificFeatures of Calcaneus and Talus Bones of the Late Byzantine Era. *Coll. Antropol.*, 2009.33(2): 613-618.
- [14]. Gualdi-Russo, E. Sex determination from the talus and calcaneus measurements. *Foresic Sci. Int.*,2007. 171: 151-156.
- [15]. Nicholson, D.A.,O'Keeffe, D. And Driscoll P.A. Thefoot. *BMS*,1993.307: 997-1001.
- [16]. Boehler L. Diagnosis, patologyand treament of fractures of the as calcis. *J. Bone Joint Surg.*,1931.13: 75-89.
- [17]. Rosenbaum, D.,Lübke, B., Bauer, G. And Claes, L. Long-term effect shind foot fractures evaluated by means of plantar pressure analyses. *Clin. Biomech.*,1995. 10(7): 345-351.
- [18]. Işıklar, Z.U. and Bilen, F.E. Fractures of calcaneus. *J.TOTBİD*,2006. 5(1-2): 44-52.
- [19]. Locks, C. And Buckley, R. Boehler'sangle: correlation without come in displaced. Intra-articular calcaneal fractures. *J. Orthop. Trahuma*,1999. 13: 554-558.
- [20]. Didia, B.C. and Dimkpa, J.N. The calcaneal angle in Nigerians relation ship to sex, age and side of the body. *J. Am. Podiatr. Med. Assoc.*,1999.89: 472-474.
- [21]. Igbıgnı, P.S. and Mutesasira, A.N. Calcaneal Angle in Ugandas. *ClinicalAnatomy*,2003.16:328-330.

Azometin Yilür Çekirdeği İçeren Yeni Kiral Bileşiklerin Sentezi ve Yapılarının Aydınlatılması

Mustafa Kemal GÜMÜŞ^{1,2}

¹Artvin Çoruh Üniversitesi Eğitim Fakültesi Matematik ve Fen Bilimleri Eğitimi Bölümü Fen Bilgisi Eğitimi Anabilim Dalı
Şehir Yerleşkesi 08000 Artvin

²Artvin Çoruh Üniversitesi Bilim-Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi, Seyitler Yerleşkesi 08100 Artvin

Received: 11.03.2017; Accepted: 21.04.2017

Özet: Bu çalışmada 14 adet kiral yapıda yeni dialkil (2-okso-2-[[1(S)-1-feniletıl]amino]etil) ditiyoimidokarbonat ve (2-okso-2-[[1(R)-1-feniletıl]amino]etil)ditiyoimidokarbonat bileşiđi (4a-n) glisin tuzlarından (1) başlanılarak sentezlenmiştir. Bu bileşikler 1,3-dipolar siklokatalıma tepkimelerinde 1,3-dipol reaktifi olarak kullanılan azometin yilür çekirdeđi içermektedir. Ayrıca sentezlenen azometin yilür bileşikleri substituent olarak kiral bir amit fonksiyonu da içermektedir. Bu bileşiklerin yapıları farklı spektroskopik yöntemler (IR, ¹H NMR, ¹³C NMR ve COSY NMR) kullanılarak karakterize edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: amit fonksiyonu, azometin yilür, 1,3-dipolar siklokatalıma, glisin tuzu, kiral.

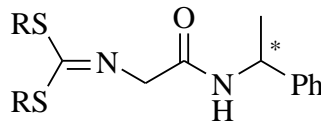
Synthesis and Identification of New Chiral Compounds Containing Azomethine Ylide Core

Abstract: In the present study, 14 new dialkyl (2-oxo-2-[[1(S)-1-phenylethyl]amino]ethyl)dithioimidocarbonate and dialkyl (2-oxo-2-[[1(R)-1-phenylethyl]amino]ethyl)dithioimidocarbonate (4a-n) chiral compounds were synthesized starting from glycine salts (1). These compounds contain the azomethine ylide core, which is used as 1,3-dipole reactant in 1,3-dipolar cycloaddition reactions. Furthermore, the synthesized azomethine compounds contain a chiral amide function as a substituent. These compounds were characterized by different spectroscopic techniques (IR, ¹H NMR, ¹³C NMR ve COSY NMR).

Keywords: amide function, azomethine ylide, chiral, 1,3-dipolar cycloaddition, glycine salt.

1. GİRİŞ

Bu çalışmada 1,3-dipolar siklokatalıma tepkimelerinde 1,3-dipol reaktifi olarak kullanılan azometin yilür çekirdeđi içeren 14 adet yeni kiral bileşik (4a-n) sentezlenmiştir (Şekil 1).



R: Me, Et, Pr, ⁱPr, Bu, ⁱBu, Bn

Şekil 1. Sentezlenen 14 adet yilür bileşiđinin genel formülü

* Corresponding author. Email address: mkgumus@artvin.edu.tr

GÜMÜŞ

Azot içeren, beş üyeli heterohalkalı bileşiklerin inşası için, bu gibi azometin yilür'lerin kullanılması basit ve etkili bir yöntemdir [1-3]. Yilür'lere dipolarofil atağı ardından pirolidin veya pirolin türevi bileşikler oluşur [4].

Glisin türevlerinden elde edilen azometin yilür'lerin 1,3-dipolar siklokatalıma reaksiyonları ile oluşan pirolidin türevleri üzerine birçok çalışma yapılmıştır, yilürlerden Lewis asidi varlığında pirolidin türevleri eldesi Doğan ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilmiştir [5]. Ayrıca Elemes ve arkadaşları glisin türevlerinden elde edilen alkilsulfanil susbtientli imin-ester yapılı yilürler ile N-fenilmaleimit'ler [6-8] ve karbon[60]fulleren'lerin [9,10] 1,3-dipolar siklokatalıma reaksiyonları ile oluşan pirolidin veya pirolin türevlerinin sentezi, biyoljik ve kimyasal özelliklerini incelemiştirler.

Bunun yanında sentezlenen azometin yilür bileşikleri substituent olarak kiral bir amit fonksiyonu içermektedir. Amitler, organik kimyada R-CO-NHR fonksiyonel grubu içeren karboksilik asit türevi bileşiklerdir. Diğer bir deyişle amitler, amonyak veya primer aminlerin açıl türevleri olarak da tanımlanabilir. Amitler genel olarak karboksilik asidin bir aminle tepkimesi ile oluşurlar. Amino asitler arasında peptit bağlarını oluşturan bu tepkimedir. Günümüzde amit türevleri sentetik, endüstriyel ve farmakolojik açıdan geniş kullanım alanlarına sahiptirler. Benzil amid substituenti içeren aminoasit türevleri nörolojik aktiviteleri bakımından oldukça ilgi çekmektedir. Özellikle Kohn ve arkadaşları tarafından 1993 de N-benzilasetamid türevlerinin antikonvulsant etkinlikleri çalışmalarının üzerinden 24 yıl geçmesine rağmen günümüzde halen bu tip çalışmalara ilgi artarak devam etmektedir [11]. Kohn ve arkadaşları 2015 de N-benzilamid substitue 2-(açılamido) asetik asit türevleri için güçlü nörolojik ajan etkilerinden dolayı patent almışlardır [12]. N-benzilamid substitue bileşikler üzerine King ve arkadaşları sodyum kanal inaktivasyonu, antikonvulsan ve nöropatik ağrı azaltma aktivitelerileri üzerine çalışmalar yapmışlardır [13]. Park ve arkadaşları kiral α -aminobenzilamid türevlerini kimerik ajan olarak anti-seizure and antinosiseptif aktivitelerini incelemiştirler [14].

2. MATERYAL ve YÖNTEM

Çalışmadaki sentezlerde kullanılan tüm çıkış maddeleri, çözücüler ve diğer kimyasallar Sigma-Aldrich, Merck ve Alfa-Aesar gibi ticari tedarikçilerden satın alınmıştır. Çıkış maddeleri ileri saflaştırma yapılmadan alındıkları halleriyle kullanılmıştır.

Kolon kromatografisinde “Merck Silikajel 60” (70-230 mesh), fluoresans indikatörlü Merck 5554 silikajel tabakalar ile “Camag 254 / 366 nm” UV lamba kullanılmıştır.

14 adet yeni bileşiğin (4a-n) Infrared spektrumları (FTIR) NaCl hücre ile “Perkin-Elmer GX, FT-IR” spektrofotometresinde, nükleer magnetik rezonans spektrumları (^1H NMR, ^{13}C NMR, DEPT-90 ve DEPT-135) “Bruker-Spectrospin” cihazı ile kloroform-d (CDCl_3)’de alınmıştır. Ayrıca 4i bileşiği için iki boyutlu COSY NMR (HSQC, HMBC ve NOESY) deneyleri yapılarak bileşiğin yapısı tamamen aydınlatılmıştır.

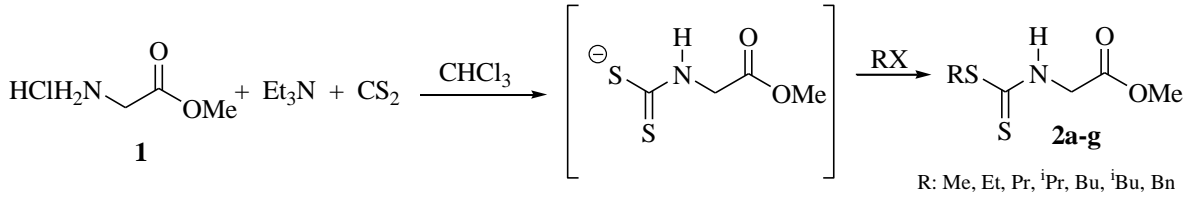
3. DENEYSEL KISIM

Üç aşama halinde gerçekleştirilen çalışmanın birinci basamağında, reaksiyonlarda substrat olarak kullanılacak olan alkilkarboditiyoat substitue ester bileşikleri (2a-g) glisin metil ester hidroklorür (1), trietilamin ve karbon disülfür kullanılarak sentezlenmiştir (Şekil 2). İkinci aşamada imin yapılı metil 2-[bis (alkilsulfanil) metilenamino] asetat bileşikleri (3a-g) ise ilk aşamada elde edilen alkilkarboditiyoat substitue ester bileşikleri (2a-g) ve uygun alkil halojenürler kullanılarak elde edilmiştir (Şekil 3) [15].

Azometin Yilür Çekirdeği İçeren Yeni Kiral Bileşiklerin

Çalışmanın esas hedefi olan üçüncü bölümde ise, metil 2-[bis (alkilsulfanil) metilenamino] asetat bileşikleri (3a-g) sırası ile kiral yapıdaki (R)-(+)- α -metilbenzilamin ve (S)-(-)- α -metilbenzilamin ile reaksiyona sokularak, substituent olarak kiral bir amit fonksiyonu ve azometin yilür çekirdeği içeren 14 adet yeni bileşik (4a-n) sentezlenmiştir (Tablo 1).

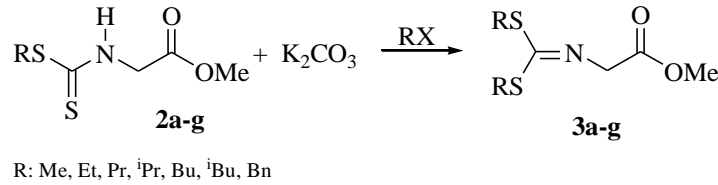
Birinci aşama:



Şekil 2. Bileşik 2a-g sentezi

Manyetik karıştırıcı üzerindeki Azot (N₂) atmosferi ve geri soğutucu altında damlatma hunisi takılmış ve üç boyunlu, yuvarlak dipli bir deney kabına 60 mL kuru CHCl₃ içinde 0.06 mol glisin tuzu ve 0.084 mol CS₂ ilave edilir. Karışım, dikkatli bir şekilde, bir buz banyosu içinde soğutulur, N₂ atmosfer altında damlatma hunisinde kuru 10 mL CHCl₃ içinde çözünmüş 0.127 mol kuru Et₃N, karıştırılarak ilave edilir. Et₃N ilavesi damlalar halinde yavaş yavaş yapılır. Karışım 1 saat için oda sıcaklığında karıştırmaya bırakılır. Daha sonra, karışım bir buz banyosu içinde soğutulur, diğer damlatma hunisinde bulunan 0.066 mol alkil halojenür ihtiva eden 5 mL kuru CHCl₃ çözelti damla damla ilave edilir. Alkil halojenür ihtiva eden damlatma hunisi 2 mL ilave kuru CHCl₃ ile yıkanır ve bu karışım 2 saat boyunca 60-70 °C karıştırma altında ısıtılır. Karışım oda sıcaklığına geldikten sonra, bir ayırma hunisine aktarılır 50 mL H₂O ile iki kez ekstrakte edilir. Çözücü bir döner buharlaştırıcı ile uzaklaştırılır. Geriye kalan sıvı tortuya, 60 mL Et₂O ilave edilir ve organik faz, 25 mL H₂O ile iki kez ekstrakte edilir. Organik faz kurutulur, süzülür ve döner buharlaştırıcı ile çözücü alınır. Daha sonra, bir vakum pompası ile son çözücü kalıntılarının uzaklaşması sağlanır. Yüksek saflıkta ester bileşikleri (2a-g) oluşur.

İkinci aşama:



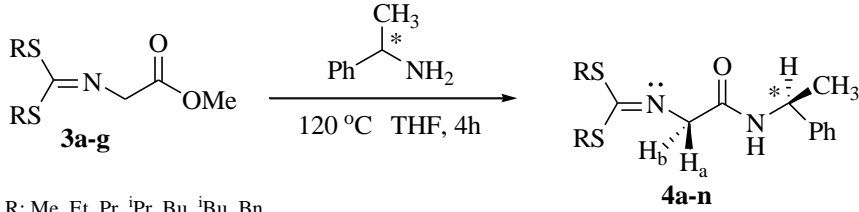
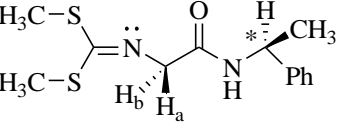
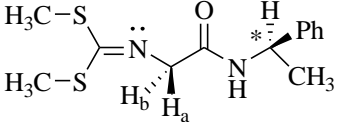
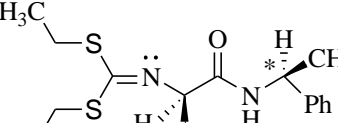
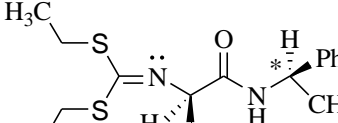
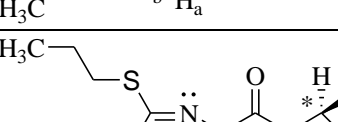
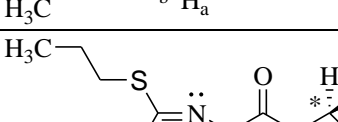
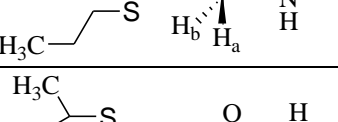
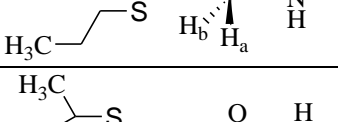
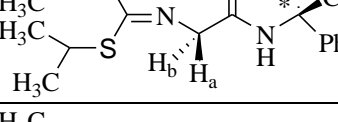
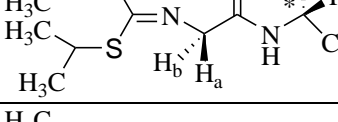
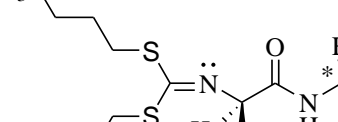
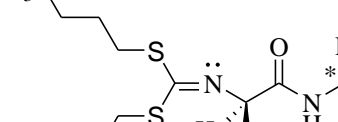
Şekil 3. Bileşik 3a-g sentezi

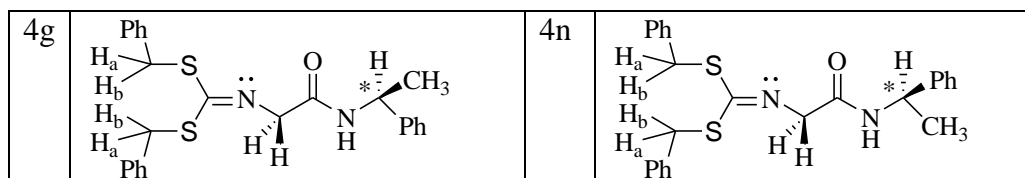
Manyetik karıştırıcı üzerindeki N₂ atmosferi ve geri soğutucu altında damlatma hunisi takılmış iki boyunlu, yuvarlak dipli bir deney kabına 10 mL kuru aseton 0.050 mol ester bileşiği (2a-g) ve 0.075 mol K₂CO₃ ilave edilir. Daha sonra 100 °C'de 2 saat boyunca kaynatılır. Karışım oda sıcaklığına geldikten sonra, damlatma hunisi ile 0.058 mol alkil halojenür ilave edilir. Bütün işlem oda sıcaklığında yapılır ve sonra karışım tekrar 60-70 °C 2 saat boyunca ısıtma ile karıştırılarak devam eder. Karışım oda sıcaklığına getirilir ve Goch krozesi ile vakum altında süzülür. Çökelti tekrar 20 mL aseton ile iki kez yıkanır. Karışımdaki çözücü döner buharlaştırıcı ile uzaklaştırılır ve kalıntı, 60 mL Et₂O içinde çözülür. Bir ayırma hunisine aktarılır ve 50 mL H₂O ile iki kez ekstrakte edilir. Organik faz kurutulur, süzülür ve döner buharlaştırıcı ile çözücü alınır. Hekzan/etil asetat (16:1) çözücü karışımı kullanılarak kolon kromatografisiyle saflaştırılır. Yüksek verimlerle imin bileşikleri (3a-g) elde edilir.

Üçüncü aşama:

Vidalı kapaklı cam tüpe 5 mL kuru THF 0.02 mol imin bileşiği (3a-g) ve 0.02 mol kiral amin bileşiği ilave edilir. Tüp kapatılır ve 120 °C'da ısıtılır. Reaksiyon TLC kontrolü ardından 4 saat sonra durdurulur. Çözücü bir döner buharlaştırıcı ve yüksek vakumlu pompayla alınır. Hekzan/etil asetat (4:1) çözücü karışımı kullanılarak kolon kromatografisiyle saflaştırılır. Yüksek verimlerle amit bileşikleri (4a-n) elde edilir.

Tablo 1. Bileşik 4a-n sentezi ve formülleri

 <p>R: Me, Et, Pr, ⁱPr, Bu, ^tBu, Bn</p>			
4a		4h	
4b		4i	
4c		4j	
4d		4k	
4e		4l	
4f		4m	



Dimetil (2-okso-2-[[*(1S)*-1-feniletil]amino]etil)ditiyoimidokarbonat (4a):

Verim 92.4%, açık sarı yağ, IR (NaCl hücre, ν_{\max} , cm^{-1}): 3666, 3369 (N-H), 3061, 3028, 2972, 2923, 2869, 1667 (C=O), 1578 (C=N), 1510, 1451, 1427, 1400, 1375, 1314, 1245, 1210, 1067, 1041, 1022, 1005, 963, 914, 845, 763, 700, 613, 570, 543. ^1H NMR spektrum (CDCl_3 , 250 MHz), δ , ppm: 7.62 (d, 1H, N-H, $J=5.00$ Hz, D_2O ile 85 °C ye ısıtılarak değiştirildi), 7.33-7.27 (m, 5H, aromatik), 5.20 (quintet, 1H, benzilik, $J=7.50$ Hz), 3.99 (d, 1H, $-\text{CH}_a-$, $J=18.76$ Hz), 3.91 (d, 1H, $-\text{CH}_b-$, $J=18.76$ Hz), 2.56 (s, 3H, $-\text{SCH}_3$, *syn*), 2.37 (s, 3H, $-\text{SCH}_3$, *anti*), 1.53 (d, 3H, $-\text{C}^*-\text{CH}_3$, $J=7.50$ Hz). ^{13}C NMR spektrum (CDCl_3 , 62.9 MHz, δ (ppm): 169.2 (C=O), 162.7 (C=N), 143.3, 128.6(2C), 127.2, 125.9(2C), (aromatik), 55.0 ($-\text{CH}_2-$), 48.3 ($-\text{CH}-$, benzilik), 22.3 ($-\text{C}^*-\text{CH}_3$), 14.7 (2x $-\text{SCH}_3$).

Dietil (2-okso-2-[[*(1S)*-1-feniletil]amino]etil)ditiyoimidokarbonat (4b):

Verim 92.6%, açık sarı yağ, IR (NaCl hücre, ν_{\max} , cm^{-1}): 3376 (N-H), 3061, 3028, 2969, 2927, 2870, 1685 (C=O), 1578 (C=N), 1508, 1450, 1401, 1375, 1311, 1265, 1210, 1128, 1057, 1022, 973, 926, 761, 700, 611, 570, 543. ^1H NMR spektrum (CDCl_3 , 250 MHz), δ , ppm: 7.58 (d, 1H, N-H, $J=7.50$ Hz, D_2O ile 85 °C ye ısıtılarak değiştirildi), 7.37-7.27 (m, 5H, aromatik), 5.19 (quintet, 1H, benzilik, $J=7.50$ Hz), 4.01 (d, 1H, $-\text{CH}_a-$, $J=18.76$ Hz), 3.92 (d, 1H, $-\text{CH}_b-$, $J=18.76$ Hz), 3.10 (q, 2H, $-\text{SCH}_2-$, $J=7.50$ Hz, *syn*), 2.96 (q, 2H, $-\text{SCH}_2-$, $J=7.50$ Hz, *anti*), 1.53 (d, 3H, $-\text{C}^*-\text{CH}_3$, $J=5.00$ Hz), 1.36 (t, 3H, $-\text{CH}_3$, $J=7.50$ Hz, *syn*), 1.27 (t, 3H, $-\text{CH}_3$, $J=7.50$ Hz, *anti*). ^{13}C NMR spektrum (CDCl_3 , 62.9 MHz, δ (ppm): 169.3 (C=O), 161.4 (C=N), 143.3, 128.6(2C), 127.3, 125.9(2C) (aromatik), 55.2 ($-\text{CH}_2-$), 48.4 ($-\text{CH}-$, benzilik), 26.5 ($-\text{SCH}_2-$, *syn*), 25.8 ($-\text{SCH}_2-$, *anti*), 22.3 ($-\text{C}^*-\text{CH}_3$), 15.0 ($-\text{CH}_3$, *syn*), 13.9 ($-\text{CH}_3$, *anti*).

Dipropil (2-okso-2-[[*(1S)*-1-feniletil]amino]etil)ditiyoimidokarbonat (4c):

Verim 86.6%, açık sarı yağ, IR (NaCl hücre, ν_{\max} , cm^{-1}): 3375 (N-H), 3061, 3028, 2964, 2930, 2871, 1676 (C=O), 1578 (C=N), 1508, 1458, 1400, 1376, 1311, 1240, 1210, 1127, 1067, 1022, 987, 929, 762, 699, 613, 542. ^1H NMR spektrum (CDCl_3 , 250 MHz), δ , ppm: 7.56 (d, 1H, N-H, $J=7.50$ Hz, D_2O ile 85 °C ye ısıtılarak değiştirildi), 7.37-7.23 (m, 5H, aromatik), 5.20 (quintet, 1H, benzilik, $J=7.50$ Hz), 4.01 (d, 1H, $-\text{CH}_a-$, $J=20.01$ Hz), 3.93 (d, 1H, $-\text{CH}_b-$, $J=20.01$ Hz), 3.05 (t, 2H, $-\text{SCH}_2-$, $J=7.50$ Hz, *syn*), 2.91 (t, 2H, $-\text{SCH}_2-$, $J=7.50$ Hz, *anti*), 1.74 (sextet, 2H, $-\text{CH}_2-$, $J=7.50$ Hz, *syn*), 1.64 (sextet, 2H, $-\text{CH}_2-$, $J=7.50$ Hz, *anti*), 1.53 (d, 3H, $-\text{C}^*-\text{CH}_3$, $J=7.50$ Hz), 1.02 (t, 3H, $-\text{CH}_3$, $J=7.50$ Hz, *syn*), 0.93 (t, 3H, $-\text{CH}_3$, $J=7.50$ Hz, *anti*). ^{13}C NMR spektrum (CDCl_3 , 62.9 MHz, δ (ppm): 169.4 (C=O), 161.7 (C=N), 143.3, 128.7(2C), 127.3, 126.0(2C) (aromatik), 55.2 ($-\text{CH}_2-$), 48.4 ($-\text{CH}-$, benzilik), 34.1 ($-\text{SCH}_2-$, *syn*), 33.5 ($-\text{SCH}_2-$, *anti*), 23.4 ($-\text{CH}_2-$, *syn*), 22.2 ($-\text{CH}_2-$, *anti*), 22.2 ($-\text{C}^*-\text{CH}_3$), 13.6 ($-\text{CH}_3$, *syn*), 13.3 ($-\text{CH}_3$, *anti*).

Diisopropil (2-okso-2-[[*(1S)*-1-feniletil]amino]etil)ditiyoimidokarbonat (4d):

Verim 90.6%, açık sarı yağ, IR (NaCl hücre, ν_{\max} , cm^{-1}): 3379 (N-H), 3062, 3030, 2966, 2927, 2866, 1677 (C=O), 1576 (C=N), 1509, 1452, 1402, 1384, 1366, 1306, 1244, 1211, 1155, 1129, 1056, 1022, 987, 927, 762, 700, 650, 610, 569, 542. ^1H NMR spektrum (CDCl_3 , 250 MHz), δ , ppm: 7.56 (d, 1H, N-

GÜMÜŞ

H, $J=7.50$ Hz, D_2O ile $85\text{ }^\circ\text{C}$ ye ısıtılarak değiştirildi), 7.37-7.23 (m, 5H, aromatik), 5.18 (quintet, 1H, benzilik, $J=7.50$ Hz), 4.02 (d, 1H, $-\text{CH}_a-$, $J=20.01$ Hz), 3.94 (d, 1H, $-\text{CH}_b-$, $J=20.01$ Hz), 3.76 (septet, 1H, $-\text{SCH}<$, $J=7.50$ Hz, *syn*), 3.69 (septet, 1H, $-\text{SCH}<$, $J=7.50$ Hz, *anti*), 1.52 (d, 3H, $-\text{C}^*-\text{CH}_3$, $J=5.00$ Hz), 1.39 (d, 3H, $-\text{CH}_3$, $J=7.50$ Hz, *syn*), 1.38 (d, 3H, $-\text{CH}_3$, $J=7.50$ Hz, *syn*), 1.35 (d, 3H, $-\text{CH}_3$, $J=7.50$ Hz, *anti*), 1.27 (d, 3H, $-\text{CH}_3$, $J=7.50$ Hz, *anti*). ^{13}C NMR spektrum (CDCl_3 , 62.9 MHz, δ (ppm): 169.4 (C=O), 161.2 (C=N), 143.3, 128.7(2C), 127.3, 126.0(2C) (aromatik), 55.5 ($-\text{CH}_2-$), 48.5 ($-\text{CH}-$, benzilik), 37.9 ($-\text{SCH}<$, *syn*), 36.7 ($-\text{SCH}<$, *anti*), 24.1 (2x $-\text{CH}_3$, *syn*), 22.4 (2x $-\text{CH}_3$, *anti*), 22.3 (C^*-CH_3).

Dibutil (2-okso-2-[[*(1S)*]-1-feniletil]amino}etil)ditiyoimidokarbonat (4e):

Verim 81.4%, açık sarı yağ, IR (NaCl hücre, ν_{max} , cm^{-1}): 3379 (N-H), 3062, 3030, 2958, 2930, 2872, 1677 (C=O), 1577 (C=N), 1508, 1457, 1401, 1378, 1310, 1277, 1211, 1128, 1068, 1036, 1022, 988, 933, 903, 784, 761, 699, 613, 568, 542. ^1H NMR spektrum (CDCl_3 , 250 MHz), δ , ppm: 7.56 (d, 1H, N-H, $J=10.01$ Hz, D_2O ile $85\text{ }^\circ\text{C}$ ye ısıtılarak değiştirildi), 7.37-7.22 (m, 5H, aromatik), 5.20 (quintet, 1H, benzilik, $J=7.50$ Hz), 4.01 (d, 1H, $-\text{CH}_a-$, $J=20.01$ Hz), 3.92 (d, 1H, $-\text{CH}_b-$, $J=20.01$ Hz), 3.07 (t, 2H, $-\text{SCH}_2-$, $J=7.50$ Hz, *syn*), 2.93 (t, 2H, $-\text{SCH}_2-$, $J=7.50$ Hz, *anti*), 1.68 (quintet, 2H, $-\text{CH}_2-$, $J=7.50$ Hz, *syn*), 1.59 (quintet, 2H, $-\text{CH}_2-$, $J=7.50$ Hz, *anti*), 1.53 (d, 3H, $-\text{C}^*-\text{CH}_3$, $J=7.50$ Hz), 1.44 (sextet, 2H, $-\text{CH}_2-$, $J=7.50$ Hz, *syn*), 1.34 (sextet, 2H, $-\text{CH}_2-$, $J=7.50$ Hz, *anti*), 0.93 (t, 3H, $-\text{CH}_3$, $J=7.50$ Hz, *syn*), 0.87 (t, 3H, $-\text{CH}_3$, $J=7.50$ Hz, *anti*). ^{13}C NMR spektrum (CDCl_3 , 62.9 MHz, δ (ppm): 169.4 (C=O), 161.9 (C=N), 143.3, 128.7(2C), 127.3, 126.0(2C) (aromatik), 55.2 ($-\text{CH}_2-$), 48.3 ($-\text{CH}-$, benzilik), 31.9 (2x $-\text{SCH}_2-$), 31.3 ($-\text{CH}_2-$, *syn*), 30.8 ($-\text{CH}_2-$, *anti*), 22.2 ($-\text{C}^*-\text{CH}_3$), 21.8 (2x $-\text{CH}_2-$), 13.7 ($-\text{CH}_3$, *syn*), 13.5 ($-\text{CH}_3$, *anti*).

Diisobutil (2-okso-2-[[*(1S)*]-1-feniletil]amino}etil)ditiyoimidokarbonat (4f):

Verim 85.5%, açık sarı yağ, IR (NaCl hücre, ν_{max} , cm^{-1}): 3381 (N-H), 3062, 3030, 2964, 2926, 2869, 1677 (C=O), 1574 (C=N), 1505, 1463, 1401, 1383, 1366, 1312, 1247, 1210, 1168, 1128, 1068, 1036, 1022, 988, 929, 847, 800, 784, 761, 699, 615, 567, 542. ^1H NMR spektrum (CDCl_3 , 250 MHz), δ , ppm: 7.53 (d, 1H, N-H, $J=7.50$ Hz, D_2O ile $85\text{ }^\circ\text{C}$ ye ısıtılarak değiştirildi), 7.34-7.23 (m, 5H, aromatik), 5.21 (quintet, 1H, benzilik, $J=7.50$ Hz), 4.03 (d, 1H, $-\text{CH}_a-$, $J=20.01$ Hz), 3.94 (d, 1H, $-\text{CH}_b-$, $J=20.01$ Hz), 2.98 (d, 2H, $-\text{SCH}_2-$, $J=7.50$ Hz, *syn*), 2.83 (d, 2H, $-\text{SCH}_2-$, $J=7.50$ Hz, *anti*), 1.94 (ninetet, 1H, $-\text{CH}<$, $J=7.50$ Hz, *syn*), 1.86 (ninetet, 1H, $-\text{CH}<$, $J=7.50$ Hz, *anti*), 1.53 (d, 3H, $-\text{C}^*-\text{CH}_3$, $J=5.00$ Hz), 1.03 (d, 6H, 2x $-\text{CH}_3$, $J=7.50$ Hz, *syn*), 0.95 (d, 3H, $-\text{CH}_3$, $J=7.50$ Hz, *anti*), 0.92 (d, 3H, $-\text{CH}_3$, $J=7.50$ Hz, *anti*). ^{13}C NMR spektrum (CDCl_3 , 62.9 MHz, δ (ppm): 169.4 (C=O), 162.0 (C=N), 143.3, 128.7(2C), 127.3, 126.0(2C) (aromatik), 55.3 ($-\text{CH}_2-$), 48.3 ($-\text{CH}-$, benzilik), 40.7 ($-\text{SCH}_2-$, *syn*), 40.1 ($-\text{SCH}_2-$, *anti*), 29.2 ($-\text{CH}<$, *syn*), 28.0 ($-\text{CH}<$, *anti*), 22.2 (C^*-CH_3), 22.1 (2x $-\text{CH}_3$, *syn*), 21.8 (2x $-\text{CH}_3$, *anti*).

Dibenzil (2-okso-2-[[*(1S)*]-1-feniletil]amino}etil)ditiyoimidokarbonat (4g):

Verim 75.5%, açık sarı yağ, IR (NaCl hücre, ν_{max} , cm^{-1}): 3371 (N-H), 3085, 3061, 3028, 2973, 2929, 2871, 1667 (C=O), 1574 (C=N), 1502, 1453, 1400, 1376, 1313, 1242, 1211, 1157, 1129, 1071, 1030, 987, 933, 914, 846, 803, 763, 699, 613, 563, 542. ^1H NMR spektrum (CDCl_3 , 250 MHz), δ , ppm: 7.32-7.20 (m, 15H, aromatik + 1H, N-H, D_2O ile $85\text{ }^\circ\text{C}$ ye ısıtılarak değiştirildi), 5.16 (quintet, 1H, benzilik, $J=7.50$ Hz), 4.33 (s, 2H, $-\text{CH}_2-$), 4.25 (d, 2H, $-\text{SCH}_{\text{asyn-}}$, $J=15.01$ Hz), 4.19 (d, 2H, $-\text{SCH}_{\text{bsyn-}}$, $J=15.01$ Hz, *syn*), 4.02 (d, 2H, $-\text{SCH}_{\text{anti-}}$, $J=20.01$ Hz), 3.93 (d, 2H, $-\text{SCH}_{\text{banti-}}$, $J=20.01$ Hz), 1.41 (d, 3H, $-\text{C}^*-\text{CH}_3$, $J=7.50$ Hz). ^{13}C NMR spektrum (CDCl_3 , 62.9 MHz, δ (ppm): 168.9 (C=O), 160.6 (C=N), 143.2, 136.2, 135.5, 129.0(2C), 128.8(2C), 128.7(2C), 128.6(2C), 128.4(2C), 127.8, 127.5, 127.2, 126.0(2C)

Azometin Yilür Çekirdeği İçeren Yeni Kiral Bileşiklerin

(18x¹³C aromatik), 55.4 (-CH₂-), 48.2 (-CH-, benzilik), 36.8 (-SCH₂-, *syn*), 36.0 (-SCH₂-, *anti*), 22.0 (-C*-CH₃).

Dimetil (2-okso-2-[[*(1R)*-1-feniletıl]amino]etil)ditiyoimidokarbonat (4h):

Verim 92.5%, açık sarı yağ, IR (NaCl hücre, ν_{\max} , cm⁻¹): 3666, 3369 (N-H), 3061, 3028, 2972, 2923, 2869, 1667 (C=O), 1578 (C=N), 1510, 1451, 1427, 1400, 1375, 1314, 1245, 1210, 1067, 1041, 1022, 1005, 963, 914, 845, 763, 700, 613, 570, 543. ¹H NMR spektrum (CDCl₃, 250 MHz), δ , ppm: 7.64 (d, 1 H, N-H, $J=7.50$ Hz, D₂O ile 85 °C ye ısıtılarak değiştirildi), 7.38-7.26 (m, 5 H, aromatik), 5.21 (quintet, 1 H, benzilik, $J=7.50$ Hz), 3.99 (d, 1H, -CH_a-, $J=18.75$ Hz), 3.91 (d, 1H, -CH_b-, $J=18.75$ Hz), 2.57 (s, 3H, -SCH₃, *syn*), 2.37 (s, 3H, -SCH₃, *anti*), 1.53 (d, 3H, -C*-CH₃, $J=7.50$ Hz). ¹³C NMR spektrum (CDCl₃, 62.9 MHz, δ (ppm): 169.2 (C=O), 162.7 (C=N), 143.3, 128.7(2C), 127.3, 125.9(2C) (aromatik), 55.0 (-CH₂-), 48.3 (-CH-, benzilik), 22.4 (-C*-CH₃), 14.7 (2x -SCH₃).

Dietil (2-okso-2-[[*(1R)*-1-feniletıl]amino]etil)ditiyoimidokarbonat (4i):

Verim 89.1%, açık sarı yağ, IR (NaCl hücre, ν_{\max} , cm⁻¹): 3376 (N-H), 3061, 3028, 2969, 2927, 2870, 1685 (C=O), 1578 (C=N), 1508, 1450, 1401, 1375, 1311, 1265, 1210, 1128, 1057, 1022, 973, 926, 761, 700, 611, 570, 543. ¹H NMR spektrum (CDCl₃, 250 MHz), δ , ppm: 7.60 (d, 1 H, N-H, $J=7.50$ Hz, D₂O ile 85 °C ye ısıtılarak değiştirildi), 7.37-7.26 (m, 5 H, aromatik), 5.19 (quintet, 1 H, benzilik, $J=7.50$ Hz), 4.00 (d, 1H, -CH_a-, $J=20.01$ Hz), 3.92 (d, 1H, -CH_b-, $J=20.01$ Hz), 3.10 (q, 2H, -SCH₂-, $J=7.50$ Hz, *syn*), 2.96 (q, 2H, -SCH₂-, $J=7.50$ Hz, *anti*), 1.53 (d, 3H, -C*-CH₃, $J=5.00$ Hz), 1.37 (t, 3H, -CH₃, $J=7.50$ Hz, *syn*), 1.27 (t, 3H, -CH₃, $J=7.50$ Hz, *anti*). ¹³C NMR spektrum (CDCl₃, 62.9 MHz, δ (ppm): 169.3 (C=O), 161.5 (C=N), 143.3, 128.7(2C), 127.3, 126.0(2C) (aromatik), 55.2 (-CH₂-), 48.4 (-CH-, benzilik), 26.5 (-SCH₂-, *syn*), 25.9 (-SCH₂-, *anti*), 22.3 (-C*-CH₃), 15.1 (-CH₃, *syn*), 13.9 (-CH₃, *anti*).

Dipropil (2-okso-2-[[*(1R)*-1-feniletıl]amino]etil)ditiyoimidokarbonat (4j):

Verim 92.8%, açık sarı yağ, IR (NaCl hücre, ν_{\max} , cm⁻¹): 3375 (N-H), 3061, 3028, 2964, 2930, 2871, 1676 (C=O), 1578 (C=N), 1508, 1458, 1400, 1376, 1311, 1240, 1210, 1127, 1067, 1022, 987, 929, 762, 699, 613, 542. ¹H NMR spektrum (CDCl₃, 250 MHz), δ , ppm: 7.56 (d, 1 H, N-H, $J=7.50$ Hz, D₂O ile 85 °C ye ısıtılarak değiştirildi), 7.37-7.22 (m, 5 H, aromatik), 5.20 (quintet, 1 H, benzilik, $J=7.50$ Hz), 4.01 (d, 1H, -CH_a-, $J=20.01$ Hz), 3.93 (d, 1H, -CH_b-, $J=20.01$ Hz), 3.05 (t, 2H, -SCH₂-, $J=7.50$ Hz, *syn*), 2.91 (t, 2H, -SCH₂-, $J=7.50$ Hz, *anti*), 1.74 (sextet, 2H, -CH₂-, $J=7.50$ Hz, *syn*), 1.64 (sextet, 2H, -CH₂-, $J=7.50$ Hz, *anti*), 1.53 (d, 3H, -C*-CH₃, $J=7.50$ Hz), 1.02 (t, 3H, -CH₃, $J=7.50$ Hz, *syn*), 0.93 (t, 3H, -CH₃, $J=7.50$ Hz, *anti*). ¹³C NMR spektrum (CDCl₃, 62.9 MHz, δ (ppm): 169.4 (C=O), 161.7 (C=N), 143.3, 128.7(2C), 127.3, 126.0(2C) (aromatik), 55.2 (-CH₂-), 48.3 (-CH-, benzilik), 34.1 (-SCH₂-, *syn*), 33.5 (-SCH₂-, *anti*), 23.4 (-CH₂-, *syn*), 22.2 (-CH₂-, *anti*), 22.2 (-C*-CH₃), 13.6 (-CH₃, *syn*), 13.3 (-CH₃, *anti*).

Düisopropil (2-okso-2-[[*(1R)*-1-feniletıl]amino]etil)ditiyoimidokarbonat (4k):

Verim 88.4%, açık sarı yağ, IR (NaCl hücre, ν_{\max} , cm⁻¹): 3379 (N-H), 3062, 3030, 2966, 2927, 2866, 1677 (C=O), 1576 (C=N), 1509, 1452, 1402, 1384, 1366, 1306, 1244, 1211, 1155, 1129, 1056, 1022, 987, 927, 762, 700, 650, 610, 569, 542. ¹H NMR spektrum (CDCl₃, 250 MHz), δ , ppm: 7.56 (d, 1H, N-H, $J=7.50$ Hz, D₂O ile 85 °C ye ısıtılarak değiştirildi), 7.37-7.23 (m, 5H, aromatik), 5.18 (quintet, 1H, benzilik, $J=7.50$ Hz), 4.02 (d, 1H, -CH_a-, $J=20.01$ Hz), 3.94 (d, 1H, -CH_b-, $J=20.01$ Hz), 3.76 (septet, 1H, -SCH<, $J=7.50$ Hz, *syn*), 3.69 (septet, 1H, -SCH<, $J=7.50$ Hz, *anti*), 1.52 (d, 3H, -C*-CH₃, $J=5.00$ Hz), 1.40 (d, 3H, -CH₃, $J=2.50$ Hz, *syn*), 1.37 (d, 3H, -CH₃, $J=2.50$ Hz, *syn*), 1.35 (d, 3H, -CH₃, $J=5.00$ Hz).

GÜMÜŞ

Hz, *anti*), 1.27 (d, 3H, -CH₃, *J*=5.00 Hz, *anti*). ¹³C NMR spektrum (CDCl₃, 62.9 MHz, δ (ppm): 169.4 (C=O), 161.2 (C=N), 143.3, 128.7(2C), 127.3, 126.0(2C) (aromatik), 55.5 (-CH₂-), 48.4 (-CH-, benzilik), 37.9 (-SCH<, *syn*), 36.7 (-SCH<, *anti*), 24.1 (2x - CH₃, *syn*), 22.4 (2x - CH₃, *anti*), 22.4 (C*-CH₃).

Dibutil (2-okso-2-[[**(1R)**-1-feniletıl]amino]etil)ditiyoimidokarbonat (**4l**):

Verim 86.3%, açık sarı yağ, IR (NaCl hücre, ν_{\max} , cm⁻¹): 3379 (N-H), 3062, 3030, 2958, 2930, 2872, 1677 (C=O), 1577 (C=N), 1508, 1457, 1401, 1378, 1310, 1277, 1211, 1128, 1068, 1036, 1022, 988, 933, 903, 784, 761, 699, 613, 568, 542. ¹H NMR spektrum (CDCl₃, 250 MHz), δ, ppm: 7.56 (d, 1H, N-H, *J*=7.50 Hz, D₂O ile 85 °C ye ısıtılarak değiştirildi), 7.37-7.22 (m, 5H, aromatik), 5.20 (quintet, 1H, benzilik, *J*=7.50 Hz), 4.01 (d, 1H, -CH_a-, *J*=20.01 Hz), 3.92 (d, 1H, -CH_b-, *J*=20.01 Hz), 3.07 (t, 2H, -SCH₂-, *J*=7.50 Hz, *syn*), 2.93 (t, 2H, -SCH₂-, *J*=7.50 Hz, *anti*), 1.68 (quintet, 2H, -CH₂-, *J*=7.50 Hz, *syn*), 1.59 (quintet, 2H, -CH₂-, *J*=7.50 Hz, *anti*), 1.53 (d, 3H, -C*-CH₃, *J*=7.50 Hz), 1.44 (sextet, 2H, -CH₂-, *J*=7.50 Hz, *syn*), 1.34 (sextet, 2H, -CH₂-, *J*=7.50 Hz, *anti*), 0.93 (t, 3H, -CH₃, *J*=7.50 Hz, *syn*), 0.87 (t, 3H, -CH₃, *J*=7.50 Hz, *anti*). ¹³C NMR spektrum (CDCl₃, 62.9 MHz, δ (ppm): 169.4 (C=O), 161.9 (C=N), 143.3, 128.7(2C), 127.3, 126.0(2C) (aromatik), 55.2 (-CH₂-), 48.3 (-CH-, benzilik), 31.9 (2x-SCH₂-), 31.3 (-CH₂-, *syn*), 30.8 (-CH₂-, *anti*), 22.2 (-C*-CH₃), 21.8 (2x-CH₂-), 13.7 (-CH₃, *syn*), 13.5 (-CH₃, *anti*).

Düsobutil (2-okso-2-[[(1R)**-1-feniletıl]amino]etil)ditiyoimidokarbonat (**4m**):** Verim 88.6%, açık sarı yağ, IR (NaCl hücre, ν_{\max} , cm⁻¹): 3381 (N-H), 3062, 3030, 2964, 2926, 2869, 1677 (C=O), 1574 (C=N), 1505, 1463, 1401, 1383, 1366, 1312, 1247, 1210, 1168, 1128, 1068, 1036, 1022, 988, 929, 847, 800, 784, 761, 699, 615, 567, 542. ¹H NMR spektrum (CDCl₃, 250 MHz), δ, ppm: 7.53 (d, 1H, N-H, *J*=7.50 Hz, D₂O ile 85 °C ye ısıtılarak değiştirildi), 7.34-7.23 (m, 5H, aromatik), 5.21 (quintet, 1H, benzilik, *J*=7.50 Hz), 4.03 (d, 1H, -CH_a-, *J*=20.01 Hz), 3.94 (d, 1H, -CH_b-, *J*=20.01 Hz), 2.98 (d, 2H, -SCH₂-, *J*=7.50 Hz, *syn*), 2.83 (d, 2H, -SCH₂-, *J*=7.50 Hz, *anti*), 1.91 (ninetet, 1H, -CH<, *J*=7.50 Hz, *syn*), 1.89 (ninetet, 1H, -CH<, *J*=7.50 Hz, *anti*), 1.53 (d, 3H, -C*-CH₃, *J*=5.00 Hz), 1.03 (d, 6H, 2x-CH₃, *J*=7.50 Hz), 0.95 (d, 3H, -CH₃, *J*=7.50 Hz, *syn*), 0.92 (d, 3H, -CH₃, *J*=7.50 Hz, *anti*). ¹³C NMR spektrum (CDCl₃, 62.9 MHz, δ (ppm): 169.4 (C=O), 162.0 (C=N), 143.3, 128.7(2C), 127.3, 126.0(2C) (aromatik), 55.3 (-CH₂-), 48.3 (-CH-, benzilik), 40.7 (-SCH₂-, *syn*), 40.1 (-SCH₂-, *anti*), 29.2 (-CH<, *syn*), 28.0 (-CH<, *anti*), 22.1 (-C*-CH₃), 21.8 (4x-CH₃).

Dibenzil (2-okso-2-[[**(1R)**-1-feniletıl]amino]etil)ditiyoimidokarbonat (**4n**):

Verim 63.6%, açık sarı yağ, IR (NaCl hücre, ν_{\max} , cm⁻¹): 3371 (N-H), 3085, 3061, 3028, 2973, 2929, 2871, 1667 (C=O), 1574 (C=N), 1502, 1453, 1400, 1376, 1313, 1242, 1211, 1157, 1129, 1071, 1030, 987, 933, 914, 846, 803, 763, 699, 613, 563, 542. ¹H NMR spektrum (CDCl₃, 250 MHz), δ, ppm: 7.32-7.20 (m, 15H, aromatik +1H, N-H, D₂O ile 85 °C ye ısıtılarak değiştirildi), 5.16 (quintet, 1H, benzilik, *J*=7.50 Hz), 4.33 (s, 2H, -CH₂-), 4.24 (d, 2H, -SCH_{asyn}-, *J*=15.01 Hz), 4.18 (d, 2H, -SCH_{bsyn}-, *J*=15.01 Hz, *syn*), 4.02 (d, 2H, -SCH_{aanti}-, *J*=20.01 Hz), 3.93 (d, 2H, -SCH_{banti}-, *J*=20.01 Hz), 1.40 (d, 3H, -C*-CH₃, *J*=7.50 Hz). ¹³C NMR spektrum (CDCl₃, 62.9 MHz, δ (ppm): 168.9 (C=O), 160.6 (C=N), 143.2, 136.2, 135.5, 129.0(2C), 128.8(2C), 128.7(2C), 128.6(2C), 128.4(2C), 127.8, 127.5, 127.2, 126.0(2C) (18xC aromatik), 55.4 (-CH₂-), 48.2 (-CH-, benzilik), 36.8 (-SCH₂-, *syn*), 36.0 (-SCH₂-, *anti*), 22.0 (-C*-CH₃).

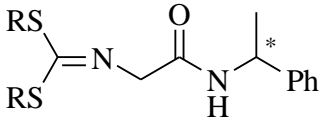
4. SONUÇ

Bu çalışmada 14 adet kiral yapıda yeni dialkil (2-okso-2-[[**(1S)**-1-feniletıl]amino]etil)ditiyoimidokarbonat ve (2-okso-2-[[**(1R)**-1-feniletıl]amino]etil)ditiyoimidokarbonat bileşiği (**4a-n**)

Azometin Yilür Çekirdeği İçeren Yeni Kiral Bileşiklerin

sentezlenmiştir. Bu bileşiklerin yapıları farklı spektroskopik yöntemle (IR, ^1H NMR, ^{13}C NMR ve COSY NMR) kullanılarak karakterize edilmiştir. Sentezlenen bileşiklerin (**4a-n**) ^1H NMR ve ^{13}C NMR spektrum verileri Tablo 2 de irdelenmiştir.

Tablo 2. Bileşik **4a-n** ^1H NMR ve ^{13}C NMR spektrum verileri

 R: Me, Et, Pr, i Pr, Bu, i Bu, Bn						
Bileşik	^1H NMR		^{13}C NMR			
	Benz. (C*H)	-CH ₂ -	C=O	C=N	Benz. (C*)	-CH ₂ -
4a	5.20 (quintet, 1H, benzilik)	3.99 (d, 1H, -CH _a -), 3.91 (d, 1H, -CH _b -)	169.2	162.7	48.3	55.0
4b	5.19 (quintet, 1H, benzilik)	4.01 (d, 1H, -CH _a -), 3.92 (d, 1H, -CH _b -)	169.3	161.4	48.4	55.2
4c	5.20 (quintet, 1H, benzilik)	4.01 (d, 1H, -CH _a -), 3.93 (d, 1H, -CH _b -)	169.4	161.7	48.4	55.2
4d	5.18 (quintet, 1H, benzilik)	4.02 (d, 1H, -CH _a -), 3.94 (d, 1H, -CH _b -)	169.4	161.2	48.5	55.5
4e	5.20 (quintet, 1H, benzilik)	4.01 (d, 1H, -CH _a -), 3.92 (d, 1H, -CH _b -)	169.4	161.9	48.3	55.2
4f	5.21 (quintet, 1H, benzilik)	4.03 (d, 1H, -CH _a -), 3.94 (d, 1H, -CH _b -)	169.4	162.0	48.3	55.3
4g	5.16 (quintet, 1H, benzilik)	4.33 (s, 2H, -CH ₂ -)	168.9	160.6	48.2	55.4
4h	5.21 (quintet, 1H, benzilik)	3.99 (d, 1H, -CH _a -), 3.91 (d, 1H, -CH _b -)	169.2	162.7	48.3	55.0
4i	5.19 (quintet, 1H, benzilik)	4.00 (d, 1H, -CH _a -), 3.92 (d, 1H, -CH _b -)	169.3	161.5	48.4	55.2
4j	5.20 (quintet, 1H, benzilik)	4.01 (d, 1H, -CH _a -), 3.93 (d, 1H, -CH _b -)	169.4	161.7	48.3	55.2
4k	5.18 (quintet, 1H, benzilik)	4.02 (d, 1H, -CH _a -), 3.94 (d, 1H, -CH _b -)	169.4	161.2	48.4	55.5
4l	5.20 (quintet, 1H, benzilik)	4.01 (d, 1H, -CH _a -), 3.92 (d, 1H, -CH _b -)	169.4	161.9	48.3	55.2
4m	5.21 (quintet, 1H, benzilik)	4.03 (d, 1H, -CH _a -), 3.94 (d, 1H, -CH _b -)	169.4	162.0	48.3	55.3
4n	5.16 (quintet, 1H, benzilik)	4.33 (s, 2H, -CH ₂ -)	168.9	160.6	48.2	55.4

GÜMÜŞ

Bu bileşikler 1,3-dipolar siklokatılma tepkimelerinde 1,3-dipol reaktifi olarak kullanılan azometin yilür çekirdeği içermektedir. Ayrıca sentezlenen azometin yilür bileşikleri substituent olarak kiral bir amit fonksiyonu da içermektedir. Bu çalışmada glisin tuzlarından (1) başlayarak sentezlenen amit türevlerinin (4a-n) kiral yapıda olması onların biyolojik aktivite potansiyellerini artırmaktadır. Ayrıca sentezlenen bileşiklerin yapıları karbon ve hidrojenin yanında kükürt, oksijen ve azot'tan oluşan 5 adet farklı atomu içermesi, bu bileşiklerin heteroatom içeren yeni bileşikleri oluşturma potansiyelini yükseltmektedir.

Ayrıca sentezin üçüncü aşamasında uygun reaksiyon koşulları ve çözücüsünü belirlemek amacıyla bir dizi demene yapılmıştır. Buna göre bu denemeler arasında bu reaksiyon için en uygun çözücü Tetrahidrofuran (THF) ve en uygun sıcaklık 120 °C olarak belirlenmiştir.

Tablo 3. Reaksiyon koşullarının belirlenmesi.

Deney	Çözücü	Sıcaklık (°C)	Verim (%)
1	THF	100	80
2	Hekzan	100	25
3	Toluen	100	47
4	AcCN	100	62
5	THF	120	92
6	Hekzan	120	32
7	Toluen	120	55
8	AcCN	120	67
9	THF	150	85
10	Hekzan	150	35
11	Toluen	150	65
12	AcCN	150	72

Teşekkür

Yunanistan devleti State Scholarships Foundation (IKY) bursu ile 2010-2011 yılında Ioannina Üniversitesi Kimya Bölümünde doktora sonrası deneysel çalışmalar yaptığım danışman hocam Dr. Yiannis Elemes 2014 yılında genç yaşta vefat etmiştir. Bu çalışma Profesör Yiannis Elemes'in anısına ithaf edilmiştir. Bu çalışmada laboratuvar olanaklarından dolayı Artvin Çoruh Üniversitesi Bilim-Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezine ve maddi destekleri nedeniyle Artvin Çoruh Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (AÇÜ-BAP) Koordinatörlüğüne teşekkür ederim. Çalışma 2012.F19.02.23 numaralı proje kapsamında desteklenmiştir.

Kaynaklar

- [1]. Carruthers, W. *Cycloaddition Reactions in Organic Synthesis* (Vol. 8). Pergamon: Oxford, 1990; 274-284.
- [2]. Gothelf, K. V. *Asymmetric metal-catalyzed 1,3-dipolar cycloaddition reactions. Cycloaddition reactions in organic synthesis*. John Wiley & Sons, New York, 2001; 211-245.
- [3]. Huisgen, R. 1,3-Dipolar Cycloadditions. Past and Future, *Angewandte Chemie International Edition*, 1963; 2(10), 565-598.
- [4]. Harwood, L. M., & Vickers, R. J. *Azomethine ylides. Synthetic Applications of 1,3-Dipolar Cycloaddition Chemistry Toward Heterocycles and Natural Products*, Wiley: New York, Chichester. 2002; 169-253.

- [5]. Doğan, Ö., Koyuncu, H., & Kanışkan, Ü. Lewis acid catalyzed 1,3-dipolar cycloaddition reactions of stabilized azomethine ylides. *Turkish Journal of Chemistry*, 2001; 25(3), 365-371.
- [6]. Georgiou, D., Toutountzoglou, V., Muir, K. W., Hadjipavlou-Litina, D., & Elemen, Y. Synthesis of sulfur containing dihydropyrrolo derivatives and their biological evaluation as antioxidants. *Bioorganic & Medicinal Chemistry*, 2012; 20(17), 5103-5109.
- [7]. Oikonomou, K., Georgiou, D., Katsamakas, S., Hadjipavlou Litina, D., & Elemen, Y. Sulfanyl 5H-dihydropyrrole derivatives via 1,3-dipolar cycloaddition, their further chemical manipulation and antioxidant activity. *Arkivoc*, 2015; 16, 214-231.
- [8]. Boukouvala, M. C., Kavallieratos, N. G., Athanassiou, C. G., Losic, D., Hadjarapoglou, L. P., & Elemen, Y. Laboratory evaluation of five novel pyrrole derivatives as grain protectants against *Tribolium confusum* and *Ephestia kuehniella* larvae. *Journal of Pest Science*, 2017, Volume 90, Issue 2, pp 569–585.
- [9]. Ioannou, E., Hirsch, A., & Elemen, Y. Sulfur-containing dihydro-pyrrolo [60] fullerene derivatives via 1,3-dipolar cycloadditions of glycine imine esters to C60. *Tetrahedron*, 2007; 63(30), 7070-7076.
- [10]. Naxakis, G., Sofou, P., & Elemen, Y. Synthesis of Novel 3, 4-Dihydro-2 H-pyrrolo[60]fullerene Derivatives Bearing an Alkylsulfanyl Substituent. *Fullerenes, Nanotubes and Carbon Nanostructures*, Taylor & Francis; 2004; Vol. 12, No. 4, pp. 781–788.
- [11]. Kohn, H., Sawhney, K. N., Bardel, P., Robertson, D. W., & Leander, J. D. Synthesis and anticonvulsant activities of alpha-heterocyclic alpha-acetamido-N-benzylacetamide derivatives. *Journal of Medicinal Chemistry*, 1993; 36(22), 3350-3360.
- [12]. Kohn, H. L., Salomé, C., Park, K. D., & Salomé-Grosjean, E. N-benzylamide substituted derivatives of 2-(acylamido)acetic acid and 2-(acylamido)propionic acids: potent neurological agents. *U.S. Patent and Trademark Office*, Washington, DC; 2015; U.S. Patent No. 8,933,065.
- [13]. King, A. M., Yang, X. F., Wang, Y. Y., Dustrude, E. T., Barbosa, C., Due, M. R., Piekarz, A. D., Wilson, S. M., White, F. A., Salome, C., Cummins, T. R., Khanna, R., Kohn, H., Identification of the Benzyloxyphenyl Pharmacophore: A Structural Unit That Promotes Sodium Channel Slow Inactivation. *ACS Chemical Neuroscience* 2012; 3 (12), 1037-1049.
- [14]. Park, K. D., Yang, X. F., Dustrude, E. T., Wang, Y., Ripsch, M. S., White, F. A., & Kohn, H. Chimeric Agents Derived from the Functionalized Amino Acid, Lacosamide, and the α -Aminoamide, Safinamide: Evaluation of Their Inhibitory Actions on Voltage-Gated Sodium Channels, and Antiseizure and Antinociception Activities and Comparison with Lacosamide and Safinamide. *ACS Chemical Neuroscience*, 2014; 6(2), 316-330.
- [15]. Hoppe, D., Beckmann, L. Selective Monoalkylation and Dialkylation of N-[Bis(Alkylthio)Methylene]Glycine Ethyl-Ester for Synthesis of Higher and Alpha-Branched Alpha-Amino-Acids. *Liebigs Annalen der Chemie* 1979; Issue: 12, p2066-2075.



Au/n-Si Schottky Diyotlarında Termal Tavlama ve Numune Sıcaklığının Akım-Gerilim Karakteristiklerine Etkileri

Nezir YILDIRIM^{1*}, Mücahide GÖNDÜK², İkrâm ORAK³

¹Bingöl Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, 12000, Bingöl, Türkiye,

²Bingöl Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, 12000, Bingöl, Türkiye,

³Bingöl Üniversitesi, Sağlık Hizmetleri Meslek Yüksekokulu, 12000, Bingöl, Türkiye,

Received: 17.03.2017; Accepted: 09.04.2017

Özet: Günümüz elektronik teknolojisinde ve elektronik sanayinde çok fazla kullanılan Schottky kontaklar geniş bir uygulama alanına ve önemli bir yere sahiptir. Bu sebeple bu yapılar oldukça önemlidir ve birçok araştırmanın konusu olmuştur. Diyodun tavlama ve numune sıcaklığıyla karakteristik parametrelerinin değişip değişmediği görmek için diyotların tavlama ve numune sıcaklığına bağlı akım-gerilim karakteristikleri incelendi. Yapılan hesaplamalar sonucunda tavlama yapılmamış diyot için oda sıcaklığında idealite faktörü ve engel yüksekliği I-V ölçümlerinden sırasıyla 1,24 ve 0,77 eV elde edildi. Yine 200°C tavlama yapılmış diyot için oda sıcaklığında idealite faktörü ve engel yüksekliği sırasıyla 1,08 ve 0,76 eV olarak hesaplanmıştır. Buna göre tavlama neticesinde diyot tavlama sıcaklığına bağlı olarak daha kararlı hale geldiği söylenebilir. Bu durum, metal yarıiletken ara yüzeyindeki istenmeyen fazların tavlama sıcaklığına bağlı olarak azaldığının bir kanıtıdır. Au/n-Si/Al Schottky diyotların tavlama yapılmadan önce ve 200°C'de tavlandıktan sonra seri direnç ve engel yüksekliği değerleri Norde Fonksiyonları kullanılarak tüm sıcaklıklar için hesaplandı.

Anahtar Kelimeler: Schottky diyod, Termal tavlama, Engel yüksekliği, Seri Direnç, Norde Fonksiyonları.

The Effects of Thermal Annealing and Sample Temperature on Current-Voltage Characteristics of Au/n-Si/Al Schottky Diodes

Abstract: Schottky contacts that have been used at electronic technology and electronics industry are very important and has a large application field. Because of this, these devices are extremely important and they are popular for many research areas. Current-voltage characteristics that depend on annealing temperature and the sample temperature parameters of the diode were investigated. Ideality factor and barrier height at 1.24 and 0.77 eV respectively were obtained from I-V measurements for as-deposited sample at room temperature. Likewise, the calculations from I-V measurements for 200°C annealed sample were obtained ideality factor and barrier height at 1.08 and 0.76 eV at room temperature respectively. As a result of this, annealing diode will become more stable. This result confirms that unwanted phases decrease depend on annealing temperature. Using Norde Function, series resistance and barrier height values were calculated for as-deposited and annealed Au/n-Si/Al Schottky diodes at 200°C.

Keywords: Schottky diode, Thermal annealing, Barrier height, Series Resistance, Norde Functions.

1. GİRİŞ

Schottky diyotlar, günümüzde yarıiletken tabanlı elektronik teknolojisinin vazgeçilmez öğeleri haline gelmişlerdir. Bu aygıtların en yaygın kullanım alanları mikrodalga diyotlar, alan etkili transistörler (FET's), güneş pilleri, fotodedektörler, MESFET ve MOSFET olarak sayılabilir. Bu alanda yaklaşık

* Corresponding author. Email address: nyildirim@bingol.edu.tr

yarım yüzyıldır yapılan çalışmalar sayesinde büyük ilerlemeler kaydedilmesine rağmen hala bu diyotların çalışma mekanizması ve elektronik doğası hakkında birçok soru işareti bulunmaktadır. Schottky diyotlardan maksimum verim elde edebilmek için özellikle diyotların elektronik karakteristiklerini etkileyen gerek fabrikasyon aşamasından kaynaklanan, gerekse de kullanılan metal ve yarıiletkenlerin asal özelliklerinden kaynaklanan tüm etkiler ayrı birer araştırma konusu olmuştur. Oluşturulmalarının kolay olması ve karakteristiklerinin bilinmesi nedeni ile Schottky diyotlarının önemi, her geçen gün daha da artmaya devam etmektedir. Metal-yarıiletken Schottky kontaklar; teknoloji, sanayi ve elektronik devre elemanları endüstrisinde önemli bir yere sahiptir. Schottky diyotlar, teknolojik alanda, anahtarlama devreleri, güneş pilleri, yarıiletken dedektör uygulamaları, mikrodalga devre elemanları, modülatör gibi birçok alanda kullanılmaktadır [1-5].

İlk metal-yarıiletken yapı, nokta kontak diyotlardır. Bu yapılar yarıiletken malzemenin yüzeyine ince sivriltilmiş bir telin temas haline getirilmesiyle elde edilmiştir. Nokta kontak diyotların gelişmiş hali Schottky kontak olarak adlandırılmaktadır. Bu yapılar, eklem alanı üzerinde daha homojen kontak potansiyeli ve akım dağılımı elde etmek için yarıiletken yüzeyine sınırlı alanlarda metal buharlaştırılarak oluşturulan düzlemsel kontaklardır. Metal-yarıiletken kontakların elektriksel özelliklerinden yeterli derecede faydalanmak için karakteristiklerinin iyi bilinmesi gereklidir. İlk olarak metal-yarıiletken doğrultucular, detektör olarak kullanılmıştır ve zamanla mikrodalga radarlarının gelişmesi ile nokta kontak diyotların yeniden önemi artmaya başladı. Nokta kontak diyotları, en çok frekans dönüştürücüsü olarak ve mikrodalga detektör diyotu olarak kullanıldı. Metal-yarıiletken doğrultucuların, yükseltmesinin düşük olması nedeni ile yerini, vakum tüplerine terk etti. Uzun müddet sadece mikrodalga ölçümlerinde kullanıldı [6-7].

Schottky, yaptığı çalışmalarla Schottky engelini silisyum transistörle birleştirerek, Schottky engel kapılı metal-yarıiletken alan etkili transistörü bulmuştur. Chandra ve ark. Metal-yarıiletken yapıların karakteristikleri, daha sonra yapılan araştırmalarda sıcaklığın fonksiyonu olarak ölçülmüş ve bu yapılar sıcaklığın tayininde kullanılmışlardır [8].

Metal-yarıiletken doğrultucu kontak ve omik kontakların teorik açıklaması, bu yapıların pratikte uygulamalarından çok sonradır. Ayrıca bu yapılarda yüzey hallerindeki elektronların net yükünden ve ters işaretli uzay yükünden dolayı bir dipol tabakası oluşabileceği gösterilmiştir. Batı, Schottky engel yüksekliğinin metalin iş fonksiyonuna, arayüzey hallerine ve arayüzey tabaka kalınlığına bağlılığını incelemiştir [9]. Si yarıiletkeni üzerine yapılan çalışmalar, Si-metal kontaklar üzerine kullanışlı bilgileri bilim adamlarının hizmetine sunmuştur. Kontak özelliklerinin yeniden oluşturulabilmesi ve bu özelliklerin kararlılığı, yüksek kalitede Schottky diyotların üretilmesine imkan sağlamaktadır. Seçilen malzemeyle birlikte üretimde kullanılan metodun da diyot performansı açısından önemi büyüktür [10].

Bu çalışmadaki amacımız, metal-yarıiletken (Schottky) kontakların elektriksel karakteristiklerini termal tavlama ve numune sıcaklığına bağlı incelemektir. Bir Schottky kontakın karakteristik parametrelerinden olan idealite faktörü, engel yüksekliği ile Norde fonksiyonlarından engel yüksekliği ve seri direnç değerlerini elde etmektir.

2. MATERYAL ve METOD

2.1 Numunenin Temizlenmesi ve Kontak için Hazır Hale Getirilmesi

Schottky diyotlar, 400µm kalınlıkta, [100] doğrultusunda büyütülmüş, donör konsantrasyonu $2,5 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ olan ve iki yüzü parlatılmış n-Si kristalleri kullanılarak yaklaşık 1,5 mm çapında Au/n-Si/Al Metal-yarıiletken/metal kontak Schottky diyot (SD) numuneler elde edildi. Numunenin her iki yüzünün parlatılmış olmasından dolayı, yüzeylerde herhangi bir mekanik temizlemeye ihtiyaç duyulmadı. Ayrıca

numunenin yüzeyinin organik ve mekanik kirlilerden arındırılması elde edilecek sonuçların güvenilir olabilmesi için oldukça önemlidir [11]. İdeal ve kaliteli bir diyot yapılabilmesi için kontak haline getirilecek maddelerin yüzeylerinin çok iyi bir şekilde temiz, parlak, oksitsiz ve pürüzsüz, organik ve ağır metal kirliliklerden arındırılmış olmalarının önemi büyüktür. Bu parçaların kimyasal olarak temizlenmesinde RCA1 ve RCA2 prosedürleri takip edildi [12-13].

Buharlaştırmada kullanılan Al metali, kullanılmadan önce metanol de 5 dakika ve kullanılan ısıtıcılar kullanılmadan önce H₂O+HCl (10:1) 5 dakika ultrasonik olarak yıkandı [14-15]. Buharlaştırma işleminden önce buharlaştırma cihazının temizliği yapıldı. Omik kontak yapılırken buharlaştırma işleminden sonra numune tavlanaacağı için, tavlama işlemi sırasında numune fırın içine konulurken kullanılan kuartz potada asetonla ve metanolla 5 dakika ultrasonik olarak yıkandı. Kimyasal olarak temizlenen ve omik kontak yapımı için kullanılacak olan Al metali, molibden ısıtıcının üzerine yerleştirilerek, vakum ortamında eritildi ve 10⁻⁵ torr basınçta Si diliminin bir yüzeyine termal olarak buharlaştırıldı. Vakum ortamından alınan numune kontakın homojen olması ve yarıiletkenin içine nüfuz etmesi için buharlaştırma işleminden sonra numune N₂ ortamında 570⁰C'de 3 dakika tavlama fırınında tavlanaarak omik kontak elde edildi. Omik kontak işleminden hemen sonra Schottky kontak yapmak için Au metali molibden ısıtıcıya yerleştirildi, termal buharlaştırma ile Si wafer in diğer yüzeyine yaklaşık 1,5 mm çapında Schottky kontaklar yapıldı. Sonuç olarak Au/n-Si/Al Metal-yarıiletken/metal kontak (Schottky diyot) numuneler elde edildi. Sıcaklığa bağlı I-V ölçümleri; 20-450 K aralığında Lake Shore 331 model sıcaklık kontrol ünitesi ile Leybold Heraeus kapalı-devre helyum kryostat ve Keithley 487 Picoammeter/Voltage kaynağı kullanılarak 60-400 K aralığında 20 K'lik basamaklarla karanlıkta alınmıştır.

Üretilen Schottky diyotların tavlandıktan önce ve 200⁰C sıcaklığında 2 dakika tavlandıktan sonra oda sıcaklığında akım gerilim ölçümleri alındı. Sıcaklığa bağlı ölçümler 60-400K aralığında 20 K'lik basamaklarla ölçülmüştür. I-V ölçümlerinden diyodun karakteristik parametreleri olan idealite faktörü (*n*) ve engel yüksekliği (Φ_b) değerleri elde edildi.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1. Akım-voltaj karakteristikleri

Diyodun idealite faktörünün hesaplanmasında deneysel I-V ölçümleri termiyonik emisyon (TE) teorisi ile analiz edilebilir ($V \geq 3kT/q$) [3,7,9]

$$I = I_0 \exp\left[\frac{q(V - IR_s)}{nkT}\right] \quad (1)$$

Burada, I_0 doyma akım yoğunluğu

$$I_0 = AA^*T^2 \exp\left(-\frac{q\Phi_{b0}}{kT}\right) \quad (2)$$

şeklinde tanımlanır. Burada A diyot alanı, A^* Richardson sabiti olup n-tipi Si için $A^*=112 \text{ A/K}^2\text{cm}^2$, T Kelvin olarak sıcaklık, k Boltzmann sabiti, q elektronun yükü ve Φ_{b0} sıfır gerilimde engel yüksekliği olarak tanımlanmıştır. R_s seri direnç ve IR_s seri dirençten dolayı diyodun voltaj düşmesidir. İdealite faktörü n termiyonik emisyon teorisindeki akım taşıma mekanizmasına göre hesaplanır.

$$n = \frac{q}{kT} \left(\frac{dV}{d \ln I} \right) \quad (3)$$

İdealite faktörü, diyodun ideal özelliklerden sapmasını gösteren boyutsuz bir parametredir. İdeal bir diyot için bu faktör yaklaşık olarak 1'e eşit olmalı. Grafiklerin doğru beslem bölgesindeki lineer kısmına fit edilmesiyle elde edilen doğrunun eğimi ve düşey eksenini kestiği noktadan doyma akımı yardımıyla termiyonik emisyon teorisinden idealite faktörleri ve engel yükseklikleri elde edilir. $\ln I-V$ grafiğinin doğrusal kısmına fit edilen doğrunun $V=0$ 'da düşey eksenini kestiği nokta I_0 doyma akımını verir. (2) ifadesindeki I_0 doyma akımı

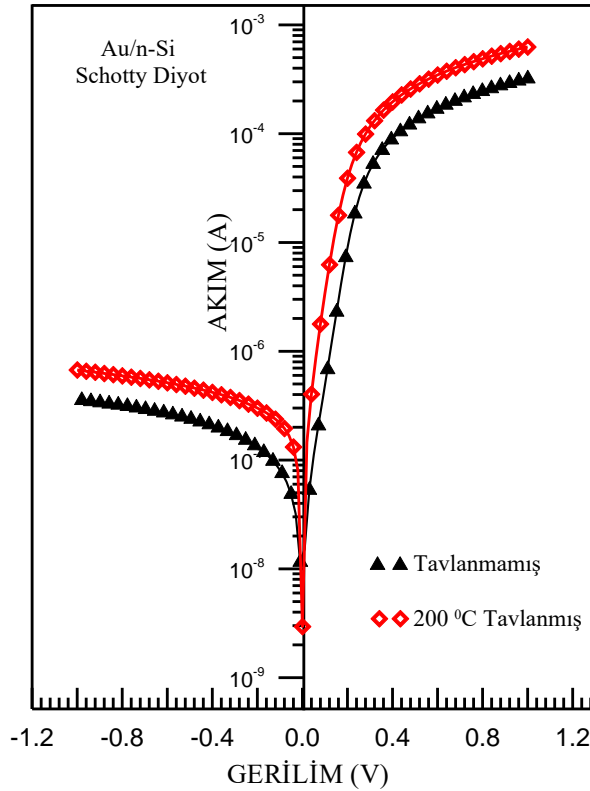
$$I_0 = AA^* T^2 \exp\left(\frac{-q\Phi_b}{kT}\right) \quad (4)$$

şeklinde verilmektedir. (4) eşitliğinin her iki tarafının tabii logaritması alınarak, Φ_b 'ye göre çözümlerse

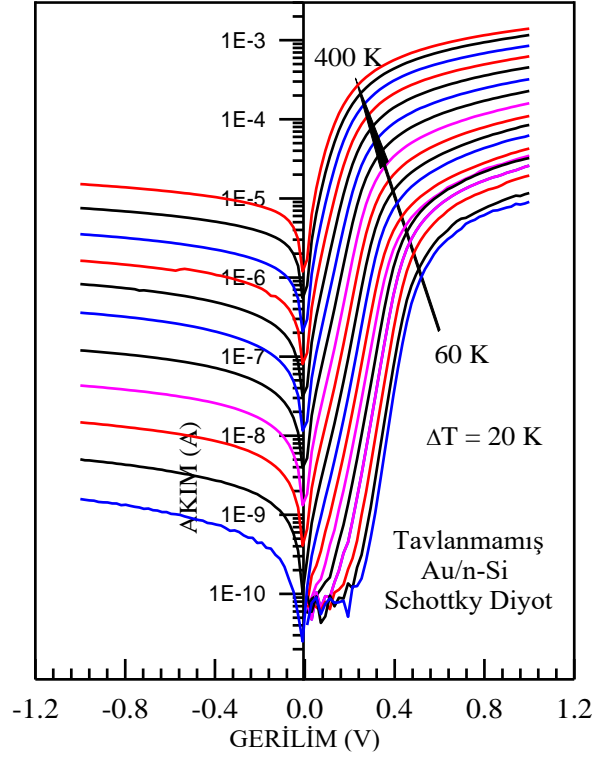
$$\Phi_b = \frac{kT}{q} \ln\left(\frac{AA^* T^2}{I_0}\right) \quad (5)$$

olarak engel yüksekliği ifadesi elde edilir. Bulunan bu değerler ve diğer sabit veriler (3) ve (5) denklemlerinde yerine yazılarak idealite faktörü ve engel yüksekliği hesaplanır.

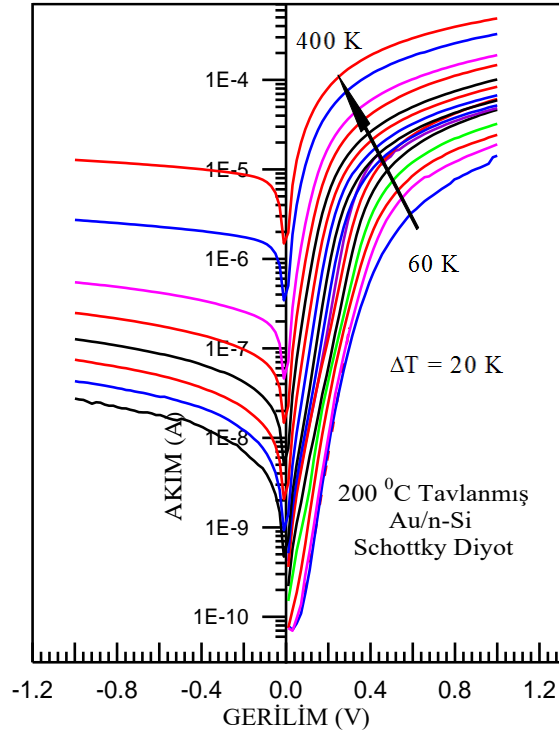
Şekil 1'de Akım-Voltaj ölçümlerinden elde edilen veriler kullanılarak bir adet tavlınmamış ve 200 °C'ye tavlınmış diyodun oda sıcaklığında yarı logaritmik akım-gerilim grafiği verilmiştir. Tavlınmamış diyot için 300 K'de idealite faktörü ve engel yüksekliği I-V ölçümlerinden 1,24 ve 0,77 eV, 200°C Tavlınmış diyot için 1,08 ve 0,76 eV olarak sırasıyla hesaplanmıştır. Bulunan bu değerler Nuhoğlu ve ark. elde ettikleri sonuçlarla uyum içindedir [17]. Diyodun 200°C'de tavlınmasıyla karakteristiklerinde fazla bir değişiklik gözlenmemiştir.



Şekil 1. (Online color) Tavlınmamış ve 200°C'de tavlınmış Au/n-Si Schottky diyodun oda sıcaklığında (300 K) $\ln I-V$ grafiği

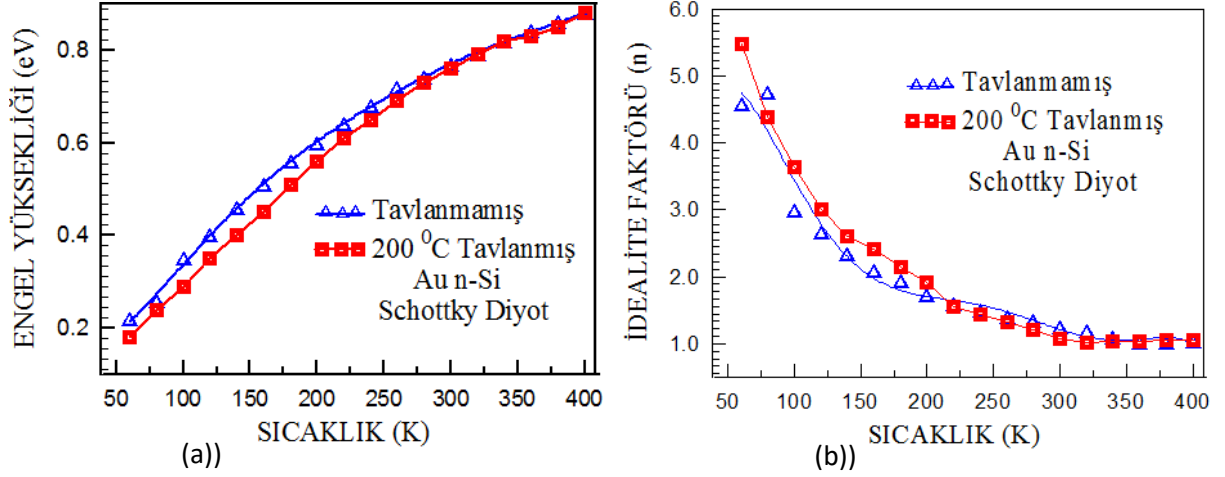


Şekil 2. (Online color) Tavlanmamış Au/n-Si Schottky diyodun sıcaklığa bağlı $\ln I$ -V grafiği



Şekil 3. (Online color) 200⁰C'de tavlanmış Au/n-Si Schottky diyodun sıcaklığa bağlı $\ln I$ -V grafiği

Au/n-Si Schottky Diyotlarında Termal Tavlama



Şekil 4. (Online color) Schottky diyodun sıcaklığa bağlı I - V ölçümlerinden elde edilen tavlansız ve 200°C 'de tavlansız diyodun a) Sıcaklık- Engel Yüksekliği grafiği, b). Sıcaklık- İdealite Faktörü grafiği,

Tablo 1. Tavlansız ve 200°C'ye tavlansız Au/n-Si/Al Schottky diyodun 60-400 K sıcaklık aralığında TE teorisine göre hesaplanan idealite faktörü ve engel yüksekliği

Sıcaklık (K)	Tavlansız		200°C'ye Tavlansız	
	Engel Yüksekliği (eV)	İdealite Faktörü (n)	Engel Yüksekliği (eV)	İdealite Faktörü (n)
60	0,22	4,57	0,18	5,48
80	0,26	4,75	0,24	4,38
100	0,35	2,99	0,29	3,63
120	0,40	2,67	0,35	3,01
140	0,46	2,34	0,40	2,60
160	0,51	2,08	0,45	2,41
180	0,56	1,93	0,51	2,14
200	0,60	1,72	0,56	1,91
220	0,64	1,60	0,61	1,56
240	0,68	1,49	0,65	1,43
260	0,72	1,40	0,69	1,33
280	0,74	1,34	0,73	1,20
300	0,77	1,24	0,76	1,08
320	0,79	1,19	0,79	1,02
340	0,82	1,10	0,82	1,04
360	0,84	1,02	0,83	1,04
380	0,86	1,02	0,85	1,05
400	0,88	1,04	0,88	1,05

Diyodun tavlama ve numune sıcaklığıyla karakteristik parametrelerinin değişimini görmek için diyotların sıcaklığa bağlı akım-gerilim karakteristikleri incelenmelidir.

Tavlammamış ve 200⁰C'ye tavllanmış Al/n-Si Schottky diyotların tavlamaya ve numune sıcaklığına bağlı $\ln I-V$ grafikleri Şekil 2 ve Şekil 3'de verilmiştir. Schottky diyodun sıcaklığa bağlı $I-V$ ölçümlerinden elde edilen ve Tablo 1'deki veriler kullanılarak çizilen sıcaklığa bağlı tavlammamış ve 200⁰C 'de tavllanmış numunenin engel yüksekliği ile idealite faktörü grafikleri Şekil 4'de görülmektedir. İdealite faktörü değerlerinin artan numune sıcaklığı ile azaldığı tavlammamış ve 200⁰C tavllanmış numuneler için değerler Tablo 1'de görülmektedir. Tablo 1 engel yükseklikleri açısından incelendiğinde numune sıcaklığına bağlı olarak engel yüksekliğinin azalan numune sıcaklığı ile azaldığı görülmektedir. Buna göre tavlama neticesinde diyot tavlama sıcaklığına bağlı olarak daha kararlı hale gelmiştir. Bu durum, metal yarıiletken arayüzeyindeki istenmeyen fazların tavlama sıcaklığına bağlı olarak azaldığının kanıtıdır [18].

3.2. Norde Modeli Yardımı ile Engel Yüksekliği ve Seri Direncin Hesaplanması

Norde, engel yüksekliği hesabı ve seri direncin hesaplanmasında yeni bir metot ileri sürmüştür [19]. Modifiye edilmiş Norde fonksiyonu şöyle yazılabilir.

$$F(V) = \frac{V_0}{\gamma} - \frac{kT}{q} \ln \left(\frac{I(V)}{AA^*T^2} \right) \quad (6)$$

fonksiyonu kullanılarak Schottky diyotların akım-gerilim karakteristikleri gösterildi. $F(V)$ fonksiyonunun minimum noktası düşünüldüğünde, minimum V_0 voltajına karşılık gelen $F(V_0)$ değeri kullanılarak engel yüksekliği;

$$\Phi_b = F(V_0) + \frac{V_0}{\gamma} - \frac{kT}{q} \quad (7)$$

formülünden elde edilir. Seri direnç değeri V_0 'a karşılık gelen I_0 değeri kullanılarak;

$$R_s = \frac{kT}{q} \frac{(\gamma - n)}{I_0} \quad (8)$$

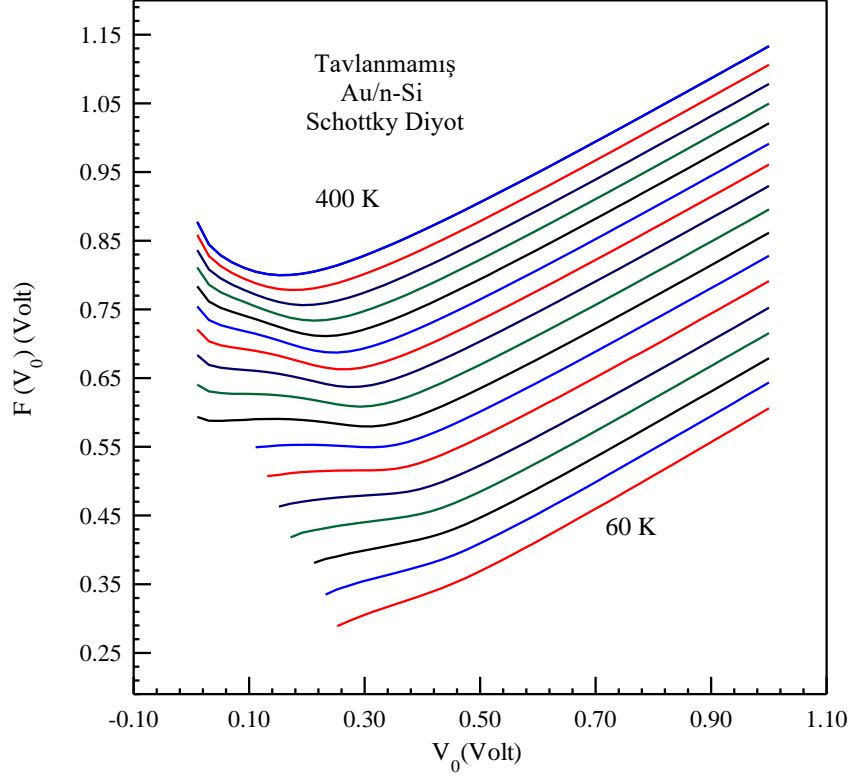
şeklinde elde edilir. Burada γ ifadesi n değerinden büyük olan ilk tam sayıdır. I_0 ise V potansiyelinin minimum olduğu akım değeridir. Norde'nin kullandığı bu model, ideal durumlar ve seri direncin küçük olduğu durumlar için geçerli olup, ideal olmayan durumlar için Norde fonksiyonu geliştirilerek Shottky diyotun $I-V$ ölçümünden elde edilen n değerinin $1 < n < \gamma$ (γ keyfi bir sayı) olması durumunda R_s ve engel yüksekliğinin belirlenmesini mümkün kılacaktır. Norde fonksiyonunun düzenlenmiş bir modelini ileri sürdüler. [20-21]. Norde fonksiyonları $\ln I-V$ karakteristiklerinin doğru beslem kısmının tümüne uygulanmaktadır. Aynı zamanda seri direncin değeri, daha yüksek idealite faktörü değerleri için daha yüksek olabilir. Bu da seri direncin imal ettiğimiz diyot için akım limitleyici bir etken olduğunu gösterir. (7) ve (8) denklemlerinden tavlammamış ve 200⁰C'ye tavllanmış Au/n-Si Schottky diyotun 60-400 K sıcaklık aralığında Norde Fonksiyonlarından elde edilen engel yüksekliği ve seri direnç değerleri Tablo 2 'de verilmiştir.

Au/n-Si Schottky Diyotlarında Termal Tavlama

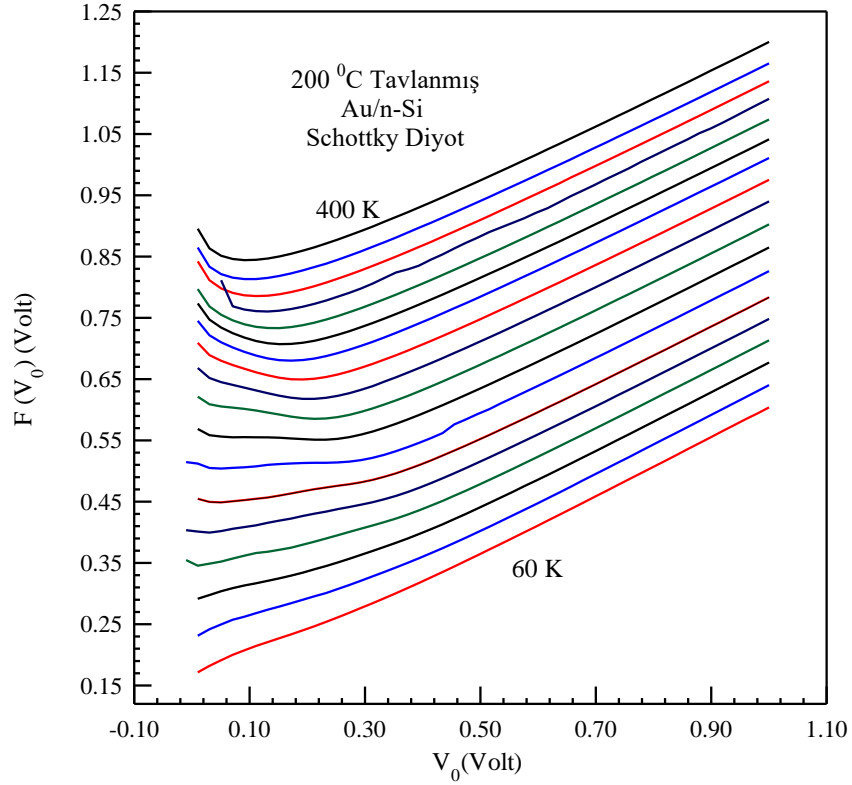
Tablo 2. Tavlanmamış ve 200°C'ye tavlanmış Au/n-Si/Al Schottky diyotun 60-400 K sıcaklık aralığında Norde Fonksiyonlarından hesaplanan engel yüksekliği ve seri direnç değerleri.

Sıcaklık (K)	Tavlanmamış		200°C'ye Tavlanmış	
	Engel Yüksekliği (eV)	Seri Direnç (Ω)	Engel Yüksekliği (eV)	Seri Direnç (Ω)
60	0,21	4,20E+07	0,24	1,47E+07
80	0,31	3,32E+07	0,31	7,88E+06
100	0,36	1,08E+06	0,36	2,28E+06
120	0,52	4,04E+06	0,42	1,76E+06
140	0,56	3,07E+06	0,5	2,77E+05
160	0,61	8,86E+05	0,53	1,21E+05
180	0,63	6,17E+05	0,60	5,13E+04
200	0,71	2,74E+03	0,64	1,74E+03
220	0,73	2,98E+03	0,67	8,05E+03
240	0,75	2,95E+03	0,70	5,60E+03
260	0,77	1,59E+03	0,72	5,84E+03
280	0,78	1,26E+03	0,74	6,01E+03
300	0,80	1,07E+03	0,75	5,24E+03
320	0,81	8,30E+02	0,78	2,96E+03
340	0,82	6,94E+02	0,79	2,38E+03
360	0,83	5,74E+02	0,81	1,88E+03
380	0,84	4,42E+02	0,82	1,62E+03
400	0,86	2,81E+02	0,85	1,17E+03

Metal-yarıiletken doğrultucu kontakların seri dirençleri ne kadar düşük olursa diyot kalitesi de aynı oranda artar. Au/n-Si Schottky diyotların tavlanmadan önce ve 200 °C'de tavlandıktan sonra seri direnç ve engel yüksekliği değerleri modifiye Norde Fonksiyonları kullanılarak tüm sıcaklıklar için çizilen $F(V)$ - V grafikleri grafikleri Şekil 5 ve Şekil 6'da verilmektedir. Üretilen Au/n-Si Schottky diyotun 320 K sıcaklıkta, Tavlanmamış ve 200°C'de tavlandıktan sonra seri direnç değerleri Norde Fonksiyonları kullanılarak sırasıyla 83 kΩ ve 296 kΩ şeklinde elde edilmiştir. Tablo 2 seri direnç açısından incelendiğinde azalan numune sıcaklığı ile seri direnç değerinin artmasına karşılık tavlama sıcaklığına göre seri dirençte önemli bir değişiklik olmamıştır. Norde fonksiyonlarından 300 K sıcaklıkta tavlanmamış numune için engel yüksekliği 0,80 eV, I - V ölçümlerinden 0,77 eV olarak elde edildi. Yine 200°C tavlanmış numune için Norde fonksiyonlarından aynı sıcaklıkta engel yüksekliği 0,75 eV, I - V ölçümlerinden 0,76 eV olarak elde edildi.



Şekil 5. (Online color) Tavlanmamış Au/n-Si diyodun ölçülen tüm sıcaklıklar için Norde Fonksiyonlarından elde edilen $F(V)$ - V grafikleri.



Şekil 6. (Online color) 200°C Tavlanmış Au/n-Si diyodun ölçülen tüm sıcaklıklar için Norde Fonksiyonlarından elde edilen $F(V)$ - V grafikleri.

4. SONUÇLAR

Bu çalışmada, tavlama ve numune sıcaklığına bağlı olarak, elde edilen aygıtın elektriksel karakterizasyonunda yaptığı değişiklikler incelenmiştir. Metal-yarıiletken arayüzeyinde düşük sıcaklıklarda elektronlar düşük engeli tercih eder. Yani, sıcaklık ve uygulama voltajı arttıkça daha fazla elektron yüksek engeli aşabilecek enerjiye sahip olabileceklerdir. Ayrıca, arayüzey yüklerinin düzgün dağılmaması ve inhomojenlik gibi bazı nedenlerden dolayı, düşük sıcaklıklarda idealite faktörünün arttığı ve engel yüksekliğinin azaldığı görülmektedir [8,15]. Düşük voltajlarda yarı logaritmik ölçüde Schottky diyotların akım-gerilim karakteristikleri lineerdir. Fakat seri direnç (R_S), arayüzey tabakası ve arayüzey durumları gibi parametrelerin etkisinden dolayı, yüksek voltajlarda metal-yarıiletken doğrultucu kontakların akım-gerilim karakteristiklerinde beklenen değerden bir sapma gözlenir [22]. Yani lineer olması beklenen akım-gerilim karakteristiği yüksek voltajlarda parabolik bir değişim gösterir. Tavlama neticesinde diyotun önemli bir karakteristiği olan idealite faktörü 1 değerine yaklaştığı görülmektedir [23]. Bu durum, metal-yarıiletken arayüzeyindeki istenmeyen durumların tavlama sıcaklığına bağlı olarak azaldığını göstermektedir. Nuhoğlu, imal ettikleri Au/n-Si/Al Schottky diyodu için, tavlama sıcaklığı 750°C 'ye ulaşana kadar doğrultucu özelliğini koruduğunu, ancak bu özelliklerin 750°C 'nin üzerindeki tavlama sıcaklıklarında bozulduğunu ve 800°C 'de neredeyse ohmik hale geldiğini rapor etti [17].

KAYNAKLAR

- [1] Türüt, A., Batı, B., Kökçe, A., Sağlam, M. and Yalçın, N., The bias-dependence change of barrier height of Schottky diodes under forward bias by including the series resistance effect, Phys. Scripta 1996; 53 (1); 118-122.
- [2] Bardeen, J., Surface states and rectification at a metal semi-conductor contact, Phys. Rev. 1947; 71; 717-727.
- [3] Sze, S. M., Physics of Semiconductor Devices, 2nd Ed. John Wiley & Sons. 1981.
- [4] Ziel, A. V., Solid State Physical Electronics, 2nd Ed. Prentice-Hall, Inc., 1968.
- [5] Aboelfotoh, M.O., Temperature dependence of the Schottky-barrier height of tungsten on n-type and p-type silicon, Solid State Electronics, 1991; 34 (1); 51-55.
- [6] Quat, V.T. and Nicolet M.A., Electron Trapping in Neutron- Irradiated Silicon Studied by Space- Charge- Limited Current, Journal of Applied Physics, 1972; 43 (6) 2755.
- [7] Rideout, V.L., A review of the theory, technology and applications of metal-semiconductor rectifiers, Thin Solid Films, 1978; 48(3); 261-291,
- [8] Chandra, M. M., Parsad, M., Realizing linear voltage temperature characteristics for forward biased diodes, Journal of Physics D-Applied Physics, 1986; 19 (1); 89-93.
- [9] Batı, B., Al-Sb/n-Si/Cu Schottky Diyotlarında Seri Direncin I-V ve C -V Karakteristiklerine Etkileri. Y.Y Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Van, 1993.
- [10] Korkut, H., Yildirim, N., Turut, A., Temperature-dependent current-voltage characteristics of Cr/n-GaAs Schottky diodes, Microelectronic Engineering, 2009; 86 (1); 111-116.
- [11] Morita, M., Ohmi, T., Hasegawa, M., Kawakami, M. and Ohwada, M., Growth of native oxide on a silicon surface, Journal of Applied Physics, 1990; 68 (3); 1272.
- [12] Çetinkara, H.A., Sağlam, M., Türüt, A. and Yalçın, N., The effects of the time-dependent and exposure time to air on Au/epilayer n-Si Schottky diodes, The European Physical Journal Applied Physics 1999; 6 (1); 89-94.
- [13] Ayyıldız, E., Temirci, C., Batı, B., Türüt, A., The effect of series resistance on calculation of the interface state density distribution in Schottky diodes, International Journal of Electronics, 2001; 88 (6); 625-633.

- [14] Raychaudhuri, R., and Chattopadhyay, P., Energy distribution of interface state charge density in Cu-nSi Schottky diode with thin interfacial oxide layer, *Applied Surface Science*, 1994; 78 (3); 233-238.
- [15] Türüt, A., Tüzemen, S., Yıldırım, M., Abay, B. and Sağlam, M., Barrier height enhancement by annealing Cr Ni Co alloy Schottky contacts on LEC GaAs, *Solid-state electronics*, 1992; 35 (10); 1423-1426.
- [16] [16] Werner, J. H. and Rau, U., *Springer Series in Electronics and Photonics*, Vol.32 Edited by J.F. Luy and P.Russer (Springer, Berlin 1994).
- [17] Nuhoglu, Ç., Gülen, Y., The effect of high temperature annealing on Schottky diode characteristics of Au/n-Si contacts, *Vacuum*, 2010; 84 (6); 812–816.
- [18] Yıldırım, N., Saçtırma Yöntemiyle Hazırlanan Ni/n-GaAs Schottky Engel Diyotların Karakteristik Parametrelerinin Tavlama ve Numune Sıcaklığına Bağlı Değişimleri, Atatürk Ü. Fen Bil. Ens. Doktora Tezi, 2009.
- [19] Norde, H., A modified forward I-V plot for schottky diodes with high series resistance, *Journal of Applied Physics*, 1979; 50, 5052.
- [20] Bohlin, K. E., Generalized Norde plot including determination of the ideality factor, *Journal of Applied Physics*, 1986; 60(3); 1223.
- [21] Cibils, R. M., Buitrago, R. H., Forward I-V Plot for Nonideal Schottky Diodes with High Series Resistance, *J. Appl. Phys.*, 1958; 58; 1075.
- [22] Orak, İ., Ejderha, K., Sönmez, E., Alanyalıoğlu, M., Turut, A., The effect of annealing temperature on the electrical characterization of Co/n type GaP Schottky diode, *Materials Research Bulletin* 2015; 61; 463-468.
- [23] Aydın, M. E., Gullu, O., Yildirim, N., Temperature dependence of current–voltage characteristics of Sn/p-Si Schottky contacts, *Physica B-Condensed Matter*, 2008; 403 (1); 131-138.



<http://dx.doi.org/10.17776/cumuscij.289050>

Investigation of Magneto-Impedance Effect of Bilayer Iron Films

Ercüment YUZUAK^{1*}, Gizem DURAK YUZUAK²

¹Department of Material Science and Nanotechnology Engineering, Faculty of Engineering, Recep Tayyip Erdogan University, 53100 Rize, Turkey

²Department of Engineering Physics, Faculty of Engineering, Ankara University, 06100 Besevler, Ankara, Turkey

Received: 31.01.2017; Accepted: 23.02.2017

Abstract. Magnetoimpedance (MI) cell was fabricated using a non-magnetic layer among magnetic bilayer (Fe/Cu/Fe) on the glass substrate has been studied by using electron microscopy, X-ray diffraction, magnetic and magnetoimpedance measurements. In order to observe MI effect, frequency dependence of impedance measurements has performed under applying static low magnetic fields. The impedance value of the cells has been characterized by using constant 4 mA AC current source at frequencies 1 - 25 MHz and DC magnetic fields (-25 to 25 Oe). Double peak responses have been obtained, showing MI ratios up to % 35 and its sensitivity is around 23.7 %/Oe. For future sensing applications, this material is made a promising candidate for giant magnetoimpedance effect with the range of low price and relatively high sensitivity features.

Keywords: Fe multilayers films, Magnetoimpedance, Sensing element

Çift Katmanlı Demir Filmlerin Manyeto-Empedans Etkilerinin İncelenmesi

Özet. Cam zemin üzerinde manyetik çift katmanlı arasında manyetik olmayan bir tabaka kullanılarak (Fe/Cu/Fe) üretilen manyeto-empedans hücre (ME) elektron mikroskobu, X-ışını kırınımı, manyetik ve manyeto-empedans ölçümleri yapılarak incelenmiştir. ME etkisini gözlemlemek için frekansa bağlı empedans ölçümleri statik düşük manyetik alan altında yapılmıştır. Hücrelerin empedans değeri, 1 - 25 MHz frekans aralığında ve DC manyetik alanda (-25 - 25 Oe) sabit 4 mA AC akım kaynağı kullanılarak karakterize edilmiştir. Çift tepe tepkileri elde edilerek, ME etkisi % 35'e ve duyarlılığı 23.7 %/Oe'e kadar çıkarılmıştır. Gelecekteki sensör uygulamaları için bu malzeme, düşük fiyat aralığında ve kıyasla yüksek hassasiyet özelliklerine sahip dev manyeto-empedans etkisi gösterdiğinden dolayı umut verici bir aday haline getirilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Demir çok katmanlı filmler, Manyetoempedans, Sensör element

1. INTRODUCTION

The giant magneto-impedance (GMI) effect is caused a huge change in the electrical impedance of materials with soft magnetic features through applying low direct current (dc) magnetic field. Since its discovery in 1994, the research involving GMI effect sensors has become one of the focus points for potential applications especially in the range of ultra low magnetic fields [1]. Due to its high coherent in which it is located, high stability and reversibility, magnetic sensors based on GMI are currently being used in many applications such as satellite communication technology, high density recording apparatus, high-tech target detections, tracking systems, non-destructive inspection and magnetic marking applications, bio-magnetic measurements [2-6]. A straightforward physical phenomenon which is called the magnetoimpedance is utilized under using of many of these areas. Magnetic sensors perform sensing

* Corresponding author. Email address: ercument.yuzuak@erdogan.edu.tr

by converting the magnetic field amplitude value directly into an electrical signal [2]. The high-performance magnetic sensors development has been made possible by using a huge impedance change.

By fundamentally, the magnetoimpedance effect is defined as the change of the impedance (Z) of material with magnetic properties under applied dc magnetic field amplitude. Total impedance variation based on the frequency of the alternating current in ferromagnetic materials. This is also the case, $Z=Z(f)$, where $f=\omega/2\pi$. An electric current flow through an indiscrete plain film the magnitude of magnetic field conceived by the electrical current will excite oscillations of magnetization. It means that the thin film impedance value depends not only on the conductivity (σ), but also its magnetic permeability (μ). Magneto-impedance, GMI ratio, percentage changes with applied DC magnetic field is expressed as follows:

$$\Delta Z(\%) = 100 \% \frac{Z(H) - Z(H_{max})}{Z(H_{max})} \quad (1)$$

where $Z(H)$ and $Z(H_{max})$ represent the impedance in a magnetic field, H , and maximum magnetic field, H_{max} respectively. And the DC magnetic field sensitivity of a cell of GMI defined as follows:

$$\eta = \frac{(\Delta Z/Z)_{max}}{\Delta(H)} \quad (2)$$

where ΔH is the full width at half maximum peak of GMI (%) versus magnetic field [7, 8]. The H_{max} value is the magnetic field value required to saturate the impedance value. This value is taken in practice as the greatest value of the system being measured [8].

Amorphous thin films could be produced on a substrate by the varied techniques such as chemical or physical deposition, electro deposition, electro spinning, vapour deposition or magnetron sputtering method. The magnetron-sputtering method has become a frequently used technique due to the fast, adjustable and controllable to a high range of compositions, highly repeatable, low impurity level. The magneto-sputtering thin films present the amorphous structure if no annealing process applied. Also known by all of these, ferromagnetic amorphous films including high amounts of Co or Fe element generally indicates superior soft magnetic properties [4]. In many cases, the soft magnetic properties of these materials are higher than many other known materials [5]. The maximum η reached to date for GMI materials is approximately 600%/Oe for the use of GMI structures [9].

δ_m is the skin depth of the film as like ribbon, with transverse permeability (μ_T) for the case of the multilayer films,

$$\delta_m = \sqrt{\frac{2}{\mu_T \omega \sigma}} \quad (3)$$

where ω is the frequency of the *ac* current and σ is the electrical conductivity of the layers in GMI cell. The main aim of endeavoring for non-homogeneous layers such as multilayered films have outer layer is ferromagnetic and inner layer is non-ferromagnetic. Recent studies on this subject have shown that this phoneme is come from the interaction among ferromagnetic layers yield the skin depth of ferro- and non-ferromagnetic layers [10]. Thus, it indicates that huge increase of sensor sensitivity in the range of low frequency [11].

The accomplishments of GMI have different aims. Many scientific groups have concentrated with understanding GMI mechanisms, the coupling the structural and magnetic features and connections between GMIs. The others have been focused on in the field of applications and to improve the magnetic

Investigation of Magneto-Impedance Effect of Bilayer Iron Films

properties of a system for practical purposes. The GMI study in thin films continues to attract interest because of its fundamental problems of magnetism and its prominence for possible applications. Within this research, we have investigated the influence of a non-magnetic layer among magnetic bilayer scheme (Fe/Cu/Fe) on a glass substrate for magnetic features and GMI response.

2. EXPERIMENTAL

Thin film structure - Fe/Cu/Fe (GMI cell) were deposited by using a magnetron sputtering system onto substrates (Glass) at room temperature (Fig. 1). The commercially sputtering target was comprised of high purity Fe (99.99%) and Cu (99.9999%) circular disk. Highly pure argon gas (99.999%) was introduced into the chamber as sputtering gas with the working pressure at 5 mTorr. For establishing a plane and smooth surface, 80 Watt power was applied to the sputtering gun. All performed measurements were made in the vicinity of room temperature. The error margin in the stated impedance value was within 1.5%. Magneto-impedance cells produced within the scope of this study have been developed using DC-RF sputtering system in Recep Tayyip Erdoğan (RTE) University Central Laboratory. The magnetoimpedance cell was fabricated by growing as 100 nm (Fe)/10 nm (Cu)/100 nm (Fe) on a glass substrate with 2 nm Si capping layer. Magneto-impedance measurements were performed for this produced cell.

The rate and thickness of film were controlled in-situ by a quartz microbalance and ex-situ by X-ray reflectometry (XRR). Glancing incidence X-ray diffraction (GIXRD) measurements and reflectometry measurements were done by Rigaku SmartLab X-ray Diffractometer with the CuK_α radiation at 1.54 Å and glancing incidence angle was selected as 2°. Thickness, roughness, and density of the films were determined by fitting the XRR measurements simultaneously, using GlobalFit program. The homogeneity and surface morphology measurements were done by Jeol Scanning Electron Microscope Spectroscopy. Magnetic properties of the films were measured by a Vibrating Sample Magnetometer (VSM) which both out-of-plane (OOP) and in-plane geometry (IP) of the applied magnetic field for increasing and decreasing the magnetic field. The set-up of GMI effect measurement is shown in the inset of Fig. 1 (b). The 20 mA of AC current intensity was employed by AC function generator and it was in a linear excitation.

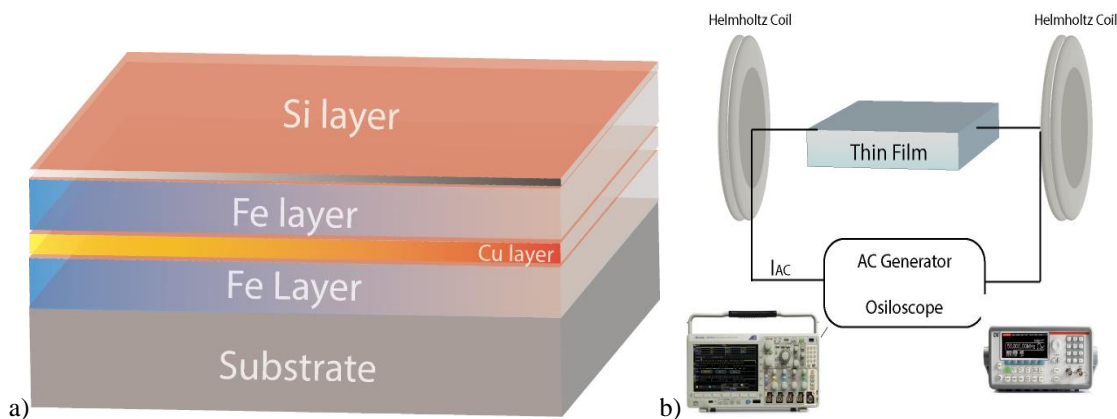


Figure 1. (a) Illustration structure of GMI cell is produced within the scope of this study and (b) set-up of GMI effect measurement

3. RESULTS and DISCUSSION

The XRD pattern (Fig. 2) of the GMI cell confirmed the absence of the short range ordering and crystalline phase in all cases under consideration. The diffraction patterns of the thin films obtained at different thicknesses have not been given in order to ensure complete integrity of the article. The GMI cell obtained in this work presented a clear amorphous structure. A broad diffraction peak ($2\theta = 44^\circ$) is visible due to GMI cell incorporations which have a very small influence on the modification of the amorphous structure.

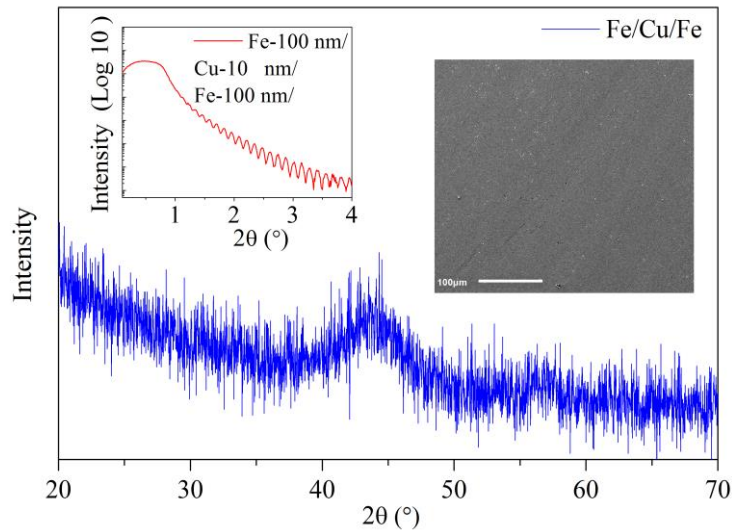


Figure 2. Glancing incidence X-ray diffraction (GIXRD) pattern of thin film at room temperature. Inset of X-ray reflectometry (XRR) pattern and SEM picture of thin film.

The amorphous structure has been traced to the occurrence of the long range ordering has been revealed through XRD analysis. Our result is consistent with the conjecture that the structure indicates major basis of low price MI cell. Inset of Fig. 1 infers XRR pattern of GMI cell. First iron and second iron layers are around 100 nm (± 0.2). Also non-magnetic layer (Cu layer) is 10 nm (± 0.3). The roughness of the GMI cell was calculated around 2.2 nm. Another inset of Fig. 2 depicts that SEM image of thin film. SEM measurements were imposed to figure out the surface morphology of the thin film, after deposition at room temperature. According to the SEM image with back scattering detector do not show any phase separation of iron, as deposited GMI cell exhibits no homogeneity and no precipitate difference with a flat surface.

In order to find out the maximum of magneto-impedance value, the applied frequency dependence of magneto-impedance measurement is measured under zero and applied magnetic field in Figure 3. After this measurement has been performed, the critical frequency value has been determined. The determination of this frequency is ascertained by the supreme difference value is obtained by subtracting the measurements taken at different magnetic fields from each other. Thus, it has been found that the magneto-impedance value is the highest for which frequency value.

Investigation of Magneto-Impedance Effect of Bilayer Iron Films

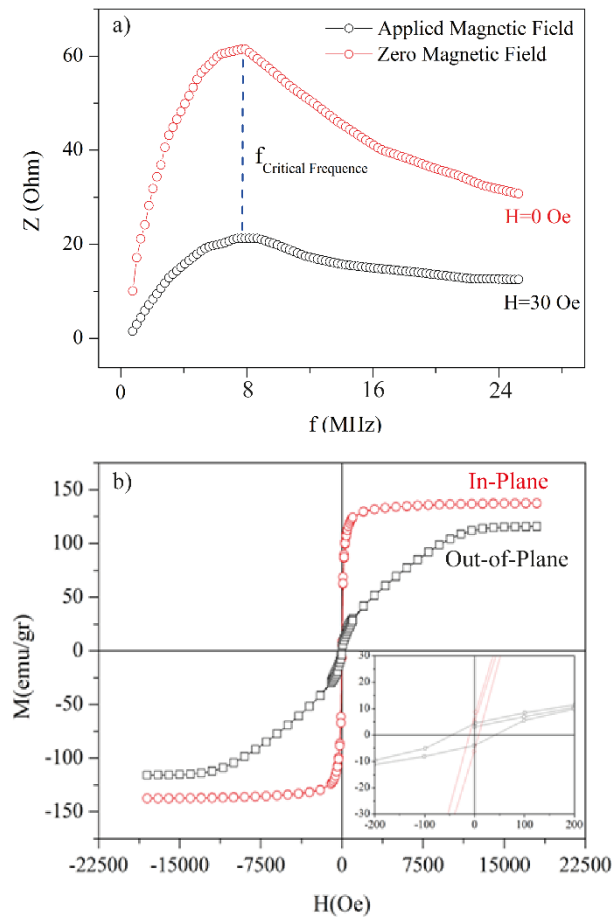


Figure 3.(a) Frequency dependence of magneto-impedance cell under zero and applied magnetic field and (b) in-plane (red one) and out-of-plane (black one) magnetization measurement of GMI cell. Inset of zoom in low magnetic field region.

In addition to all of these, magnetoimpedance magnitude varies depending on the frequency of the material which has the difference of the external magnetic field of 30 Oe. We were able to achieve magnetoimpedance value, based on the applied ac-signal of the frequency in the low regime. Also, from the straightforward specified of the frequency dependence of this kind of MI cell, we figure out not only an addition of frequency effect but also a Critical Frequency ($f_{\text{CriticalFrequency}}$) effect. In all this, we thought that experimental results in this study are prodding to discover the non-magnetic layer among magnetic bilayer as well as spin ac-current transport in spintronic phenomena at low frequencies regime such as spin torque, spin accommodation devices. We performed the magnetic field dependence of magnetization both IP and OOP orientation for GMI cell and these measurements are shown in Figure 3 (b). IP orientation showed higher saturation magnetization value (M_s) for GMI cell. In addition, it was not high difference between IP and OOP measurements for high coercive field (H_c) in relatively low magnetic field region and made useful for soft magnetic applications (Inset of Figure 3 (b)). As expected, amorphous GMI cell reveals soft ferromagnetic features with low H_c and high M_s .

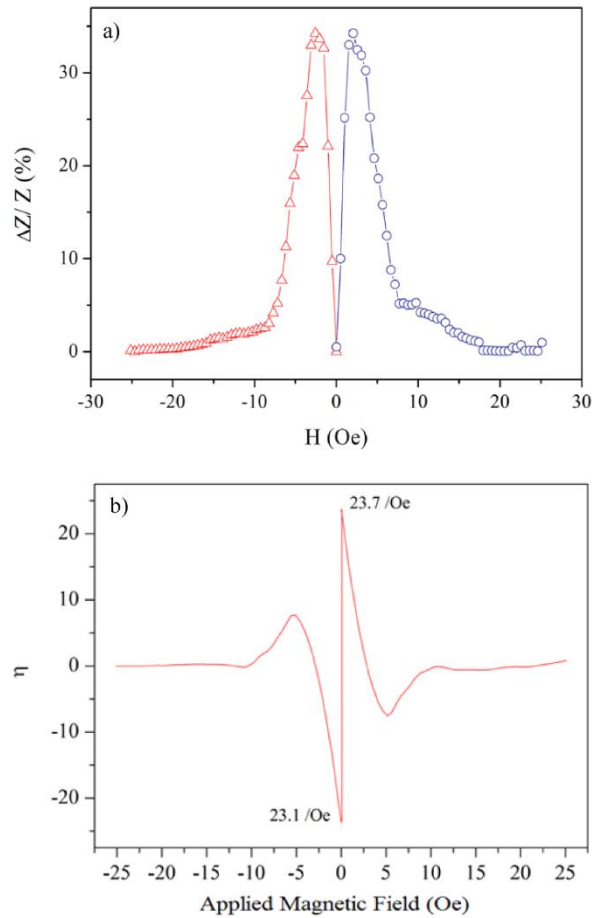


Figure 4. a) External applied magnetic field dependence (H) of magnetoimpedance value, b) Frequency dependence of magneto-impedance cell in zero and applied magnetic field.

Figures 4 (a) shows magnetoimpedance effect ($\Delta Z/Z$, %) of Fe/Cu/Fe cell under ± 25 Oe applied magnetic field. Measurements were taken at a fixed frequency of 8 Mhz. Accordingly, the change value per magnetic field obtained from the magneto-impedance cell produced by using the copper interface between the iron surfaces is 4 times the change value per magnetic field obtained from the Fe magneto-impedance cell produced as a single layer. These values can be compared with the iron multilayer thin films ($\Delta Z/Z$ (%) = 40) in the literature [2]. Examination of materials exhibiting magneto-impedance effects constitutes a new field of study that can be used in technological applications. Figures 4 (b) calculates sensitivity of magnetoimpedance (η) of Fe/Cu/Fe cell in applied magnetic field using Equation 2. As clearly understood from Figures 4 (b), double peak responses have been obtained in both magnetic directions. η values are 23.7 %/Oe and 23.1 %/Oe in both under positive and negative magnetic field directions, respectively. The difference between these two values shows that the obtained alloy has a very good response to the magnetic field. Our η values for the magnetic field change of 25 Oe is comparable with the results of other magnetoimpedance materials that show GMI in the vicinity of room temperatures, such as multilayer NiFe/Cu/NiFe (16 %/Oe) [12] and Fe₂₅Ni₇₅ film (45%/Oe) [13].

4. CONCLUSION

100 nm Fe/ 10 nm Cu/ 100 nm Fe film was fabricated by using a non-magnetic layer among magnetic bilayer (Fe/Cu/Fe) on a glass substrate has been studied to achieve the soft magnetic properties for their potential applications in GMI sensors. The Fe/Cu/Fe films were deposited in a high vacuum chamber, using separate Fe and Cu targets. As expected, amorphous GMI cell reveals soft ferromagnetic features with low H_c and high M_s . The experimentally achieved values for GMI and η ratio were 35% and 23.7 %/Oe at 8 MHz for 3 Oe. By investigating of this kind of magnetoimpedance cells, the emerged of high impact materials problems can be solved. These cells can be operated at very low cost than squids and the problems experienced in detecting very low magnetic field will be overcome by newly developed systems.

Acknowledgement

This work was performed at Functional Materials Research Laboratory in Recep Tayyip Erdoğan University and supported by Research Fund of the Recep Tayyip Erdoğan University (Project Number: BAP 2014.109.06.01 and 2014.109.06.02). Magnetic measurements are done at the Magnetic Materials Research Laboratory in Ankara University.

REFERENCES

- [1]. R.S. Beach, A.E. Berkowitz, Giant magnetic field dependent impedance of amorphous FeCoSiB wire, *Appl. Phys. Lett.* 64 (1994) 3652–3654.
- [2]. J. E. Lenz, A Review of Magnetic Sensors, *Proceedings of the IEEE*, 78, 6, 1990.
- [3]. C. Morón, C. Cabrera, A. Morón, A. García and M. González Magnetic Sensors Based on Amorphous Ferromagnetic Materials: A Review *Sensors* 2015, 15, 28340-28366.
- [4]. B.D. Culity, *Introduction to Magnetic Materials*; Addison-Wesley: Boston, MA, USA, 1972.
- [5]. D.C. Jiles, C.C.H. Lo The role of new materials in the development of magnetic sensors and actuators. *Sens. Actuators A Phys.* 2003, 106, 3–7.
- [6]. P. Ripka, K. Závěta, Chapter 3 - Magnetic Sensors: Principles and Applications. *Handb. Magn. Mater.* 2009, 18, 347–420.
- [7]. L. Kraus, The theoretical limits of giant magneto-impedance, *J. Magn. Magn. Mater.* 354 (1999) 167–196.
- [8]. G.V. Kurlyandskaya, N.G. Bebenin, V.O. Vas'kovskii, Giant magnetic impedance of wires with a thin magnetic coating, *Phys. Metal. Metallogr.* 111 (2) (2011) 133–154.
- [9]. G.V. Kurlyandskaya, D. de Cos, S.O. Volchkov, Magnetosensitive transducers for nondestructive testing operating on the basis of the giant magnetoimpedance effect: A review, *Russ. J. Non-Destr. Test.* 45 (6) (2009) 377–398.
- [10]. X. Wang, W. Yuan, Z. Zhao, X. Li, J. Ruan, X. Yang, Giant magnetoimpedance effect in CuBe/NiFeBandCuBe/insulator/NiFeBelectroless-depositedcompositewires *Magnetics, IEEE Trans.*, 41 (2005) 113-115.
- [11]. L D.L. Chen, X. Li, H.L. Pan, H.Y. Luan, Z.J. Zhao, Magneto-Impedance Effect of Composite Wires Prepared by Chemical Plating under DC Current, *Nano-Micro Lett.*, 6 (2014) 227-232.
- [12]. Z. Zhou, Y. Zhou, and L. Chen, Perpendicular GMI Effect in Meander NiFeandNiFe/Cu/NiFe Film *IEEE Transactions On Magnetics*, 44, 2008 2252-2254.
- [13]. B. Li and J. Kosel, Three dimensional simulation of giant magneto-impedance effect in thin film structures *J. Appl. Phys.* 109 (2011) 07E519.



<http://dx.doi.org/10.17776/cumuscij.295476>

Kare Kesitli Engellerle Donatılmış Kanal Akışının PIV Yöntemiyle Deneysel Olarak İncelenmesi

Cahit GÜRLEK

Cumhuriyet Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü, 58140 Sivas, Türkiye

Received: 28.02.2017; Accepted: 10.04.2017

Özet. Bu çalışmada kare kesitli engellerle donatılmış bir kanal içerisindeki akış yapısı parçacık görüntülemeli hız ölçme yöntemi (PIV) kullanılarak deneysel olarak incelenmiştir. Zaman ortalama, anlık akış alanları ve türbülans istatistikleri üç farklı Reynold sayısı $Re=2900$, 8400 ve 15000 için detaylı olarak sunulmuştur.

Anahtar Kelimeler: Akış ayrılması, kanal akışı, kare kesitli engeller, PIV

Experimental Investigation of the Channel Flow Equipped with Rectangular Obstacles by Means of PIV Method

Abstract. The characteristics of the flow fields in a rectangular channel equipped with cylindrical ribs were examined through particle image velocimetry (PIV) experiments. The mean and instantaneous flow fields and turbulence statistics were presented for three Reynolds numbers of 2900, 8400 and 15000 in detail.

Keywords: Channel flow, flow separation, PIV, rectangular obstacles

1. GİRİŞ

Yüzeylerine engeller yerleştirilmiş kanallar; ısı değiştiricileri, güneş kolektörleri, elektronik elemanların, türbin kanatlarının ve nükleer reaktörlerin soğutulması gibi çok sayıda mühendislik uygulamasıyla yakından ilgilidir ve bu nedenle birçok deneysel ve sayısal araştırmaya konu olmuştur.

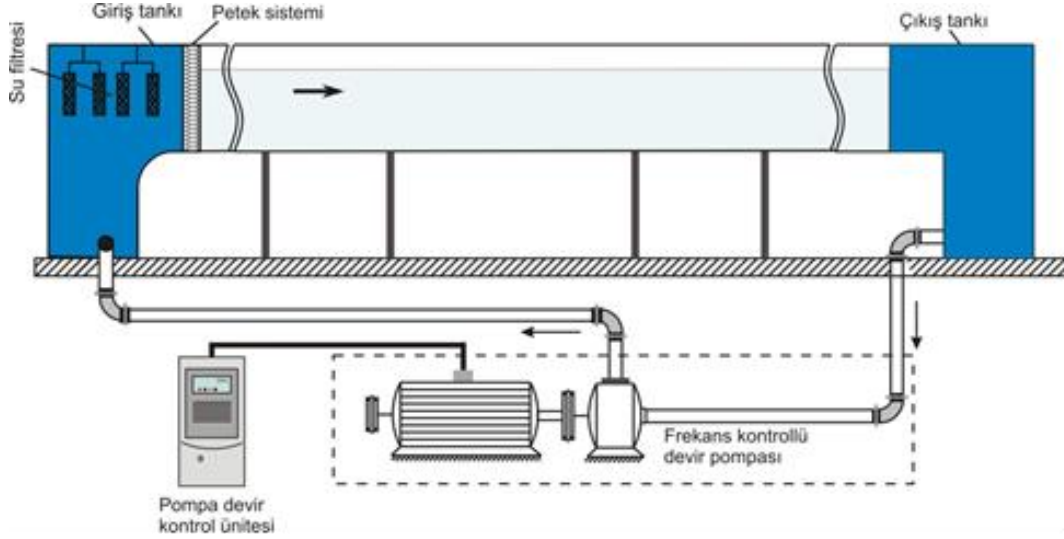
İlk çalışmaların birçoğunda sadece tek ya da sınırlı sayıda engel dizilimi incelenmiş ve veriler tek bir noktadan elde edilmiştir [1-4]. Sonraki çalışmalarda daha gelişmiş sayısal ve deneysel yöntemler kullanılarak; engeller arası mesafe-kanal yüksekliği oranı, engel yüksekliği-kanal yüksekliği oranı, kanal en-yükseklik oranı, engel geometrisi, engellerin akış yönüne göre yerleştirilme açıları, v.b. parametrelerin ısı ve akış karakteristiklerine olan etkileri incelenmiştir [1-15].

Yüzeylerine engeller yerleştirilmiş kanallar içerisindeki akış; sınır tabaka ayrılmaları ve birleşmeleri, köşe girdapları ve ayrılmış akış alanları gibi karmaşık yapılardan oluşmaktadır. Bu nedenle henüz tam olarak anlaşılmaktan uzaktır ve detaylı çalışmalara ihtiyaç duyulmaktadır. Yapılan çalışmaların çoğunluğunda akıştan çok ısı transferi karakteristikleri incelenmektedir. Bu çalışmada, bir yüzeyinde kare kesitli engeller bulunan kanal içerisindeki akış yapısı parçacık görüntülemeli hız ölçme yöntemi (PIV) kullanılarak deneysel olarak incelenmiştir. Akış alanına ait: zaman ortalama ve anlık hız vektörleri, girdap eş eğrileri, akım çizgileri ve türbülans istatistikleri elde edilmiştir.

* Corresponding author. Email address: cgurlek@cumhuriyet.edu.tr

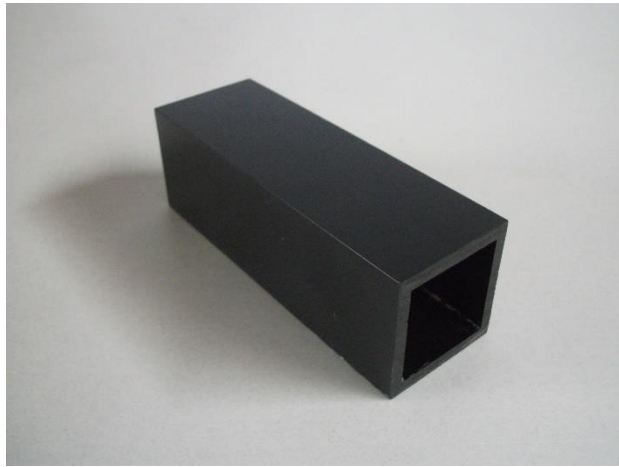
2. YÖNTEM

Deneyler Şekil 1’de şematik olarak sunulan kapalı çevrim açık yüzey su kanalında gerçekleştirilmiştir. Su kanalı iki adet su deposu ve bu iki depo arasında bulunan 750mmx1000mmx8000mm boyutlarında akrilik malzemeden imal edilmiş saydam ölçüm alanından oluşmaktadır. Kanal içerisindeki çevrim bir santrifüj pompa ile gerçekleştirilmekte ve serbest akış hızı hız kontrol ünitesiyle ayarlanmaktadır.



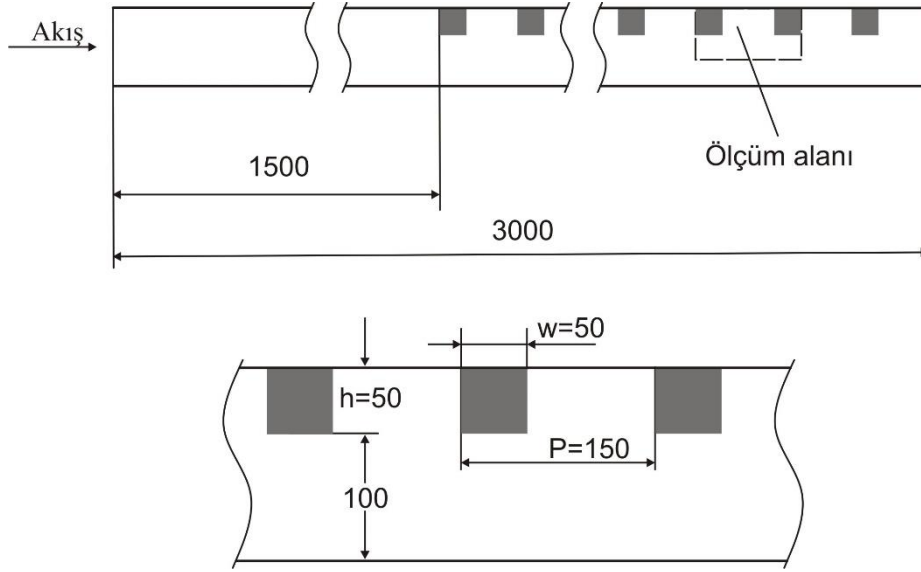
Şekil 1. Kapalı çevrim çalışan açık su kanalının şematik görünümü [16]

Deneyleri gerçekleştirebilmek için bir yüzeyinde kare kesitli engeller bulunan kanal bir masanın üzerine yerleştirilerek su kanalının içerisine daldırılmıştır. Kanal uzunluğu $L=3000$ mm ve kesit ölçüleri $150\text{mm} \times 150\text{mm}$ dir. Kanal duvarları optik geçirgenliği sağlamak için 10 mm kalınlığında saydam akrilik malzemeden imal edilmiştir. Kanalın bir yüzeyine 50 mm yüksekliğinde ve 50 mm genişliğinde on adet kare kesitli engel akışla 90° açı yapacak şekilde yerleştirilmiştir. Kare kesitli engeller akrilik malzemeden imal edilmiş ve lazer yansımalarını önlemek amacıyla yüzeyleri mat siyah film tabakasıyla kaplanmıştır (Şekil 2). Engeller arası mesafe-engel yüksekliği oranı, $P/h=3$ ve kanal yüksekliği-engel yüksekliği oranı, $H/h=3$ tür. Şekil 3’de bir yüzeyinde kare kesitli engeller bulunan kanal şematik olarak sunulmuştur.



Şekil 2. Kanal yüzeyine yerleştirilen kare kesitli engel

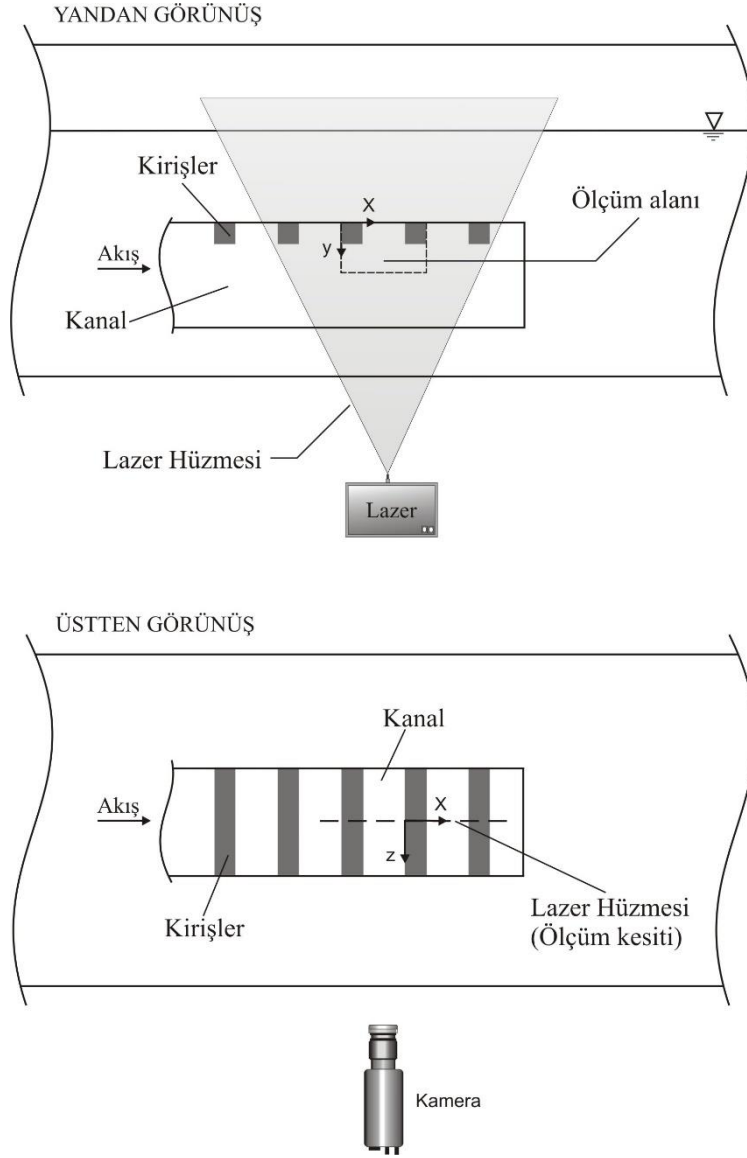
GÜRLEK



Şekil 3. Bir yüzeyinde kare kesitli engel bulunan kanalın şematik görünümü

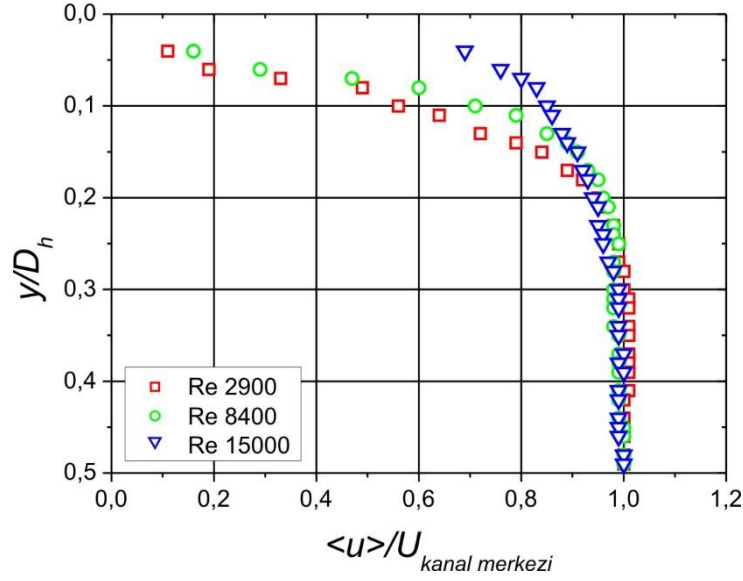
Deney kurulumu Şekil 4’de şematik olarak sunulmuştur. Ölçümler kanalın düşey simetri ekseninde, tam gelişmiş akış yapısını sağlamak için 8. ve 9. engeller arasında gerçekleştirilmiştir. Akış alanı; bir adet lazer kaynağı, bir adet yüksek çözünürlüklü dijital kamera, eş zamanlayıcı ve çeşitli optik gereçlerden oluşan iki boyutlu Dantec PIV sistemi kullanılarak elde edilmiştir. Ölçüm alanı çift darbeli Nd:YAG lazer kaynağıyla (120 mJ, 532 nm) aydınlatılmıştır. Lazer perdesiyle aydınlatılan akış alanı, 1600x1200 pixel çözünürlüklü Nikon AF Micro 60f/2.8D dijital kamerasıyla kaydedilmiştir. İki lazer darbesi arasındaki zaman aralığı ve lazer perdesinin kalınlığı yeterli parçacık yer değiştirme mesafesini sağlayacak şekilde seçilmiştir. Akış alanı 32x32 pixel boyutlarında alt alanlara ayrılmış ve %50 üst üste bindirilmiştir. Hız alanları, Hızlı Fourier Dönüşümü’ne (FFT) dayanan çapraz korelasyon (cross-correlation) tekniği kullanan Flow Map yazılımıyla elde edilmiştir. Zaman-ortalama akış özelliklerini elde etmek için 15 Hz frekansla N=350 adet anlık hız alanı ölçülmüştür.

Kare Kesitli Engellerle Donatılmış Kanal



Şekil 4. Deney kurulumunun şematik görünümü

PIV ölçümleri kanal hidrolik çapı, D_H ve kanal girişinden $9 D_H$ uzaklıkta elde edilen ortalama hız U_m 'ye bağlı olarak hesaplanan üç farklı Reynolds sayısı: $Re=2900$, 8400 ve 15000 için gerçekleştirilmiştir. Şekil 5'de kanal girişinden $9 D_H$ uzaklıktaki hız profilleri sunulmuştur.

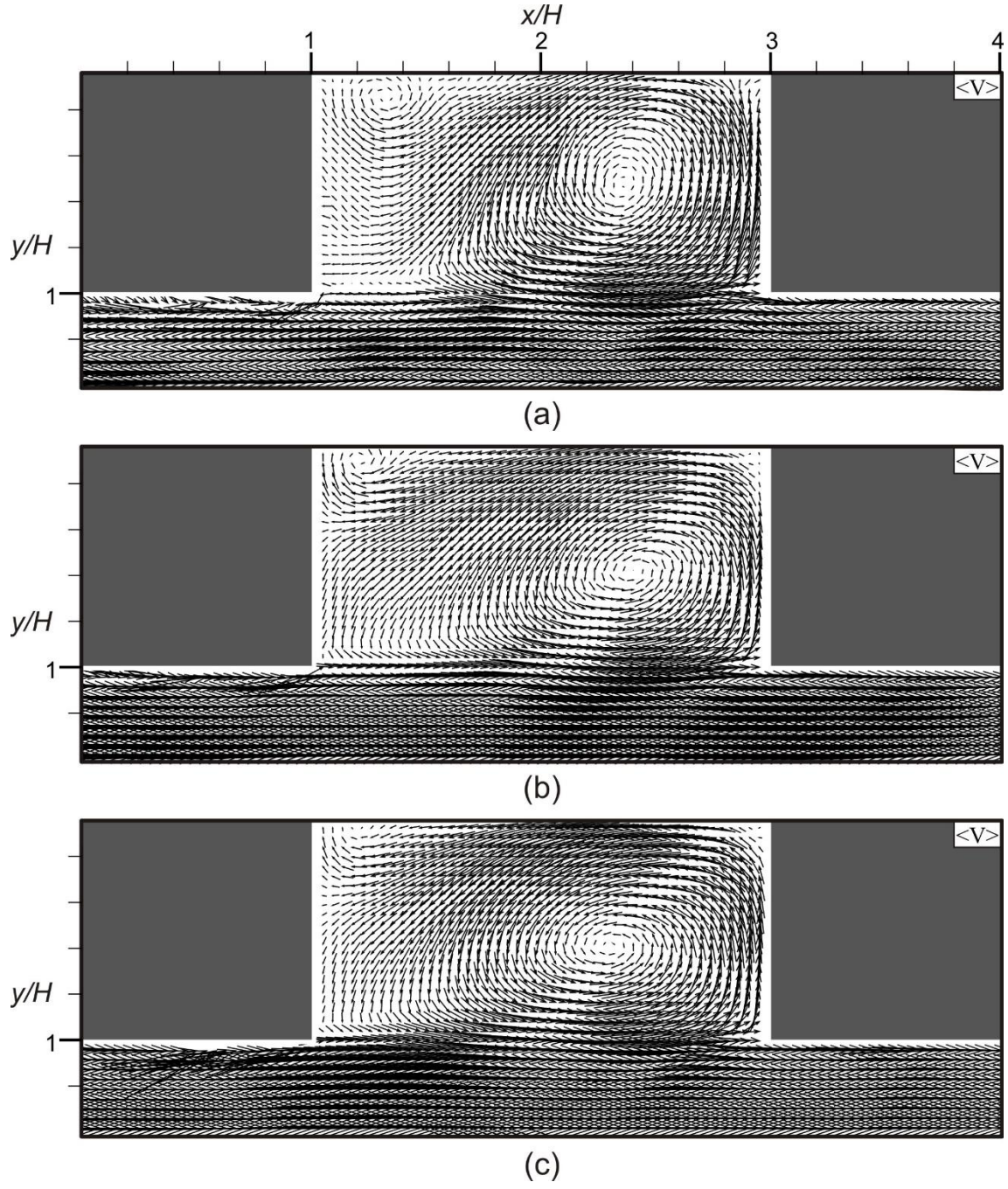


Şekil 5. Kanal girişinden $9 D_H$ uzaklıktaki hız profilleri

3. BULGULAR ve TARTIŞMA

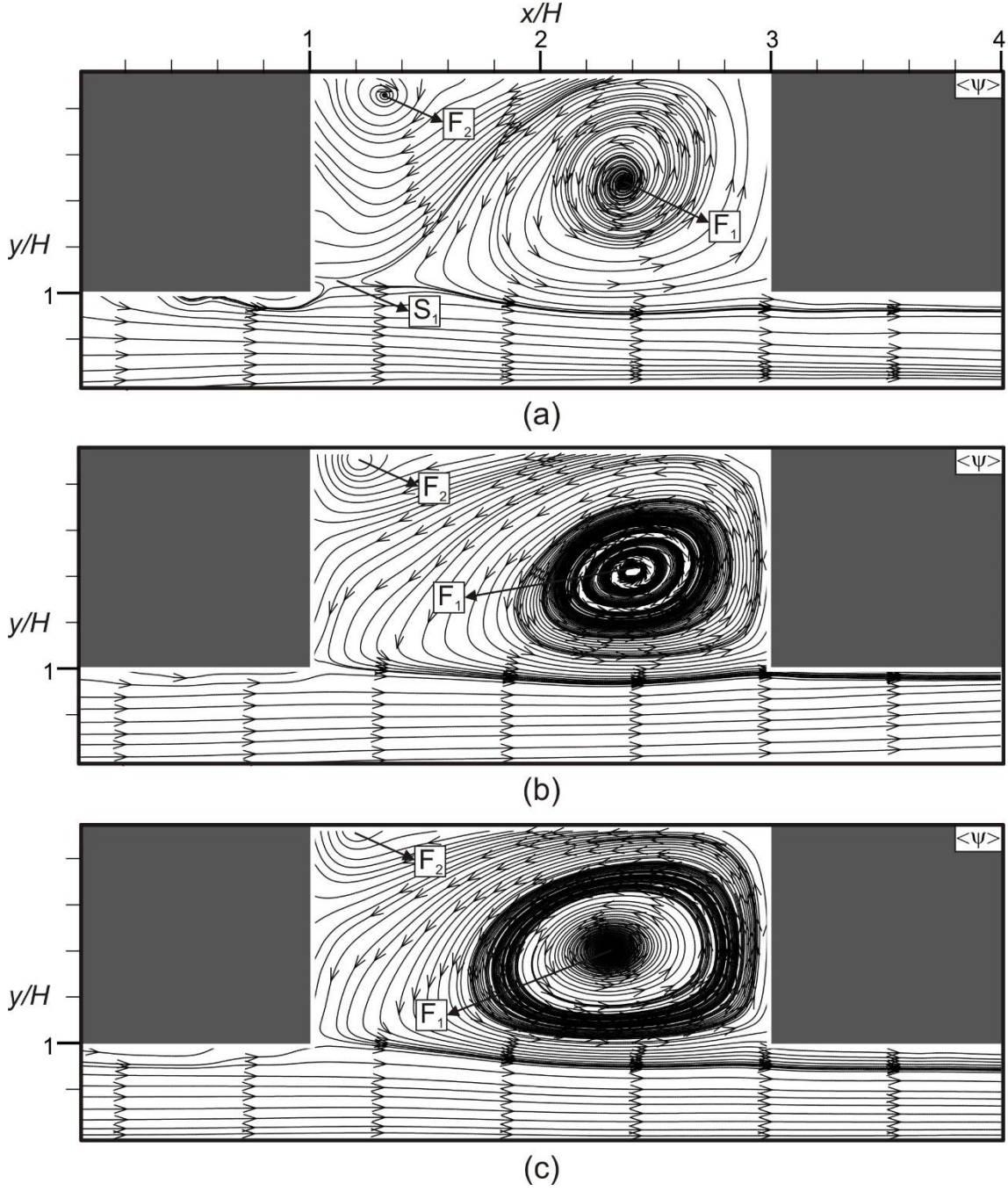
Koordinat sistemi Şekil 4'de görülmektedir. Burada, x akış yönündeki eksen, y (aşağı doğru) ve z sırasıyla yüzey normalini ve akışa dik yöndeki eksen göstermektedir. Farklı Reynolds sayılarının için 8. ve 9. engeller arasındaki zaman ortalama hız vektörü alanları, $\langle V \rangle$ ve akım çizgileri, $\langle \psi \rangle$ sırasıyla Şekil 6 ve 7'de sunulmuştur. Burada F_1 ve F_2 hızın sıfır olduğu sirkülasyon merkezlerini, S_1 ise eyer noktasını (saddle point) göstermektedir. Reynolds sayısı, $Re=2900$ için sol engel üzerindeki ayrılmış akış bölgesi açıkça görülmektedir. Her üç Reynolds sayısında da sağdaki engel yüzeylerinde akış ayrılması oluşmamaktadır. Gelen akış, soldaki engelin keskin sağ köşesinden ayrılmakta ve oluşan sirkülasyon alanı engeller arasındaki bölgeyi kaplamaktadır. Soldaki engelin sağ alt köşesinde, ana dolanım alanıyla ters yönde dönen bir çevrinti açıkça görülmektedir. Bu çevrinti alanı, kanal yüzeyine çarparak yüzeyden ayrılan akıştan kaynaklanmakta ve Reynolds sayısı arttıkça kapladığı alan küçülmektedir. Ana sirkülasyon alanının dışındaki bölgede akım çizgileri hemen hemen birbirine paraleldir.

Kare Kesitli Engellerle Donatılmış Kanal



Şekil 6. Hız alanları, $\langle V \rangle$: (a) $Re=2900$; (b) $Re=8400$; (c) $Re=15000$

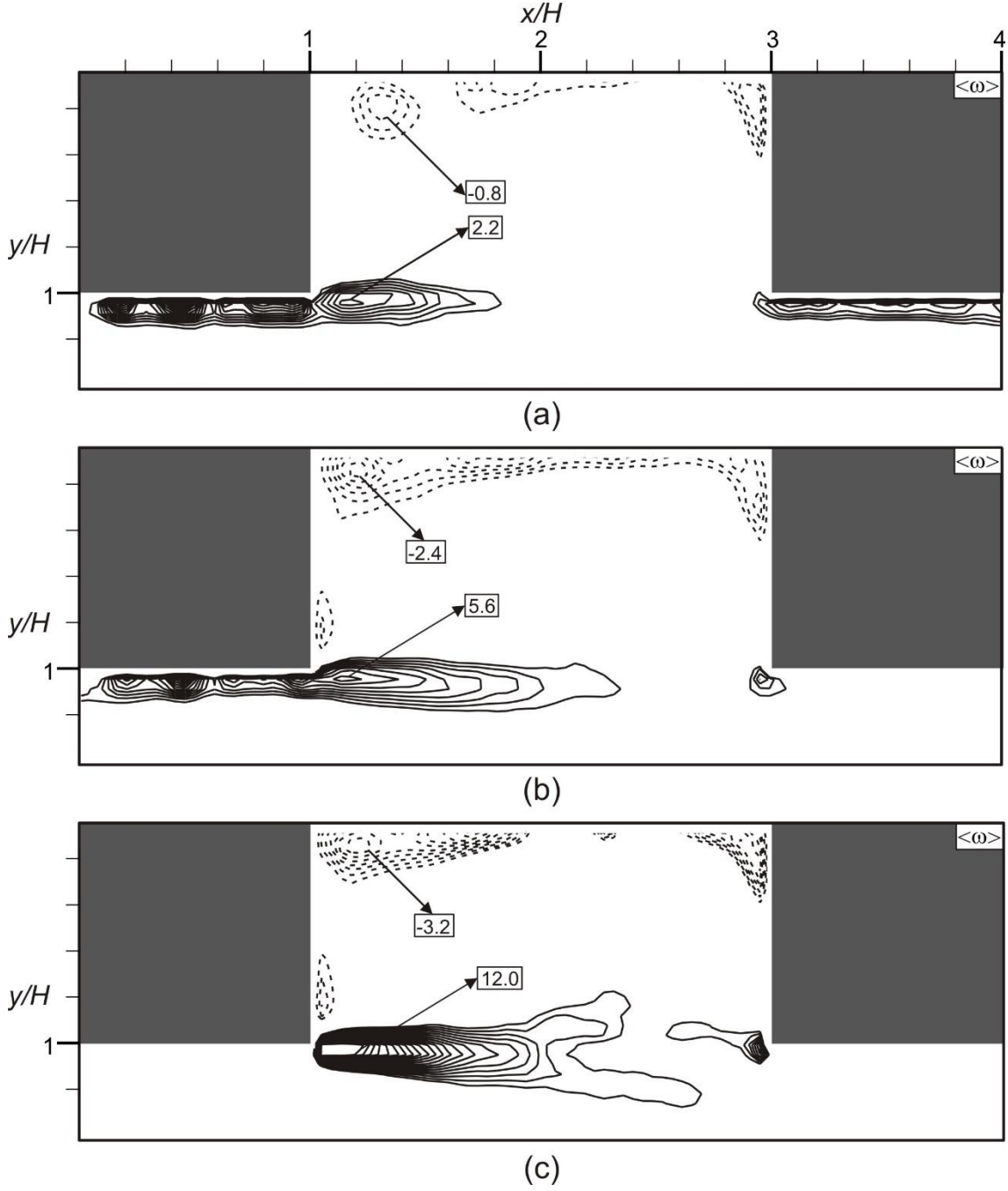
GÜRLEK



Şekil 7. Akım çizgileri, $\langle \psi \rangle$: (a) $Re=2900$; (b) $Re=8400$; (c) $Re=15000$

Zaman ortalama eş değer girdap eğrileri, $\langle \omega \rangle$ Şekil 8'de görülmektedir. Pozitif (saatin tersi yönünde) ve negatif (saat yönünde) eş değer girdap eğrileri sırasıyla düz ve kesikli çizgilerle gösterilmiştir. Kanal yüzeyine yapışık negatif eş değer girdap eğrileri, artan Reynolds sayısı ile birlikte kanal yüzeyinde iki engel arasındaki boşluğu kaplamaktadır. Akış alanında sol engelden kaynaklanan eş değer girdap eğrisi açıkça görülmektedir. Reynolds sayısının artmasıyla birlikte, sol engelden ayrılan pozitif eş değer girdap eğrisi hemen hemen kanal yüzeyine paralel olarak uzayıp düşey eksende genişlemekte ve ikinci engelin sol köşesindeki pozitif eş değer girdap eğrisi ile birleşme eğilimi göstermektedir.

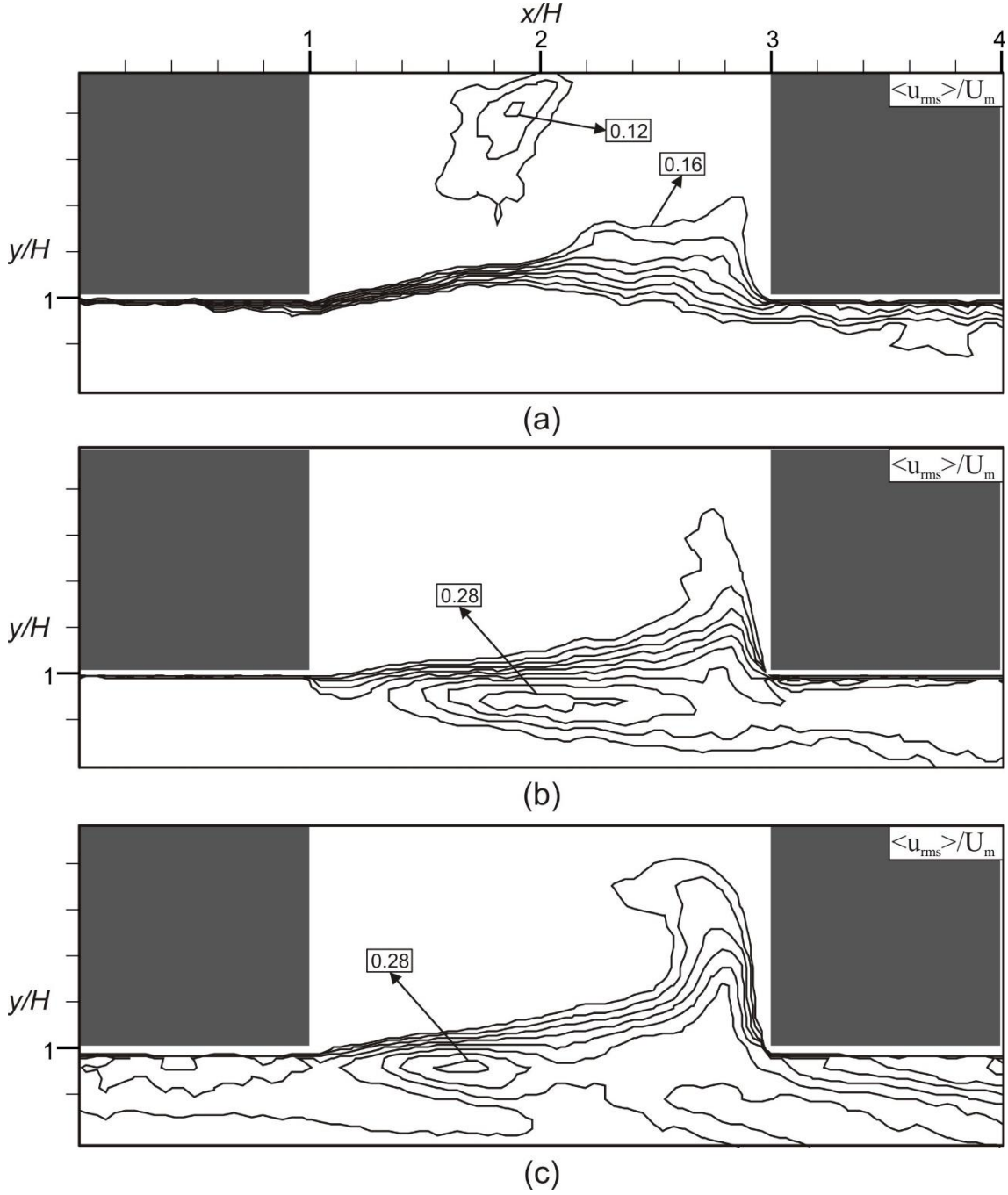
Kare Kesitli Engellerle Donatılmış Kanal



Şekil 8. Girdap eş değer eğrileri, $\langle \omega \rangle$: (a) $Re=2900$, $\Delta \langle \omega \rangle = 0.2 \text{ s}^{-1}$; (b) $Re=8400$, $\Delta \langle \omega \rangle = 0.4 \text{ s}^{-1}$; (c) $Re=15000$, $\Delta \langle \omega \rangle = 0.4 \text{ s}^{-1}$

Şekil 9’da, akım yönündeki hız bileşeninin zaman ortalama salınım şiddeti eş değer eğrileri $\langle u_{rms} \rangle / U_m$ sunulmuştur. Burada akım yönündeki hız bileşeninin salınım şiddeti ortalama hız, U_m ile boyutsuzlaştırılmıştır. Yüksek salınım şiddetleri, engellerin keskin köşelerinden yayılan serbest kayma tabakaları boyunca gözlemlenmiştir. Hız salınım eş değer eğrileri soldaki engelden başlayıp sağdakine kadar yayılmakta ve sağdaki engel yakınlarında düşey eksende kanal yüzeyine doğru genişlemektedir.

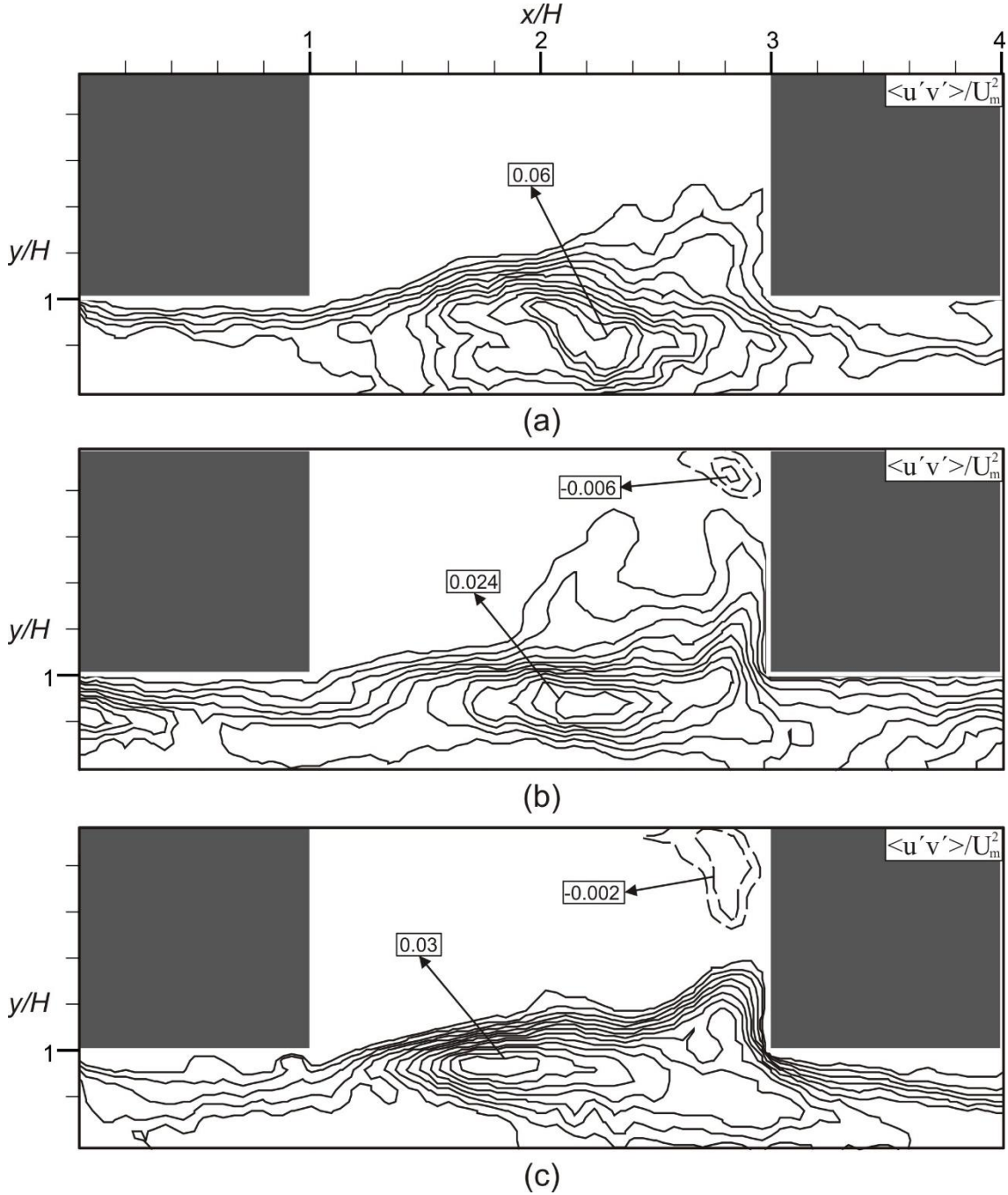
GÜRLEK



Şekil 9. Akış yönündeki hız bileşeninin salınım şiddeti eş değer eğrileri, $\langle u_{rms} \rangle / U_m$: (a) $Re=2900$, $\Delta \langle u_{rms} \rangle / U_m=0.02$; (b) $Re=8400$, $\Delta \langle u_{rms} \rangle / U_m=0.02$; (c) $Re=15000$, $\Delta \langle u_{rms} \rangle / U_m=0.02$

Reynolds gerilmesi eş değer eğrileri, $\langle u'v' \rangle / U_m^2$ Şekil 10'da görülmektedir. Burada Reynolds gerilmeleri, ortalama hızın karesi U_m^2 ile boyutsuzlaştırılmıştır. Pozitif eş değer Reynolds gerilmesi eğrileri engeller arasında uzamakta ve serbest kayma tabakaları etrafında yoğunlaşmaktadır. Artan Reynolds sayılarıyla birlikte eş değer Reynolds gerilmesi eğrileri düşey yönde genişlemektedir. Reynolds sayıları $Re=8400$ ve 15000 'de sağdaki engelin alt köşesine yakın negatif eş değer Reynolds gerilmesi eğrileri açıkça görülmektedir.

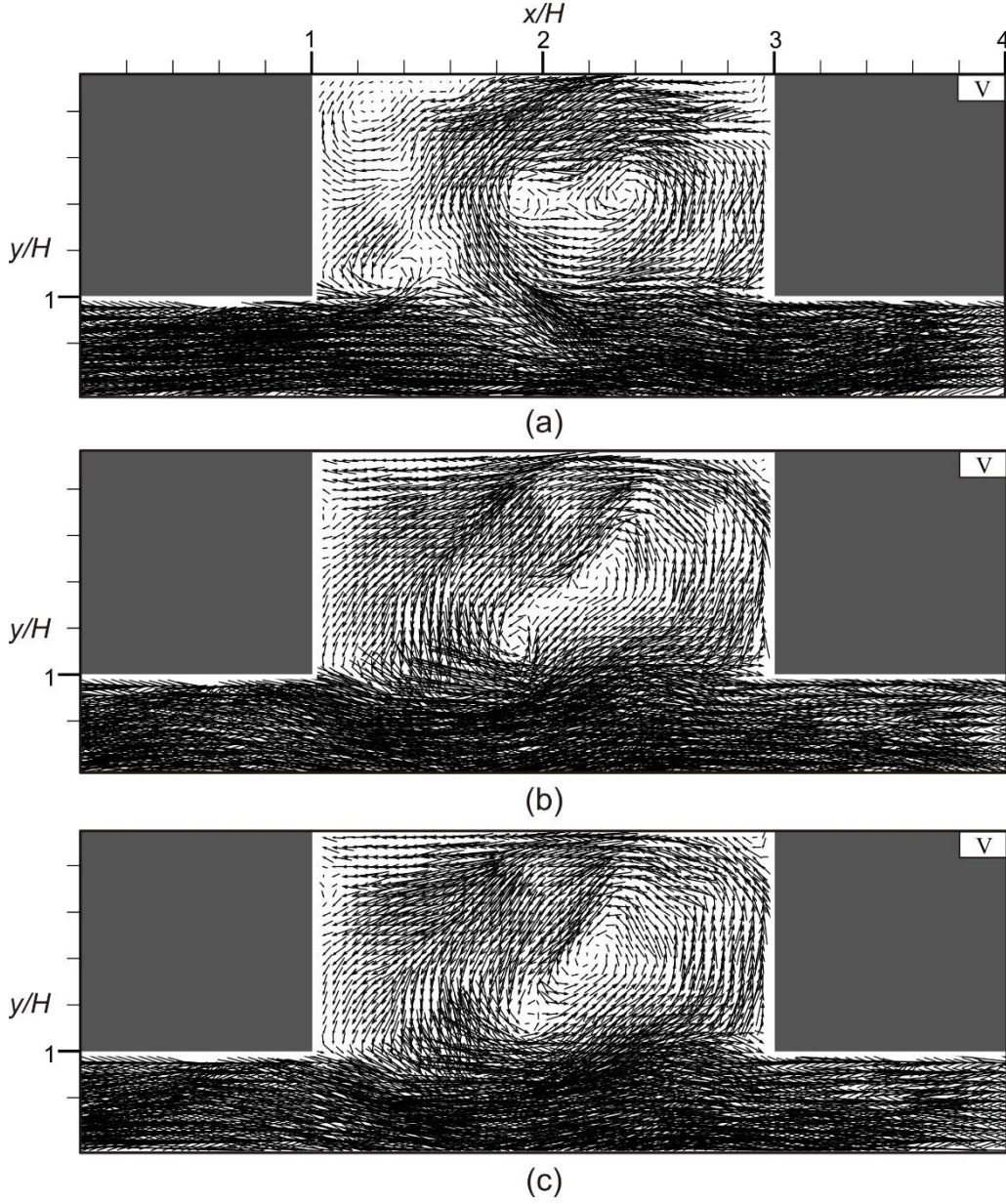
Kare Kesitli Engellerle Donatılmış Kanal



Şekil 10. Reynolds gerilmesi eş değer eğrileri, $\langle u'v' \rangle / U_m^2$: (a) $Re=2900$, $\Delta \langle u'v' \rangle / U_m^2=0.005$; (b) $Re=8400$, $\Delta \langle u'v' \rangle / U_m^2=0.002$; (c) $Re=15000$, $\Delta \langle u'v' \rangle / U_m^2=0.002$

Şekil 11'de kanal içerisinde 8. ve 9. engeller arasındaki anlık akış yapıları Re sayısı 15000 için sunulmuştur. Şekil 11a' da ($N=220$) üç adet girdapsal yapı açıkça görülmektedir. Akış alanı karakteristikleri zamanla değişmektedir: sol engelin sağ köşesinden ayrılan çevrinti, akış yönünde sağdaki engele doğru ilerlerken, diğer ikisi akışın tersi yönde, soldaki engele doğru hareket etmektedir (Şekil 11b, $N=261$). Daha sonra üçü birleşerek büyük bir çevrinti alanı oluşturmaktadır (Şekil 11c, $N=262$). Akış alanına ait 350 adet anlık görüntüden elde edilen animasyon incelendiğinde, bu büyük çevrinti alanının iki engel arasındaki akış alanında, farklı zamanlarda farklı bölgelerde oluştuğu gözlemlenmiştir. Benzer şekilde, kanal yüzeyine çarpan akışın tutunma noktası, kanal yüzeyi boyunca

sağa sola doğru hareket ederek zamanla değişmektedir. Bazı anlık görüntülerde soldaki engelin sağ alt köşesinde küçük bir çevrinti alanı açıkça görülmektedir (Şekil 11a).



Şekil 11. Anlık hız alanları, V: (a) imaj sayısı, N=220; (b) N=261; (c) N=262

4. SONUÇ

Bu çalışmada, bir yüzeyine kare kesitli engeller yerleştirilmiş kanal içindeki akış alanı Parçacık Görüntülemeli Hız Ölçme Yöntemi (PIV) yöntemiyle deneysel olarak incelenmiştir. Deneyler üç farklı Reynolds sayısı: $Re=2900$, 8400 ve 15000 için gerçekleştirilmiştir. Kanal çıkışına yakın bölgedeki engeller arasındaki akış alanına ait: zaman ortalama ve anlık hız vektörleri, girdap eş eğrileri, akım çizgileri ve türbülans istatistikleri detaylı olarak sunulmuştur. Elde edilen deneysel sonuçların ilgili akış yapısı hakkındaki bilgileri artıracığı ve diğer deneysel ve sayısal çalışmalara katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

Teşekkür

Bu çalışma, Cumhuriyet Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (CÜBAP) birimi tarafından M 499 nolu proje ile desteklenmiştir. Çalışmanın gerçekleşmesi için Çukurova Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü Akışkanlar Mekaniği Laboratuvarı'nı kullanıma sunan Sayın Prof. Dr. Beşir ŞAHİN'e ve Sayın Prof. Dr. Hüseyin AKILLI'ya desteklerinden dolayı teşekkür ederim.

REFERANSLAR

- [1]. Perry A.E., Schofield W.H., Joubert P.N., Rough wall turbulent boundary layers. *J Fluid Mech* 1969; 37:383-413.
- [2]. Antonia, R., Luxton, R.E., The response of a turbulent boundary to an upstanding step change in surface roughness. *ASME J. Basic Eng.* 1971; 93: 22-34.
- [3]. Hanjalic, K., Launder, B.E., Fully developed asymmetric flow in a plane channel. *J. Fluid Mech.* 1972: 51, 301-335.
- [4]. Siuru, W.D., Logan Jr., E., Response of a turbulent pipe flow to a change in roughness. *J. Fluids Eng.* 1977; 99: 548-555.
- [5]. Durst, F., Founti, M., Obi, S., Experimental and computational investigation of the two-dimensional channel flow over two fences in tandem. *J. Fluids Eng.* 1988; 110: 48-54.
- [6]. Ciofalo, M., Collins, M.W., Large-eddy simulation of turbulent flow and heat transfer in plane and rib-roughened channels. *Int. J. Numer. Methods Fluids* 1992; 15: 453-489.
- [7]. Liou, T.M., Hwang, J.J., Chen, S.H., Simulation and measurement of enhanced turbulent heat transfer in a channel with periodic ribs on one principal wall. *Int. J. Heat Mass Transfer* 1993; 36: 507-517.
- [8]. Liou, T.M., Wu, Y.Y., Chang, Y., LDV measurements of periodic fully developed main and secondary flows in a channel with rib-distributed walls. *J. Fluids Eng.* 1993; 115: 109-114.
- [9]. Cui J., Patel V.C., Lin C.L. Large-eddy simulation of turbulent flow in a channel with rib roughness. *Int J. Heat Fluid Flow* 2003; 24(3): 372-388.
- [10]. Casarsa L., Arts T. Experimental Investigation of the aerothermal performance of a high blockage rib-roughened cooling channel. *Journal of Turbomachinery* 2005; 127: 580-588.
- [11]. P. Promvong, C. Thianpong, Thermal performance assessment of turbulent channel flow over different shape ribs. *International Communications in Heat and Mass Transfer* 2008; 35(10): 1327-1334.
- [12]. Wang L., Hejcek J., Sunden B., PIV measurement of separated flow in a square channel with streamwise periodic ribs on one wall. *J. Fluid Eng.* 2007; 129: 834-841.
- [13]. Cardwell, N. D., Vlachos, P. P., and Thole, K. A., Developing and Fully Developed Turbulent Flow in Ribbed Channels. *Experiments in Fluids* 2011; 50: 1357-1371.
- [14]. Sunden D., Convective heat transfer and fluid flow physics in some ribbed ducts using liquid crystal thermography and PIV measuring techniques. *Heat Mass Transfer* 2011; 47: 899-910.
- [15]. Coletti F., Maurer T., Arts T., Flow field investigation in rotating rib-roughened channel by means of particle image velocimetry. *Exp. Fluids* 2012; 52: 1043-1061.
- [16]. Gurlek C., Study of the flow around a bus model, Çukurova University, May 2008.



Global Potential for $^{11}\text{Be}+^{64}\text{Zn}$ Elastic Scattering

Yusuf SERT^{1,2*}

¹Department of Physics, Faculty of Art & Sciences, Bozok University, 66100 Yozgat, Turkey

²Sorgun Vocational School, Bozok University, 66100 Yozgat, Turkey

Received: 13.02.2017; Accepted: 21.02.2017

Abstract. In this analysis, the elastic scattering of $^{11}\text{Be}+^{64}\text{Zn}$ mechanism was investigated utilizing the theoretical phenomenological approximation potential within the optical model frame to determine a new and different global potential set that diagnosing the experimental results more coherently at near-Coulomb barrier energies. A set of global optical potentials have been produced to define the interaction of ^{11}Be . The reaction cross sections, volume integrals of the potentials, and error values have also been calculated.

Keywords: Optical model, elastic scattering, global potential

$^{11}\text{Be}+^{64}\text{Zn}$ Elastik Saçılması için Global Potansiyel

Özet. Bu analizde, $^{11}\text{Be}+^{64}\text{Zn}$ mekanizmasının elastik saçılması optik model çerçevesi içerisinde teorik fenomenolojik yaklaşım potansiyeli kullanılarak Coulomb bariyerine yakın enerjilerde deneysel sonuçları daha tutarlı bir şekilde teşhis edebilecek yeni ve farklı bir global potansiyel set belirlemek için incelenmiştir. Global optik potansiyel setleri ^{11}Be etkileşimlerini tanımlamak için üretilmiştir. Reaksiyon tesir kesitleri, potansiyellerin hacim integralleri ve hata değerleri de hesaplanmıştır.

Anahtar Kelimeler: Optik model, elastik saçılma, global potansiyel

1. INTRODUCTION

In the recent years, the analysis of the elastic scattering of halo nuclei at the energies near the Coulomb barrier have attracted a considerable interest, such importance comes from the strangeness of structure. The continuous developments in both experimental and theoretical methodologies make the study of reaction mechanism dynamics of nuclear interactions more consistent and more precise. In general halo nuclei are collected in two groups, which are either neutron halos or proton halos. The nuclei under the stability circle are considered as neutron halos while those above this circle are considered as proton halos. ^8B and ^{17}F are examples of proton halos, while ^6He (2-neutron halo) and ^{11}Be (1-neutron halo) are the best identified neutron halos. ^{11}Be nuclei are the most known single-neutron halo, its core is ^{10}Be and its binding energy, or 1 neutron breaking energy, is about 503 keV [1-3]. The $^{11}\text{Be}+^{12}\text{C}$ elastic scattering has been studied at $E/A=49.3$ MeV by using CDCC method based on the $^{10}\text{Be}+n+^{12}\text{C}$ three-body model, the dynamic polarization potential for reaction has been investigated as well and clearly observed the breakup effects [2]. In another Study, the elastic scattering of the $^{9,10,11}\text{Be}+^{64}\text{Zn}$ reaction was investigated [3], in this study the powerful efficiencies of the ^{11}Be halo nuclei on the elastic scattering has been estimated to be at energies near the Coulomb barrier (a center of mass energy of ≈ 24.5 MeV or $E_{\text{Lab}}=28.7$ MeV), it has also been observed an unusual attitude in specific interaction regions which is attributed to transfer or breakup. Furthermore a significant increase in total reaction

* Corresponding author. Email address: yusuf.sert@bozok.edu.tr

Global Potential for $^{11}\text{Be}+^{64}\text{Zn}$ Elastic Scattering

cross section has been observed. As the continuation of the previous study, the $^{11}\text{Be}+^{64}\text{Zn}$ reaction has been investigated by using new theoretical calculations and, new experiments have been evaluated [4]. In these experiments the quasi elastic and transfer/breakup distributions of the $^{11}\text{Be}+^{64}\text{Zn}$ reaction have been observed, and the obtained results have been clarified within the optical model and compared with the CDCC model calculations. As a result of this study, authors have observed Igo-type ambiguity of the optical potentials for the $^{9,10}\text{Be}+^{64}\text{Zn}$ reaction [4]. In the following studies, researchers have generally concentrated on this reaction by applying different approaches [5-9]. Apart from these reported studies, there are many reaction studies using ^{11}Be nuclei. The ^{11}Be reactions at energies around the Coulomb barrier are important to understand and to compare the characteristics of halo nuclei.

Thus, in the theoretical investigations of these reactions a global potential set is necessary and very important. Therefore, the basic motivation of this article is to derive a global potential set for the system $^{11}\text{Be}+^{64}\text{Zn}$. New potential parameters in phenomenological potentials with the optical model calculations were investigated and derived a global potential set to define the elastic scattering of the ^{11}Be projectile nuclei from ^{64}Zn target nuclei at energies around Coulomb barrier.

2. OPTIC MODEL CALCULATIONS

The elastic scattering is the most common type of the reaction. In this process, the total kinetic energy of the system is conserved in the centre-of-mass frame. The angular distribution of elastic scattering for any reaction is investigated via different theoretical approaches. The optical model (OM) is accepted as one of the simplest and the most successful model of nuclear physics in the explanation of the elastic scattering. The OM defines the interaction of the projectile and the target nuclei in a complex potential. The potential generally consists of a Coulomb interaction term, a centrifugal interaction term and a nuclear interaction term. The real part in the nuclear potential is responsible for the scattering in the reaction while the imaginary part defines the lost flux [10, 11]. In this study, the OM is handled either using phenomenological (with 6 free parameter) or microscopical approximation (with 4 free parameter). In this section, the elastic scattering of ^{11}Be is examined as one-neutron halo nucleus on ^{64}Zn target by using the phenomenological approximation within the framework of the OM at the incident energies, E_{Lab} , of 28.7 and 29.8 MeV, respectively.

For calculation of the scattering system, the total effective potential in the OM consists of Nuclear, Coulomb and Centrifugal potential as,

$$V_{\text{total}}(r) = V_{\text{Coulomb}}(r) + V_{\text{Nuclear}}(r) + V_{\text{Centrifugal}}(r) \quad (1)$$

where the coulomb potential [10] due to a charge $Z_P e$ interacting with a charge $Z_T e$ distributed uniformly over a sphere of radius Rc is given by

$$\begin{aligned} V_{\text{Coulomb}}(r) &= \frac{1}{4\pi\epsilon_0} \frac{Z_P Z_T e^2}{r} \quad r \geq Rc \\ &= \frac{1}{4\pi\epsilon_0} \frac{Z_P Z_T e^2}{2Rc} \left(3 - \frac{r^2}{Rc^2} \right) \quad r < Rc \end{aligned} \quad (2)$$

where Rc is the radius of Coulomb interaction, received as $1.20(A_P^{1/3} + A_T^{1/3})$ fm within the optical model computations, Z_P and Z_T describes the charge of the projectile (incoming particle) P and target nuclei (fixed core or nuclei) T , respectively. Its Coulomb barrier has been calculated as about 20 MeV. The centrifugal potential is,

$$V_{centrifugal}(r) = \frac{\hbar^2 l(l+1)}{2\mu r^2} \quad (3)$$

where μ is the reduced mass of the interaction (^{11}Be - ^{64}Zn). The last term of the total potential, the complex nuclear potential $V_{Nuclear}(r)$ is defined as sum of the Woods-Saxon square shaped real and Woods-Saxon shaped imaginary potentials as,

$$V_N(r) = -\frac{V_0}{\left[1 + \exp\left(\frac{r-R_V}{a_V}\right)\right]^2} - i \frac{W_0}{\left[1 + \exp\left(\frac{r-R_V}{a_V}\right)\right]} \quad (4)$$

where V_0 , W_0 are the real and imaginary potential depths, respectively, and the nuclear radius are $R_i = r_i \left(A_P^{1/3} + A_T^{1/3}\right)$ ($i = v$ or w), where A_P and A_T are the masses of the projectile (incoming nuclei) and the target (fixed core-nuclei), respectively, and r_v and r_w are radius parameters of the real and imaginary parts of the nuclear potential, respectively. For the phenomenological model calculations, the real radius (r_v) and imaginary radius (r_w) parameters have been set to be 1.25 fm and similarly, the real diffusion (a_v) and imaginary diffusion (a_w) parameters have been set as 0.71 fm, in order to reduce uncertainty of free parameters. While the real and imaginary potential parameters are determined after r_v , r_w , a_v and a_w are set to convenient values, V_0 and W_0 are varied to fit the data. The depths of the real and imaginary potentials have been adjusted to obtain the best value for error analysis, which determines the quality of the fit between the experimental and theoretical results. If the parameters are released we could have a better agreement with experimental data. In the calculations, the code FRESKO, a general purpose reaction code [12], has been used to determine the parameters of OM to fit the experimental data.

After obtaining the best fit-good correlation for all the reactions, the depths of the real and imaginary parts have been identified, Eqs. (5) and (6) have been derived and obtained for the variation of the depths of the real and imaginary parts of the interaction potential in the nuclear section. From Eqs. (5) and (6) we can see that depths are depended on the incoming energy of the projectile (^{11}Be -as laboratory energy) with the charge number (Z) and the mass number (A) of the target (^{64}Zn). These equations are very important for similar projectiles since we can use them in nuclei with same number of nucleons.

$$V_0 = 0.461232 - 3.04636 \frac{Z_T}{A_T^3} + 11.18182 E_{LAB} (MeV) \quad (5)$$

$$W_0 = 79.3034 + 589.0902 \frac{Z_T}{A_T^{1/3}} - 146.091 E_{LAB} (MeV) \quad (6)$$

where E_{LAB} is the laboratory energy of ^{11}Be , and Z_T and A_T are the charge and mass numbers of the target nuclei (^{64}Zn).

3. RESULTS and DISCUSSION

The literatures, up to now, show that there is no global potential study on ^{11}Be nucleus. For this reason, this study has been done. Now let's continue our analyses by combining all the results with the literature knowledge. We would like to derive a new global potential, which does not fit the experimental data. Depending on the analyses motivation, we can conclude that our global phenomenological potential provides very good agreement with experimental data and, produces successfully the minimums and maximums of the elastic scattering angular distribution. Thus, the elastic scatterings of ^{11}Be from ^{64}Zn target nucleus was analyzed at energies (28.7 and 29.8 MeV) around Coulomb barrier by utilizing the

Global Potential for $^{11}\text{Be}+^{64}\text{Zn}$ Elastic Scattering

derived new optical potential set obtained by equations (5) and (6) in the optical model frame. The experimental data are taken from the literature [3, 13]. The best fit parameters, reaction cross-sections and χ^2/N values have been obtained and, shown in Table 1.

Table 1. The OM parameters used in phenomenological model analysis of $^{11}\text{Be}+^{64}\text{Zn}$ reaction.

Energy (MeV)	V_0 (MeV)	r_v (fm)	a_v (fm)	W_0 (MeV)	r_w (fm)	a_w (fm)	σ mb	J_v MeV.fm ³	J_w MeV.fm ³	χ^2/N
28.7	298.5	1.25	0.71	210.1	1.25	0.71	1930	669.857	637.064	0.42691
29.8	310.8	1.25	0.71	150.1	1.25	0.71	1892	697.459	455.133	1.95929

There are 6 free parameters in the phenomenological model. To move away from ambiguities, one fixing in the parameters was done. r_v and r_w have been fixed at the same value of 1.25 fm and similarly, a_v and a_w at 0.71 fm. Other V_0 and W_0 potential depths have been determined according to χ^2/N values. The $^{9,10,11}\text{Be}+^{64}\text{Zn}$ elastic scattering mechanism have been examined within the optical model [3], the PTOLEMY program was used for the calculations. In that study for $^{9,10}\text{Be}$ nuclei, as a potential form the Wood Saxon volume has been utilized and the real and imaginary parameters have been fixed. Furthermore, to obtain a better harmony for ^{11}Be nucleus a surface term was inserted to the imaginary volume potential part. The best χ^2 obtained for a_{si} is around 3.5 fm. For this reaction the used parameters (^{11}Be) are $V=86.2$ MeV, $r_v=1.1$ fm, $a_v=0.7$ fm $V_i=43.4$ MeV, $r_i=1.2$ fm $a_i=0.7$ fm, $V_{si}=0.151$ MeV, $r_{si}=1.3$ fm, $a_{si}=3.5$ fm, $r_c=1.25$ fm, and the calculated cross-section has been found to be 2730 mb. Thus, it has been reported that a much larger cross section gives a clue for halo nucleus case. This comment has been made for 24.5MeV (center mass energy) [3]. Later, in Ref. [7] this reaction has been examined by using the Double Folding Model (both real and imaginary parts are Double Folding Model). In this model r_c (Coulomb radius) has been taken into account and the other parameters are taken as $N_v=1$ and $N_w=1$. It has been found that $\chi^2/N=48.6$ (very big according to our results) and $\sigma_R=1854$ mb for $E_{CM}\approx 24.5$ MeV. Considering the results of these literature, we can not find a theoretical analysis for $E_{lab}=29.8$ MeV, and can not find a global potential for the two systems. According to our results, there is a good correlation between the experimental and theoretical results. Table 1 shows that the best χ^2/N value has been derived for 28.7 MeV. The greatest error rate has been also derived for 29.8 MeV. Sometimes, the minimum χ^2/N does not necessarily mean a better visual result and, a subjective judgement (by eye) of the fit goodness may have more significance than χ^2/N [14]. Then, the visual fit must be noted by eye. Furthermore, the fit with the reaction cross-section data is simultaneously observed, which allow to derive new global potential forms. From the Eqs (5) and (6), the constants have been determined by using nonlinear equation solution method. Their elastic scattering angular distribution cross-sections have been given in Figs 1-2.

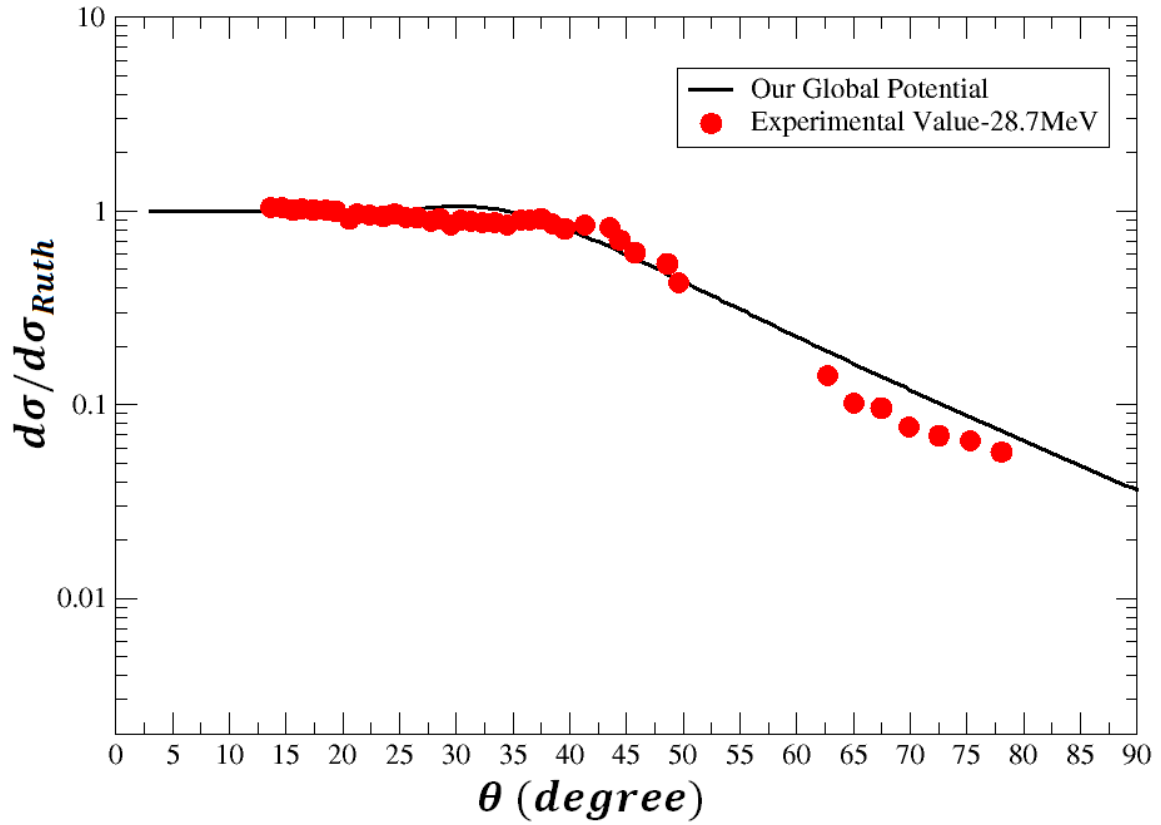


Figure 1. Angular distributions for the $^{11}\text{Be}+^{64}\text{Zn}$ elastic scattering at $E_{\text{Lab}}=28.7$ MeV for our global potential set.

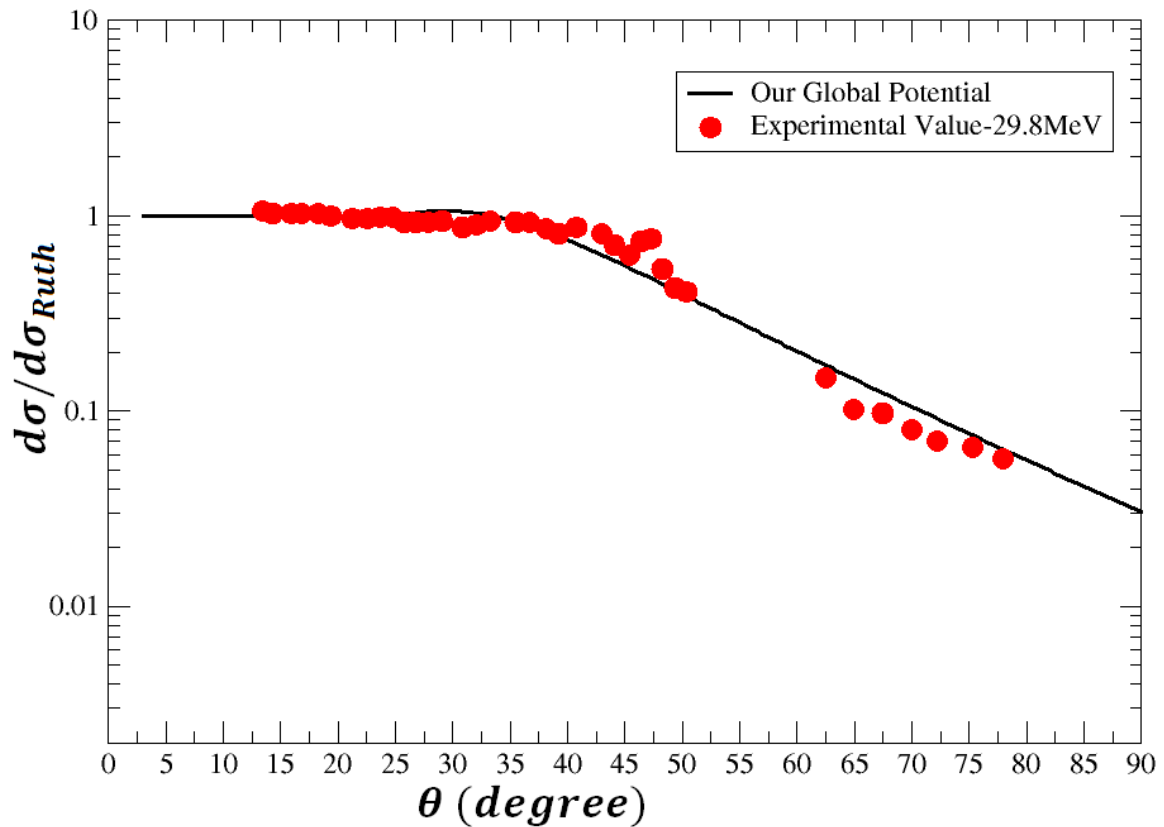


Figure 2. Angular distributions for the $^{11}\text{Be}+^{64}\text{Zn}$ elastic scattering at $E_{\text{Lab}}=29.8$ MeV for our global potential set.

Global Potential for $^{11}\text{Be}+^{64}\text{Zn}$ Elastic Scattering

Figs. 1 and 2 show that our potential is quite acceptable. Perhaps different approaches could be applied between certain angles, so that the potential could slightly be revised. These potential sets can be used for similar nuclei and, also can be applied to define scatterings of halo or exotic type nuclei, which is very significant to their interaction mechanism and scattering. Furthermore, It was realized that the reaction cross-sections decrease with increasing energy.

Finally, let's look at the calculated volume integrals for $^{11}\text{Be}+^{64}\text{Zn}$ elastic scattering. These volume integral values have been shown in Table 1. Examining the relation between the real and imaginary potentials, will be the most logical way to investigate relationship between the real and imaginary volume integral values. Since the determined volume integrals are directly connected to dispersion relation, it is not quite right to comment on this relation because for the $^{11}\text{Be}+^{64}\text{Zn}$ elastic scattering we have very little data (only two data). The volume integrals can be calculated by using the following formulas;

$$J_V = \frac{4\pi}{A_P A_T} \int V(r, E) r^2 dr \quad (7)$$

$$J_W = \frac{4\pi}{A_P A_T} \int W(r, E) r^2 dr \quad (8)$$

where A_P is the mass number of projectile, and A_T is the mass number of target nucleus. These volume integrals were calculated in Ref. [3] as $J_V = 193 \text{ MeV}\cdot\text{fm}^3$ and $J_W = 129 \text{ MeV}\cdot\text{fm}^3$ for $E_{C.M.} = 24.5 \text{ MeV}$. We have calculated as $J_V = 669.857 \text{ MeV}\cdot\text{fm}^3$ and $J_W = 637.064 \text{ MeV}\cdot\text{fm}^3$ for 28.7 MeV and $J_V = 697.459 \text{ MeV}\cdot\text{fm}^3$ and $J_W = 455.133 \text{ MeV}\cdot\text{fm}^3$ for 29.8 MeV .

4. CONCLUSION

In this study, the elastic scattering of the $^{11}\text{Be}+^{64}\text{Zn}$ system has been analyzed by using phenomenological model potentials within the framework of the optical model at two different energies (28.7 and 29.8 MeV) close to the Coulomb barrier. In the calculations we have used the new parameters to explain the reactions. The main motivation of the study is to derive a new global potential for the $^{11}\text{Be}+^{64}\text{Zn}$ elastic scattering. We have concluded that our derived potentials are close to the experimental values. So we suggest that this obtained potential sets can be used for similar nuclei and halo nuclei with 11 nucleons. Additionally, the real and imaginary volume integrals have been and compared with the literature values.

Acknowledgement

This study was partly supported by the Scientific Research Unit of Bozok University.

REFERENCES

- [1]. Tanihata, I., Kobayashi, T., Yamakawa, O., Shimoura, S., Ekuni, K., Sugimoto, K., Takahashi, N., Shimoda, T., Sato, H. Measurement of interaction cross sections using isotope beams of Be and B and isospin dependence of the nuclear radii, Phys. Lett. B., 1998: 206, 592-596.
- [2]. Takashina, M., Sakuragi, Y., Iseri, Y. Effect of halo structure on $^{11}\text{Be}+^{12}\text{C}$ elastic scattering, Eur. Phys. J. A, 2005: 25, 273-275.
- [3]. Di Pietro, A., Randisi, G., Scuderi, V., Acosta, L., Amorini, F., Borge, M. J. G., Figuera, P., Fisichella, M., Fraile, L. M., Gomes-Camacho, J. et al. Elastic scattering and reaction mechanism of the halo nucleus ^{11}Be around the Coulomb barrier, Phys. Rev. Lett., 2010: 105, 022701.

- [4]. Di Pietro, A., Sucuderi, V., Moro, A. M., Acosta, L., Amorini, F., Borge, M. J. G., Figuera, P., Fisichella, M., Fraile, L. M., Gomes-Camacho, J. et al. Experimental study of the collision $^{11}\text{Be}+^{64}\text{Zn}$ around the Coulomb barrier, *Phys. Rev. C*, 2012: 85, 054607.
- [5]. Scuderi, V., Di Pietro, A., Acosta, L., Amorini, F., Borge, M. J. G., Figuera, P., Fisichella, M., Fraile, L. M., Gomes-Camacho, J., Jeppesen, H. et al. Elastic scattering and direct reactions of the 1n halo ^{11}Be nucleus on ^{64}Zn near the barrier, *Journal of Physics: Conference Series*, 2012: 381, 012050.
- [6]. Scuderi, V., Di Pietro, A., Moro, A. M., Acosta, L., Amorini, F., Borge, M. J. G., Figuera, P., Fisichella, M., Fraile, L. M., Gomes-Camacho, J. et al. Elastic scattering for the $^{11}\text{Be}+^{64}\text{Zn}$ system close to the Coulomb barrier, *Acta Physica Polonica B*, 2013: 44, 463-466.
- [7]. Hemalatha, M. Double folding model analysis of elastic scattering of halo nucleus ^{11}Be from ^{64}Zn , *Pramana- J. Phys.*, 2014: 82, 789-795.
- [8]. Di Pietro, A., Moro, A. M., Acosta, L., Amorini, F., Borge, M. J. G., Figuera, P., Fisichella, M., Fraile, L. M., Gomes-Camacho, J., Jeppesen, H. et al. Elastic and break-up of the 1n-halo ^{11}Be nucleus, *EPJ Web of Conferences*, 2014: 66, 03023.
- [9]. Hemalatha, M. Elastic scattering of the halo nucleus ^{11}Be on ^{64}Zn , *EPJ Web of Conferences*, 2014: 66, 03036.
- [10]. Satchler, G. R. *Direct Nuclear Reactions*, Oxford University Press, Oxford 1983.
- [11]. Aygun, M., Kocadag, O., Sahin, Y. Phenomenological and microscopic analysis of elastic scattering reactions of ^{18}O by ^{24}Mg , ^{28}Si , ^{58}Ni , ^{64}Zn , ^{90}Zr , ^{120}Sn and ^{208}Pb target nuclei, *Rev. Mex. Fis.*, 2015: 61, 414-420.
- [12]. Thompson, I. J. Coupled reaction channels calculations in nuclear physics, *Comput. Phys. Rep.*, 1988: 7, 167-212.
- [13]. Scuderi, V., Di Pietro, A., Acosta, L., Amorini, F., Borge, M. J. G., Figuera, P., Fisichella, M., Fraile, L. M., Gomes-Camacho, J., Jeppesen, H. et al. Study of reaction mechanism for $^{9,10,11}\text{Be}+^{64}\text{Zn}$ systems around the Coulomb barrier, *AIP Conference Proceedings*, 2010: 1231, 191.
- [14]. Farag, M. Y., Esmael, E. H., Maridi, H. M. Energy-dependent microscopic optical potential for scattering of nucleons on light nuclei, *Eur. Phys. J. A*, 2014: 50, 106.



Investigation on Structural, Elastic, Electronic and Vibrational Properties of LiTiAl Half-Heusler Compound Using First Principles Methods

Yesim MOGULKOC^{1*}, Yasemin OZTEKIN CIFTCI²

¹Ankara Üniversitesi, Fizik Mühendisliği Bölümü, 06100, Tandoğan, Ankara, Turkey

²Gazi Üniversitesi, Fizik Bölümü, 06500, Teknikokullar, Ankara, Turkey

Received: 07.03.2017; Accepted: 23.03.2017

Abstract. Heusler alloys are particularly noticeable in spintronics and thermoelectric applications. The researches on new and better thermoelectric materials are increasing rapidly due to the energy crisis and environmental pollution which are frequently discussed in recent times. Thermoelectric materials are seen as potential ways to solve these problems. Half-Heusler materials are considered thermoelectric materials due to their large temperature stability. Typically, half-Heusler crystallizes in a face-centered cubic structure with alloys $F\bar{4}3m$ space group (No.216). In this study, the structural, elastic, electronic and vibrational properties of the Li-based LiTiAl compound with 8 electrons in the primitive cell were investigated using the VASP package program using the first principles methods. The 700 eV cutoff energy and $15 \times 15 \times 15$ k-points were used in calculations. The lattice constant has been calculated as 6.191 \AA . The obtained structural parameters are convenient with the results of literature. Band structures, total and partial density states graphs are drawn as electronic properties. From these calculations, the band gap of this compound was found to be 9.55 meV. Elastic constants were calculated from stress-strain rate. The calculated elastic constants show that this compound is mechanically stable. Phonon frequencies are calculated and the structure is found dynamically stable.

Keywords: LiTiAl, Half-Heusler, Vibrational properties, DFT, GGA-PBE.

LiTiAl Yarı-Heusler Alaşımının Yapısal, Elastik, Elektronik ve Titreşimsel Özelliklerinin İlk İlkeler Yöntemleri Kullanılarak İncelenmesi

Özet. Heusler alaşımları özellikle spintronik ve termoelektrik uygulamalarda önemli ölçüde dikkat çekmektedir. Son zamanlarda sıklıkla tartışılan enerji krizi ve çevresel kirlilikten dolayı yeni ve daha iyi termoelektrik malzemelerdeki araştırmalar hızla artmaktadır. Termoelektrik malzemeler bu problemlerin çözümü için potansiyel yollardan biri olarak görülmektedir. Yarı-Heusler malzemelerde büyük sıcaklık kararlılıklarından dolayı termoelektrik malzemeler olarak düşünülmektedir. Tipik olarak yarı-Heusler alaşımlar $F\bar{4}3m$ uzay grublu (No.216) yüzey merkezli kübik yapıda kristallenir. Bu çalışmada ilkel hücrede 8 elektrona sahip Li tabanlı LiTiAl bileşiğinin yapısal, elastik, elektronik ve titreşimsel özellikleri ilk ilkesel yöntemler kullanan VASP paket programı kullanılarak incelenmiştir. Hesaplamalarda 700 eV kesilim enerjisi ve $15 \times 15 \times 15$ k-noktası kullanılmıştır. Örgü sabiti 6.191 \AA olarak hesaplanmıştır. Elde edilen yapısal parametreler mevcut literatür sonuçları ile uyumludur. Elektronik özellikler olarak band yapısı, toplam ve kısmi durum yoğunluğu grafikleri çizilmiştir. Bu hesaplardan bu bileşiğin band aralığı 9.55 meV olarak bulunmuştur. Elastik sabitleri zor-zorlanma oranından hesaplanmıştır. Hesaplanan elastik sabitleri bu bileşiğin mekaniksel olarak kararlı olduğunu göstermiştir. Fonon frekansları hesaplanmıştır ve yapı kararlı olarak bulunmuştur.

Anahtar Kelimeler: LiTiAl, Yarı-Heusler, Titreşimsel özellikler, DFT, GGA-PBE.

* Corresponding author. Email address: mogulkoc@eng.ankara.edu.tr

1. INTRODUCTION

Heusler and Half-Heusler (HH) alloys have been attracted precious interests in novel materials in the materials science technology [1-7]. The HH alloys have potential many applications in spintronics and green-energy related fields, such as solar cells. In recent years, there is a strong demand for new optoelectronic devices. HH alloys have band gaps that can be tuned from 0 to 4 eV by changing their chemical composition [7].

The most-well known semi-Heusler compound is NiMnSb [8]. In 1983, de Groot's group [9] showed using first-principles electronic structure properties that this compound is in reality half-metallic, i.e. the minority band is semiconducting with a gap at the Fermi level E_F , leading to 100% spin polarization at E_F .

The analysis of lattice parameters, band gaps and static dielectric constants of half-Heusler compounds at ambient pressure are investigated and demonstrated as new candidates for the optoelectronic devices by Mehnane et al. [7]. The structural, electronic and optical properties of half-Heusler compounds of I-II-V and I-III-IV types using first principles calculations based on the density functional theory by Kacimi et al. [10]. Recent progress and advances in the half-Heusler compounds are briefly reviewed by Xie and his friends [11]. Kieven and Klenk present their first principles calculations results in order to find potential of HH materials to use in optoelectronic devices [12]. In addition to, there are some remarkable studies about topological insulators. To exemplify, Xiao and his friends [13] explore the feasibility of converting ternary half-Heusler compounds into a new class of three-dimensional topological insulators.

In this work, we have been discussed the structural, elastic, electronic, vibrational and thermodynamic properties of the LiTiAl HH alloy by analyzing first principles results. LiTiAl is a one of the compound from I-III-IV type-HH alloy that has eight valance electrons and including a large number of semiconductors with energy gaps vary in a wide range [11]. In this study, lattice parameter is quite convenient with literature and also the structure is dynamically stable considerable as vibrational part of the study.

2. METHOD of CALCULATION

Generally, HH alloys XYZ crystallize in a non-centrosymmetric structure corresponding to the space group $F\bar{4}3m$ (Space number: 216) [14]. The first principles calculations are performed using density functional theory within the Perdew-Burke-Ernzerhof (PBE) parametrization of the generalized gradient approximation (GGA) [15, 16] as implemented in the Vienna Ab-initio Simulation Package (VASP) [17-20]. For the plane-wave basis set, the kinetic energy cutoff is taken to be 700 eV. The numerical integration of Brillouin zone for optimization, elastic and optical properties is applied using a $15 \times 15 \times 15$ Monkhorst-Pack k-points sampling procedure for HH-LiTiAl alloy while $42 \times 42 \times 42$ k-points for band structure and $20 \times 20 \times 20$ k-points for partial density of states are employed. Phonon frequencies are calculated via the PHONOPY program [21], which uses the force constants obtained from the VASP package code. The phonon account was made using a $2 \times 2 \times 2$ supercell containing 24 atoms. Since the phonon spectrum obtained does not contain any virtual branches, the structure is found dynamically stable.

3. RESULTS and DISCUSSIONS

3.1. Structural and elastic properties

To understand the properties of these materials, atomic positions are important to identify the crystal lattice.

The structural and elastic properties are discussed in this section. Heusler alloys are defined as the ternary intermetallic compounds in I-III-IV type-HH groups. The crystal structure of LiTiAl HH alloy is shown in Fig. 1 in which the Li-atoms are green color, Ti-atoms are purple and Al-atoms are brown ones.

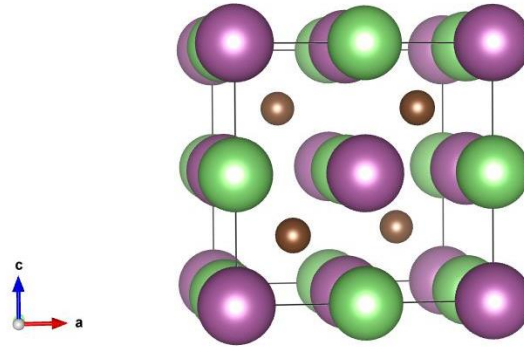


Figure 1. The crystal structure of LiTiAl HH alloy.

We have studied the properties using GGA-PBE method and presented the results for elastic parameters with Table 1. There is one study to compare lattice constants. According to the reference study [22], the optimized lattice constant as determined using the GGA method proposed by Engel and Vosko [23] is found to 5.895 Å. Our optimized lattice constant with GGA-PBE method is obtained as 6.191 Å. These values are quite compatible with together. Our calculated value of lattice constant is 0.047 percentage of value difference greater than the given reference value.

Table 1. The second order elastic constants (C_{ij}), bulk modulus (B), shear modulus (G) and the ratio of G/B of LiTiAl HH alloy.

LiTiAl	C_{11} [GPa]	C_{12} [GPa]	C_{44} [GPa]	B [GPa]	G [GPa]	B/G
Present work (GGA-PBE)	63.26	41.59	22.85	48.82	10.83	4.5

The elastic constants depict that the response of the crystal to external forces and examine the crucial factor in determining the strength and resistivity of the materials. Within the light of considering this fact, the second order elastic constants are calculated.

To obtain the elastic constants through the first-principles modeling of materials from their known crystal structures, there are basically two common methods [24, 25] an approach based on analysis of the total energy of properly strained states of the material in the volume conserving technique and an approach based on the analysis of changes in calculated stress values resulting from changes in the stress-strain technique. In this study, the stress-strain technique has been used to obtain the second-order elastic constants (C_{ij}) of LiTiAl HH alloy. The stress-strain technique is based on constructing a set of linear equations from stress-strain tensors for several deformations of the unit cell. This set of equations represents a general form of Hooke's law and can be solved with respect to the second-order elastic constants.

$$\sigma_i = \sum_{j=1}^6 C_{ij} \varepsilon_j \quad (1)$$

Equation (1) describes that the linear dependency of stress component σ_i ($i = 1-6$) and applied strain ε_j ($j = 1-6$) under a small deformation. Here C_{ij} are the elastic constants of the crystal and its structure has been fully relaxed under a given set of exchange-correlation potential functions and obtained an equilibrium structure with a minimum total energy. The Born's stability criteria's [26] should be satisfied for the stability of lattice. The known Born's stability conditions of cubic crystals are: $C_{11} > 0$, $C_{11} - C_{12} > 0$, $C_{44} > 0$, $C_{11} + 2C_{12} > 0$ and $C_{12} < B < C_{11}$ for mechanical stability. According to the Born's stability conditions, LiTiAl HH alloy is mechanically stable using the second order constants for calculations.

As it is known, the bulk modulus (B) determines the resistance of material fracture and the shear modulus (G) represents the resistance to plastic deformation. The B/G ratio is relevant to ductile/brittle behavior for solids. It is well-known that the critical value is 1.75 and/or greater than that value the material is regarded as ductile [27-29]. LiTiAl HH alloy indicates that the ductile behavior due to the fact that the present value of B/G is 4.5.

3.2. Electronic properties

Electronic structure calculations have been performed to evaluate the electronic properties of LiTiAl HH alloy along the high symmetry directions in inclusion of total density of states (DOS) with band structure calculated by GGA scheme as presented in Figure 2.

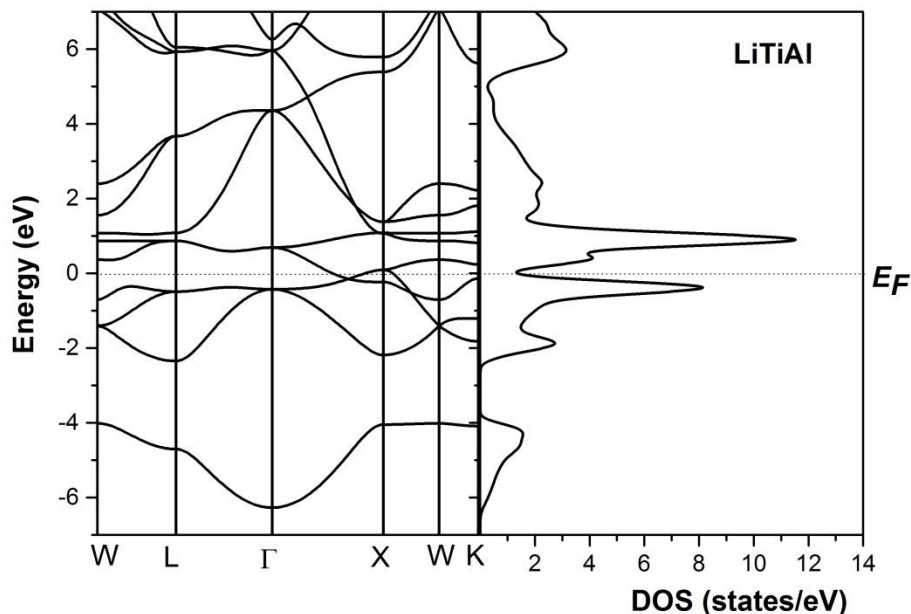


Figure 2. The band structure and density of states of LiTiAl HH alloy.

The Fig. 2 indicates clearly that the LiTiAl HH alloy portrays the metallic nature of the compound due to the fact that at around Fermi level (E_F) that is set to the zero band structures have been nested. According to the DOS, there is no band gap and also it could be concluded from band structures.

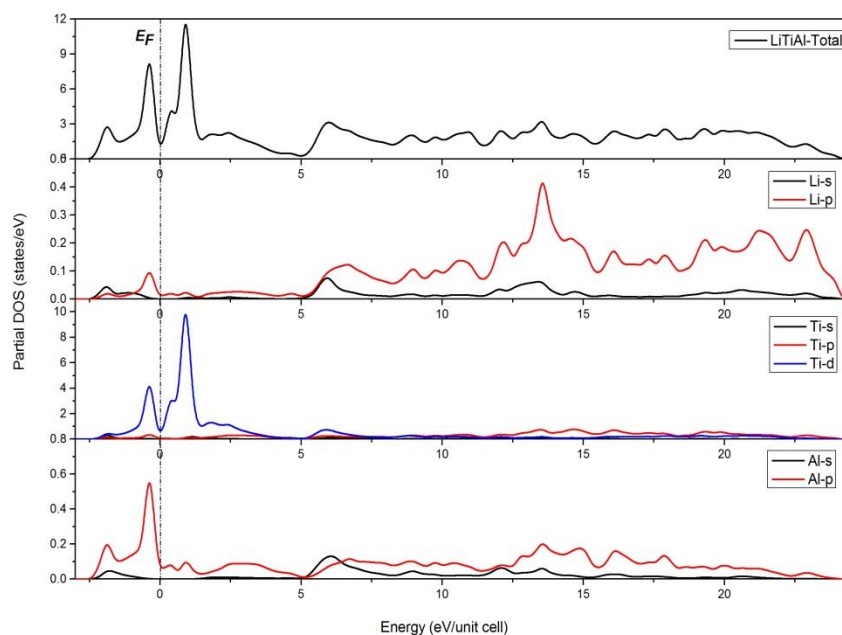


Figure 3. The partial and total density of states of LiTiAl HH alloy.

We have presented the total density of states (TDOS) and partial density of states (PDOS) of LiTiAl HH alloy in Figure 3. As it is clearly shown from Figure 3, under the conventional GGA model, the contribution to the lower valance bands and Fermi energy level are mainly Al-p states and Ti-d states. The calculated whole width of valance band is nearly 25 eV. The conduction bands are mainly from Li-p states and partially Al-p states. Ti-d states have a maximum nearly at around 1.5 eV. The LiTiAl HH alloy has a metallic behavior due to the fact that it has no band gap.

3.3. Vibrational and thermodynamic properties

The stability of lattice dynamics turn outs more featured properties of materials under zero and finite pressure. Phonon frequencies of materials give an idea for the vibrational properties to determine the lattice dynamical stability, thus, the phonon frequencies of LiTiAl HH alloy of in the MgAgAs ($C1_b$) structure have been computed using the PHONOPY code [30, 31] that is based on the forces obtained from the VASP. The PHONOPY code calculates force constant matrices and phonon frequencies using the density functional perturbation theory as described in Ref [31]. The present phonon dispersion curves along several high symmetry directions using a $2 \times 2 \times 2$ cubic supercell of 24 atoms are illustrated in Fig. 4. Unfortunately, up to now there have no experimental and other theoretical works exploring the lattice dynamics of these compounds under zero pressure. As LiTiAl compound has three atoms in the primitive cell, in the phonon spectrum has nine phonon branches, including three acoustic branches and six optical branches. One of the remarkable observations is that none of the branch involves a soft mode in the whole Brillouin zone (see Fig. 4). Therefore, it is strongly supports the dynamical stability of this compound in $C1_b$ structure. As shown on the right side of Fig. 4, the phonon spectrum of the LiTiAl HH alloy consists of three groups of bands. The lower modes with frequencies up to 4.5 THz are mixed states composed of the Ti, and Al atoms. In the next two groups of bands, the contributions are not equal to each other. The modes in the range 8.0 -10.5 THz are predominantly determined by the vibrations of the Li atoms, while the vibrations of the Li and Al atoms are dominant in the upper range of 12-14 THz. It can be easily seen that from Fig. 4, there is gap between optical and acoustic branches owing to the mass differences. The general features are consistent with phonon dispersion relations reported for other HH compounds such as ZrNiSn and ZrCoSb compounds [32, 33].

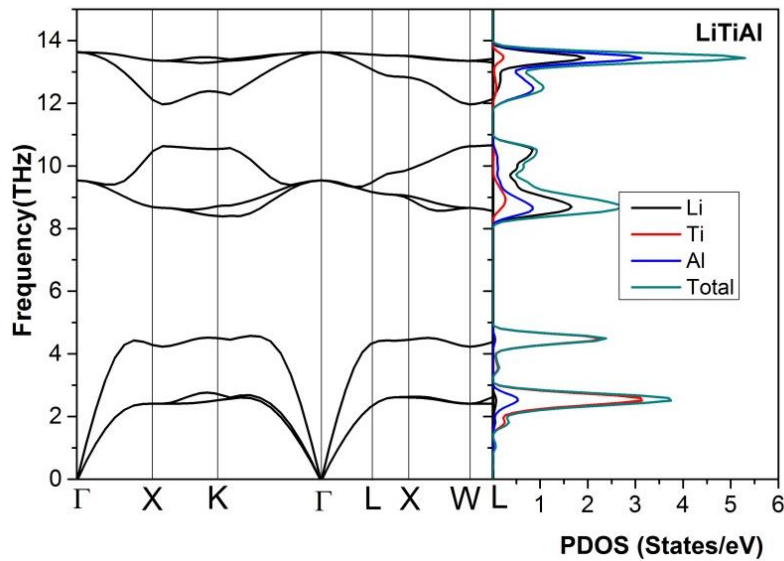


Figure 4. Phonon frequencies and phonon density of states of LiTiAl.

The temperature dependent properties are calculated through the thermodynamic quantities based on the quasi-harmonic approach and thermal electronic excitation. By using phonon frequencies, the thermodynamic parameters such as heat capacity (C_v), entropy (S), and free energy (F) have been calculated under quasi-harmonic approximation. As illustrated in Fig.5(a) that the free energy decreases with increasing temperature. The contributions from the lattice vibrations to the heat capacity of LiTiAl are illustrated in Fig.5(b). To decrease the probable influence of anharmonicity, the temperature is limited to 1000 K. The contribution from the lattice to the heat capacity follows the Debye model and approaches Dulong–Petit limit at high temperatures. The variations of entropy with the temperature for this HH alloy are given in Fig.5(c) over the same temperature range. It increases with temperature.

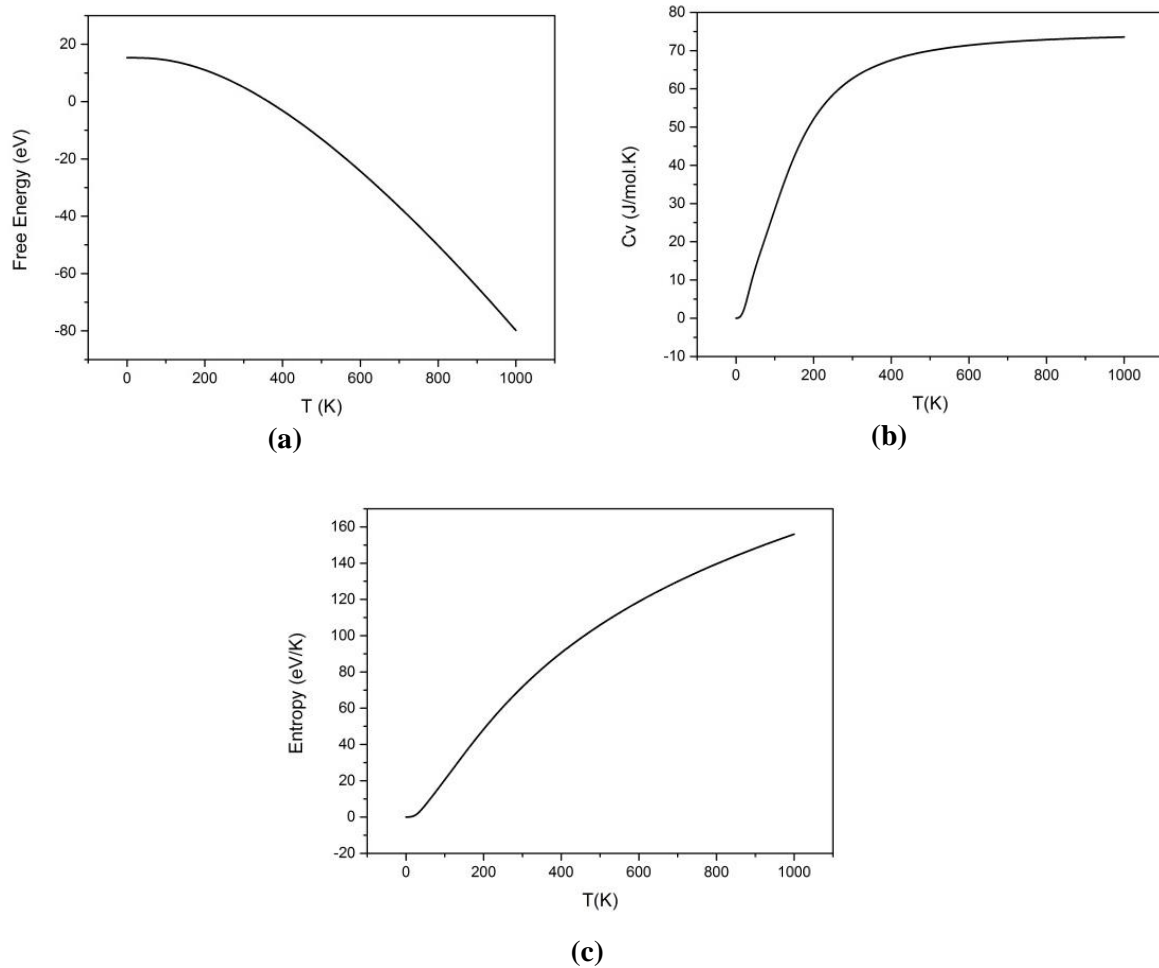


Figure 5a. Free energy **b.** Heat capacity **c.** Entropy curves with respect to the Temperature ($T(K)$) of HH-LiTiAl alloy

4. CONCLUSION

To sum up, the structural, elastic, electronic, vibrational and thermodynamic properties of LiTiAl HH alloy using first-principles calculations based on the density functional theory with the frame of GGA-PBE. The calculated lattice constants are in good agreement with the existing results from the other related theoretical study that is considered with GGA-EV (Engel-Vosko). Second-order elastic constants and mechanical parameters are obtained and mechanical stability for LiTiAl HH alloy is investigated using the Born's stability criteria. As a result, it has found as mechanically stable. LiTiAl HH alloy

exhibits a metallic behavior at zero pressure. In detail, total and partial densities of states of LiTiAl HH alloy are represented and it is shown that main contributions are emerged by Al-p and Ti-d states. Furthermore, vibrational and thermodynamic properties of LiTiAl HH alloy is discussed and determined that LiTiAl HH alloy illustrates as dynamically stable. Finally, we have deduced that our theoretical result for basic physical properties of LiTiAl HH alloy supports that the potential applications is convenient for desiring technological demands.

Acknowledgements:

The VASP calculations in this paper have been performed at TUBITAK ULAKBIM, High Performance and Grid Computing Center (TRUBA).

REFERENCES

- [1]. Ouardi S., Fecher G.H., Felser C., Kübler J. 2013. Realization of Spin Gapless Semiconductors: The Heusler Compound Mn_2CoAl . *Phys. Rev. Lett.* 110, 100401.
- [2]. Liu Z.H., Zhang M., Cui Y.T., Zhou Y.Q., Wang W.H., Wu G.H., Zhang X.X., Xiao G. 2003. Martensitic transformation and shape memory effect in ferromagnetic Heusler alloy Ni_2FeGa . *Appl. Phys. Lett.* 82, 424.
- [3]. Klimczuk T., Wang C.H., Gofryk K., Ronning F., Winterlik J., Fecher G.H., Griveau J.C., Colineau E., Felser C., Thompson J.D., Safarik D.J., Cava R.J. 2012. Superconductivity in the Heusler Family of Intermetallics. *Phys. Rev. B.* 85, 174505.
- [4]. Bos J.-W.G., Downie R.A. 2014. Half-Heusler thermoelectrics: a complex class of materials. *J. Phys. Condens. Matter* 26, 433201.
- [5]. Duan C.G., Sabiryanov I.F., Mei W.N., Dowben P.A., Jaswal S. 2007. Electronic, magnetic and transport properties of rare-earth mononictides. *Journal of Physics: Condensed Matter.* 19, 315220.
- [6]. Hu. X. 2012. Half-Metallic Antiferromagnet as a Prospective Material for Spintronics *Adv. Mater.* 24, 294-298.
- [7]. Mehnane H., Bekkouche B., Kacimi S., Hallouche A., Djermouni M. 2012. First-principles study of new half Heusler for optoelectronic applications. *Superlattices and Microstructures* 51, 772-784.
- [8]. Watanabe K. 1976. Magnetic Properties of Cl_b -Type Mn Base Compounds. *Trans. Jpn. Inst. Met.* 17, 220.
- [9]. de Groot R.A., Mueller F.M., van Engen P.G., Buschow K.H.J. 1983. New Class of Materials: Half-Metallic Ferromagnets. *Phys. Rev. Lett.* 50, 2024.
- [10]. Kacimi S., Mehnane H., Zaoui A. 2014. Kacimi S., Mehnane H., Zaoui A. 2014. I-II-V and I-III-IV half-Heusler compounds for optoelectronic applications: Comparative ab initio study. *Journal of Alloys and Compounds* 587, 451-458.
- [11]. Xie W., Weidenkaff A., Tang X., Zhang Q., Poon J. and Tritt T.M. 2012. Recent Advances in Nanostructured Thermoelectric Half-Heusler Compounds. *Nanomaterials* 2, 379-412.
- [12]. Kieven D. and Klenk R. 2010. I-II-V half-Heusler compounds for optoelectronics: Ab initio calculations. *Phys. Rev. B* 81, 075208.
- [13]. Xiao D., Yao Y., Feng W., Wen J., Zhu W., Chen X-Q., Stocks G.M., Zhang Z. 2010. Half-Heusler Compounds as a New Class of Three-Dimensional Topological Insulators *Phys. Rev. Lett.* 105, 096404.

- [14]. Casper F., Graf T., Chadov S., Balke B. and Felser C. 2012. Half-Heusler compounds: novel materials for energy and spintronic applications. *Semicond. Sci. Technol.* 27, 063001.
- [15]. Perdew J.P., Burke K. and Ernzerhof M. 1996. Generalized Gradient Approximation Made Simple *Phys. Rev. Lett.* 77, 3865.
- [16]. Perdew J.P., Burke K. and Ernzerhof M. 1997. Generalized Gradient Approximation Made Simple *Phys. Rev. Lett.* 78, 1396.
- [17]. Kresse G. and Hafner J. 1993. Ab initio molecular dynamics for liquid metals. *Phys. Rev. B.* 47, 558.
- [18]. Kresse G. and Hafner J. 1994. Ab initio molecular-dynamics simulation of the liquid-metal–amorphous-semiconductor transition in germanium. *Phys. Rev. B.* 49, 14251.
- [19]. Kresse G. and Furthmüller J. 1996. Efficiency of ab-initio total energy calculations for metals and semiconductors using a plane-wave basis set. *Comput. Mat. Sci.* 6, 15.
- [20]. Kresse G. and Furthmüller J. 1996. Efficient iterative schemes for ab initio total-energy calculations using a plane-wave basis set. *Phys. Rev. B.* 54, 11169.
- [21]. Chaput L., Togo A., Tanaka I. and Hug G. 2011. Phonon-phonon interactions in transition metals *Phys. Rev. B.* 84, 094302.
- [22]. Gruhn T. 2010. Comparative ab initio study of half-Heusler compounds for optoelectronic applications. *Phys. Rev. B.* 82, 125210.
- [23]. Engel E. and Vosko S.H. 1993. Exact exchange-only potentials and the virial relation as microscopic criteria for generalized gradient approximations. *Phys. Rev. A.* 47, 2800.
- [24]. Mehl J. 1993. Pressure dependence of the elastic moduli in aluminum-rich Al-Li compounds *Phys. Rev. B.* 47, 2493.
- [25]. Wang S.Q. and Ye H.Q. 2003. First-principles study on elastic properties and phase stability of III–V compounds. *Phys. Status Solidi B.* 240, 45.
- [26]. M. Born and K. Huang. 1956. *Dynamical Theory of Crystal Lattices*, Clarendon, Oxford.
- [27]. Pugh S.F. 1954. XCII. Relations between the elastic moduli and the plastic properties of polycrystalline pure metals. *Phil. Mag.* 45, 823.
- [28]. Bannikov V.V., Shein I.R. and Ivanovskii A.L. 2007. Electronic structure, chemical bonding and elastic properties of the first thorium-containing nitride perovskite TaThN₃. *Phys Status Solidi (RRL)*. 1, 89.
- [29]. Johnston, Keeler G., Rollins R., and Spicklemire S. 1996. *Solid State Physics Simulations*. The Consortium for Upper-Level Physics Software, John Wiley, New York.
- [30]. Togo A., Oba F. and Tanaka I. 2008. First-principles calculations of the ferroelastic transition between rutile-type and CaCl₂-type SiO₂ at high pressures. *Phys. Rev. B.* 78, 134106.
- [31]. Togo A. and Tanaka I. 2015. First principles phonon calculations in materials science. *Scripta Materialia*. 108, 1-5.
- [32]. H. Ozisik, K. Colakoglu, and Havva B. Ozisik. 2010. Ab-initio first principles calculations on half-Heusler NiYSn (Y=Zr, Hf) compounds Part 1: Structural, lattice dynamical, and thermo dynamical properties. *Fizika* 16, 154.
- [33]. Shiomi J., Esfarjani K. and Chen G. 2011. Thermal conductivity of half-Heusler compounds from first-principles calculations. *Phys. Rev. B* 84, 104302.



<http://dx.doi.org/10.17776/cumuscij.289956>

Listeria Standart Suşlarının Zamana Bağlı Biyofilm Oluşturma Kapasiteleri

Emine DİNÇER, Uğur TUTAR

Cumhuriyet Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Fakültesi, Beslenme ve Diyetetik Bölümü, Sivas

Received: 06.02.2017; Accepted: 17.04.2017

Özet. Mikroorganizmalar doğada çevresel stres koşullarına karşı biyofilm formasyonu gibi çeşitli direnç mekanizmaları geliştirmektedirler. Biyofilmler mikrobiyal hücrelerin yüzeylere güçlü adhezyonu sonucu oluşan sessil organizasyonlardır. Biyofilm ile ilişkili hücreler ekzopolisakkarit, protein ve DNA'dan oluşan ekstraselüler matriks tarafından korunmaktadır. Gıda endüstrisinde, biyofilm oluşumu çürükçül ve patojenik mikroorganizmaların gıda yada gıda yüzeylerine tutunma olasılığından dolayı hijyen ve güvenlik sebepleri ile istenmemektedir. Gıda kökenli patojen mikroorganizmalar, gıda endüstrisinde her yıl önemli ekonomik kayıplara sebep olmaktadır. Gıda patojenleri arasında oldukça önemli sayılan, yirminci yüzyılın ikinci yarısında ortaya çıkmış olan *Listeria monocytogenes* gıda, çevresel ve klinik örneklerde yaygın olarak bulunmaktadır. Gram pozitif bir bakteri olan *L. monocytogenes* insanlarda gıda kökenli hastalık olan listeriosis oluşumundan sorumludur. Birçok çalışma *Listeria* türlerinin çeşitli gıdalar ile temasta biyofilm oluşturduğunu ve ekstraselüler polimerik bileşikler ürettiğini göstermektedir. Biyofilmler antimikrobiyal ajanlara karşı daha dirençli oldukları için *Listeria* türlerinin farklı yüzeylerde biyofilm oluşturma kapasitesi gıda endüstrisi için büyük önem taşımaktadır.

Çalışmamızda *Listeria* standart suşlarının zamana bağlı biyofilm oluşturma kapasitelerinin araştırılması ve konuyla ilgili literatüre katkı sağlanması hedeflenmiştir. Çalışma için 3 farklı *Listeria* türüne ait 4 standart suş kullanılmıştır. Kullanılan kültürler *L. monocytogenes* ATCC 7644, *L. monocytogenes* ATCC 19111, *Listeria ivanovii* ATCC 19119 ve *Listeria innocua* 6a33090dur. Biyofilm oluşumu 96 kuyucuklu plaklar içerisinde, Christensen ve arkadaşları tarafından önerilen mikropalak metodu modifiye edilerek araştırılmıştır. Çalışmada, 6, 12 ve 24 saatlik inkübasyon sonrasında zayıf biyofilm oluşumu gözlemlenirken, 48 saatlik inkübasyon sonunda bütün standart strainlerde orta dereceli biyofilm oluşumu tespit edilmiştir. Buna bağlı olarak, biyofilm oluşumu ve zaman arasındaki ilişkinin incelenmesi sonucunda, 48 saatlik inkübasyondan sonra biyofilm oluşumunda artış gözlemlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Biyofilm, *Listeria*, *Listeria monocytogenes*, Listeriosis

Biofilm Formation Capacity of Listeria Standard Strains Depended On Time

Abstract. In nature, microorganism have developed a variety of mechanisms of resistance to environmental stresses, such as the formation of biofilms. Biofilms are sessile organizations of microbial cells with a strong adherence to surfaces. Biofilm-associated cells are protected by an extracellular matrix consisting of exopolysaccharides, proteins and DNA In food industry, biofilm formation is undesirable for hygienic and safety reasons due to the possible attachment of food spoilage or pathogenic microorganisms to food or food surfaces. *Foodborne pathogenic microorganism have caused the loss of millions dollars in the food industry each year. Listeria monocytogenes*, which is emerged as an important foodborne pathogen in the latter part of the 20th century, is widely found in food, environmental and clinical samples. *Listeria monocytogenes* a Gram-positive bacterium that is responsible for causing the foodborne disease listeriosis humans. Several studies have

* Corresponding author. Email address: eminedincer26@gmail.com

Listeria Standart Suşlarının Zamana Bağlı Biyofilm Oluşturma Kapasiteleri

demonstrated that *Listeria* species is able to form biofilms and produce extracellular polymeric substances on various food contacts. Since biofilms are more resistant to antimicrobial agents, the capability of *Listeria* species to form biofilms on different surfaces poses a major concern for the food industry.

The purpose of the present study was to investigate biofilm formation capacity of *Listeria* standard strains depended on time and to contribute literature. For the investigation, was used 4 standard *Listeria* stains which are belong to 3 different *Listeria* species. Used cultures are *L. monocytogenes* ATCC 7644, *L. monocytogenes* ATCC 19111, *Listeria ivanovii* ATCC 19119 and *Listeria innocua* 6a33090. Biofilm formation were determined in 96-well tissue culture plates with a microtiter plate assay (MP) described by Christensen et al. with modifications. After the 6, 12 and 24 hour incubation was observed weak biofilm formation whereas moderate biofilm formation was revealed for all standard strains after 48 hour incubation. Accordingly this, as a result of the investigation to relationship between biofilm formation and time, were observed that increasing to biofilm formation after 48 hour incubation.

Keywords: Biofilm, *Listeria*, *Listeria monocytogenes*, Listeriosis

1. GİRİŞ

Listeria cinsi, *Listeria monocytogenes*, *Listeria innocua*, *Listeria ivanovii*, *Listeria seeligeri*, *Listeria welshimeri* ve *Listeria grayi* olmak üzere toplamda 6 türden oluşmaktadır [1, 2]. *Listeria* cinsi genomundaki düşük G+C oranında dayanılarak gram pozitif bakterilerde *Clostridium* cinsinin yan dalı olarak kabul edilmektedir. Mikroskopik olarak incelendiğinde kısa basil formunda (0,5 X 2,0 µm) görülen organizmalar sporsuz ve 20-25 °C’de hareketlidirler. Sahip oldukları polar kamçı sayesinde takla hareketi ile ilerlemektedirler. Aerobik ve fakültatif anaerobik olarak gelişim göstermektedirler. Optimum gelişim sıcaklıkları 30-37°C olmakla birlikte birçok bakteri türünün aksine buzdolabı sıcaklığı olan 4-10 °C’de çoğalabilirler [1, 3].

Günümüzde, *L. monocytogenes* ve *L. ivanovii* patojen olarak kabul edilmektedir. *L. monocytogenes* insanlarda, *L. ivanovii* ise diğer memelilerde hastalık etmeni olarak bilinmektedir. Bununla birlikte çeşitli raporlarda *L. seeligeri* ve *L. ivanovii* türlerinin insanlarda hastalığa yol açtığı ileri sürülmüştür [3]. *Listeria* nedeniyle görülen hastalıklar genel olarak ‘listeriosis’ olarak adlandırılmaktadır. Bu mikroorganizmanın sebep olduğu klinik sendromlar arasında bağışıklık sistemi baskılanmış hastalarda zehirlenme (sepsis), beyin dokusunda iltihaplanma (meningoensefalit), ateşli bağırsak iltihaplanması (gastroenteritis) bulunmaktadır [4]. Listeriosis hastalığının semptomları gribe benzerdir, ancak menenjit, septisemi, düşük ya da yeni doğanda listeriosis gibi çeşitli komplikasyonlarla sonuçlanmaktadır. Özellikle hamile bayanlarda doğum kanalı ile mikroorganizmanın fetusa geçiş durumu ya da düşüğe sebebiyet vermesi *Listeria* cinsini daha önemli hale getirmektedir [3, 5, 6]. Günümüzde insanlarda görülen listeriosis enfeksiyonlarının neredeyse tamamının gıda kökenli olduğu bilinmektedir. Özellikle 1980-2000’li yıllar arasında gıda ürünlerinin tüketilmesi ile ilişkili olarak listeriosis salgını meydana geldiği görülmektedir. Diğer gıda kökenli hastalıklarla kıyaslandığında listeriosis oluşum sıklığı daha düşük düzeyde görülmekle birlikte kayıt altına alınmış salgınlarda ölüm oranı oldukça yüksek olup %30 civarındadır [3, 6, 7, 8].

Son yıllarda yapılan çeşitli çalışmalar, sıcaklık, pH, basınç gibi çeşitli çevresel stres faktörlerine karşı oldukça dirençli olduğu bilinen *Listeria* türlerinin aynı zamanda biyofilm oluşturma ve ekstraselüler polimerik maddeler (EPS) üretme yeteneğinde olduğunu göstermiştir [9]. Özellikle gıda üretim sistemlerinde *L. monocytogenes* türünün karışık mikrobiyal flora içeren biyofilm içerisinde gelişim gösterebildiği ve bu durumun gıda kontaminasyonlarının ana kaynağını oluşturduğu literatürde mevcuttur. Bu nedenle *Listeria* türlerinin biyofilm oluşturma yetenekleri gıda sektörü açısından önem

arz etmektedir [10]. Çalışmamızda *Listeria* standart suşlarının zamana bağlı biyofilm oluşturma kapasiteleri gözlemlenerek konuyla ilgili literatüre katkı sağlanması hedeflenmiştir.

2. GEREÇ ve YÖNTEM

Materyal

Çalışmada, *L. monocytogenes* ATCC 7644, *L. monocytogenes* ATCC 19111, *L. ivanovii* ATCC 19119 ve *L. innocua* 6a33090 olmak üzere 3 farklı *Listeria* türüne ait dört standart suş kullanılmıştır. Kullanılan *Listeria* standart suşları ticari olarak temin edilmiş olup, liyofilize haldeki kültürler Fraser Broth'ta (Merck) 30°C' de bir gece inkübe edilerek canlandırılmış, ardından 0.1 mL örnek alınarak 10 mL Fraser Broth (Merck) ortamına inokülasyon yapılmış ve 37°C de 48 saat inkübe edilmiştir. İnkübasyon süresi tamamlanan kültürlerden Palcam Agar ortamına çizgi ekim yapılarak, 24-48 saat süre ile 37°C de inkübasyon sonrasında kültürlerin gram boyama ile saflık kontrolü yapılmıştır [11]. Kullanılan test mikroorganizmaları, analizlerden önce stoktan çıkarılarak canlandırılmış, saflık kontrolü yapılmış ve iki kez kültüre alındıktan sonra testlerde kullanılmıştır.

Biyofilm Aktivitesinin Belirlenmesi:

Çalışma için aktif hale getirilmiş kültürler % 1 (w/v) glukoz ilave edilmiş tryptic soy broth (TSB) içerisinde 37°C de bir gece inkübasyona tabi tutulmuştur. Ardından iki kez aktive edilen kültürlerin yoğunluğu 0.5 McFarland eşeline uygun olarak ayarlanmıştır. Yoğunluk ayarı yapılan kültürlerden 200 µl alınarak 96 kuyucuklu mikrotiter plaklara transfer edilmiştir. Plaklar 37°C de sırası ile 6, 12, 24 ve 48 saat süre ile inkübasyona tabi tutulmuştur. İnkübasyon süresi bitiminde besiyeri dökülerek, kuyucuklardaki planktonik hücreleri uzaklaştırmak amacıyla plaklar steril PBS solüsyonu ile yıkanmış ve oda sıcaklığında kurumaya bırakılmıştır. Kuruma işleminden sonra plaklar 200µl %1 kristal viyole çözeltisi ile 15 dakika boyunca boyanmış, ardından tekrar PBS solüsyonu ile yıkanmıştır. Son olarak kuyucuklara %95'lik etanol çözeltisi ilave edilerek kristal viyole çözdürülmüş ve ELISA okuyucuda 550 nm dalga boyunda absorbans değerleri okunmuştur. Negatif kontrol olarak bakteri süspansiyonu ilave edilmemiş TSB kullanılmıştır.

Suşların biyofilm oluşturma kapasiteleri; $OD_{kontrol} > OD_{test}$ grubu (biyofilm oluşturmayan), $OD_{kontrol} < OD_{test}$ grubu $< 2 * OD_{kontrol}$ (zayıf biyofilm), $2 * OD_{kontrol} < OD_{test}$ grubu $< 4 * OD_{kontrol}$ (orta dereceli biyofilm), $4 * OD_{kontrol} < OD_{test}$ grubu (güçlü biyofilm) formülüne göre değerlendirilmiştir. [9, 12-14]. Yapılan tüm çalışmalar 3 tekrarlı gerçekleştirilmiş olup, sonuçlar ortalama değerler temel alınarak verilmiştir.

3. BULGULAR

Yapılan çalışmada *Listeria* türlerinin biyofilm aktivitelerinin zamana bağlı değişimini gözlemek için, identik koşullarda gerçekleştirilen çalışma 6, 12, 24 ve 48 saat için ayrı ayrı gerçekleştirilmiş ve her bir zaman dilimi ilk etapta kendi içinde değerlendirilmiştir.

Listeria Standart Suşlarının Zamana Bağlı Biyofilm Oluşturma Kapasiteleri

Tablo 1. 6 saat sonunda suşların biyofilm oluşturma yetenekleri

	I	II	III	Ortalama	
<i>Listeria ivanovii</i> ATCC 19119	0.135	0.148	0.130	0.13±0.305	ZAYIF
<i>Listeria innocua</i> 6a 33090	0.109	0.115	0.106	0.10±0.005	ZAYIF
<i>Listeria monocytogenes</i> ATCC 7644	0.235	0.086	0.078	0.12±0.08	ZAYIF
<i>Listeria monocytogenes</i> ATCC 19111	0.137	0.122	0.099	0.13±0.02	ZAYIF
Kontrol	0.073	0.075	0.083	0.07±0.005	
I, II, III: 6 saat sonunda OD550 nm' de ölçülen absorban değerleri					

Tablo 2. 12 saat sonrasında suşların biyofilm oluşturma yetenekleri.

	I	II	III	Ortalama	
<i>Listeria ivanovii</i> ATCC 19119	0.229	0.225	0.195	0.20±0.01	ZAYIF
<i>Listeria innocua</i> 6a 33090	0.175	0.241	0.172	0.18±0.01	ZAYIF
<i>Listeria monocytogenes</i> ATCC 7644	0.132	0.122	0.114	0.12±0.01	ZAYIF
<i>Listeria monocytogenes</i> ATCC 19111	0.176	0.177	0.186	0.17±0.005	ZAYIF
Kontrol	0.128	0.111	0.079	0.10±0.01	
I, II, III: 12 saat sonunda OD550 nm' de ölçülen absorban değerleri					

Tablo 3. 24 saat sonrasında suşların biyofilm oluşturma yetenekleri.

	I	II	III	Ortalama	
<i>Listeria ivanovii</i> ATCC 19119	0.261	0.230	0.191	0.22±0.03	ZAYIF
<i>Listeria innocua</i> 6a 33090	0.189	0.182	0.179	0.18±0.005	ZAYIF
<i>Listeria monocytogenes</i> ATCC 7644	0.203	0.215	0.169	0.19±0.02	ZAYIF
<i>Listeria monocytogenes</i> ATCC 19111	0.327	0.241	0.316	0.29±0.04	ORTA
Kontrol	0.116	0.113	0.145	0.12±0.01	
I, II, III: 24 saat sonunda OD550 nm' de ölçülen absorban değerleri					

Tablo 4. 48 saat sonrasında suşların biyofilm oluşturma yetenekleri

	I	II	III	Ortalama	
<i>Listeria ivanovii</i> ATCC 19119	0.346	0.449	0.667	0.48±0.10	ORTA
<i>Listeria innocua</i> 6a 33090	0.389	0.343	0.352	0.35±0.002	ORTA
<i>Listeria monocytogenes</i> ATCC 7644	0.345	0.404	0.345	0.36±0.03	ORTA
<i>Listeria monocytogenes</i> ATCC 19111	0.395	0.469	0.329	0.39±0.07	ORTA
Kontrol	0.116	0.113	0.145	0.12±0.01	
I, II, III: 48 saat sonunda OD550 nm' de ölçülen absorbans değerleri					

Tablo 1, Tablo 2, Tablo 3 ve Tablo 4'de sırası ile 6, 12, 24 ve 48 saat sonrası OD₅₅₀ nm' de elde edilen absorbans değerleri ve suşların biyofilm oluşturma yeteneklerinin değerlendirmesi yer almaktadır. Buna göre 6 ve 12. saatlerin sonunda tüm suşların zayıf biyofilm oluşturduğu gözlemlenirken, 24. saat sonunda *Listeria monocytogenes* ATCC 19111 suşunun orta dereceli diğer suşların ise yine zayıf biyofilm oluşturduğu saptanmıştır. Bununla birlikte, 48 saatlik inkübasyon sonrası biyofilm yapısının tüm örneklerde orta düzeye olduğu belirlenmiştir.

Tablo 5. *Listeria* türlerinde zamana bağlı biyofilm formasyonu

	6. saat	12. saat	24. saat	48. saat
<i>Listeria ivanovii</i> ATCC 19119	0.13(zayıf)	0.20(zayıf)	0.22(zayıf)	0.48(orta)
<i>Listeria innocua</i> 6a 33090	0.10(zayıf)	0.18(zayıf)	0.18(zayıf)	0.35(orta)
<i>Listeria monocytogenes</i> ATCC 7644	0.12(zayıf)	0.12(zayıf)	0.19(zayıf)	0.36(orta)
<i>Listeria monocytogenes</i> ATCC 19111	0.13(zayıf)	0.17(zayıf)	0.29(orta)	0.39(orta)
Kontrol	0.07	0.10	0.12	0.13

Tablo 5' de suşların zamana bağlı olarak biyofilm formasyonları incelendiğinde 6, 12 ve 24. saatlerde zayıf biyofilm oluşumu gözlenmekte ise de absorbans değerlerinin zamana bağlı olarak artış gösterdiği saptanmıştır. Kontrol grubunun absorbans değerindeki artış zamana bağlı olarak dikkate değer bir değişim göstermezken, suşlarda görülen değişim *L. ivanovii* ATCC 19119 ve *L. innocua* 6a 33090 suşlarında 6 ve 12. saat arasında, *L. monocytogenes* ATCC 7644 ve *L. monocytogenes* ATCC 19111 suşlarında 12 ve 24. saat arasında oldukça dikkat çekicidir.

4. TARTIŞMA ve SONUÇ

Mikroorganizmalar doğada çevresel stres faktörlerine karşı dirençli olabilmek için biyofilm oluşturma gibi çeşitli mekanizmalar geliştirmektedir. Mikroorganizmaların birbirlerine ve bir yüzeye bağlanarak meydana getirdikleri koloniler ile bu kolonilerin ortama saldıkları ekstraselüler polimerik substratların (EPS) birlikte oluşturdukları yapı biyofilm olarak adlandırılmaktadır [15].

Biyofilm oluşumu gıda endüstrisinde, gıda ve gıda ile ilişkili yüzeylere patojen yada gıdalarda bozulmaya yol açan mikroorganizmaların tutunma olasılığını arttırdığı için, hijyen ve güvenlik

Listeria Standart Suşlarının Zamana Bağlı Biyofilm Oluşturma Kapasiteleri

açısından istenmeyen bir özelliktir [10]. Gıda işletmelerinde kullanılan sistemlerin yapısı, zaman içinde aşınmaya uğraması, yüzeylerde bulunan mikroskobik gıda kalıntılarının mikrobiyal yükleri gibi nedenlerden dolayı işletmelerde çevre ve halk sağlığı açısından büyük risk oluşturan biyofilm oluşumu kaçınılmaz hale gelmektedir [16].

Gıda işletim sistemlerinde mikrobiyal kontaminyasyonu engellemek amacıyla üretim sürecinde kullanılan yüzey ve ekipmanlar çeşitli dezenfektanlar ile temizlenmekte ve kontaminasyon olasılığı alınan önlemler ile minimum düzeye indirgenmeye çalışılmaktadır. Bununla birlikte kullanılan dezenfektanların ve koruyucuların etkinliği mikroorganizmaların planktonik formlarına yönelik olarak seçilmektedir. Oysa biyofilm içinde bulunan sesil formların daha dirençli yapılar olduğu günümüzde çeşitli araştırmalar ile belirlenmiştir [17, 18, 19].

Spektrofotometrik yöntem ile biyofilm oluşum tayini günümüzde daha çok 96 kuyucuklu steril plaklar kullanılarak Christensen metodu olarak bilinen yöntem temel alınarak belirlenmektedir [14]. Çalışmamızda 3 farklı *Listeria* türünün standart suşlarının zaman ile biyofilm oluşumu arasındaki ilişkisi spektrofotometrik yöntem ile incelenmiş ve 48 saatlik inkübasyon sonrasında biyofilm oluşumunun orta düzeyde olduğu gözlemlenmiştir. Özellikle 24. saatten sonra biyofilm oluşumundaki artış, organizmanın üreme döngüsü ve generasyon zamanı göz önüne alındığında beklenen bir sonuçtur. Borucki ve ark (2003) tarafından yapılan bir çalışmada *L. monocytogenes* türüne ait 6 serotipin zayıftan güçlüye doğru değişen farklı düzeylerde biyofilm oluşturabildiğini ifade etmişlerdir [20]. Ayrıca yapılan bazı çalışmalarda *Listeria* türlerine ait bazı suşların çeşitli üretim alanları ve malzemeler üzerinde biyofilm oluşturabildiği, bu durumun önemli sağlık sorunlarına yol açabileceği ifade edilmiştir [21-23].

L. monocytogenes ve listeriosis gıda kökenli patojenler içerisinde değerlendirildiğinde, gıda kökenli patojenlerden kaynaklanan bütün hastalıklar arasında küçük bir parçayı oluşturmaktadır. Bununla birlikte ciddi hastalıklara neden olduğundan dolayı büyük önem taşımaktadır. Listeriosis, gıda kökenli hastalıklardan hastaneye yatırılma vakalarının yalnızca % 3,8'ini oluştururken gıda kaynaklı ölümlerin % 27,6'sını oluşturmaktadır [6]. Ölüm oranının yüksek oluşu ve hastalığın ciddiyeti, ayrıca organizmanın buzdolabı sıcaklığında dahi gelişebilme özelliği olmak üzere çeşitli çevresel stres faktörlerine karşı dirençli oluşu organizmanın önemini arttırmakta ve kontrol altına alınmasını zorunlu hale getirmektedir [3,4]. Gerek Türk gıda kodeksi, gerekse uluslararası gıda yönetmelikleri *Listeria* cinsine karşı gıdalarda sıfır tolerans politikası uygulamaktadır. Gıda işletmelerinde önemli sorunlara yol açtığı bilinen *L. monocytogenes* suşlarının farklı düzeylerde biyofilm oluşturabildiği çeşitli araştırmacılar tarafından da bildirilmiştir. Gıda üretim çevrelerinde biyofilm yapısındaki karışık mikroflora içerisinde gelişebilmesi *Listeria* kontaminasyonunun ana kaynağını oluşturmaktadır. Biyofilm yapıları antimikrobiyal bileşiklere karşı daha dirençli olduğu için *L. monocytogenes* gibi patojenlerinin farklı yüzeylerde biyofilm oluşturma yeteneği ve engellenmesi gıda endüstrisi açısından büyük önem arz etmektedir [9, 10]. *Listeria* türüne ait biyofilm bakterilerinin sanitizer ajanlara karşı planktonik formlarından çok daha fazla dirençli olduklarının bildirildiği bir çalışmadan hareketle, bu mikroorganizma ile mücadelede biyofilm oluşumuna engel olmanın gerekliliği dolayısıyla mikroorganizmaların biyofilm formasyonları ve özelliklerinin araştırıldığı çalışmaların önemi bir kez daha ortaya çıkmaktadır [24].

KAYNAKLAR

- [1]. Bell C. and Kyriakides, A. LISTERIA, A practical approach to the organism and its control in food. 2 th ed. Oxford, UK: Blackwell Publishing; 2005: chap 1.
- [2]. Wagner M., McLauchlin J. Biology. In Liu D. (Eds). Handbook of *Listeria monocytogenes*. New York, USA: CRC Press; 2008: 3-25.
- [3]. Gasanov U., Hughes, D., Hansbro, P.M. Methods for the isolation and identification of *Listeria spp.* and *Listeria monocytogenes*: a review. FEMS Microbiology Reviews 2005; 29: 851-75.
- [4]. Schlech W.F. Foodborne Listeriosis. Clinical Infectious Diseases 2000; 31: 770-5.
- [5]. Lorber B. Listeriosis. In Goldfine H., Shen H. (Eds). *Listeria monocytogenes*, Pathogenesis and Host Response. New York, USA: Springer; 2007: 13-31.
- [6]. Painter J., Slutsker L., Listeriosis in Human. In Ryser E.T., Marth E.H. (Eds). Listeria, Listeriosis and Food Safety. New York, USA: CRC Press; 2007: 85-109.
- [7]. Özçelik N. *Listeria monocytogenes*' in tanımı, bulunuşu ve neden olduđu hastalıklar. SDÜ Tıp Fakültesi Dergisi 1994; 1(1): 33-6.
- [8]. O'Connor L., O'Leary M., Leonard N., Godinho M., O'Reily C., Coffey L., Egan, J., O'Mahony, R., The characterization of *Listeria spp.* isolated from food products and the food-processing environment. Letters in Applied Microbiology 2010; 51: 490-8.
- [9]. Slama R.B., Kouidhi B., Zmanta T., Chaieb K., Bakhrouf A., Anti-Listerial and anti-biofilm activities of potential probiotic Lactobacillus strains isolated from Tunisian traditional fermented food. Journal of Food Safety 2013; 33: 8-16.
- [10]. Guerrieri E., de Niederhäusern S., Messi P., Sabia C., Iseppi R., Anacarso I., Bond, M., Use of lactic acid bacteria (LAB) biofilms for the control of *Listeria monocytogenes* in a small-scale model, Food Control 2009; 20(9): 861-5.
- [11]. Bacteriological Analytical Manual (FDA-BAM), Detection and Enumeration of *Listeria monocytogenes* in Food. Available at: <https://www.fda.gov/Food/FoodScienceResearch/LaboratoryMethods/ucm114664.htm>
- [12]. Esteban J., Molina-Manso D., Spiliopoulou I., Cordero-Ampuero J., Fernández-Roblas R., Foka A., Gómez-Barrena E., Biofilm development by clinical isolates of Staphylococcus spp. from retrieved orthopedic prostheses. Acta Orthopaedica 2010; 81: 674-9.
- [13]. Landeta G., Curiel J.A., Carrascosa A.V., Muñoz R., de las Rivas B., Technological and Safety Properties of Lactic Acid Bacteria Isolated from Spanish Dry-Cured Sausages. Meat Science 2013; 95: 272-80.
- [14]. Guidone A., Zotta T., Ross R.P., Stanton C., Rea M.C., Parente E., Ricciardi A., Functional properties of Lactobacillus plantarum strains: A multivariate screening study. LWT-Food Science and Technology 2014; 56: 69-76.
- [15]. Szczepanski S., Lipski A., Essential oils show specific inhibiting effects on bacterial biofilm formation. Food Control 2014; 36: 224-9.
- [16]. Srey S., Jahid I.K., Ha S-D., Biofilm formation in food industries: A food safety concern. Food Control 2013; 31: 572-85.
- [17]. Ceri H, Olson M.E., Stremick C., Read R.R., Morck D., Buret A., The calgary biofilm device: new technology for rapid determination of antibiotic susceptibilities of bacterial biofilms. J ClinMicrobiol 1999; 37: 1771-6.
- [18]. Harveya J., Keenana K.P., Gilmoura A., Assessing biofilm formation by *Listeria monocytogenes* strains. Food Microbiology 2007; 24: 380-92.

- [19]. Sambanthamoorthy K., Feng X., Patel R., Patel S., Parnavitana C., Antimicrobial and antibiofilm potential of biosurfactants isolated from lactobacilli against multi-drug-resistant pathogens. *BMC Microbiology* 2014; 14: 197-205.
- [20]. Borucki MK., Peppin JD., White D., Loge F., Douglas R., Call DR., Variation in biofilm formation among strains of *Listeria monocytogenes*. *Appl Environ Microbiol* 2003; 69: 7336-42.
- [21]. Stepanović S., Cirković I., Ranin L., Svabić-Vlahović M., Biofilm formation by *Salmonella* spp. and *Listeria monocytogenes* on plastic surface. *Lett Appl Microbiol* 2004; 38: 428-32.
- [22]. Doijad SP., Barbuddhe SB., Garg S., Poharkar KV., Kalorey DR., Kurkure NV., Rawool DB., Chakraborty T., Biofilm-forming abilities of *Listeria monocytogenes* serotypes isolated from different sources. *PLoS One* 2015; 11: e0137046.
- [23]. Reis-Teixeira FB., Alves VF., de Martinis EC., Growth, viability and architecture of biofilms of *Listeria monocytogenes* formed on abiotic surfaces. *Braz J Microbiol* 2017; 8382(16): 30428-2.
- [24]. Pan Y, Breidt Jr F, Kathariou S, Resistance of *Listeria monocytogenes* Biofilms to Sanitizing Agents in a Simulated Food Processing. *Environment Appl Environ Microbiology* 2006; 72(12): 7711-7.



Photovoltaic and Electrical Properties of Al/ Ruthenium (II)-complex / p-Si Photodiode

Hülya DOĞAN¹, İkrâm ORAK², Nezir YILDIRIM^{2,3}

¹Cumhuriyet University, Faculty of Engineering, Department of Electric and Electronics Engineering, 58140 Sivas, Turkey

²Bingöl University, Vocational School of Health Services, 12000 Bingöl, Turkey

³Bingöl University, Faculty of Sciences and Arts, Department of Physics, 12000 Bingöl, Turkey

Received: 10.03.2017; Accepted: 04.04.2017

Abstract. This study is about the deposition of tris (2,2'-bipyridine) Ruthenium(II)-complex thin film on p-type crystalline silicon (Si) by spin coating method (Al/Ru(II)/p-Si). The characteristics parameters were evaluated from the current-voltage ($I-V$) under dark and illumination at room temperature. First, the optical properties of the organic thin film were determined from its optical absorption spectrum, and its band gap was found to be 2.74 eV. Then, the electrical parameters of the Al/Ru(II)/p-Si photodiode, such as the ideality factor (n), barrier height (Φ_b^{I-V}), diffusion potential, barrier height (Φ_b^{C-V}) and carrier concentration (N_a) were calculated from the $I-V$ and $C-V$ measurement at room temperature. Both measurements barrier height values were compared. Cheung method was used to determine the series resistance (R_s), barrier height and ideality factor, under dark and 100 mW/cm² illumination conditions. The photovoltaic parameters of the studied device were investigated under illumination conditions. The open-circuit voltage and short circuit current values for the Al/Ru(II)/p-Si were found to be 439.9×10^{-3} V and 36.6×10^{-6} A respectively. Ruthenium(II) complex positively influences the photovoltaic performance. These results reveal that the Al/Ru(II)/p-Si built can be used as a photodiode in photovoltaic and photodetector applications.

Keywords: Ruthenium(II)-complex, photodiodes, illumination effect on electrical characteristics, series and shunt resistances.

Al/Ruthenium(II) complex/ p-Si Fotodiyotun Fotovoltaik ve Elektriksel Özellikleri

Özet. Bu çalışma, p-Si kristali üzerine tris (2,2'-bipyridine) Ruthenium(II)-complex ince filmin döndürme kaplama yöntemi ile (Al/Ru(II)/p-Si) yapısının oluşturulması ile ilgilidir. Karakteristik parametreler oda sıcaklığında karanlık ve aydınlatma durumundaki akım-gerilim ($I-V$) eğrilerinden belirlendi. İlk olarak organik ince filmin optiksel özellikleri, soğurma spektrumu kullanılarak, bant aralığı 2.74 eV olarak bulundu. Ondan sonra Al/Ru(II)/p-Si fotodiyotunun, idealite faktörü (n), engel yüksekliği (Φ_b^{I-V}), difüzyon potansiyeli, engel yüksekliği (Φ_b^{C-V}) ve taşıyıcı konsantrasyonu (N_a) gibi elektriksel parametreler, oda sıcaklığında ($I-V$) ve ($C-V$) ölçümlerinden hesaplandı. Her iki engel yüksekliği değeri birbirleri ile karşılaştırıldı. Cheung metodu kullanılarak karanlık ve 100 mW/cm² aydınlatma durumu altında seri direnç (R_s), engel yüksekliği ve idealite faktörü belirlendi. Devrenin fotovoltaik parametreleri aydınlatma durumunda incelendi. Al/Ru(II)/p-Si için açık devre voltajı ve kısa devre akımı sırasıyla 439.9×10^{-3} V ve 36.6×10^{-6} A olarak bulundu. Ruthenium (II) complex, fotovoltaik performansı pozitif olarak etkilemiştir. Bu sonuçlar Al/Ru(II)/p-Si yapısının fotovoltaik ve fotodedektör uygulamalarında bir fotodiyot olarak kullanılabilceğini ortaya çıkarmıştır.

Anahtar Kelimeler: Ruthenium (II) complex, fotodiyot, elektriksel karakteristiklere aydınlatma etkisi, seri ve şönt direnci.

* Corresponding author. Email address: hdogan@cumhuriyet.edu.tr

1. INTRODUCTION

Photodiodes are semiconductor optoelectronic devices that transform light into current and are for to perform in reverse bias. Components of a photodiode are a semiconductor material and some junctions such as metal-semiconductor (Schottky), p-n, and p-i-n. Recent studies on electronic and optoelectronic devices dwells more on organometallic compounds. The thermal stability, photochemical, photophysical and electrochemistry properties of Ruthenium(II) complexes have been broadly studied [1]. These features have driven the development of several applications of ruthenium (II) complexes (e.g. artificial photosynthetic frameworks [2], sensors [3], and catalysis [4]). Of these applications, dye-sensitized solar cells (DSCs) have caught significant attention as an alternative to conventional silicon photovoltaic devices [5,6]. Namely, O'Regan and Gratzel [7] reported a low cost, high efficiency dye-sensitized solar cell using a Ru (II) complex. A number of solar cells and Schottky diodes have been fabricated using phthalocyanine complexes [8,9]. Ocak et al. [10] have shown the possibility of Schottky diodes formation by new, synthesized Mn hexaamide (MnHA) organometallic complex. So, both the synthesis of new organometallic complexes and the use of these in the fabrication of devices are of great interest.

Electronic applications are now using metal complexes for their crucial electrical and optical properties. Electronic, optical and chemical properties of Ru(II) complexes make them indispensable components. Tataroglu et al. [11] studied, using drop casting technique, the preparation of Au/Ruthenium(II) complex/n-Si photodiode. After these photo response measurements, they [11] found that the photodiode demonstrated itself as photo conductor and a photo capacitant. Soyulu et al. [12] have produced Ruthenium (II) complex with polydentate pyridine on the surface of a Si substrate by spin-coating method. They [12] revealed those photovoltaic properties using illumination –dependent I-V measurements. Orak et al. [13] produced organic-inorganic heterojunction and researched the effect of thickness of the organic layer on the electrical and photovoltaic performance. Aydogan et al. [14] produced a polyaniline/p-Si/Al MIS device by forming a polyaniline layer on Si, through the electrochemical polymerization technique. They carried out capacitance-voltage-frequency measurements as a function of temperature.

Studies indicate that the barrier height of an inorganic semiconductor can be either increased or decreased using an organic thin layer [15-18]. The electrical and photoelectrical characteristics of metal-semiconductor (MS) devices with a thin organic interfacial layer have been studied for photovoltaic cells, photodiodes, and Schottky diodes [19-22]. Güllü et al. fabricated an Al/Orange G/p- Si device with a barrier height (0.77 eV) greater than that of a conventional Al/p-Si contact (0.50 eV) [23]. Temirci and Çakar have found a barrier height of 0.78 eV and an ideality factor of 1.54 for a Cu/rhodamine 101/p-Si/Al diode [24]. This barrier height was higher than that of a conventional Cu/p-Si contact. Ozaydın et al. [25] fabricated an Au/Cu(II) complex/n-Si structure by forming a thin Cu(II) complex layer on n-Si wafers by spin coating. They [25] investigated the electrical parameters of Au/Cu(II)complex/n-Si Schottky diode using forward-bias current–voltage(I–V) measurements and compared the parameters to those for a conventional Au/n-Si diode.

In this study, the electrical (I-V and C-V) and photovoltaic characteristics of an Al/Ru(II)/p-Si photodiode were determined under dark conditions as well as under 100mW/cm² illumination condition. For this, Ruthenium(II) complex with a formula of (C₃₀H₂₄F₁₂N₆P₂Ru) was used. The morphological properties of the Ru(II) complex were determined with the AFM method. In addition, the band gap of this complex was determined with a measurement of optical absorption.

2. EXPERIMENTAL DETAILS

In this study, p-type silicon semiconductor with an orientation of (100), a thickness of 525 μm , and a specific resistance in the 1-10 $\Omega\cdot\text{cm}$ range was used. For the chemical cleaning of the p-Si wafer, the RCA cleaning method was applied (i.e. first boiling in $\text{H}_2\text{SO}_4+\text{H}_2\text{O}_2$ and then in $\text{HCl}+\text{H}_2\text{O}_2+6\text{H}_2\text{O}$ for 10 min at 60 $^\circ\text{C}$, in each step) [26]. After the cleaning process, aluminum metal of 100 nm thickness was formed on the matt surface for ohmic contact process, using the thermal evaporation (deposition) method. The sample was annealed for 3 minutes in an oven preheated to 450 $^\circ\text{C}$ under nitrogen gas and the ohmic contact process was completed. After the ohmic contact process, tris(2,2'-bipyridine)ruthenium(II) organometallic complex with a molecular formula of $(\text{C}_{30}\text{H}_{24}\text{F}_{12}\text{N}_6\text{P}_2\text{Ru})$ (for the complex structure see Figure 1.(a)), obtained Sigma Aldrich, was used as an intermediate layer. For this process, Ru (II) (0.01 M) solution was prepared with ethanol. The Ru(II) was directly formed by casting 5 mL of the 0.001 M Ru(II) solution in alcohol on the front surface of the p-Si substrate and then spin coating the solution onto the Si substrate, which was rotated at 500 rpm/min for 30 s and then dried for 60 min at room temperature in order to remove the solvent. After the Ru(II) complex was formed, using aluminum metal thickness control monitor, Al/Ru(II)complex/p-Si/Al of 100 nm thickness was formed with the thermal evaporation method. The radius of the discs shown in Figure 1(b) is 1 mm and their area is $7.85 \times 10^{-3} \text{ cm}^2$. All evaporation processes have been carried out at a pressure of 4×10^{-6} Torr and under vacuum. Photovoltaic measurements were carried out at room temperature with Keithley 2400 and COINC-16S-150-002, using solar simulator. Keithley 4200 SCS was used for the capacitance-voltage measurements of the samples. The optical characterization of the Ru(II) complex was carried out with a Shimadzu UV-VIS spectrophotometer and for determining surface morphology of the sample AFM (Atomic Force Microscopy) was used.

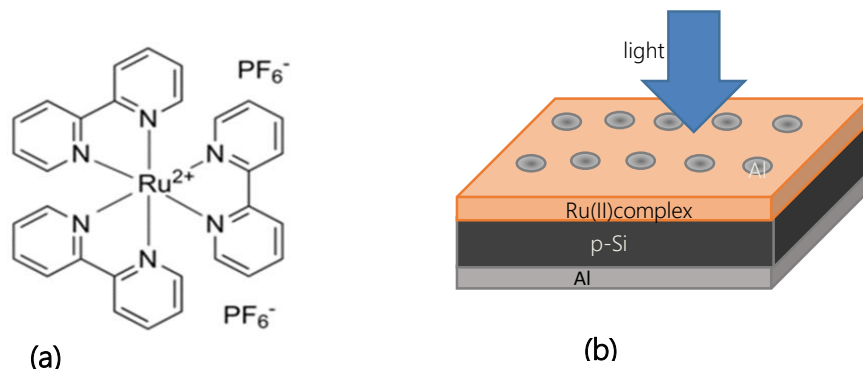


Figure 1. (a) Molecular structure of the Ruthenium(II) complex ($\text{C}_{30}\text{H}_{24}\text{F}_{12}\text{N}_6\text{P}_2\text{Ru}$); (b) device structure of Al/Ru(II)/p-Si

3- RESULTS AND DISCUSSION

3.1 Optical and structural properties of Ru(II) complex thin film

The morphological properties of the Ru(II) complex that was coated on the p-Si substrate determined with Atomic Force Microscopy (AFM). As can be seen in Figure 2, the Ru(II) complex was distributed on the semiconductor surface homogeneously.

Photovoltaic and Electrical Properties of Al/ Ruthenium (II)

The optical properties of the Ru(II) complex were analyzed with a UV/VIS spectrophotometer at room temperature. The absorbance spectrum of the Ru(II) complex is given in Figure 3 and its transmittance spectrum is shown in the small insert in the figure. The highest absorption intensity was observed around 454 nm. A peak was observed around 454 nm in the absorption spectrum and the absorption spectrum remained stable at the 570-750 nm wavelength range (see inset in Fig. 3).

The optical bandwidth (E_g) of the Ru(II) complex is obtained with the following formula [27,28]:

$$\alpha h\nu = B(h\nu - E_g)^m \quad (1)$$

Here α is the absorption coefficient, B is a constant, h is the Planck's constant ($h=6.626 \times 10^{-34}$ J.s), and m is a constant, which takes the value of 1/2 for a direct bandwidth and 2 for an indirect bandwidth. Both of the $(\alpha h\nu)^2 - h\nu$ and $(\alpha h\nu)^{1/2} - h\nu$ (insert) plots are given together in Figure 4. The direct and indirect bandgap (E_g) of the Ru(II) complex were obtained as 2.4 and 2.02 eV, respectively, from the intercept of the extrapolated linear parts of the $(\alpha h\nu)^2 - h\nu$ and $(\alpha h\nu)^{1/2} - h\nu$ (insert) plots on the photon energy axis.

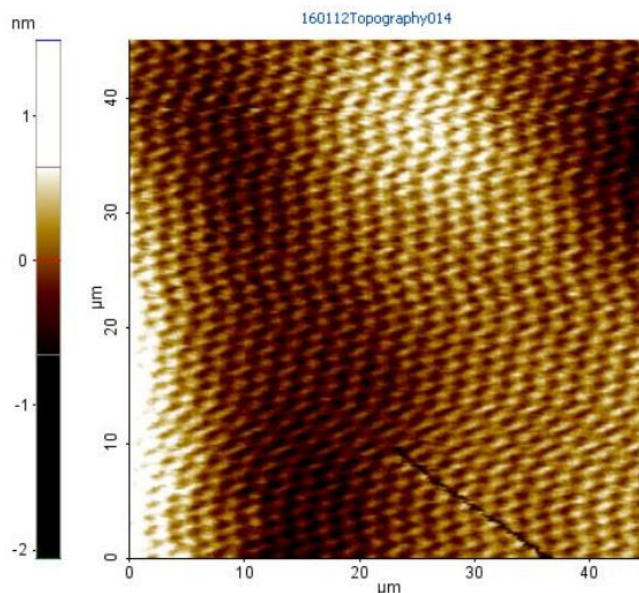


Figure 2. The 2D AFM images of Ru(II)-complex structure.

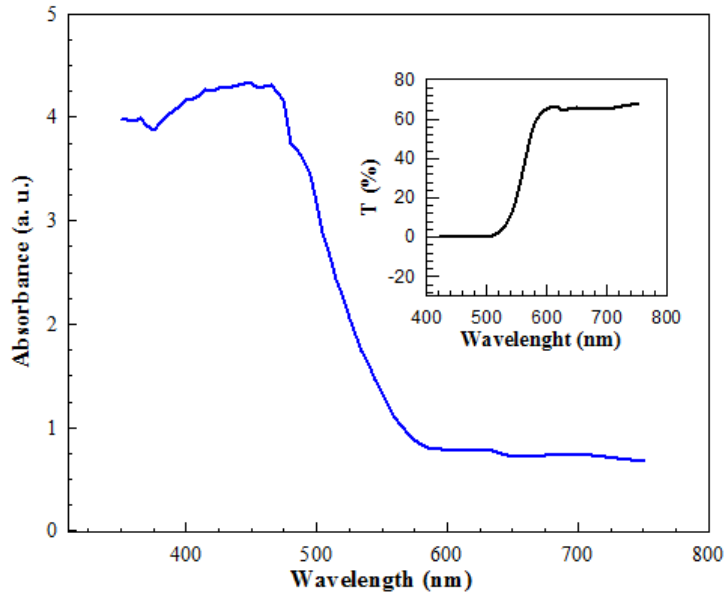


Figure 3. The absorbance spectra of the Ru(II)-complex film (inset shows the transmittance spectra).

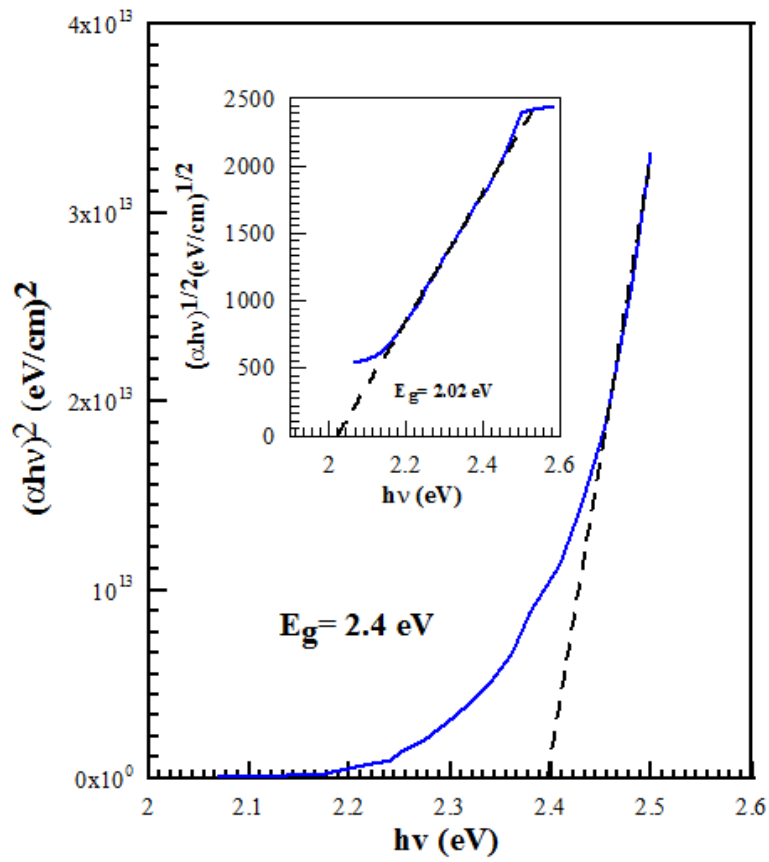


Figure 4. Plot of $(\alpha hv)^2$ versus $h\nu$ of Ru(II)-complex film (inset show $(\alpha hv)^{1/2}$ versus $h\nu$).

3-2. Electrical and photoelectrical properties of Al/Ru(II) complex/p-Si

A solar simulator was used for the photoelectrical characterization of the Al/Ru(II)/p-Si structures. Current-voltage (I-V) measurements were carried out with a solar simulator with a AM1.5 global filter, under illumination intensity of 100 mW/cm² in order to analyze material response to light. The plot obtained for the Al/Ru(II)/p-Si in these measurements is shown in Figure 5. It can be seen in the plot that the diode gives response under illumination. The sensitivity of the Al/Ru(II)/p-Si structure to light was obtained by taking the ratio of the current value obtained at -2 V and 100 mW/cm² light intensity to its current value obtained under dark conditions ($I_{\text{illumination}}/I_{\text{dark}}$) and was found as 2.48×10^4 .

In order to analyze the I-V characteristics of the Al/Ru(II)/p-Si, thermionic emission (TE) model was used and this model can be expressed as follows [29]:

$$I = I_0 \exp\left(\frac{qV}{nkT} - 1\right) \quad (2)$$

where I_0 is the saturation current defined by

$$I_0 = AA^*T^2 \exp\left(\frac{-q\Phi_{b0}}{kT}\right) \quad (3)$$

Φ_{b0} is the zero bias apparent barrier height (BH), q is the electron charge, k is the Boltzmann constant, T is the absolute temperature, V is the forward-bias voltage, A is the effective diode area, A^* is the Richardson constant of 32 A cm⁻²K⁻² for p -type Si. In order to calculate the ideality factors (n) of the diodes, if the natural logarithm of the both sides of the (2) equalities is taken and its derivative is taken with respect to V , the following relation is obtained:

$$n = \frac{q}{kT} \left(\frac{dV}{d \ln I} \right) \quad (4)$$

The ideality factor is a dimensionless parameter that gives an idea whether the diode is ideal or not. If n varies between 1 and 2, the tunneling current mechanism is dominant. If $n = 2$, the generation recombination current mechanism is the dominant mechanism. If $n > 2$, then the leakage current mechanism is dominant [30]. Φ_{b0} is calculated by the following formula:

$$\Phi_b = \frac{kT}{q} \ln\left(\frac{AA^*T^2}{I_0}\right) \quad (5)$$

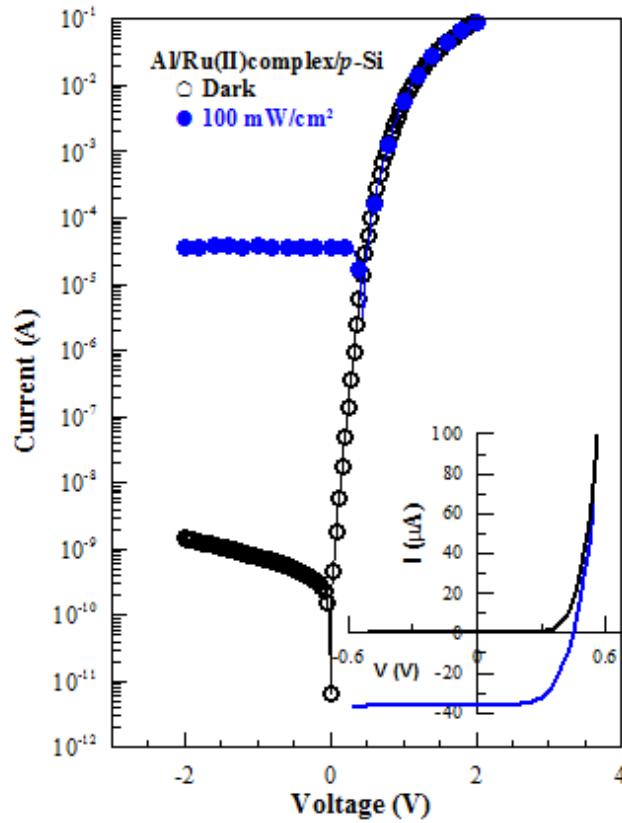


Figure 5. Forward and reverse bias ln-I-V plot of the Al/Ru(II)/p-Si structure in dark and under 100 mW/cm² illumination level.

The barrier heights and the ideality factors obtained from Figure 5 for the Al/Ru(II)complex/p-Si photodiode under dark and under 100 mW/cm² illumination conditions at room temperature are given in Table 1. As can be seen in Table 1, the n ideality factor and the barrier height are 1.52 and 0.82 eV, respectively under dark and 3.22 and 0.46 eV, respectively under 100 mW/cm² illumination. An ideality factor higher than 1 was obtained. This result can be explained with the presence of barrier inhomogeneities, interface states, and series resistance [31-33].

Table 1. The parameters obtained from current-voltage (I-V) characteristics of the Al/Ru(II)/p-Si structure in dark and under 100 mW/cm².

Sample	I-V characteristic				Cheung-Cheung			
					Cheung		H function	
	n	Φ_{B0} (eV)	R_s (Ω)	R_{sh} (Ω)	R_s (Ω)	n	R_s (Ω)	Φ_{B0} (eV)
Al/Ru(II)/p-Si dark	1.52	0.81	21.67	1.4×10^9	7.21	3.85	9.73	0.82
Al/Ru(II)/p-Si light	3.22	0.46	21.69	5.4×10^4	6.74	4.86	9.54	0.39

The reason for obtaining an ideality factor higher than one is the series resistance effect (R_s), which leads to the parts of the forward bias current-voltage curves that correspond to high voltages bend downwards. Two parameters are important in the linear and non-linear parts of the forward bias I-V plots [34]. These are n and Φ_{b0} . The R_s , n, and Φ_{b0} were determined with the method of Cheung and Cheung [35]. The Cheung function is expressed as

$$\frac{dV}{d(\ln I)} = IR_s + n \left(\frac{kT}{q} \right) \quad (6)$$

and

$$H(I) = V - \frac{nkT}{q} \ln \left(\frac{I}{AA^*T^2} \right) = IR_s + n\Phi_b \quad (7)$$

The term IR_s is the voltage drop across series resistance of diode. The $dV/d(\ln(I))-I$ and $H(I)-I$ plots of the Cheung functions for the Al/Ru(II)complex/p-Si diodes for the dark condition are given in Figure 6. The $dV/d\ln(I)-I$ plot given with Equation (6) is linear. Therefore the ideality factor was obtained from the intercept of this line on the vertical axis when $I=0$ and the serial resistance was obtained from the slope of this line. The $H(I)-I$ plot given with Equation (7) similarly is linear. Using the ideality factor obtained from Equation (6), the diode's barrier height and the serial resistance, which is the resistance of the neutral region, was found. The serial resistance, barrier height, and ideality factor values for the dark and illumination conditions (100 mW/cm^2), obtained from the Cheung functions can be seen in Table 1. As can be seen in Table 1, the serial resistance values obtained from the $dV/d\ln(I)-I$ and $H(I)-I$ plots are in harmony with each other.

In addition, the serial resistance (R_s), which is the resistance of the neutral region of the Al/Ru(II)complex/p-Si photodiode, the shunt resistance (R_{sh}), which arises from the semiconductor-electrode interface properties, were calculated from the Ohm's Law using the $I-V$ data [36]. The shunt resistance and the serial resistance affect the current-voltage characteristics of the diode [37]. For an ideal diode, the shunt resistance has to be large and the serial resistance should be small [38]. The connection resistance of the photodiode is R_i ($R_i = dV/dI$). As can be seen in Figure 7, the R_s and R_{sh} values were obtained for dark and 100 mW/cm^2 illumination conditions from the R_i-V plots (in addition, see Table 1). As can be seen from Table 1, there is a very large difference between R_s and R_{sh} . This shows that the Al/Ru(II)complex/p-Si structure is suitable for potential applications.

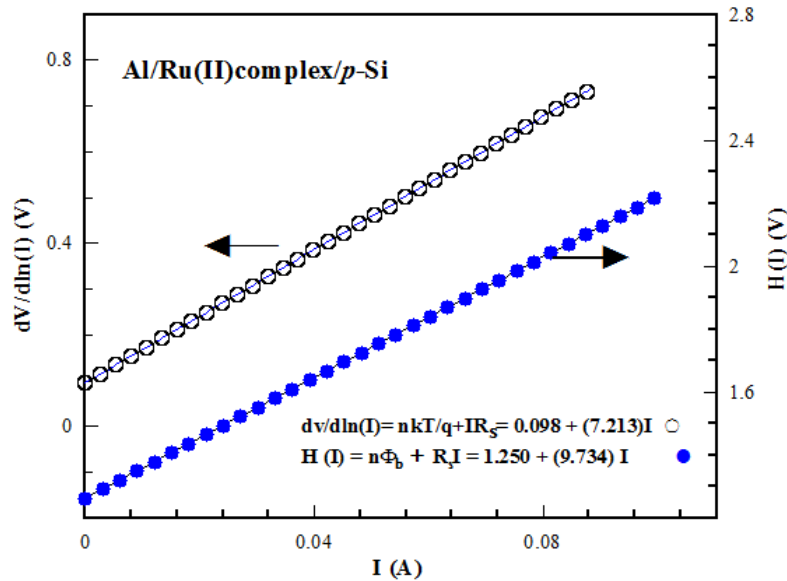


Figure 6. Experimental $dV/d\ln(I)$ vs. I and (b) $H(I)$ vs. I plots of Al/Ru(II)/p-Si in dark.

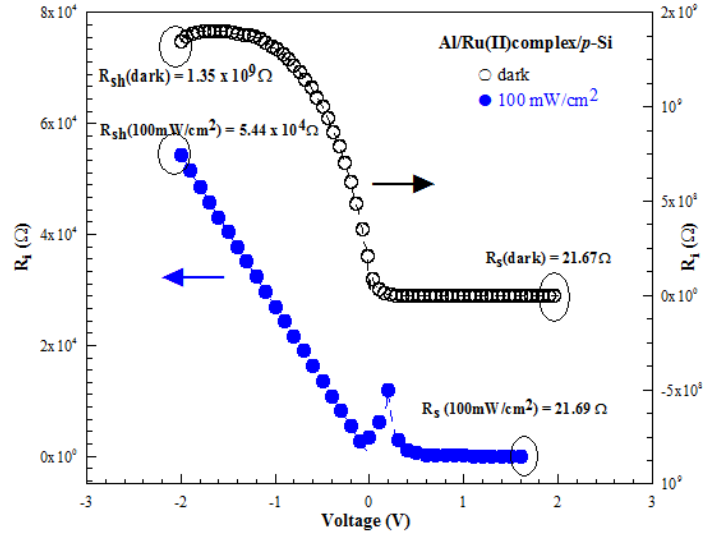


Figure 7. The structure resistance of Al/Ru(II)/p-Si structure calculated from I-V data in dark and under 100 mW/cm².

Photovoltaic parameters of the Al/Ru(II)complex/p-Si structure, such as the open-circuit voltage, short-circuit current, fill factor and power conversion efficiency (η_p) were calculated. In the current-voltage characteristic of the diode under illumination, the value of the curve's intercept on the voltage axis is called the open-circuit voltage V_{oc} and is determined when the current is zero. The short-circuit current (I_{sc}), is the output current under illumination and is the current when the applied voltage and the resistance values (R_s and R_{sh}) are zero. This current is proportional to the incoming number of photons and the illumination intensity. The open-circuit voltage and the short-circuit current are the highest voltage and current values, respectively (see Figure 8). As can be seen in Table 2, the V_{oc} and I_{sc} values of the Al/Ru(II)complex/p-Si structure were calculated as 439.9×10^{-3} V and 36.6×10^{-6} A, respectively. Other photovoltaic parameters are the fill factor (FF) and the power conversion efficiency (η_p). FF and η_p can be calculated from the J-V measurements given in Figure 8. FF can be written as [39]:

Table 2. Photoelectrical parameters of Al/Ru(II)/p-Si structure under illumination 100 mW/cm² light.

Sample	$J_m (10^{-3})$ A/m ²	$V_m (10^{-3})$ V	$I_{sc} (10^{-6})$ A	$V_{oc} (10^{-3})$ V	FF (%)	η_p (%)
Al/Ru(II)/p-Si	3.9	319.9	36.6	439.9	60.8	1.25

$$FF = \frac{J_m V_m}{J_{sc} V_{oc}} \tag{8}$$

$J_m V_m$ is the maximum power point and FF was calculated as 62.9% for the Al/Ru(II)complex/p-Si. The power conversion efficiency, η_p , is [40]:

$$\eta_p = \frac{J_m V_m}{P_0} \tag{9}$$

where P_0 is the light density, which is approximately 100 mW/cm^2 . The power conversion efficiency (η_p) was found to be 1.25% (see Figure 8 and Table 2).

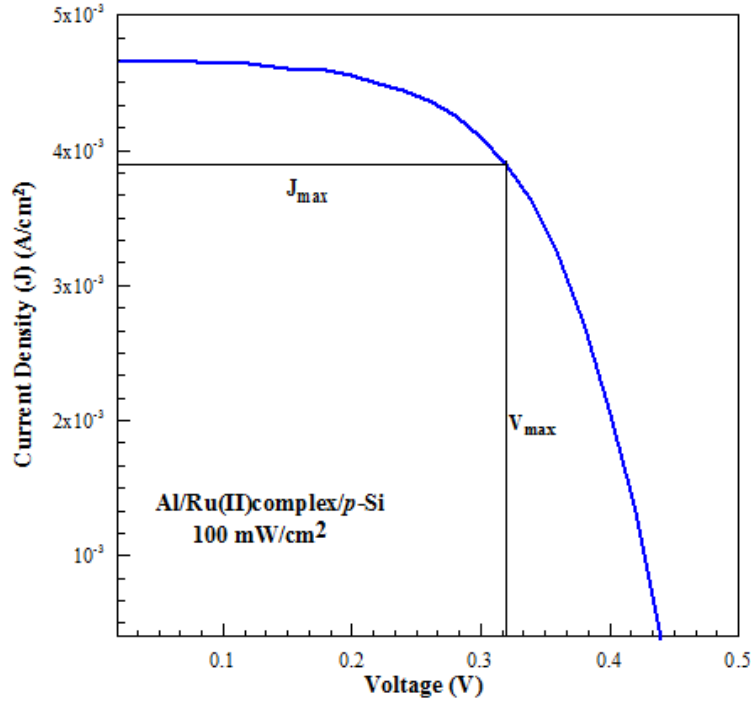


Figure 8. Current density-voltage plot of under illuminations for calculated FF and η_p of Al/Ru(II)/p-Si structure.

Another method that is used to determine the barrier height is the C-V measurement method. The C-V and C^{-2} -V plots of the Al/Ru(II)complex/p-Si structure at 500 kHz frequency, room temperature and under dark are given in Figure 9. The capacitance of the space charge region of a metal/semiconductor gives important information about the formation of the interface. If the capacitance is measured based on the reverse bias voltage, the barrier height of the rectifier contact, the carrier concentration in the semiconductor, the diffusion potential, and the Fermi energy level can be calculated [41].

$$\frac{1}{C^2} = \frac{2(V_d + V)}{A^2 \epsilon_s \epsilon_0 e N_a} \quad (10)$$

Here ϵ_s is the semiconductor dielectric constant (for Si $\epsilon_s = 11.8$); $\epsilon_0 = 8.85 \times 10^{-14} \text{ F/cm}$ is the vacuum permittivity; e is electronic charge ($e = 1.6 \times 10^{-19} \text{ C}$); V_d is the diffusion potential; k is the Boltzmann constant; N_a is the ionized acceptor concentration; T is the ambient temperature in Kelvin (K), and A is the effective area of the diode ($A = 0.00785 \text{ cm}^2$). The barrier height can be calculated by the following relation:

$$\Phi_b = \frac{V_d}{n} + V_p \quad (11)$$

Here, V_p is the potential difference between the top of the valence band of the neutral part of p-Si and the fermi level, and is expressed as follows:

$$V_p = \frac{kT}{e} \ln \left(\frac{N_v}{N_a} \right) \quad (12)$$

Here, N_v is the effective density of Si's valance band and its value was taken as $1.04 \times 10^{-4} \text{ cm}^{-2}$. In Figure 9, the C^{-2} -V characteristic of the Al/Ru(II)complex/p-Si diode under 500 kHz frequency and dark is shown. With a linear fit suitable for this graph and for $C^{-2}=0$, $V_d=V$. Therefore the diffusion potential is found as ($V_d=0.497 \text{ V}$). Using Equations 11 and 12, the barrier height was found as ($\Phi_b=0.84 \text{ eV}$). This value of the barrier height which was obtained under dark from the C-V measurements, is higher than the barrier height value ($\Phi_b=0.81 \text{ eV}$) obtained from the I-V measurements under dark.

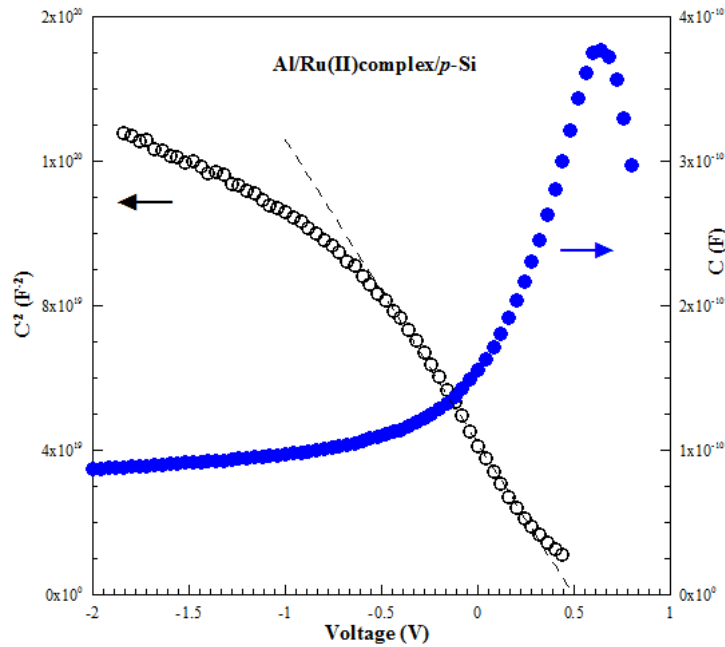


Figure 9. The capacitance-voltage and the reverse bias C^{-2} -V plot at 500 kHz for the Al/Ru(II)complex/p-Si structure.

4. CONCLUSION

Al/Ru(II)/p-Si heterojunction device has been fabricated by thermal evaporation and spin coating technique. The electrical and photoelectrical characterizations of the fabricated devices were investigated by using I-V and C-V measurements at room temperature. I-V measurements; the barrier height, ideality factor, series resistance, and shunt resistance of the Al/Ru(II)/p-Si structure was calculated for dark and 100 mW/cm^2 illumination conditions. In addition, from the C-V measurements, the barrier height, diffusion potential, and the carrier concentration was obtained for the dark condition. From the results it was deduced that the diode had a good rectifier property and photodiode property. Using optical absorption spectroscopy, the direct and indirect optical bandwidths of the Ru(II) complex film were found as 2.74 eV and 2.02 eV, respectively. The photovoltaic performances of the junction devices were determined using an open circuit voltage (V_{oc}), short circuit current (I_{sc}), fill factor (FF) and power conversion efficiency (η_p) at 100 mW/cm^2 and room temperature. The values were found to be $439.9 \times 10^{-3} \text{ V}$, $36.6 \times 10^{-6} \text{ A}$, 60.8%, and 1.25% for Al/Ru(II)/p-Si, respectively. Thus, Ru(II) complex thin film deposited on p-Si substrate can be used for some optoelectronic applications and solar cells.

REFERENCES

- [1]. D.L. Ashford, M.K. Brennaman, R.J. Brown, S. Keinan, J.J. Concepcion, J.M. Papanikolas, J.L. Templeton, T.J. Meyer, *Inorg. Chem.* 54 (2015) 460–469.
- [2]. J.J. Concepcion, J.W. Jurss, M.K. Brennaman, P.G. Hoertz, A.O.T. Patrocinio, N.Y. Murakami Iha, J.L. Templeton, T.J. Meyer, *Acc. Chem. Res.* 42 (2009) 1954–1965.
- [3]. P.D. Beer, J. Cadman, *Coord. Chem. Rev.* 205 (2000) 131–155.
- [4]. R. Argazzi, N.Y. Murakami Iha, H. Zabri, F. Odobel, C.A. Bigozzi, *Coord. Chem. Rev.* 248 (2004) 1299–1316.
- [5]. M. Kapilashrami, Y. Zhang, Y.-S. Liu, A. Hagfeldt, J. Guo, *Chem. Rev.* 114 (2014) 9662–9707.
- [6]. A. Fakhruddin, R. Jose, T.M. Brown, F. Fabregat-Santiago, J. Bisquert, *Energy Environ. Sci.* 7 (2014) 3952–3981.
- [7]. B. O'Regan, M. Gratzel, *Nature* 353 (1991) 737.
- [8]. R.Koepe, N.S.Sariciftci, P.A.Troshin, R.N.L.Yubovskaya, *Applied Physics Letters* 87 (2005) 244102.
- [9]. F.Yakuphanoglu, *Solar Energy Materials&SolarCells* 91 (2007) 1182.
- [10]. Y.S. Ocak, M. A. Ebeoglu, G.Topal, T.Kılıcoglu, *Physica B* 405 (2010) 2329-2333.
- [11]. A. Tataroglu, O. Dayan, N. Ozdemir, Z. Serbetci, Ahmed A. Al-Ghamdi, A. Dere, Farid El-Tantawy, F. Yakuphanoglu, *Dyes and Pigments* 132 (2016) 64-71
- [12]. M.Soylu, I. Orak, O. Dayan, Z. Serbetci, *Microelectronics Reliability* 55 (2015) 2685-2688.
- [13]. Orak, A. Turut, M. Toprak, *Synthetic Metals* 200 (2015) 66-73.
- [14]. Ş. Aydoğan, M. Sağlam, A. Türüt, *Microelectron. Reliab.* 52 (2012) 1362-1366.
- [15]. I.H. Campbell, S. Rubin, T.A. Zawodzinski, J.D.Kress, R.L. Martin, D. L. Smith, *Phys. Rev. B* 54 (1996) 14321.
- [16]. Ö. Vural, N.Yıldırım, S.Altındal, A.Türüt, *Synth. Met* 157 (2007) 679.
- [17]. M. Soylu, *Mater. Sci. Semicond. Process.* 14 (2011) 212.
- [18]. Ö. Güllü, Ö. Barış, M. Biber, A.Türüt, *Appl. Surf. Sci.* 254 (2008) 3039.
- [19]. A.B.P. Lever, M.R. Hempstead, C.C. Leznoff, W. Lin, M. Melnik, W. A. Nevin, P. Seymour, *Pure Appl. Chem.* 58 (1986) 1467.
- [20]. J. Simon, J.J. Andre, *Molecular Semiconductors*, Springer, Berlin, 1985.
- [21]. Y. Sadaoka, T.A. Jones, W.Gopel, *Sensors Actuators B* 1 (1990) 148.
- [22]. P.F. Baude, D.A. Ender, M.A. Haase, *Appl. Phys. Lett.* 82 (2003) 3964.
- [23]. Ö. Güllü, Ş. Aydoğan, A.Türüt, *Microelectron. Eng.* 85 (2008) 1647.
- [24]. C. Temirci, M. Çakar, *Physica B* 348 (2004) 454.
- [25]. C. Özyayın, K. Akkılıç, S. İlhan, Ş. Ruzgar, Ö. Güllü, H. Temel, *Materials Science in Semiconductor Processing* 16 (2013) 1125–1130.
- [26]. W. Kern Overview and evolution of silicon wafer cleaning technology *Handbook of Silicon Wafer Cleaning Technology* (2008) 2
- [27]. O.A. Azim, M.M. Abdel-Aziz, I.S. Yahia, *Appl. Surf. Sci.* 255 (2009) 4829-4835.
- [28]. K.R. Rajesh, C.S. Menon, *The European Physical Journal B-Condensed Matter and Complex Systems* 47 (2005) 171–176.
- [29]. E. H. Rhoderick, R. H. Williams, *Metal-Semiconductor Contacts*, 2nd ed. Clarendon, Oxford, 1988.
- [30]. I. Ay, H. Tolunay, *Solid-State Electron.* 51 (2007) 381–386.
- [31]. H. Tecimer, S. Aksu, H. Uslu, Y. Atasoy, E. Bacaksız, Ş. Altındal, *Sens. Actuators* 185 (2012) 73.
- [32]. G.-F. Dalla Betta, *Advances in Photodiodes InTech*, India (2011)
- [33]. R.T. Tung *Phys. Rev. B*, 64 (2001), p. 205310

- [34]. R. Kumar, S. Chand J. Mater. Sci. Mater. Electron, 25 (2014), pp. 4531-4537
- [35]. S. K. Cheung, N. W. Cheung, Appl. Phys. Lett. 49 (1986) 85.
- [36]. J. Nelson, The Physics of Solar Cells Imperial College Press, UK (2003)
- [37]. B. Sahin, H. Cetin, E. Ayyıldız, Solid State Commun 135(2005) 490-495.
- [38]. S.M. Sze, Physics of Semiconductor Devices,(2nded) Wileyand NY,1981.
- [39]. J.P.P.R. Barry, J. Genoe, P. Heremans, Progr. Photovol. Res. Appl. 15 (2007) 659–676.
- [40]. B. Wang, H. Ding, Y. Hu, H. Zhou, S. Wang, T. Wang, et al., Int. J. Hydrogen Energy 38 (2013) 16733-16739.
- [41]. Wilmsen, C. W.,1985. Physics and Chemistry of III-V Compound Semiconductor Interfaces. Plenum Press, New York.



Stacked Autoencoder Method for Fabric Defect Detection

Abdulkadir SEKER, Ahmet Gürkan YUKSEK

Cumhuriyet University, Department of Computer Engineering, TR-58140, Sivas, Turkey

Received: 31.03.2017; Accepted: 17.04.2017

Abstract. The fabric defect detection has crucial importance in terms of sectoral quality. As fabric defection stage, accordingly the growing market volume and production capacity, detection via human vision has caused largely time-wasting and success rate decreasing until 60%. Due to a fabric has unique texture, there is necessity for it to work on separately from other images types while extracting its features. Features are vital material of computer vision especially classification problems. Hence, extracting right features is the most significant stage of error detection. This purpose in mind on this study, deep learning which distinguishes with multi-layer architectures and reveals high achievement on image and speech procession recent years by self-feature extraction is applied to fabric defect detection. Stacked autoencoder -a deep learning method- that aimed to represent input data via compression or decompression is tried to detect defect of fabrics and it gained acceptable success. The principal aim of this study is to increase achievement of feature extraction by tuning up the input value and hyper parameters autoencoder. Thanks to the fine tuning of hyper-parameters of deep model, we have 96% success rate on our own dataset.

Keywords: Deep learning, fabric defect detection, autoencoder, hyper parameter

Kumaş Hatası Tespiti için Yığılanmış Oto-kodlayıcı Yöntemi

Özet. Kumaş hatası tespiti sektörel kalite açısından önem arz etmektedir. Bu hataların tespitinde, gelişen pazar hacmi ve üretim kapasitelerinin büyüklüğü sebebiyle insan görüşü ile tespit, büyük oranda zaman kaybına ve hata tespit oranının %60 seviyelerine kadar düşmesine sebep olmaktadır. Bu bağlamda daha yüksek başarımlar elde edebilmek için görüntü işleme alanında bir çok yöntem denenmiştir. Kumaşın kendine has bir dokusunun olması sebebiyle, öznelikleri çıkarılırken diğer görüntü türlerinden ayrı olarak incelenmesi gerekmektedir. Öznelikler bilgisayarlı görmede özellikle sınıflandırma problemlerinde ham madde olmaktadır. Bu yüzden doğru öznelikleri çıkarmak, hata tespitinde en önemli aşamadır. Bu amaç doğrultusunda, çoklu-katman mimarisi ve kendi özneliklerini çıkararak son yıllarda görüntü ve ses işleme alanında büyük başarılar getirmesi ile öne çıkan derin öğrenme kumaş hatası tespitine uygulanmıştır. Giriş verisini sıkıştırma ya da genişletme ile temsil eden yığılı oto-kodlayıcılar -bir derin öğrenme yöntemi- kumaş hatası tespitinde denenmiş ve kabul edilebilir başarımlar elde edilmiştir. Çalışmanın asıl amacı oto kodlayıcının hiper parametreleri ve giriş değeri ile oynamalar yaparak öznelik çıkarımı başarısını artırmaktır. Derin modelin hiper parametrelerin ince ayarıyla, kendi veri setimizde %96'lık bir başarı oranı elde ettik.

Anahtar Kelimeler: Derin öğrenme, kumaş hatası tespiti, oto-kodlayıcı, hiper parametre

1. INTRODUCTION

As a traditional inspection, fabric defect detection is a serial work that employees detect errors on the illuminated inspection table at higher speed of 8-10 meters per minute from unrolling the fabric rolls. This inspection type is either exhausting or low-accuracy job. Besides, looking same direction

* Corresponding author. *Email address:* aseker@cumhuriyet.edu.tr

continuously and following the roll are caused by Alzheimer disease. While employee detecting defect after one hour, his efficiency and error hit ratio decreases. For these reasons automatic fabric defect detection systems are started to develop. Most of computer vision methods are tried on defect detection task. Thanks to hardware development and programming opportunity based on GPU, number of hidden layer (HL) size can increase in neural networks model, it calls as deep learning. It is a new research area on machine learning. It reveals many successful works with consisting multi hidden layer architectures. Deep networks applied on most of application area in signal and speech processing and just after image processing tasks. Due to constructs a deep network, first rule is having a large dataset for extracting distinctive features.

In previous studies, many methods such as wavelet transform, Gabor transform, co-occurrence matrix and shallow neural networks implemented in defect (fabric or other task) detection. In our study, we apply a deep network method called as stacked autoencoder on this issue. Autoencoder is a neural network model which try to repeat input value in its output. The input data is compressed or expanded in HL, then it is expanded or compressed again in output layer. The more output is similar to input; the better features will be extracted from autoencoder. Network will not learn from pairs of training data-its labels. It will learn the features of own data. For this reason, HL is indeed a feature detector. Stacked autoencoder construct as increase the number of hidden layer. It means input value will compress more than one. The essential aim of our study is to increase achievement of feature extraction by tuning up the input value and hyper parameters of stacked autoencoder.

2. FABRIC DEFECT AND DETECTION

The term defect means an imperfection that harms worth or utility. Other definition is absence of something necessary for completeness or perfection. As general terms, defect is a fault that spoils the material. Fabric is produced textile fibers which consist of materials such as cotton, wool, nylon, polyester, or a mix of these elements [1]. A fabric defect is any failure or irregularity in the fabric that unacceptably large defect by the consumer [2]. Fabrics are separated into several classes according to raw materials or producing methods. For this reason, defects are different according to each types.

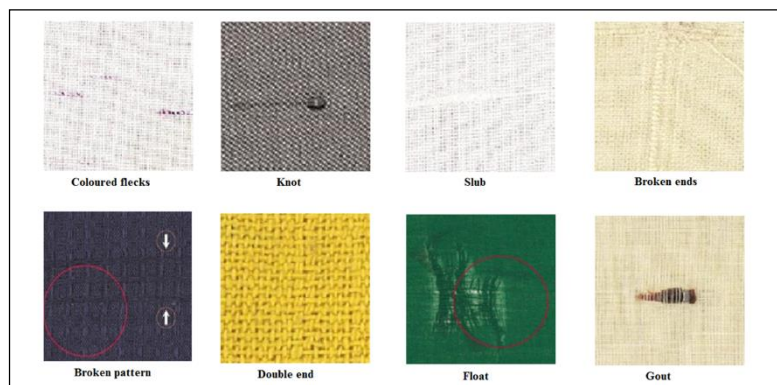


Figure 1. Some of defects on woven fabrics

Woven fabric has defects such as knots, colored flecks, slubs. On knitted fabric, there are defects such as bariness, bunching up, stripes [3].

Stacked Autoencoder Method for Fabric Defect Detection

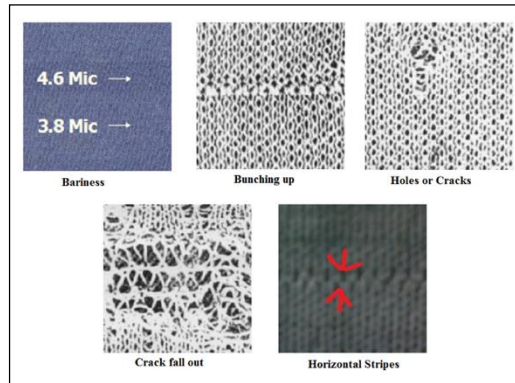


Figure 2. Some defects on knitted fabrics.

Inspection is a part of detection and fixing errors and it is visual examination of a fabric. Fabric defect detection is a crucial stage of quality control in the textile sector. Woven fabric quality based on yarn properties, after that weaving constructions and mechanism [4]. As long as consumers or manufacturers expect more quality from fabrics, they have become more conscious of poor quality issues. It is crucial to avoid defects for avoid rejection of fabrics from customers. Contained defect fabrics' prices are decrease to until 45%-65% [5]. Hence presence of fabric defect, it caused to reduce prices, even in sometimes, it creates a high decrease in value to the manufacturer. Due to reduce value loss because of presence defects in fabric, manufacturer try to avoid defects by taking precautions if it is possible. Detecting fabric can carry out in two ways. First choice is in the weaving process (or its stages) can be checking for the presence of defects, it is called as process inspection. The second way is the product inspection. It detects for the defects on the manufactured fabric. Nowadays, manufacturers focused on second way. At the output of weaving step, fabric produces as two-meter-width. It passes on inspection table at the speed of 0.3-0.5 meters per minute [6]. The slow speed of manufactured fabric is insufficient to keep a human inspector occupied. Also, the relatively hostile working environment near the weaving machines is not suitable for human inspection. Therefore, product inspection is not performed at the same time with the production stage.



Figure 3. Traditional fabric defect inspection table.

The traditional inspection for fabric defect detection is fulfilled via human eyes. Its procedure is unrolling the fabric rolls that is brought from the weaving machines or supplier firms on the illuminated inspection table at higher speed of 8-10 meters per minute. When the inspector (human) catch sight of a defect on the moving roll, he stops the motor which gets the fabric roll moved. After signs the defect with a sticker and records its location, type and size, starts the motor again. In this way, inspector completes to scanning whole roll and calculates total defect rate. If the rate of defect in a roll higher than 10% (the rejection rate up to customer and importance of fabric usage), this fabric roll rejected. Because of there are several defect types, missing defect rate also increases. Even with highly trained quality control staffs, only about 70% of the defects being detected [7]. Because of these disadvantages, the researchers try to find automatic detection systems. The automated fabric inspection system has lower cost because of reduction in personnel and it provides higher accuracy of defect detection.

3. DEEP LEARNING ALGORITHMS

Deep learning (deep machine learning, or deep structured learning, or hierarchical learning, or sometimes DL) is a machine learning methods based on a set of algorithms that attempt to model high-level abstractions in data by using multiple processing layers (multi HL in neural nets) with complex structures or otherwise, composed of multiple non-linear transformations [8]. Success of whole machine learning methods increase with the right choice of features. Because that, many of algorithms need preprocessing about the representation of data. However, current machine learning algorithms have weakness about features. Researcher want to get rid of this dependency and they think that with Artificial Intelligence, learning representations of the data easier extract to useful information when building classifiers or other predictors. The idea of deep learning is relative tightly with representation learning. Deep learning methods goal is yielding more abstract – and ultimately more useful– representations [9].

As the speed of GPUs increased rapidly, it was soon possible to train deep networks such as convolutional networks without the help of pretraining as demonstrated by Ciresan and colleagues in 2011 and 2012 who won character recognition, traffic sign, and medical imaging competitions with their convolutional network architecture [10]. Krizhevsky, Sutskever, and Hinton used a similar architecture in 2012 that also features rectified linear activation functions and dropout for regularization [11]. They received outstanding results in the ILSVRC-2012 ImageNet competition [12], which marked the abandonment of feature engineering and the adoption of feature learning in the form of deep learning. Google, Facebook, and Microsoft noticed this trend and made major acquisitions of deep learning startups and research teams between 2012 and 2014. From here, the researches accelerate rapidly in deep learning.

Deep learning algorithms applied on several areas of computer science. Charissa Ann Ronao and Sung-Bae Cho propose a deep convolutional neural network for Human Activity recognition (HAR) using smartphone sensors and their algorithms achieved an almost perfect classification on moving activities [13]. In another study about NLP, stacked autoencoder applied on unsupervised extractive summarization of email with excellent performance. Summaries are highly informative and semantically similar to human abstracts [14]. On the robotic area, Ian Lenz, Honglak Lee and Ashutosh Saxena are using deep learning methods in order to solve the problem of detecting robotic grasps in an RGB-D view of a scene containing objects [15]. Bioinformatics area, Deep learning using for recognizing disease from DNA sequences [16] or predicting protein secondary structure [17]. Another state-of-art study is on largescale video classification with Convolutional Neural Networks (CNN) using a new dataset of 1 million YouTube videos belonging to 487 classes [18]. As is seen, during last decade, deep learning algorithms have been applied to almost every field.

3.1 Restricted (Deep) Boltzmann Machines

Restricted Boltzmann Machine (RBM) is a model developed from Boltzmann machines. Neurons aren't fully connected as Boltzmann machines. A restricted Boltzmann machine with no hidden-to-hidden and no visible-to-visible connections [19].

3.2 Autoencoders

An autoencoder is typically a feedforward neural network which goals to learn the best features from a compressed representation of input data [20].

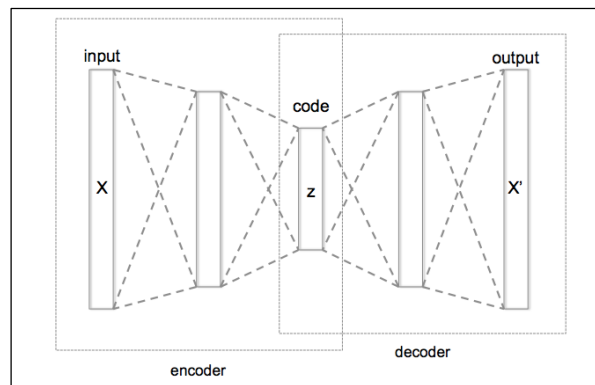


Figure 4. Schematic structure of an autoencoder.

Another definition is roughly, autoencoder is a neural network try to output own input of network. Therefore, the number of nodes must be same input and output. When the number of node in hidden layer less than input, autoencoder represent a compressed input data. However, another use is to enlarge the given input's representation. Say that the training data consists of “25-r”¹ grayscale images and it means the value of each pixel is one input layer neuron (i.e., the input layer will have 625 neurons). According to definitions above, the output layer would have the same number of units (625) as the input layer. The schematic structure of an autoencoder as seen in Figure 4. The input(x) is compressed (encoded) to z in hidden layer. Then, it is decompressed (decode) to x in output layer. The weights of nodes are tuned with each iteration until the input values are obtained on output layer. In this case, the input value is represented by a z -dimensional feature vector (dimension reduction).

3.3 Deep Belief Networks

Deep Belief Networks (DBN) is a neural network created by stacking of RBMs. DBNs are graphical models that learn to a deep hierarchical representation of the training data [21].

3.4 Convolutional Neural Networks

Convolutional Neural Networks (CNN) is consisted of one or more convolutional layers (often with subsampling step) and fully connected layer that comes after convolutional ones. The CNNs develop for using advantages of the 2D structured input image or speech signals [22]. This is attained with local connections and tied weights followed by some form of pooling which results in translation constant

¹ The “r” symbol is used for resolution. For example; “25-r” represents for “25x25 images”

features. Besides, CNN is trained easier compare to fully connected networks have the same number of hidden layer with itself.

4. MATERIALS and METHODS

4.1 Dataset

Initially, defective fabric samples were obtained from mattress ticking manufactory. The samples were woven fabrics, and they had white color and plain fabric. Photographs of these samples were taken with a DSLR camera from different angles. We setup an experiment environment. Firstly, fabrics were taken photos from opposite direction and 20 cm distance (Figure 5). But these photos had no distinctive texture, the knots weren't seen sufficiently.



Figure 5 The first (left) and second (right) environment of taking photos.

All fabrics were ironed and mounted to carton with punches, then we took again photos from above of fabric and closer than first try (Figure 5). While we were taking photos, we used manual setting due to catch the best images. We tuned three setting; aperture, shutter speed and ISO. Aperture means that “the hole in the lens” and it is needed to focus. As long as hole is larger, more light gets in. We set to 16f for aperture. Shutter speed indicates the time of shutter opened, and we set it to 1 second. The photographs are our source fabrics; they are abbreviated as SF in this paper. After the elimination, according to quality and specificity, there are totally 10 unique images of defective and perfect (two of them perfect) fabric pieces (Figure 6).



Figure 6. Some of the sample defective fabrics.

Because of the number of samples are inadequate for training, it has planned to retrieve small patches from selected images. Patches size are 100-r, 50 50-r and 25-r.

4.2 Dataset Parameters

First parameter of dataset is the patches that extracted from SF are varied in different size. When deep model setting up, input size depends on patches' size. After the several test with different size of patches, it has been decided to optimum patch size.

The second parameter is resizing value of SF. As seen in Figure 7, if resizing isn't done on the SF, the 25-r samples has no distinctive information about texture. Therefore, it has tried with several resize parameters while creating dataset task. The same size patches which created by different resize parameters are includes variable-density information. There are patches of a 100-r sample taken from same region of SF with resize parameter respectively 0.2-0.4-0.8-1(no resize) in Figure 7.

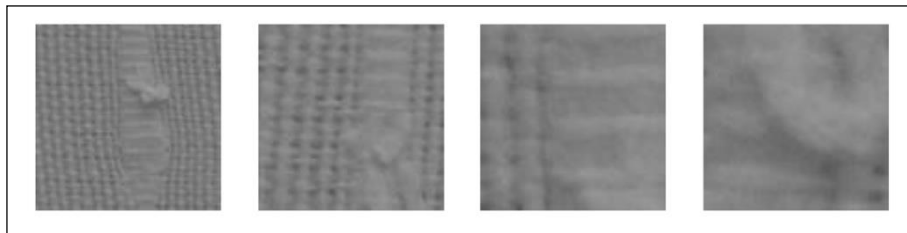


Figure 7. Patches are obtained from same region with different resize parameters.

4.3 Hyper-parameters

Machine learning algorithms has some parameters are called as “hyper-parameters”. There is difference between hyper-parameter and parameter. Hyper-parameters are set by user to optimization. Model learns parameters in time after some iterations. Hyper-parameters are often tuned by user or optimized by some “hyper-learner”.

In our study there are also several hyper-parameters. These parameters are iteration number, input size, input type, hidden layer (HL) number and node number of hidden layers. It is aimed to find the optimum hyper-parameters in some way.

- Iteration number : It means how many times network runs. The iteration which is needed to learn. It changes according to length of input data. The bigger ones, learn later.
- Input Size : Node number of input data. For example, the input size is 10000 for 100-r image. It is crucial parameter for learning.
- Input Type : It means; input has how much detail information. If resize parameter of SF is smaller, patches taken from SF have more detail information. On contrary, patches are more regular, this situation provides that defects are seemed more obviously.
- Hidden Layer : The hidden layer node number is last hyper-parameter of our model. It is important to represent input data more distinctive. We aimed to find an optimum proportion between input and hidden layer.

4.4 Implementation

It has been implemented with deep learning idea for detection of fabric defect. It is thought that this neural network that setting up with multi-hidden-layer can be give satisfying results on classification problem of fabric which has sophisticated texture. Due to train this types of neural network, one way is train only one layer at the same time. Accordingly, stacked autoencoder model has been used in this study.

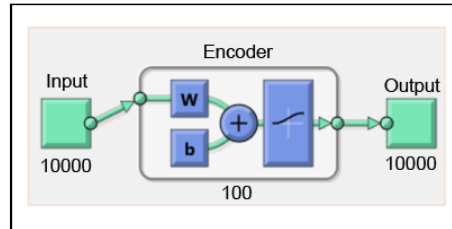


Figure 8. Basic model of autoencoder with 100 nodes in hidden layer.

While autoencoder training is carried out, there are two choices that compression or expansion. Input is compressed in the hidden layer, consequently it is expanded to obtain same thing with input. In the output of hidden layer, it will be gained compressed or abstract information from input as seen Figure 9 or 11. This information will use as features that representation of input data.

An example is given below, autoencoder will be test on synthetic digit images. The synthetic images have been produced by applying random affine transformations to digit images have different fonts. When the test results on 5000-sample-dataset in which each sample is 28-r with, supposed features can see easily. Figure 9 shows that distinguishing features are extracted from autoencoder.

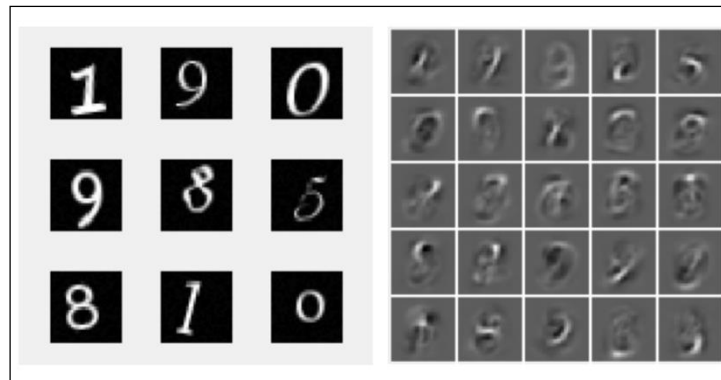


Figure 9 Synthetic digit samples (left), some of the features are obtained from autoencoder hidden layer's output (right).

The first issue of this stage is input size of autoencoder. Because the more input size is chosen correctly, the more distinctive information will be extracted. It is started with 100-r samples; it means input size has 10000 nodes. When output of first HL visualized, it is supposed to extract distinguishing parts which can be use as feature. The HL size in the first train, it is chosen as 100. It means 10000-node-input is tried to represent with 100-node-output. As a result of several experiment with different iteration number, there is no sufficient results. When hidden layer's output is visualized, thing like noise has been seen (Figure 10). We increase the number of iterations (100, 200, 400 and 800), but all features are just like obtained ones on Figure 10.

Stacked Autoencoder Method for Fabric Defect Detection

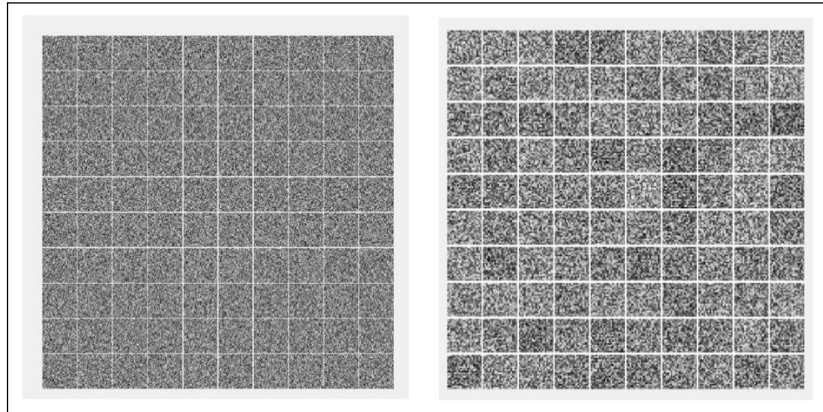


Figure 10. Obtained features from first hidden layer.

Afterwards, in order that decide to correct input layer size, other test has been done with 50-r and 25-r samples. According to output of first hidden layer, the most distinctive features have extracted 25-r samples (Figure 11). The tests also have been done different iteration numbers, but similar results are found.

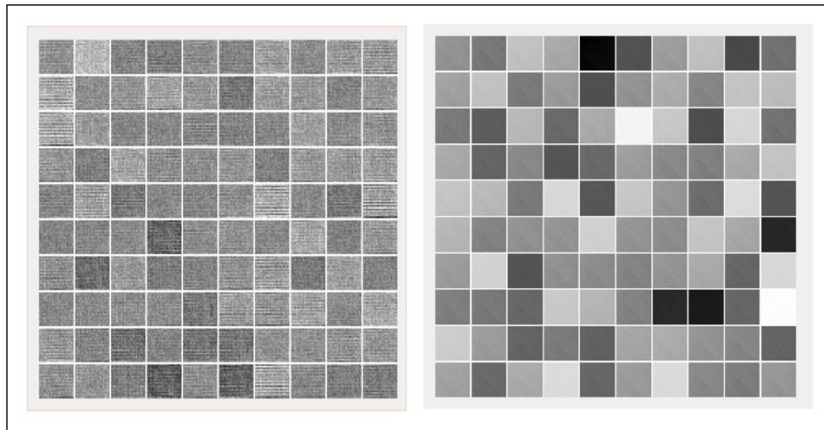


Figure 11. Visualized features of 1.hidden layer's output for **50-r** and **25-r** (right).

After decide to 25-r sample as an input, it is needed to find optimum resolution of image samples which enter network after labelled can called as pre-input. For this reason, datasets are prepared with 100-r, 200-r, 300-r 400-r samples and resize parameter 1, 0.8, 0.6, 0.4, 0.2 by a script that generated them automatically via 4-days-work. Thus, 20 group of samples can be input for the autoencoder. As analyze results of all data sets, we decide to optimum one. After all test, we have some opinions according to all results are analyzed;

- The optimum iteration number is 400.
- The best distinctive resize parameter is 0.2 or 0.4
- 100-r and 200-r samples give more valuable results.
- 300-r and 400-r samples is losing information while compressing to 25-r.

Due to the outputs of a network to be interpretable, it is highly desirable for those outputs to lie between zero and one and to sum to one. The aim of the softmax activation function is to enforce these constraints

on the outputs. Train a softmax layer to classify the 50-dimensional feature vectors. Unlike the autoencoders, you train the softmax layer in a supervised fashion using labels for the training data. The model has ready to classify hereby; it will be trained a final layer to classify these 50-dimensional vectors into two fabric classes. After including the final softmax layer, the setting up deep model has been completed. The model has two encoder layers and one softmax layer (Figure 12).

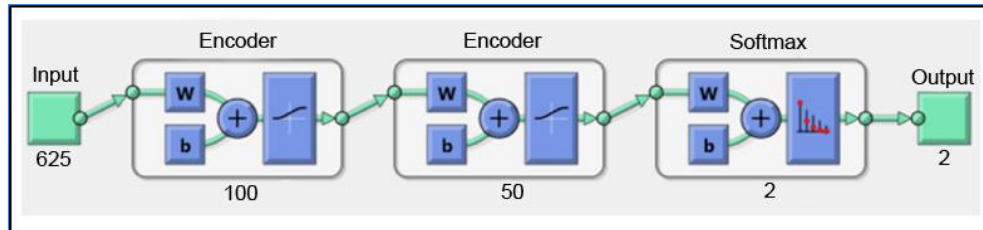


Figure 12. Stacked/Deep an autoencoder model.

5. RESULTS

We show the succession rate on the confusion matrix [23]. Confusion matrix shows the quality of learning. Rows indicate for predicted class, columns demonstrate what the actual class of samples is. The diagonal cells show number and percentage of the examples the trained model correctly predicted the classes. The other cells indicate where the classifier has made mistakes. The column on the far right of the matrix shows the accuracy per estimated class and the row at the bottom of the matrix shows the accuracy per actual class. The cell in the bottom right of the matrix demonstrated the overall accuracy.

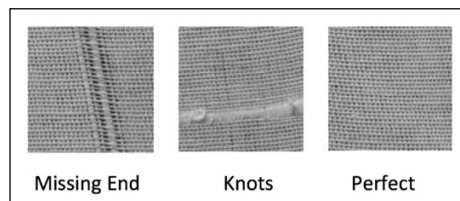


Figure 13. Classes of fabric patches in the dataset.

The first test is performed on 1400 samples which separated into three classes as missing-end, knots and perfect fabrics as seen in Figure 13. There are approximately 300 defective samples in this dataset. The success rates are for missing end 86%, knots 36%, perfect 96%. The total accuracy is 73%. Afterwards the bad results of first test, it was observed that the dataset isn't sufficient in order to recognize three distinctive classes. For this reason, we will work on only two classes as defected and perfect. Therefore, the dataset is generated with new photos, and the number of samples increase to 5000 (taken 500 patches from per SF). Training has done with these samples and test results is below confusion table.

Stacked Autoencoder Method for Fabric Defect Detection

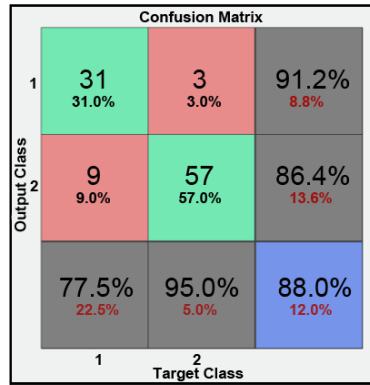


Figure 14. Confusion matrix with new extended dataset.

The test patches are generated from SF which model did not meet before. The total accuracy increase to acceptable level with 88% as seen in Figure 14. We check all test samples up and notice that the deep model doesn't recognize *missing end defect*. We extracted these samples and create the last dataset without samples have missing end defect. When the compress inputs which have missing end defect are observed, it is noticed that the compression process (100 to 25) caused to lose distinctive features of missing end. The last test was executed with this new dataset and results below are obtained as shown in confusion matrix (Figure 15). Final accuracy has reached to 96%.

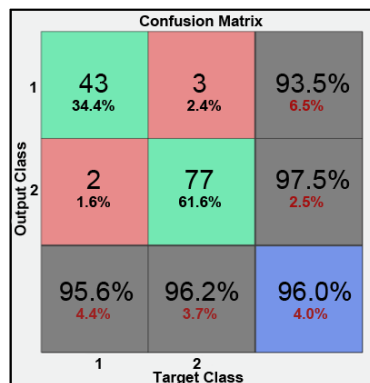


Figure 15. The last confusion matrix of the data set that does not contain the missing end samples.

6. CONCLUSION

We implemented a deep learning method –stacked autoencoder- for detection defects on woven fabrics. We found that how autoencoder works better with optimum parameters and explored deep autoencoder method, implement our deep model. Own fabric defect dataset has been created and decided parameters of dataset. In addition, we showed that the results of implementations (three-class and two-class model). According to these models, we realized that our dataset was not enough to recognize defect types, it can use only for anomaly (defect) detection. We decided to optimum input value resolution is 25-r. Due to manually labelled samples from 25-r, we generated dataset larger resolution patches. After labelling process has handled, we resized them to 25-r in order to model works better. According to our test

results, it was concluded that the optimum input value is 100-r and resize parameter of SF is 0.2. As hyper parameters of deep model, we tuned hidden layer size and iteration number. It has seen that 400 iteration number was sufficient to train. Deciding to hidden layer size, the error curves has been examined; it was observed that 100 hidden node gave the best results. In the results of two-class implementation with optimum parameters, we have reach 96% total accuracy on our own generated dataset.

REFERENCES

- [1] H. Y. T. Ngan, G. K. H. Pang, and N. H. C. Yung, "Automated Fabric Defect Detection-A review," *Image Vis. Comput.*, vol. 29, no. 7, pp. 442–458, Jun. 2011.
- [2] K. Kaur, N. Gupta, and K. Adhikary, "An Automatic Method to Inspect Discontinuities in Textile," *IJCSET*, vol. 1, no. 8, pp. 496–498, 2011.
- [3] Hitesh Choudhary, "Fabric Defects in Woven and Knitted Fabric," 2012. [Online]. Available: <https://www.slideshare.net/hiteshhobbit/fabric-defects-11884107>. [Accessed: 20-Mar-2017].
- [4] Ö. Kisoğlu, "Kumaş Kalite Kontrol Sistemleri," *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilim. Derg.*, vol. 12, no. 2, pp. 233–241, 2006.
- [5] A. Kumar, "Computer Vision Based Fabric Defect Detection: A Survey," *IEEE Trans. Ind. Electron.*, vol. 55, no. 1, pp. 348–363, Jan. 2008.
- [6] K. V. N. Kumar and U. S. Ragupathy, "An Intelligent Scheme for Fault Detection in Textile Web Materials," *Int. J. Comput. Appl.*, vol. 46, no. 10, pp. 975–8887, 2012.
- [7] J. L. Dorrity, "Real-Time Fabric Defect Detection And Control in Weaving Processes," 1995.
- [8] Y. Bengio, "Learning Deep Architectures for AI," *Found. trends® Mach. Learn.*, vol. 2, no. 1, pp. 1–127, 2009.
- [9] Y. Bengio, A. Courville, and P. Vincent, "Representation Learning: A Review and New Perspectives," *IEEE Trans. Pattern Anal. Mach. Intell.*, vol. 35, no. 8, pp. 1798–1828, 2013.
- [10] D. Cireşan, U. Meier, J. Masci, and J. Schmidhuber, "A committee of Neural Networks for Traffic Sign Classification," in *The 2011 International Joint Conference on Neural Networks*, 2011, pp. 1918–1921.
- [11] G. E. Hinton, N. Srivastava, A. Krizhevsky, I. Sutskever, and R. R. Salakhutdinov, "Improving Neural Networks by Preventing Co-adaptation of Feature Detectors," *Neural Evol. Comput.*, Jul. 2012.
- [12] O. Russakovsky *et al.*, "ImageNet Large Scale Visual Recognition Challenge," *Int. J. Comput. Vis.*, vol. 115, no. 3, pp. 211–252, Dec. 2015.
- [13] C. A. Ronao and S.-B. Cho, "Human Activity Recognition with Smartphone Sensors Using Deep Learning Neural Networks," *Expert Syst. Appl.*, vol. 59, pp. 235–244, Oct. 2016.
- [14] M. Yousefi-Azar and L. Hamey, "Text Summarization Using Unsupervised Deep Learning," *Expert Syst. Appl.*, vol. 68, pp. 93–105, Feb. 2017.
- [15] I. Lenz, H. Lee, and A. Saxena, "Deep Learning for Detecting Robotic Grasps," *Int. J. Rob. Res.*, vol. 34, pp. 705–724, 2015.
- [16] B. Alipanahi, A. DeLong, M. T. Weirauch, and B. J. Frey, "Predicting the Sequence Specificities of DNA and RNA Binding Proteins by Deep Learning," *Nat. Biotechnol.*, vol. 33, no. 8, pp. 831–838, Jul. 2015.
- [17] Y. Wang, H. Mao, and Z. Yi, "Protein Secondary Structure Prediction by Using Deep Learning Method," *Knowledge-Based Syst.*, vol. 118, pp. 115–123, Feb. 2017.
- [18] A. Karpathy, G. Toderici, S. Shetty, T. Leung, R. Sukthankar, and L. Fei-Fei, "Large-scale Video Classification with Convolutional Neural Networks," in *Proceedings of the IEEE conference on Computer Vision and Pattern Recognition*, 2014, pp. 1725–1732.
- [19] R. Salakhutdinov and G. Hinton, "Deep Boltzmann Machines," in *International Conference on*

- Artificial Intelligence and Statistics*, 2009, pp. 3–11.
- [20] A. Krizhevsky and G. E. Hinton, “Using Very Deep Autoencoders for Content Based Image Retrieval,” in *European Symposium on Artificial Neural Networks*, 2011, pp. 489–494.
- [21] G. E. Hinton and R. R. Salakhutdinov, “Reducing the Dimensionality of Data with Neural Networks,” *Science (80-.)*, vol. 313, no. 5786, pp. 504–507, Jul. 2006.
- [22] S.-C. B. Lo, H.-P. Chan, J.-S. Lin, H. Li, M. T. Freedman, and S. K. Mun, “Artificial Convolution Neural Network for Medical Image Pattern Recognition,” *Neural Networks*, vol. 8, no. 7–8, pp. 1201–1214, Jan. 1995.
- [23] M. J. Brusco and J. D. Cradit, “Graph Coloring, Minimum-diameter Partitioning, and the Analysis of Confusion Matrices,” *J. Math. Psychol.*, vol. 48, no. 5, pp. 301–309, Oct. 2004.



Notes on Prime Near-Rings with Multiplicative Derivation

Zeliha BEDİR^{1*}, Oznur GOLBASI

¹Cumhuriyet University, Faculty of Science, Department of Mathematics, 58140 Sivas,

Received: 07.02.2017; Accepted: 21.04.2017

Abstract: Let N be a left near ring. A map $d : N \rightarrow N$ is called a nonzero multiplicative derivation if $d(xy) = xd(y) + d(x)y$ holds for all $x, y \in N$. In the present paper, we shall extend some well known results concerning commutativity of prime rings for nonzero multiplicative derivations of a left prime near-ring N .

Keywords: Prime ring, near-ring, derivation, multiplicative derivation

Çarpımsal Türevli Asal Yakın Halkalar Üzerine Notlar

Özet: N bir sol yakın halka olsun. $d : N \rightarrow N$ dönüşümü her $x, y \in N$ için $d(xy) = xd(y) + d(x)y$ koşulunu sağlıyorsa d ye bir çarpımsal türev denir. Bu makalede, asal halkalarda iyi bilinen bazı komütatiflik koşulları, çarpımsal türevli sol asal yakın halkalar için genelleştirilecektir.

Anahtar Kelimeler: Asal halka, yakın halka, türev, çarpımsal türev

1. INTRODUCTION

An additively written group $(N, +)$ equipped with a binary operation $· : N \rightarrow N, (x, y) \rightarrow xy$, such that $x(yz) = (xy)z$ and $x(y + z) = xy + xz$ for all $x, y, z \in N$ is called a left near-ring. A near-ring N is called zero symmetric if $0x = 0$ for all $x \in N$ (recall that left distributive yields $x0 = 0$). A near-ring N is said to be 3-prime if $xNy = \{0\}$ implies $x = 0$ or $y = 0$. For any $x, y \in N$, as usual $[x, y] = xy - yx$ and $xoy = xy + yx$ will denote the well-known Lie and Jordan products respectively. The set $Z = \{x \in N \mid yx = xy \text{ for all } y \in N\}$ is called multiplicative center of N . A mapping $d : N \rightarrow N$ is said to be a derivation if $d(xy) = xd(y) + d(x)y$ for all $x, y \in N$. N is said to be 2-torsion free if $x \in N$ and $x + x = 0$ implies $x = 0$.

Since Posner published his paper [11] in 1957, many authors have investigated properties of derivations of prime and semiprime rings. The study of derivations of near-rings was initiated by Bell and Mason in 1987 [1]. There has been a great deal of work concerning commutativity of prime and semiprime rings and near-rings with derivations satisfying with certain differential identities. (see references for a partial bibliography).

* Corresponding author. Email address: zelihabedir@cumhuriyet.edu.tr

In [7], Herstein has proved that if R is a prime ring of characteristic different from 2 and if d is a nonzero derivation of R such that $d(R) \subseteq Z$, then R is commutative. In [3], Bell and Kappe have proved that d is a derivation of R which is either a homomorphism or an anti-homomorphism in semiprime ring R or a nonzero right ideal of R then $d = 0$. In [5], Daif and Bell proved that if R is semiprime ring, U is a nonzero ideal of R and d is a derivation of R such that $d([x, y]) = \pm[x, y]$, for all $x, y \in U$, then $U \subseteq Z$. All of these results were extended to near rings.

In [4], the notion of multiplicative derivation was introduced by Daif motivated by Martindale in [8]. $d: R \rightarrow R$ is called a multiplicative derivation if $d(xy) = xd(y) + d(x)y$ holds for all $x, y \in R$. These maps are not additive. In [6], Goldman and Semrl gave the complete description of these maps. We have $R = C[0,1]$, the ring of all continuous (real or complex valued) functions and define a map $d: R \rightarrow R$ such as

$$d(f)(x) = \begin{cases} f(x) \log|f(x)|, & f(x) \neq 0 \\ 0, & \text{otherwise} \end{cases}$$

It is clear that d is multiplicative derivation, but d is not additive.

Recently, some results concerning commutativity of prime rings with derivations were proved for multiplicative derivations. It is natural to look for comparable results with multiplicative derivations of near-rings. In the present paper, we shall extend above mentioned results for multiplicative derivations of 3-prime near-ring N . Also, we will prove some commutativity conditions.

Chapter 1:

Lemma 1 [2, Lemma 1.2] Let N be a 3-prime near-ring.

- (i) If $z \in Z \setminus \{0\}$, then z is not a zero divisor.
- (ii) If Z contains a nonzero element z for which $z + z \in Z$, then $(N, +)$ is abelian.
- (iii) If $z \in Z \setminus \{0\}$ and $x \in N$ such that $xz \in Z$ or $zx \in Z$, then $x \in Z$.

Lemma 2 [2, Lemma 1.5] Let N be a 3-prime near ring. If Z contains a nonzero semigroup ideal of N , then N is commutative ring.

Lemma 3 [9, Lemma 2.1] A near-ring N admits a multiplicative derivation if and only if it is zero symmetric.

Lemma 4 Let N be a near-ring and $d: N \rightarrow N$ multiplicative derivation of N . Then

$$(xd(y) + d(x)y)z = xd(y)z + d(x)yz, \text{ for all } x, y, z \in N.$$

Proof: By calculating $d(xyz)$ in two different ways, we see that

$$d((xy)z) = xyd(z) + d(xy)z$$

and

$$\begin{aligned} d(x(yz)) &= xd(yz) + d(x)yz \\ &= xyd(z) + xd(y)z + d(x)yz. \end{aligned}$$

Hence we have

$$d(xy)z = xyd(z) + xd(y)z$$

and so

$$(xd(y) + d(x)y)z = xd(y)z + d(x)yz, \text{ for all } x, y, z \in N.$$

Lemma 5 *Let N be a 3-prime near-ring and $a \in N$. If N admits a nonzero multiplicative derivation d such that $d(N)a = 0$ (or $ad(N) = 0$), then $a = 0$.*

Proof. By the hypothesis, we get

$$d(xy)a = 0, \text{ for all } x, y \in N.$$

Expanding this equation with Lemma 4 and using the hypothesis, we have

$$d(x)Na = (0), \text{ for all } x \in N.$$

Since N is 3-prime near-ring and $d \neq 0$, we obtain that $a = 0$.

$ad(N) = 0$ can be proved by applying the same techniques.

Theorem 1 *Let N be a 3-prime near-ring. If N admits a nonzero multiplicative derivation d such that $d(N) \subseteq Z$, then N is a commutative ring.*

Proof. For any $x, y \in N$, we get $d(xy) \in Z$, and so

$$d(xy)y = yd(xy).$$

That is

$$(xd(y) + d(x)y)y = y(xd(y) + d(x)y).$$

Using Lemma 4, we get

$$xd(y)y + d(x)yy = yxd(y) + yd(x)y.$$

Since $d(N) \subseteq Z$, we arrive at

$$d(y)xy + d(x)yy = d(y)yx + d(x)yy$$

and so

$$d(y)[x, y] = 0.$$

Using Lemma 1 (i), we have for each fixed $y \in N$ either $d(y) = 0$ or $y \in Z$.

Now, we assume $d(y) = 0$. For any $x \in N$, we have $d(xy) \in Z$ by the hypothesis. Since $d(y) = 0$, we get $d(xy) = d(x)y \in Z$, for all $x \in N$. By Lemma 1 (iii), we get $d(x) = 0$, for all $x \in N$ or $y \in Z$. Since $d \neq 0$, we must have $y \in Z$. Hence we arrive at $y \in Z$ for any cases. That is $N \subseteq Z$, and so N is commutative near-ring by Lemma 2.

Theorem 2 *Let N be a 3-prime near-ring and d a multiplicative derivation of N such that $d(xy) = d(x)d(y)$, for all $x, y \in N$, then $d = 0$.*

Proof. In view of our hypothesis, we have

$$xd(y) + d(x)y = d(x)d(y), \text{ for all } x, y \in N. \tag{2.1}$$

Replacing y by yz in (2.1), we get

$$xd(yz) + d(x)yz = d(x)d(yz).$$

By our hypothesis, we have

$$xd(y)d(z) + d(x)yz = d(x)d(y)d(z)$$

and so

$$xd(y)d(z) + d(x)yz = d(xy)d(z).$$

Since d is multiplicative derivation of N , we arrive at

$$xd(y)d(z) + d(x)yz = (xd(y) + d(x)y)d(z).$$

By Lemma 4, we get

$$xd(y)d(z) + d(x)yz = xd(y)d(z) + d(x)yd(z), \text{ for all } x, y, z \in N.$$

That is

$$d(x)yz = d(x)y d(z), \text{ for all } x, y, z \in N.$$

Since N is left near-ring, we have

$$d(x)N(d(z) - z) = (0), \text{ for all } x, z \in N.$$

By the 3-primeness of N , we arrive at

$$d = 0 \text{ or } d(z) = z, \text{ for all } z \in N.$$

If $d(z) = z$, for all $z \in N$, then

$$d(xy) = xd(y) + d(x)y$$

$$xy = xy + xy$$

$$xy = 0, \text{ for all } x, y \in N.$$

This yields that $N = (0)$, a contradiction. So, we must have $d = 0$. This completes the proof of our theorem.

Theorem 3 *Let N be a 3-prime near-ring and d a multiplicative derivation of N such that $d(xy) = d(y)d(x)$, for all $x, y \in N$, then $d = 0$.*

Proof. By our hypothesis, we have

$$xd(y) + d(x)y = d(y)d(x), \text{ for all } x, y \in N. \tag{2.2}$$

Replacing y by xy in (2.2), we get

$$xd(xy) + d(x)xy = d(xy)d(x).$$

In view of our hypothesis, we have

$$xd(y)d(x) + d(x)xy = d(xy)d(x).$$

Using d is multiplicative derivation of N , we arrive at

$$xd(y)d(x) + d(x)xy = (xd(y) + d(x)y)d(x).$$

By Lemma 4, we get

$$xd(y)d(x) + d(x)xy = xd(y)d(x) + d(x)y d(x)$$

and so

$$d(x)xy = d(x)y d(x), \text{ for all } x, y \in N. \quad (2.3)$$

Taking yz instead of y in (2.3) and using (2.3), we obtain that

$$d(x)N[z, d(x)] = 0, \text{ for all } x, z \in N.$$

By the 3-primeness of N , we get

$$d(x) = 0 \text{ or } d(x) \in Z.$$

Now, $d(x) = 0$ implies that $d(x) \in Z$. So, we have $d(N) \subseteq Z$ for any cases. By Theorem 1, we obtain that N is commutative ring or $d = 0$. If N is commutative ring, then $d(xy) = d(y)d(x) = d(x)d(y)$, for all $x, y \in N$. Hence, we get $d = 0$ by Theorem 2. This completes the proof.

Theorem 4 *Let N be a 3-prime near-ring and d a nonzero multiplicative derivation of N such that $d([x, y]) = [d(x), y]$, for all $x, y \in N$, then N is commutative ring.*

Proof. Replacing xy instead of y in the hypothesis, we get

$$d(x[x, y]) = [d(x), xy].$$

Expanding this equation and using the hypothesis, we have

$$xd([x, y]) + d(x)[x, y] = [d(x), xy]$$

$$x[d(x), y] + d(x)[x, y] = [d(x), xy]$$

$$xd(x)y - xyd(x) + d(x)[x, y] = d(x)xy - xyd(x).$$

On the other hand, replacing $y = 0$ in the hypothesis, we arrive at $d(0) = 0$. Again replacing x instead of y in the hypothesis, we get

$$[d(x), x] = 0$$

and so

$$d(x)x = xd(x), \text{ for all } x \in N.$$

Now, using this in the above equation, we find that

$$d(x)xy - xyd(x) + d(x)[x, y] = d(x)xy - xyd(x)$$

$$d(x)[x, y] = 0$$

and so

$$d(x)xy = d(x)yx, \text{ for all } x, y \in N.$$

Replacing y by yz in this equation and using this, we have

$$d(x)N[x, z] = (0), \text{ for all } x, z \in N.$$

This yields that

$$d(x) = 0 \text{ or } x \in Z.$$

If $d(x) = 0$, then $d(x) \in Z$. On the otherwise, if $x \in Z$ then $[d(x), y] = 0$, for all $y \in N$ by the hypothesis. Hence we have $d(x) \in Z$. Thus we arrive at $d(x) \in Z$, for both cases. That is $d(N) \subseteq Z$, and so, we obtain that N is commutative ring by Theorem 1.

Theorem 5 *Let N be a 3-prime near-ring and d a nonzero multiplicative derivation of N such that $[d(x), y] = [d(x), d(y)]$, for all $x, y \in N$, then N is commutative ring.*

Proof. If $d(x) \in Z$, then there is nothing to prove. So we assume that $d(x) \notin Z$, for any $x \in N$. In the view of the hypothesis, we get

$$[d(x), y] = [d(x), d(y)], \text{ for all } x, y \in N.$$

Writing $d(x)y$ instead of y in this equation, we get

$$[d(x), d(d(x)y)] = [d(x), d(x)y]$$

$$d(x)d(d(x)y) - d(d(x)y)d(x) = d(x)[d(x), y].$$

Using d is multiplicative derivation of N and Lemma 4, we arrive at

$$d(x)d(x)d(y) + d(x)d^2(x)y - (d(x)d(y)d(x) + d^2(x)y d(x)) = d(x)[d(x), y].$$

By the hypothesis, we have

$$d(x)d(x)d(y) + d(x)d^2(x)y - (d(x)d(y)d(x) + d^2(x)y d(x)) = d(x)[d(x), d(y)].$$

Expanding this term and using $-(a+b) = -b-a$, we arrive at

$$d(x)d(x)d(y) + d(x)d^2(x)y - d^2(x)yd(x) - d(x)d(y)d(x) = d(x)d(x)d(y) - d(x)d(y)d(x)$$

and so

$$d(x)d^2(x)y = d^2(x)yd(x), \text{ for all } x, y \in N.$$

Replacing yz instead of y in the last equation, we find that

$$d^2(x)N[d(x), z] = (0), \text{ for all } x, z \in N.$$

By the 3-primeness of N , we get for each $x \in N$

$$d^2(x) = 0 \text{ or } d(x) \in Z.$$

Since $d(x) \notin Z$, we must have $d^2(x) = 0$, for all $x \in N$. Writing $d(y)$ instead of y in the hypothesis and using $d^2(y) = 0$, we arrive at $[d(x), d(y)] = 0$. Again using this in the hypothesis, we have $[d(x), y] = 0$, and so $d(x) \in Z$, a contradiction. Hence, we must have $d(N) \subseteq Z$, and so, N is commutative ring by Theorem 1. This completes the proof.

Theorem 6 *Let N be a 3-prime near-ring, d a multiplicative derivation of N . If $[d(x), y] \in Z$, for all $x, y \in N$, then N is a commutative ring.*

Proof. Replacing y by $d(x)y$ in the hypothesis yields that

$$d(x)[d(x), y] \in Z, \text{ for all } x, y \in N.$$

By Lemma 1 (iii), we get

$$d(x) \in Z \text{ or } [d(x), y] = 0, \text{ for all } x, y \in N.$$

For any cases, we obtain that $d(N) \subseteq Z$. By Theorem 1, we obtain that N is a commutative ring.

Acknowledgments: This work is supported by the Scientific Research Project Fund of Cumhuriyet University under the project number F-496.

REFERENCES

- [1]. Bell, H. and Mason, G., On derivations in near rings, *Near rings and Near fields, North-Holland Mathematical Studies*, 137, 31-35, (1987).
- [2]. Bell, H. E., On derivations in near-rings II, *Kluwer Academic Pub. Math. Appl., Dordr.*, 426, 191-197, (1997).

- [3]. Bell, H. E. and Kappe, L. C., Rings in which derivations satisfy certain algebraic conditions, *Acta Math. Hungarica*, 53, 339-346, (1989).
- [4]. Daif, M. N., When is a multiplicative derivation additive, *Int. J. Math. Math. Sci.*, 14(3), 615-618, (1991).
- [5]. Daif, M. N. and Bell, H. E., Remarks on derivations on semiprime rings, *Int. J. Math. Math. Sci.*, 15(1), 205-206, (1992).
- [6]. Goldman, H. and Semrl, P., Multiplicative derivations on $C(X)$, *Monatsh Math.*, 121(3), 189-197, (1969).
- [7]. Herstein, I. N., A note on derivations, *Canad. Math. Bull.*, 21(3), 369-370, (1978).
- [8]. Martindale III, W. S., When are multiplicative maps additive, *Proc. Amer. Math. Soc.*, 21, 695-698, (1969).
- [9]. Kamal, A. M. and Al-Shaalan, K. H., Existence of derivations on near-rings, *Math. Slovaca*, 63, no:3, 431-438, (2013).
- [10]. Koç, E. and Gölbaşı, Ö., Semiprime near-rings with multiplicative generalized (θ, θ) -derivations, *Fasciculi Mathematici*, 57, 105-119, (2016).
- [11]. Posner, E. C. Derivations in Prime Rings, *Proc. Amer. Math. Soc.*, 8, 1093-1100, (1957).



<http://dx.doi.org/10.17776/cumuscij.304449>

Zeytinli Ada (MÖ 2. yy- MS 12. yy) Bireylerinde İnterorbital, Biorbital ve Bizigomatik Mesafelerin Üç Boyutlu Tomografi Değerlendirilmesi

Mansur DOĞAN¹, İsmail ŞALK², Yaşar ALPASLAN³, Oğuzhan GÖRLER⁴,

Fadime SUATA ALPASLAN⁵

¹Kulak Burun Boğaz Anabilim Dalı, ²Radyoloji Anabilim Dalı, Cumhuriyet Üniversitesi Tıp Fakültesi, TR-58140 Sivas

³Nöroloji Bölümü, Özel Medicana Hastanesi, Sivas

⁴Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı, Cumhuriyet Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi, Sivas

⁵Paleoantropoloji Anabilim Dalı, Cumhuriyet Üniversitesi Edebiyat Fakültesi, Sivas

Received: 07.04.2017; Accepted: 18.04.2017

Özet: Balıkesir ili Erdek ilçesine bağlı Zeytinli Ada, ülkemizdeki önemli arkeolojik kazılanlarından birisidir. Zeytinli Ada kazılarında elde edilen insan iskeletlerinin antropolojik değerlendirmeleri özellikle kafatası dikkate alınarak yapıldığında yaş ve cinsiyet açısından önemli bilgiler vermiş ve özellikle radyolojik incelemelerin kullanılması da bu bilgilerin güvenilirliğini artırmıştır. Çalışmamız 2007-2011 yılları arasında Zeytinli Ada da gerçekleştirilen kazılar sonucunda ortaya çıkarılan, MÖ 2. yüzyıl ve MS 12. yüzyıllar arası 6 kadın ve 16 erkek olmak üzere 22 bireye ait kafatası kemikleri alınarak gerçekleştirilmiştir. Çok kesitli bilgisayarlı tomografi ile alınan görüntüler iş istasyonu yazılımı ile üç boyutlu hale dönüştürülerek interorbital, biorbital ve bizigomatik ölçümleri yapılmıştır. Kafatası ölçüm değerleri ortanca (aralık) olarak whisker grafik ile sunulmuş, ortanca kadın ve erkek değerlerin karşılaştırılmasında ise Mann-Whitney testi kullanılmıştır. Ölçüm değerlerinin arasındaki korelasyonları incelenmesi Pearson korelasyon testi ile yapılmış ve P değerinin 0,05 değerinin altında olması anlamlı olarak kabul edilmiştir. Veriler değerlendirildiğinde erkek ve kadın interorbital ve bizigomatik mesafeleri arasındaki fark anlamlı bulunmamıştır ($p>0,05$). Biorbital mesafeleri dikkate alındığında ise erkek kafataslarının biorbital mesafeleri kadınlarınkine göre anlamlı olarak daha uzun olduğu saptanmıştır ($p<0,05$). İnterorbital ile biorbital ve bizigomatik mesafelerinin korelasyon analizlerine bakıldığında ise dikkate değer bir ilişki bulunmamıştır. Çalışmamızda erkek bireylere ait kafataslarındaki bizigomatik mesafeler kadın bireylerin kafataslarına göre daha uzundur. Bu durum, erkek bireylerin kafatasının lateral çıkıntılarının daha belirgin olduğunu göstermektedir. Bu da cinsiyet ayrımında önemli bir kriter olarak karşımıza çıkmaktadır.

Anahtar Kelimeler: Zeytinli Ada, üç boyutlu tomografi, interorbital mesafe, biorbital mesafe, bizigomatik mesafe.

Evaluation of Three-Dimensional Tomography of Interorbital, Biorbital and Bizigomatic Distances in Zeytinli Island (2nd century AD 12th century BC) Individuals

Abstract: Zeytinli Island, which is connected to Balıkesir province Erdek county, is one of the important archaeological excavation sites in our country. The anthropological evaluations of human skeletons obtained from Zeytinli island excavations gave important information about age and gender especially when the skull was taken into account and especially the use of radiological examinations increased the reliability of this information. In particular, the use of radiological examination increases the reliability of this information. Our study was carried out between 2007 and 2011 by taking the skulls of a total of 22 individuals, 6 females and 16 males between the 2nd century BC and the 12th century AD, uncovered as a result of the excavations performed in Zeytinli Island. The images taken by multislice computed tomography were transformed into three-dimensional form with workstation software, and their interorbital, biorbital and bizygomatic measurements were performed. The skull measurement values were presented as median (range) with a whisker graphic. The median female and male values

* Corresponding author. Email address: mansurdogan@hotmail.com

were compared using the Mann-Whitney test. The Pearson correlation test was used to examine the correlations between the measurement values. The fact that the p-value was below 0.05 was considered significant. Upon evaluating the data, the difference between the male and female interorbital and bizygomatic distances was not found significant ($p>0,05$). When the biorbital distances were taken into account, the biorbital distances of male skulls were found to be significantly higher compared to those of female skulls ($p<0,05$). No significant relationship was found when the analyses of the correlation between interorbital and biorbital and bizygomatic distances were examined. In our study, the bizygomatic distances in the skulls belonging to male individuals are longer than the skulls of female individuals. This shows that the lateral protrusions of the male's skull are more prominent. This is an important criterion for gender discrimination.

Keywords: Zeytinli Island, Three-dimensional tomography, interorbital distance, biorbital distance, bizygomatic distance.

1. GİRİŞ

Eski dönemlerde yaşamış insan topluluklarının yaşam biçimleri, morfolojik yapısı, paleodemografik dağılımı, genel sağlık durumları, genetik ve sosyo-kültürel yapısı hakkında bilgi elde etme yöntemlerinin başında bu insan topluluklarına ait iskeletlerin antropolojik açıdan incelenmesi gelmektedir [1]. Balıkesir ili Erdek sınırları içerisinde yer alan Zeytinli Ada, MÖ 2.yy. ve MS 12. yy. arasında kültür varlığının sürdüğü Helen-Roma-Bizans ve Osmanlı yapılarıyla mozaik bir oluşuma sahip önemli bir arkeolojik buluntu yeridir [1]. Bu alanda farklı dönemlere ait iskelet kalıntılarının bulunması, antropolojik açıdan değerlendirmelerde oldukça önemlidir. Özellikle kafatası dikkate alındığında, yaş ve cinsiyet tayini yapılabilmektedir [2-4]. Eski bireylerin incelenmesi açısından günümüzde radyoloji laboratuvarlarından ve diğer ölçüm tekniklerinden yararlanılabilmektedir [5].

Sefalometrik direkt grafiler dişlerin çeneler ile ilişkilerini belirlemede faydalı olmasına rağmen iki boyutlu olmaları nedeniyle anatomik oluşumların üst üste binmesine neden olup doğru ve nitelikli ölçümler alınmasını zorlaştırabilmektedir. Bilgisayarlı tomografi ise üç boyutlu görüntüleme sağlaması ve ölçümlerin doğru bir şekilde yapılabilir olmasından dolayı önemli ve daha doğru ölçümler yapılabilmesine yardımcı olmaktadır [6]. Değişken uzunluktaki interorbital, biorbital ve bizygomatik mesafeler gibi parametrelerin farklı etnik grup popülasyonlarında gösterdikleri değişikliklerin antropolojik açıdan önemli bulunması nedeniyle [7], bu çalışmada Zeytinli Ada bireylerinin değerlendirilmesinde bu veriler ana parametreler olarak seçilmiştir. Araştırmamızın konusunu, Zeytinli Ada kazılarında çıkarılan Geç Roma, Erken Bizans, Geç Bizans ve Osmanlı dönemine ait 22 bireye ait kafa taslarının bilgisayarlı tomografi ile yapılan ölçümlerinin değerlendirilmesidir.

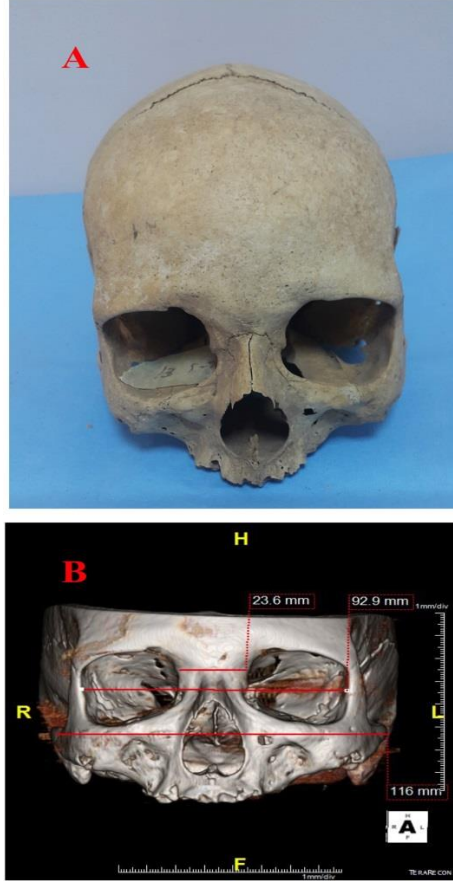
2. GEREÇ VE YÖNTEM

Çalışma materyalini, 2007-2011 yılları arasında Prof. Dr. Nurettin Öztürk başkanlığında yürütülen Zeytinli Ada kazıları sonucunda ortaya çıkarılan 6 kadın, 16 erkek, toplam da 22 bireye ait kafatası oluşturmaktadır (Şekil 1A). Çalışma materyalini oluşturan kafataslarının incelenmesi için 2011 tarihinde Bandırma Müzesi Müdürlüğünden bir tutanak ile gerekli izinler alınmıştır. Bireylerin yaş ve cinsiyet tayinleri Cumhuriyet Üniversitesi Edebiyat Fakültesi Antropoloji Bölümü Paleoantropoloji Laboratuvarında yapılmıştır. Zeytinli Ada bireyelerine ait iskeletler üzerinde cinsiyet tayini için Workshop of European Anthropologist (WEA, 1980)'in belirlediği kriterler esas alınırken, erişkin bireylerde yaş tespitinde sutural yaşlandırma metodu (Oliver, 1969; WEA, 1980) kullanılmıştır. Yapılan yaş tayinine göre, 1 erkek genç erişkin (20-34,9), geri kalan tüm bireyler orta erişkin (35-49,9) yaş grubunda değerlendirilmiştir.

Zeytinli Ada (MÖ 2. yy- MS 12. yy) Bireylerinde İnterorbital

Kafataslarının çok kesitli bilgisayarlı tomografi (Planmeca ProMax-3D Mid, Helsinki, Finland) görüntüleri kesit kalınlığı 0,4 mm olacak şekilde elde edilmiş, alınan bu kesitler iş istasyonundaki yazılım ile (Aquarius intuition Edition ver4.4.6, Tera ReconInc., San Mateo, CA, USA) 3 boyutlu görüntülere dönüştürülerek interorbital, biorbital ve bizigmatik ölçümleri uzman bir radyolog tarafından yapılmıştır (Şekil 1B).

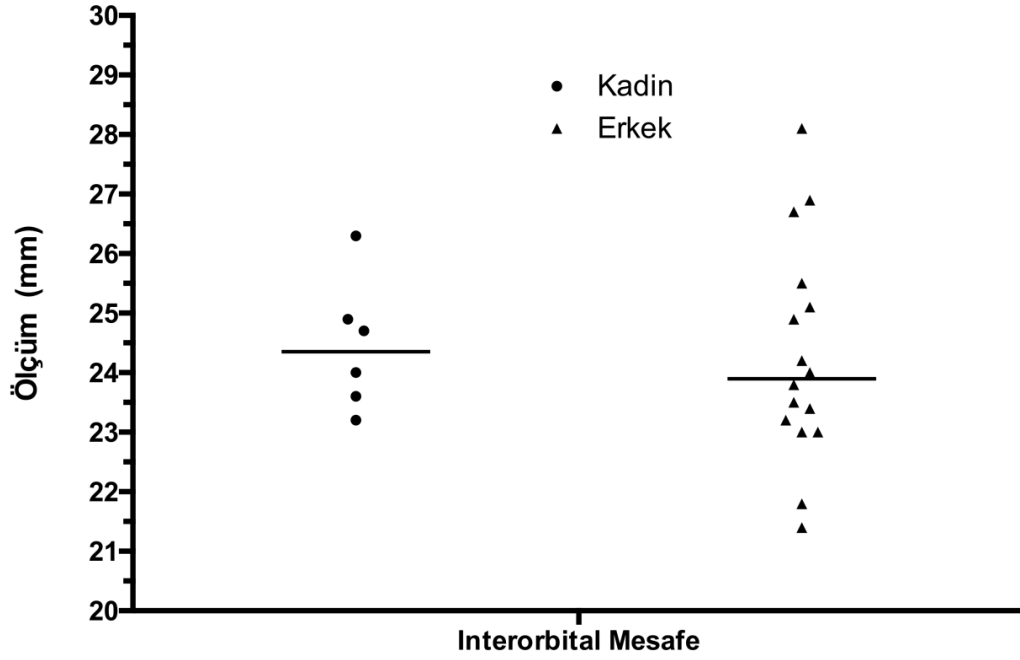
Kafatası ölçüm değerleri ortanca (aralık) olarak whisker grafik ile sunulmuş, ortanca kadın ve erkek değerlerin karşılaştırılmasında Mann-Whitney testi kullanılmıştır. Ölçüm değerlerinin arasındaki korelasyonları incelenmesi Pearson korelasyon testi ile yapılmış, P değerinin 0,05 değerinin altında olması anlamlı olarak kabul edilmiştir.



Şekil 1. ZK 3 Nolu Örnek kadın kafatası fotoğrafı (a) ve bilgisayarlı tomografi üç boyutlu görüntüsü (b).

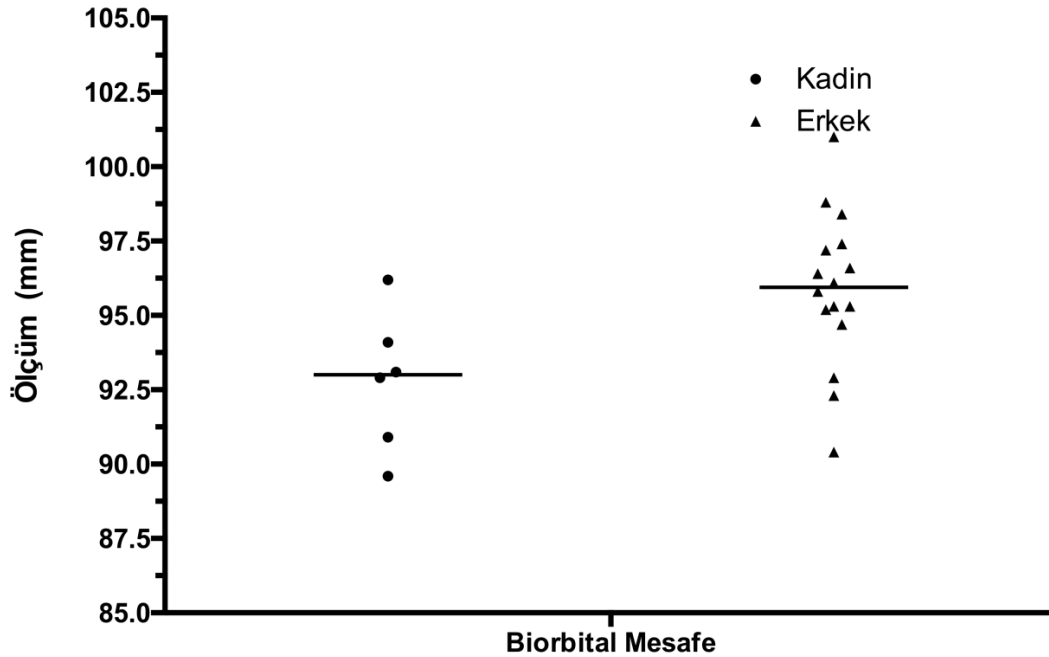
3. BULGULAR

Kadın ve erkek Zeytinli Ada bireylerin kafataslarından üç boyutlu bilgisayarlı tomografi kullanılarak elde edilen ortanca interorbital ölçüm sonuçlarının Şekil 2’de gösterildiği gibi yapılan istatistiksel karşılaştırılması sonucunda, erkek kafataslarının ortanca interorbital ölçüm değeri kadınlarınkine göre çok hafif düşük (23,90’a karşın 24,35) bulunmuş, ancak aralarında istatistiksel olarak anlamlı bir fark saptanmamıştır ($p>0,05$).



Şekil 2. Erkek ve kadın Zeytinli Ada bireylerin kafataslarının interorbital ölçüm değerleri. Veriler ortanca (aralık) olarak gösterildi, erkek ve kadınlara ait değerler arasında anlamlı fark bulunmadı ($p>0,05$).

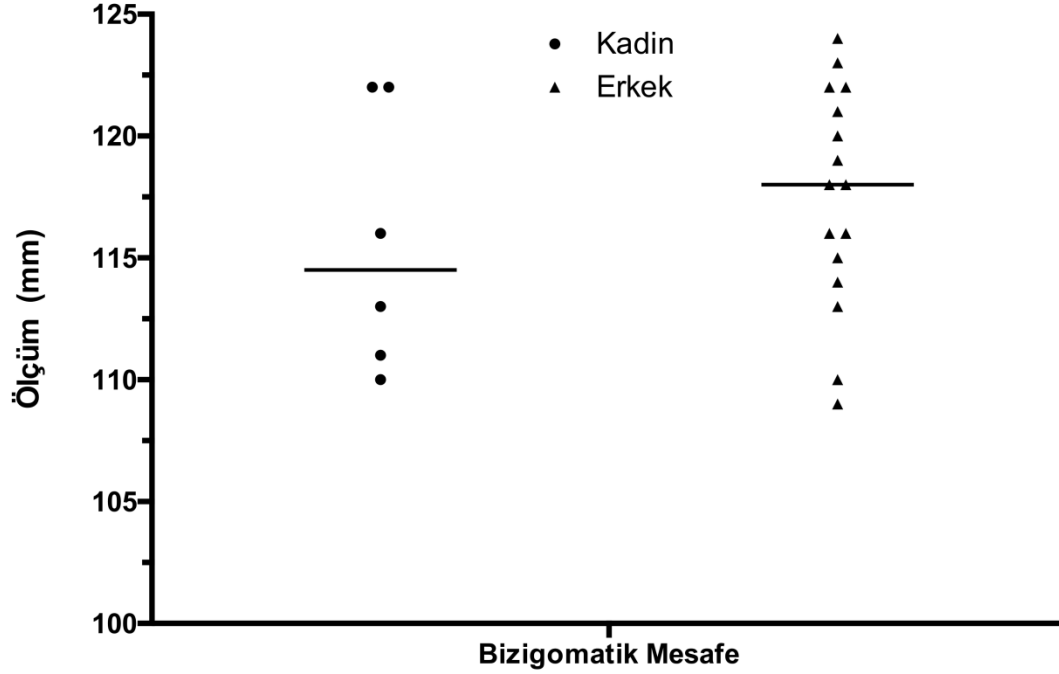
Kadın ve erkek Zeytinli Ada bireylerin kafataslarından üç boyutlu bilgisayarlı tomografi kullanılarak elde edilen ortanca biorbital ölçüm sonuçlarının Şekil 3'de gösterildiği gibi yapılan istatistiksel karşılaştırılması sonucunda, erkek kafataslarının ortanca biorbital ölçüm değeri kadınlarınkine göre anlamlı olarak (95,95'e karşın 93,0) yüksek bulunmuştur ($p<0,05$).



Şekil 3. Erkek ve kadın Zeytinli Ada bireylerin kafataslarının biorbital ölçüm değerleri. Veriler ortanca (aralık) olarak gösterildi. Erkek kafataslarının ortanca biorbital ölçüm değeri kadın kafataslarınınkine göre daha yüksektir ($p<0,05$).

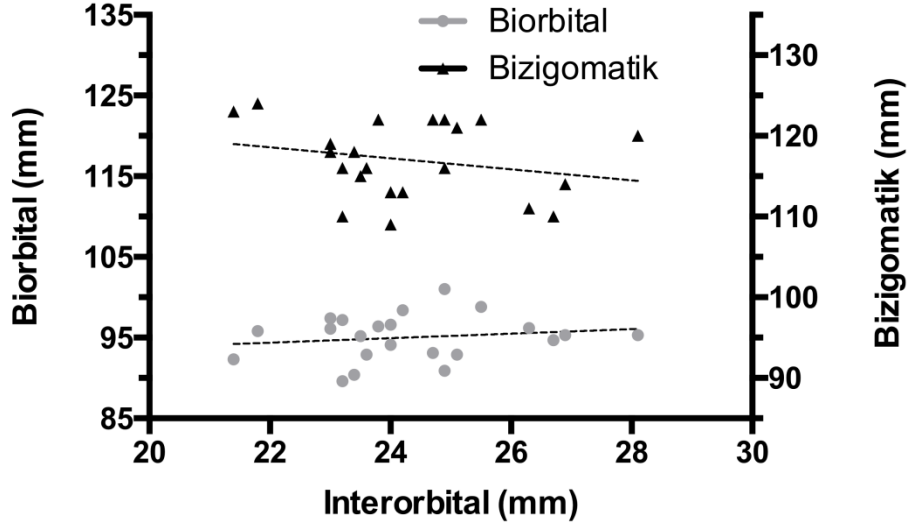
Zeytinli Ada (MÖ 2. yy- MS 12. yy) Bireylerinde İnterorbital

Kadın ve erkek Zeytinli Ada bireylerin kafataslarından üç boyutlu bilgisayarlı tomografi kullanılarak elde edilen ortanca bizigomatik ölçüm sonuçlarının Şekil 2’de gösterildiği gibi yapılan istatistiksel karşılaştırılması sonucunda, erkek kafataslarının ortanca bizigomatik ölçüm değeri kadınlarınkine göre çok hafif yüksek (118,0’a karşın 114,50) bulunmasına rağmen, aralarında istatistiksel olarak anlamlı bir fark saptanmamıştır ($p>0,05$).



Şekil 4. Erkek ve kadın Zeytinli Ada bireylerin kafataslarının bizigomatik ölçüm değerleri. Veriler ortanca (aralık) olarak gösterildi. Erkek ve kadın değerleri arasında anlamlı fark bulunmadı ($p>0,05$).

Kadın ve erkek Zeytinli Ada bireylerin kafataslarından üç boyutlu bilgisayarlı tomografi kullanılarak elde edilen interorbital ölçüm değeri ile biorbital ve bizigomatik ölçüm değerlerinin Şekil 5’de gösterildiği gibi yapılan istatistiksel ilişki analizi sonucunda aralarında istatistiksel olarak anlamlı bir ilişki bulunamamıştır ($p>0,05$).



Şekil 5. Kadın ve erkek Zeytinli Ada bireylerin kafataslarından üç boyutlu bilgisayarlı tomografi kullanılarak elde edilen interorbital ölçüm değeri ile biorbital ve bizigomatik ölçüm değerlerinin ilişkisi. Aralarında istatistiksel olarak anlamlı bir ilişki bulunamadı ($p>0,05$).

4. TARTIŞMA

Araştırmamızın konusu, Zeytinli Ada kazılarında çıkarılan Geç Roma, Erken Bizans, Geç Bizans ve Osmanlı dönemine ait 22 bireye ait kafataslarının üç boyutlu bilgisayarlı tomografi ile yapılan ölçümlerinin değerlendirilmesine dayanmaktadır.

Yaptığımız MÖ 2. yüzyıl ile MS 12. yüzyıl arasındaki Zeytinli Ada bireylerinin kafa taslarının üç boyutlu bilgisayarlı tomografisinden elde edilen interorbital, biorbital ve bizigomatik mesafe ölçüm sonuçlarının ortalaması kadınlarda sırasıyla 24,35-93,0-114,5 mm, erkeklerde sırasıyla 23,9-95, 95-118 mm olarak ölçülmüştür. Bireylerden biri hariç geri kalan 21 bireyin yaşları 35-49,9 aralığında bulunmuştur. İncelenen parametreler dikkate alındığında, erkek ve kadın interorbital ve bizigomatik mesafeleri benzer özelliktedir. Aynı şekilde biorbital mesafeleri dikkate alındığında erkek kafataslarının biorbital mesafeleri kadınlarınkine göre anlamlı olarak daha fazla bulundu. İterorbital ile biorbital ve bizigomatik mesafelerinin korelasyonu incelendiğinde dikkate değer bir ilişkiye rastlanmadı. Araştırmamızın sonuçları Zeytinli Ada bireylerinin kafataslarında kadın ve erkeklerin interorbital ve biorbital mesafelerinin neredeyse eşit olduğunu göstermektedir. Bununla birlikte erkeklerin kadınlara göre bizigomatik mesafelerinin uzun olması göz küresinden sonraki alanların erkeklerde daha geniş olduğunu göstermektedir. Çalışılan parametreler arasında korelasyon bulunmaması çalışmaya alınan Zeytinli Ada bireylerinin kafatası sayısının az olmasına bağlanabilir. Araştırmamızın bu verileri gelecekte yapılması olası farklı yüzyıllara ait Zeytinli Ada bireylerin kafatası ölçümü çalışmalarında referans olma niteliğine sahip olarak değerlendirilebilir.

Ekizoğlu ve ark. [7] yaptığı çalışmada (ortalama yaş $30,7\pm 11,2$) interorbital, biorbital ve bizigomatik mesafe ölçüm sonuçlarının ortalaması, kadınlarda sırasıyla $24\pm 2,0-92,8\pm 3,5-122,9\pm 4,7$ mm, erkeklerde sırasıyla $25,2\pm 2,1-97,1\pm 3,5-131\pm 5,1$ mm olarak bulmuşlardır.

Kranioti ve ark. [10] yaptığı çalışmada ise, erkeklerin yaş ortalaması $68,9\pm 13,4$, kadınların yaş ortalaması $73,2\pm 16,8$ 'dir. Bu araştırmada, biorbital ve bizigomatik mesafe ölçüm sonuçlarının

Zeytinli Ada (MÖ 2. yy- MS 12. yy) Bireylerinde İnterorbital

ortalaması, kadınlarda sırasıyla 93,1±4,3-122,1±4,6 mm, erkeklerde sırasıyla 97,9±4,2-130,5±5,1mm olarak bulunmuştur. Yine aynı çalışmada Girit'in orta ve son dönem Helledik dönem (Bronz çağında (M.Ö. 3200-1050) anakara kültürünü karakterize eden bir dönem dizisini tanımlamak için kullanılan modern bir arkeolojik terimdir) bulgularıyla da karşılaştırılmıştır. Bu karşılaştırma da bizigomatik mesafe ölçüm sonuçlarının ortalaması kadınlarda sırasıyla 120,6±6,2 mm, erkeklerde sırasıyla 126,3±6,7mm olarak bulunmuştur.

Robinson ve Bidmos'un [11] 230 bireye ait kafatasının incelendiği kadavra çalışmasında da ölçülen bizogomatik mesafe üç farklı gruba ayrılarak yapılmıştır. Bu üç grubun ortalaması erkekler için 129,4, kadınlar için 120,9 mm olarak bulunmuştur. Bu bulgularda bizim çalışmamıza göre hem kadınların hem de erkeklerin Zeytinli Ada bireylerin kafataslarına göre daha büyük bir bizigomatik mesafeye sahip olduğunu göstermektedir.

Franklin ve ark. [12] yaptığı çalışmada Güney Afrika'daki bireylerin kafatası ölçümlerinde üç farklı nüfus grubunun bizigomatik ölçümleri ortalaması kadınlarda 115,7 ve erkekler de 122,6 olarak bulunmuştur. Bu bulgular bizim çalışmamıza en yakın olan veriler olarak görülmektedir.

Steyn ve Iscan'ın [13] yaptığı 44 erkek ve 47 kadın Güney Afrikalı beyazlarda yaptığı çalışmada bizigomatik mesafe ortalaması erkeklerde 128,0± 4,4, kadınlarda 121,9±3,5 olarak bulunmuştur. Güney Afrikalı beyazların bizigomatik ölçümleri bizim ve Franklin ve ark. [12] yaptığı çalışmadan oldukça farklı bulunmuştur. Bu da farklı biyolojik gruplarda bu ölçülen mesafelerin değişebileceğini göstermektedir.

Verhoff ve ark. [14] yapmış olduğu Bern Üniversitesi Anatomi Enstitüsünden dört tane mezardan bulunan kafatasında, interorbital, biorbital ve bizigomatik mesafe ölçülmüş, ölçüm sonuçlarının ortalaması sırayla 20-89-107 olarak bulunmuştur. Bu çalışmaya göre sonuçlar, Zeytinli Ada bireylerinden elde edilen sonuçlara göre daha küçük değerler vermektedir.

Ogawa ve ark. [15] modern Japon toplumunda yaptığı 73 erkek ve 40 kadından oluşan çalışmada bizigomatik mesafeleri kadınlarda 129±3,9, erkeklerde 136,5±4,8 olarak saptamışlardır. Bu da Japon toplumunun üst kafa kısmının Zeytinli Adasından elde edilen bireylerin kafataslarına göre çok daha geniş olduğunu göstermektedir.

Işcan ve Steyn'in [16] yaptığı çalışmada; Güney Afrika'daki beyazlarla, siyah bireyler arasındaki bizigomatik mesafeler ölçmüştür. Siyah kadınların bizigomatik ölçümü 121,4±5,1; siyah erkeklerin bizigomatik ölçümü ise 130,6±4,6 olarak bulunmuştur. Buna göre beyaz kadınların bizigomatik ölçümü 122,9±3,5; beyaz erkeklerin bizigomatik ölçümü ise 128,9±4,3 olarak bulunmuştur. Biyolojik çeşitliliği kendi içinde değerlendirdiğimizde; Güney Afrika'daki siyah kadınların bizigomatik mesafesi beyaz kadınlara göre düşükken, siyah erkeklerin bizigomatik mesafesi beyaz erkeklere göre daha yüksek bulunmuştur. Franklin ve ark. [12] yaptığı çalışmada Güney Afrika'da yapılmasına rağmen Işcan ve Steyn'in [16] yaptığı çalışma ile bizigomatik mesafe ölçümü açısından çok fazla benzerlik göstermemektedir.

Tablo 1'de çalışmamızın örneklemini oluşturan Zeytinli Ada bireyelerine ait sonuçlar, son yıllarda yapılmış canlı insan ve kadavra sonuçlarıyla karşılaştırılmıştır.

Zeytinli Ada bireyleri kafataslarında üç boyutlu bilgisayarlı tomografi görüntüleri yardımıyla değerlendirilmiştir. Bulgularımıza göre, erkeklerin kadınlara göre bizigomatik mesafeleri daha uzun, zigomatik çıkıntıları ise daha belirgindir. Bu özelliğin, daha sonraki benzer örneklerde kadın ve erkek cinsiyet ayrımlarının yapılabilmesinde kullanılabileceği düşünülmektedir.

Tablo 1. Zeytinli Ada ile öncel çalışma bulgularının karşılaştırılması (Veriler ortanca (aralık) ve ortalama (SD) olarak verilmiştir).

	İnterorbital		Biorbital		Bizigomatik	
	Kadın	Erkek	Kadın	Erkek	Kadın	Erkek
Çalışmamızın Verileri	24,3	23,9	93	95,9	114,5	118
Ekizoglu ve ark. [7]	24±2	25,2±2,1	92,8±3,5	97,1±3,5	122,9±4,7	131,8±5,1
Kranioti ve ark. [10]			93,1±4,3	97,9±4,2	122,1±4,6	130,6±5,1
Robinson ve Bidmos, [11]					120,9	129,4
Franklin ve ark. [12]]		115,7	122,6
Steyn ve Iscan [13]					121,9±3,5	128±4,4
Ogawa ve ark. [15]					129±3,5	136,±4,8
Işcan ve Steyn [16]					122,9±3,5 (Beyaz) 121,4±5,1 (Siyah)	128,9±4,3 (Beyaz) 130,6±4,6 (Siyah)

Teşekkür

Zeytinli ada kafatası iskeletlerini çalışma imkan tanıyan sayın Prof. Dr. Nurettin ÖZTÜRK ve Bandırma Müze Müdürlüğü'ne, çalışmanın laboratuvar aşamasında yardımını esirgemeyen Antropoloji bölümü yüksek lisans öğrencisi Ece Demirelli'ye sonsuz teşekkürlerimizi sunarız.

KAYNAKLAR

- [1]. Bekmez MS, Suata Alpaslan F. Zeytinli Ada İnsanİskeletlerindeDiş Varyasyonları. Cumhuriyet UniversityFaculty of ScienceScienceJournal (CSJ), Vol. 37, No. 1 (2016) ISSN: 1300-1949. <http://dx.doi.org/10.17776/csj.61361>
- [2]. T.H. Hsiao, S.M. Tsai, S.T. Chou, J.Y. Pan, Y.C. Tseng, H.P. Chang, H.S. Chen, Sexdeterminationusingdiscriminantfunctionanalysis in childrenandadolescents: a lateralcephalometricstudy, Int. J. Legal Med. 124 (2) (2010). 155-160, <http://dx.doi.org/10.1007/s00414-009-0412-1>.
- [3]. E.L. DuBrul, SicherandDuBrul's Oral Anatomy, eighth ed, IshiyakuEuroAmerica, St. Louis, 1988.
- [4]. R.A. Gonzalez, Determination of sexfromjuvenilecraniaby means ofdiscriminantfunctionanalysis, J. ForensicSci. 57 (1) (2012) 24-34, <http://dx.doi.org/10.1111/j.1556-4029.2011.01920.x>
- [5]. Hack GA, Otterloo JJ, Nanda R. Long-termstabilityandprediction of softtissuechangesafterLeFort I surgery. Am J OrthodDentofacialOrthop. 1993;104:544-555.
- [6]. He DM, Zhang Y, Zhang ZK. Computer-assistedquantitativemeasurementsbythree-dimensionalimages on zygomaticfracturedeformities. Chin J DentRes. 2000;3:26-34.
- [7]. Ekizoglu O, Hocaoglu E, Inci E, Can IO, Solmaz D, Aksoy S, Buran CF, Sayin I. Assessment of sex in a modern TurkishpopulationusingcranialanthropometricparametersLegMed (Tokyo). 2016 Jul;21:45-52.doi: 10.1016/j.legalmed.2016.06.001. Epub 2016 Jun 3.
- [8]. Workshop of EuropeanAnthropologist. Recommendationsfor Age andSexDiagnoses of Skeletons. 1980, Journal of Human Evolution, 9 (7): 518-549.
- [9]. Oliver G. PracticalAntropology. Springfield, İllioris: 1969, Charles Thomas Publisher.
- [10]. Kranioti EF, IscanMY, Michalodimitrakis M. Craniometricanalysis of the modern Cretanpopulation. ForensicScience International 180 (2008) 110.e1-110.e5.

- [11]. Robinson MS, Bidmos MA. The skull and humerus in the determination of sex: Reliability of discriminant function equations. *Forensic Science International* 186 (2009) 86.e1–86.e5.
- [12]. Franklin D, Freedman F, Milne N. Sexual dimorphism and discriminant function sexing in indigenous South African crania. *HOMO- Journal of Comparative Human Biology* 55 (2005) 213-228.
- [13]. Steyn M, Iscan M.Y. Sexual dimorphism in the crania and mandibles of South African whites. *Forensic Science International* 98 (1998) 9-16.
- [14]. Verhoff MA, Ramsthaler F, Krahahn J, Deml U, Gille RJ, Grabherr S, Thali MJ, Kreutz K. Digital forensic osteology-Possibilities in cooperation with the Virtopsy1 project. *Forensic Science International* 174 (2008) 152-156.
- [15]. Ogawa Y, Imaizumi K, Miyasaka S, Yoshino M. Discriminant functions for sex estimation of modern Japanese skulls. *Journal of Forensic and Legal Medicine* 20 (2013) 234-238.
- [16]. Iscan M Y Steyn M. Craniometric determination of population affinity in South Africans. *Int J Legal Med* (1999) 112: 91-97.



<http://dx.doi.org/10.17776/cumuscij.302489>

Determination of Trace Amounts of Total Fe as Fe (II) in Environmental Samples by Catalytic Kinetic Spectrophotometry

Nuket KARTAL TEMEL^{1*}, Ramazan GURKAN¹

¹University of Cumhuriyet, Faculty of Sciences, Department of Chemistry, TR-58140, Sivas, Turkey

Received: 31.03.2017; Accepted: 17.04.2017

Abstract. The method is based on the selective catalytic effect of iron (II) ions in the presence of 1,10-phenanthroline as an activator, on the oxidation of Coomassie Brilliant Blue 2R by bromate. The catalytic reaction was monitored spectrophotometrically at 520 nm by fixed time approach of 3 min. The optimization of the operating conditions are investigated. Obtained optimum conditions: 1.5 mL of Coomassie Brilliant Blue 2R (1.0×10^{-4} mol L⁻¹), 0.6 mL of bromate (0.01 mol L⁻¹), 1.5 mL of 1,10-phenanthroline (1.0×10^{-3} mol L⁻¹), reaction temperature 25°C and time 3 min in pH 2.0 at 520 nm. The proposed method allows quantitative determination of iron (II) in the range of 0.05-5 mg L⁻¹ with a selectivity and quantification limit of 0.0141 and 0.047 mg L⁻¹. The relative standard deviations for five replicate determinations of 0.2 and 3 mg L⁻¹ iron (II) are 3.8% and 2.3%, respectively. The method was applied to determination of total iron in some environmental surface waters such as lake, river and well water including pharmaceutical samples used in the treatment of iron deficiency (such as ferrosolanol and maltose) after pre-reduction of iron (III) to iron (II) with sulfite at 40 °C at pH 4.0, and quantitative percentages of retinas ranging from 98.7-102.7% were obtained by standard attachment-based analysis after wet acid dissolution for possible matrix effect.

Keywords: Iron (II), Coomassie Brilliant Blue 2R, 1,10-Phenanthroline, Bromate, Kinetic method

Katalitik Kinetik Spektrofotometri ile Çevresel Örneklerde Eser Miktarlardaki Toplam Fe'nin Fe(II) Olarak Belirlenmesi

Özet. Yöntem, Coomassie Brilliant Blue 2R'nin bromat ile oksidasyonuna, aktivatör olarak 1,10-fenantrolin varlığında demir (II) iyonlarının seçici katalitik etkisine dayanır. Katalitik tepkime yaklaşık 3 dakikalık sabitlenmiş-zaman yaklaşımı ile 520 nm'de spektrofotometrik olarak izlenmiştir. Uygulama koşullarının optimizasyonu araştırılmıştır. Elde edilen optimalkoşullar: 1.5 mL Coomassie Brilliant Blue 2R (1.0×10^{-4} mol L⁻¹), 0.6 mL bromat (0.01 mol L⁻¹), 1.5 mL 1,10-fenantrolin (1.0×10^{-3} mol L⁻¹), 25 °C tepkime sıcaklığı and pH 2.0 de, 520 nm'de 3 dakikalık tepkime zamanıdır. Önerilen yöntem, 0.0141 mg L⁻¹ ve 0.047 mg L⁻¹ lik seçme ve nicelleştirme sınırı ile 0.05-5 mg L⁻¹ aralığında demir (II)'nin tayinine izin verir. 0.2 ve 3 mg L⁻¹ demir (II)'nin beş tekrarlı analizi için elde edilen bağıl standart sapma değerleri sırasıyla %3.8 ve %2.3 tür. Yöntem, pH 4.0 ve 40 °C'de sülfid ile demir (III)'ün demir (II)'ye ön indirgenmesi sonrası demir eksikliği tedavisinde kullanılan farmasötik örnekler (ferrosolanol ve maltoz gibi) ve göl, nehir ve kuyu suyu gibi bazı çevresel yüzey sularında toplam demir tayininde uygulanmış, olası örnek matris etkisi için yaş asitle çözme sonrası standart eklemeye dayanan analizle %98.7-102.7 aralığında değişen kantitatif gerikazanımlar elde edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Fe(II), Coomassie Brilliant blue 2R, 1,10-Fenantrolin, Bromat, Kinetik yöntem

* Corresponding author. Email address: nkartal@cumhuriyet.edu.tr

1. INTRODUCTION

Iron is the most abundant elements on Earth, is essential as it maintains good both plants and animals health [1]. The adult human body contains about 4 g of iron, of which about 3 g are in the form of hemoglobin and this level is maintained by absorbing 1 mg of iron per day [2]. Evidence has been presented that at low levels iron is an essential element in the diet, whereas at higher concentrations it is toxic [3]. Iron (II) the preferred nutrient for phytoplankton [4]. Besides, iron (II) is important in the transport and storage of oxygen in animals through the agency of hemoglobine, myoglobine and iron-porphyrine enzymes [5,6]. The main source of iron in natural waters is from the weathering and leaching of rocks and soils [7]. Also, metallic iron and its compounds are used in various industrial processes and may enter natural waters through the discharge of wastes. Thus, iron ion controls the mobility, bioavailability and toxicity of other trace metals in the natural water system [8].

Development of the determination methods for iron in such samples as foodstuffs is important. There are a number of sensitive analytical methods for a highly sensitive method for quantitative analysis of iron speciation in environmental and biomedical studies [9]. These methods include spectrophotometry [10-13], flourimetry [14], flow-injection analysis [15-17], voltammetry [18], chemiluminescence [19], capillary electrophoresis [20], atomic emission and atomic absorption spectrometry [21, 22], and chromatography [23]. Although some of these methods are highly sensitive, they have disadvantages such as the necessity for expensive and sophisticated instrumentation and can only be used to determine iron (III) and/or total iron content.

In the present work, a kinetic procedure proposed for monitoring and determination of iron (II) in presence of 1,10-phenantroline as activator using its catalytic effect on the oxidation of triphenyl methane group dye, Coomassie brilliant blue 2R at pH 2.0 by potassium bromate at 25 °C. The reaction was monitored spectrophotometrically at wavelength of maximum absorbance of the dye at 520 nm in which the absorbance change between the catalyzed- and uncatalyzed-reactions were measured with fixed time approach of 3 min. The proposed method shows a low detection limit and a wide linear range. Advantages of the proposed method are sensitive, accurate, fast, simple and cheap.

2. MATERIALS and METHODS

2.1. Instrumentation

All absorption measurements at 520 nm were performed using on a double-beam UV-Visible Spectrophotometer (Shimadzu UV-1800 PC, Kyoto, Japan), equipped with the 1.0-cm quartz cells. The pH measurements were made using a pH-2005 digital pH meter equipped with a glass-calomel electrode (pH-2005, JP Selecta, Barcelona, Spain).

2.2. Reagents and solutions

Analytical reagent grade chemicals and twice distilled water were used for preparation of the solutions. Stock solution of iron (II) (Fe (II)) (1000 mg L⁻¹) was prepared by dissolving the appropriate amount of solid FeSO₄·7H₂O (Sigma-Aldrich) in water. All stock standard solutions were stored in polyethylene bottles in a refrigerator at 4 °C. The working standard solutions were prepared daily by stepwise dilution of the stock solution. A 1.0×10⁻⁴ mol L⁻¹ of Coomassie Brilliant Blue (CBB⁺) solution was prepared daily by dissolving with water. A 1.0 x 10⁻³ M of 1,10-phenanthroline (1,10-Phen) solution was prepared fresh daily by dissolving a suitable amount of solid reagent (Sigma-Aldrich) in water. The bromate (BrO₃⁻) solution of 0.01 mol L⁻¹ was prepared by dissolving suitable amount of KBrO₃ in 100 mL of

water. The formate buffer solutions at pHs ranging from 1.0 to 4.0 were prepared by mixing HCOOH and HCOONa and adjusting to a suitable pH value by a pH meter. Before starting the experiment, all the containers such as vessels, glassware, pipettes and PTFE bottles were washed first with 10% (w/v) HNO₃ solution, and then with diluted HCl solution (0.1 mol L⁻¹), finally they were rinsed with water.

2.3. General kinetic procedure

The reagent solutions and water were kept at 25 °C in the thermostatic water bath for fixed-time of 3 min. An appropriate volume of sample or standard solutions in range 0.05-5 mg L⁻¹ Fe (II) were added to a 10 mL volumetric flask, and then sequentially 1.5 mL of CBB⁺ (1.0×10⁻⁴ mol L⁻¹), 1.5 mL of 1,10-Phen (1.0×10⁻³ mol L⁻¹) and 0.6 mL of sodium bromate (0.01 mol L⁻¹) solutions and diluted with water to 10 mL. The absorbance change at 520 nm was measured at 30 and 180 s from the initiation of the catalyzed-reaction (ΔA_s). A blank solution (without iron) was prepared and measured in a similar way (ΔA_b). The difference between absorbance changes for the catalyzed- and uncatalyzed-reactions ($\Delta A = \Delta A_s - \Delta A_b$) was adopted as analytical signal.

2.4. Sample collection, preparation of sample to analysis

Water samples were taken from a local well near Cumhuriyet University in Sivas, Turkey. One milliliter of 1 M HCl was added per 10 mL sample to prevent hydrolysis of iron. The samples were stored in polyethylene containers, and then kept under refrigeration at 4°C. The samples were filtrated before injection with a 0.45-mm membrane filter before kinetic analysis.

3. DISCUSSION and RESULTS

3.1. Effect of pH and format buffer volume

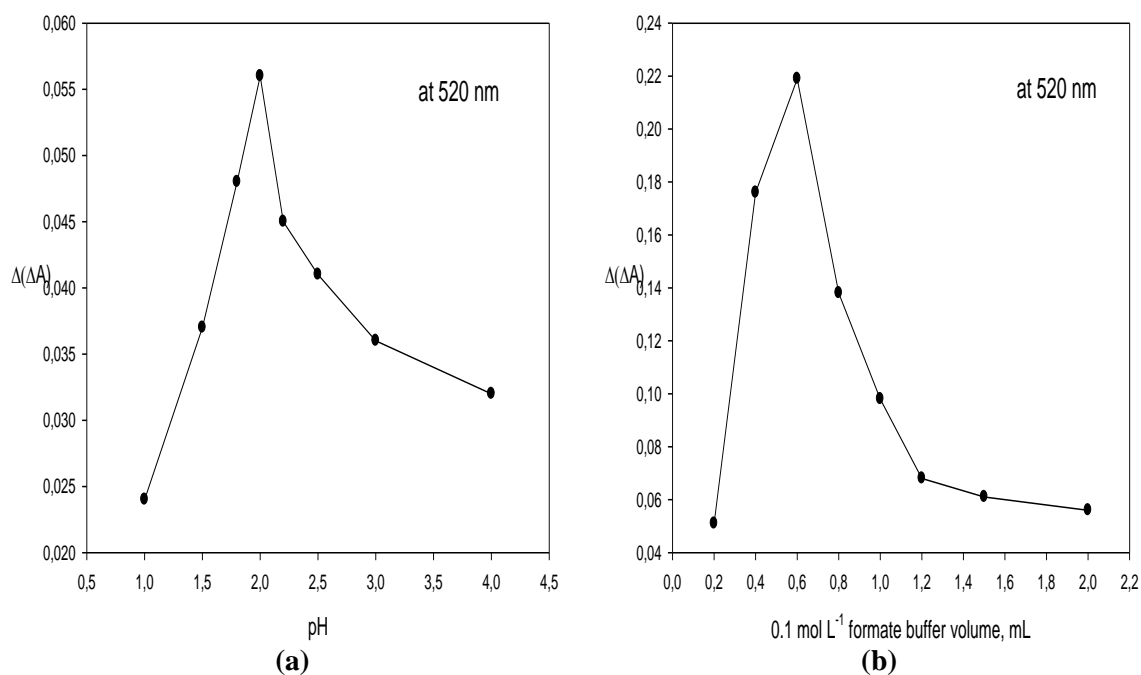


Figure 1 The effect of (a) pH and (b) formate buffer volume of 0.1 mol L⁻¹ on analytical signal.

Determination of Trace Amounts of Total Fe as Fe (II)

The colour of the dye depends on the acidity of the solution. At a pH of less than 0 the dye has a red colour with an absorption maximum at a wavelength of 470 nm. At a pH of around 1 the dye is green with an absorption maximum at 620 nm and above pH 2 the dye is bright blue with a maximum at 595 nm. At pH 7 the dye has an extinction coefficient of $43,000 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ [24]. The CBB⁺ have two sulfonic acid groups that have extremely low pK_a's and will normally be negatively charged, thus at a pH of around zero the dye will be a cation with an overall charge of +1 [24]. The pH of the solution is kept acidic throughout the experiment to prevent Fe (II) oxidation. In this study, the effect of pH on the oxidation reaction was investigated in the pH values ranging from 1.0 to 4.0 spectrophotometrically for catalytic measurement of 0.1 mg L^{-1} Fe at 520 nm, as can be seen in Fig. 1(a). From the results obtained, it is clear that the absorbance change linearly increases with increasing pH in the range of 1.0–2.0, and then gradually decreased due to increase in blank signal. Therefore, the best analytical signal was obtained at pH 2.0 for further studies.

In addition, the effect of buffer volume at pH 2.0 was investigated in the range of 0.2–2.0 mL at fixed formate concentration of 0.1 mol L^{-1} in Fig. 1(b), and a buffer volume of 0.6 mL was chosen as optimal value due to give maximum analytical signal.

3.2. Effect of activator volume

The iron complexes of 1,10-phenanthroline (1,10-Phen), pyridine (pyr) and 2,2'-bipyridyl (2,2'-bipyr) are widely used as selective metal binding reagents as promoters and/or activators and model compounds of biologically active substances, due to give stable metal complexes [25-29]. The spectrophotometric measurement of a red-orange complex that forms between Fe (II) and 1,10-phen, is practical, highly sensitive and selective in terms of iron speciation [30].

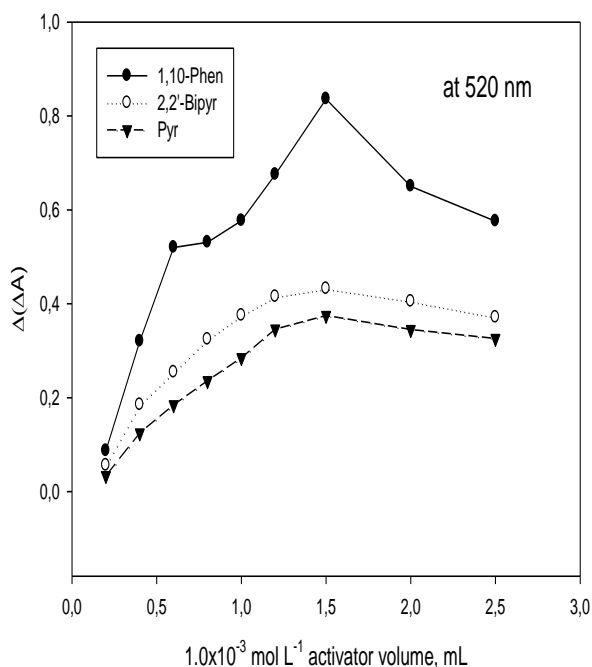


Figure 2. The effect of activator volumes of $1.0 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$ on analytical signal.

The effect of $1.0 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$ activator amounts for analytical signal of iron (II) at 0.1 mg L^{-1} were examined in range of 0.25-2.5 mL at $25 \text{ }^\circ\text{C}$ in Fig. 2. The optimum volume of standard $1.0 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$ activator solutions was found to be 1.5 mL with a significant sensitivity difference.

3.3. Effect of Bromate volume

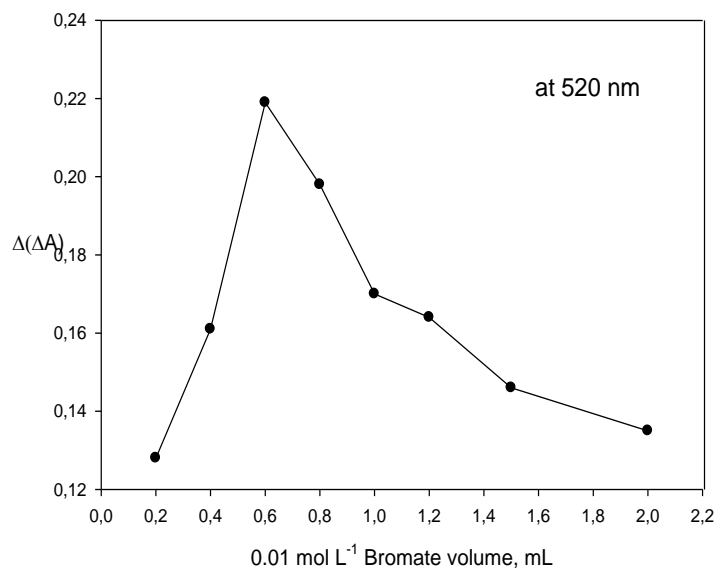


Figure 3. The effect of bromate volume of 0.01 mol L^{-1} on analytical signal.

Dependence of the method sensitivity on the bromate volume at 0.01 mol L^{-1} was investigated in the range of 0.2-2.0 mL at $20 \text{ }^\circ\text{C}$. Fig. 3 shows that the reaction rate increases with bromate volume and that analytical signal (ΔA) reaches a maximum value at 0.6 mL, whereas the reaction rate gradually decreases with greater bromate volumes than 0.6 mL. The increase in both ΔA_s and ΔA_b is due to this fact that with increase in bromate concentration, the oxidation ability of bromate increases. According to the results, the bromate volume of 0.6 mL was chosen as the best bromate volume for further studies.

3.4. Effect of the indicator dye volume

The effect of the indicator dye volume, CBB^+ on the oxidation reaction was investigated in the range of 0.2-2.5 mL at $1.0 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ was performed under the optimum conditions. According to the results obtained in Fig. 4, the analytical signal, (ΔA) increase with increase in the CBB^+ volume, and sensitivity increases up to a volume of 1.5 mL, and then it remains constant. Therefore, CBB^+ volume of 0.6 mL was selected as optimal for further studies.

Determination of Trace Amounts of Total Fe as Fe (II)

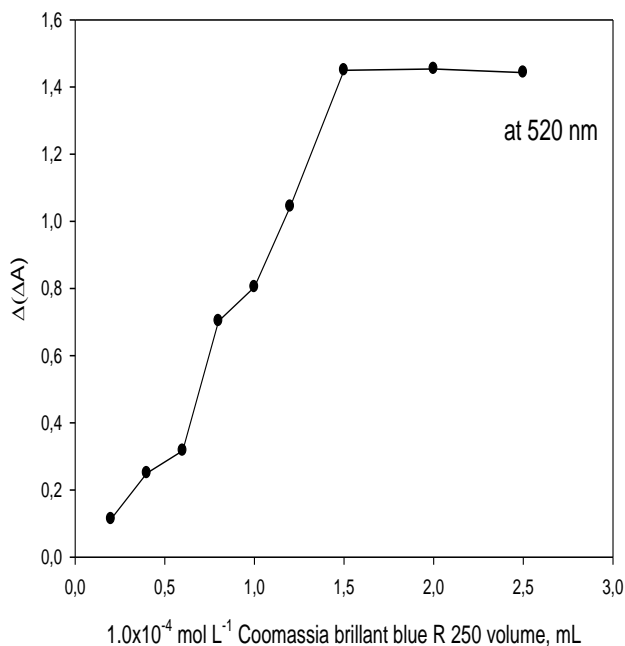


Figure 4. The effect of indicator dye volume, CBC⁺ at $1.0 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ on analytical signal

3.5. Analytical figures of merit

Under the optimized reagent conditions, as can be seen in Table 1, sequentially the limits of detection and quantification of the method (LOD: $3S_{\text{blank}}/m$ and LOQ: $10 S_{\text{blank}}/m$, in which the S_{blank} and m respectively are the standard deviation of ten replicate measurements of sample blank and slope of the calibration curve) of the method for Fe (II) were 14.1 and $47.0 \mu\text{g L}^{-1}$, the recovery rates were in range of 98.7 - 102.7% with a relative standard deviations of 3.8 and 2.3% (0.2 and 3 mg L^{-1} , $n: 5$), the linear working range was 0.05 - 1.0 and 0.25 - $5.0 \mu\text{g mL}^{-1}$ with a changing calibration sensitivity. The other analytical features are represented in Table 1.

$$\Delta A_1: 0.2971 C_{\text{Fe(II)}} (\mu\text{g mL}^{-1}) + 0.0285, R^2: 0.9932$$

$$\Delta A_2: 0.1370 C_{\text{Fe(II)}} (\mu\text{g mL}^{-1}) + 0.0021, R^2: 0.9975$$

Table 1. Analytical properties of the proposed kinetic spectrophotometric method.

Analytical parameters	Analytical sample, Fe (II)
Regression equation (for N: 5)	$\Delta A_1: 0.2971 C_{\text{Fe(II)}} (\mu\text{g mL}^{-1}) + 0.0285, R^2: 0.9932$ $\Delta A_2: 0.1370 C_{\text{Fe(II)}} (\mu\text{g mL}^{-1}) + 0.0021, R^2: 0.9975$
Linear range, $\mu\text{g mL}^{-1}$	0.05 - 1.0 ve 0.25 - 5.0
^a Characteristic concentration of the device, nM	60.3
Limit of detection, LOD (N:12, $3S_b/m$), $\mu\text{g L}^{-1}$	14.1
Limit of quantification, LOQ (N:12, $10S_b/m$), $\mu\text{g L}^{-1}$	47
Wavelength (λ_{max}), nm	520
Molar absorptivity $\text{L mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$	1.04×10^5
BSS% (N:5; 0.2 ve $3.0 \mu\text{g mL}^{-1}$ için)	3.8 ve 2.3

^aIt is the minimum concentration that corresponds to the absorbance change (ΔA) of 0.001 in the optimum operating conditions of the device.

3.6. The matrix effect

In this study, in order to show the selectivity of the method, the effect of possible interfering anionic and cationic species on the quantitative analysis of Fe (II) (0.1 mg L^{-1}) was tested. The results obtained in this investigation were summarized in Table 2. It is clear that interfering species, which can potentially be found in surface water and pharmaceutical samples with tolerance ratio ranging from 0.3 to 500, did not exhibit a matrix effect in determination of 0.1 mg L^{-1} of Fe (II) by this kinetic approach. Therefore, it can be concluded that the developed method is fairly selective. In a narrow tolerance limit, possible interference of some species can be improved at significant tolerance ratios by using suitable selective masking agents for each interfering species, as can be seen in Table 2.

Table 2. Tolerance levels of foreign ions in the determination of $0.1 \text{ } \mu\text{g mL}^{-1}$ of Fe (II).

Interfering species	Tolerance level, $\mu\text{g mL}^{-1}$
Acetic acid, tartaric acid, lactic acid, HCO_3^- , $^*\text{H}_2\text{PO}_4^-$, NO_3^- , SO_4^{2-} , Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Al^{3+} , Zn^{2+} , Ca^{2+} , Cd^{2+} , Ce^{3+} and Sr^{2+}	>500
Hydrazine sulfate, triethanolamine, formaldehyde, citric acid, sulfamic acid, As^{3+} , Sb^{3+} , Be^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , La^{3+} , Li^+ , Mg^{2+} , Mn^{2+} , Pb^{2+} , Tl^+ and Bi^{3+}	125-350
Cl^- , F^- , hydroxyl amine hydrochloride, Tiron, Cu^{2+} and Hg^{2+}	40-120
$^*\text{N}_3^-$, Ag^+ , Cr^{3+} , Ce^{4+} , $^*\text{Mn}^{7+}$, $^*\text{EDTA}$, $^*\text{thiourea}$, $^*\text{EDTA}$, $^*\text{SCN}^-$, Fe^{3+} and Sn^{2+}	5-35
$^*\text{Oxalate}$, $^*\text{Br}^-$, $^*\text{I}^-$, $^*\text{SO}_3^{2-}$, $^*\text{S}_2\text{O}_5^{2-}$, W^{6+} , Au^{3+} , Pd^{2+} and Sn^{4+}	2-30
$^a\text{NO}_2^-$, $^b\text{Cr}^{6+}$, $^c\text{V}^{4+}$, $^c\text{V}^{5+}$ and $^d\text{Mo}^{6+}$	0.3-1 (25^a , 35^b , $>50^c$, 75^d)
$^e\text{Zr}^{4+}$ and $^e\text{Ti}^{4+}$	0.1-0.3 ($> 50^d$)

^aAfter pretreatment with 0.2 mL of $100 \text{ } \mu\text{g mL}^{-1}$ sulfamic acid

^bAfter reduction with 0.2 mL of $100 \text{ } \mu\text{g mL}^{-1}$ $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$

^cAfter masking with 0.1-0.3 mL of $100 \text{ } \mu\text{g mL}^{-1}$ citric acid

^dAfter masking with 0.05-0.1 mL of $50 \text{ } \mu\text{g mL}^{-1}$ triethanolamine

^eAfter masking with 1.0 mL of $50 \text{ } \mu\text{g mL}^{-1}$ NaF

*Ions producing negative interferences either by forming a stable complex with Fe (II) ions or reducing indicator dye, CBB⁺

3.7. Speciation analysis of iron

In order to determine Fe (III) from difference between total Fe and Fe (II) amounts, it was reduced to Fe (II) and was subsequently complexed with 1,10-phen before kinetic analysis. Sulfite was selected as the reducing agent and its concentration for quantitative reduction of Fe (III) to Fe (II) was optimized by extracting 5 mL of Fe (III) at a concentration of $100 \text{ } \mu\text{g L}^{-1}$ in the presence of varying amounts of sulfite ($0.02\text{--}0.2 \text{ mol L}^{-1}$) for 15 min at $40 \text{ } ^\circ\text{C}$ in ultrasonic bath (350 Watt, 40 kHz). The results showed that Fe (III) could be quantitatively reduced when the sulfite concentration was 0.12 mol L^{-1} . Furthermore, the capability of the method for speciation analysis of iron was investigated by processing synthetic model solutions of Fe (III) and Fe (II) according to the given kinetic procedure. The results in Table 3 reveal that the recovery of both species of iron is quantitative; thus the analytical system is capable of speciation of iron.

Determination of Trace Amounts of Total Fe as Fe (II)

Table 3. Recovery of Fe (II) and Fe (III) ions from 8 mL of model aqueous solutions at pH 4.0.

Added, $\mu\text{g L}^{-1}$		Found, $\mu\text{g L}^{-1}$		^a Recovery %	
Fe(II)	Fe(III)	Fe(II)	Fe(III)	Fe(II)	Fe(III)
100	0	101.5 ± 3.0	-	101.5	-
75	25	73.5 ± 3.0	24.0 ± 3.0	98.0	96.0
25	75	24.5 ± 4.0	76.5 ± 4.0	98.0	102.0
50	50	48.5 ± 3.0	48.0 ± 3.0	97.0	96.0
0	100	-	96.5 ± 4.0	-	96.5

^aThe mean and standard deviation of three measurements

3.8. The analytical applications of the method

At initial, the method accuracy was validated by analysis of a certified reference material (CRM); CRM-1643e simulated fresh water-trace elements supplied from NIST as well as recovery studies from spiked samples. Clearly, it has been observed that the result found by the present kinetic method is statistically in agreement with the certified value. Moreover, the recovery rates were highly quantitative in range of 99.7-100.8%. The analytical applicability of the proposed method was checked by the quantitation of Fe (II) in pharmaceutical and some environmental water samples. The analysis was also performed as total Fe using three pointed standard addition method around the method determination limit after pre-reduction of Fe (III) to Fe (II) with sulfite at pH 4.0 in ultrasonic bath. In terms of method validation, it can be seen from Table 4(b and c) that the results found by the method are highly compatible with the real Fe (II) contents of the certificated pharmaceutical samples. Also, the recovery studies from spiked samples for different concentration levels in range of 0.2-2.0 mg L^{-1} were conducted. It was found that the recovery rates were quantitative with recoveries ranging from 96.7% to 105% for pharmaceutical samples and ranging from 92% to 99% for Fe (II) and total Fe in environmental waters such as well, river and lake waters.

KARTAL TEMEL, GURKAN

Table 4(a) The analysis results of certified water samples by means of the proposed kinetic method

Certified environmental water sample	Certified value, $\mu\text{g L}^{-1}$		Added, $\mu\text{g L}^{-1}$		*Found, $\mu\text{g L}^{-1}$			Recovery%		***The statistical t- and F-values
	Fe(II)	Fe(III)	Fe(II)	Fe(III)	**Fe(II)	Total Fe	Fe(III)	Fe(II)	Fe(III)	
NIST-1643e Simulated fresh water-Trace elements	19.62±0.6	-	-	-	19.70±0.18	-	-	-	-	0.275 (0.852)
			5	15	24.65±0.28	39.75±0.34	15.10	99.0	100.7	
			15	5	34.70±0.32	39.74±0.36	5.04	100.5	100.8	
			10	10	29.80±0.30	39.77±0.35	9.97	101.0	99.7	

*The mean value plus its standard deviation of five replicate measurements at 95% confidence level

**The results found by subtracting the amount of Fe(II) from those of total Fe before and after reducing with 1.25 mL of 0.01 molL⁻¹ sulfite with time of 5 min at 40°C and pH 4.5 formate buffer

***The statistical t- and F-values for 95% confidence level and degree of freedom, 4 are 2.78 and 5.63 respectively



<http://dx.doi.org/10.17776/cumuscij.302489>

Table 4(b). Analysis of pharmaceutical products by the proposed kinetic method.

Sample	Certified value, mg L ⁻¹	Fe(II), mg L ⁻¹		Fe(III), mg L ⁻¹		Total Fe, mg L ⁻¹	Recovery%		RSD%	
		Added	Found	Added	Found		Fe(II)	Fe(III)	Fe(II)	Total Fe
Gynoferon draje	0.8	-	0.785±0.03	-	0.00	-	98.13	-	3.82	-
		0.5	1.282±0.04	2.00	2.005	3.287±0.11	99.4	100.25	3.12	3.35
		1.0	1.789±0.05	3.00	2.995	4.784±0.12	100.4	99.83	2.79	2.51
Ferrosanol oral drop	1.2	-	1.16±0.04	-	0.00	-	96.7	-	3.45	-
		0.2	1.37±0.04	2.00	2.02	3.39±0.10	105.0	101.0	2.92	2.95
		2.0	3.15±0.10	1.00	0.97	4.18±0.13	99.5	103.0	3.17	3.11
Maltofer oral solution	0.8	-	0.803±0.03	-	0.00	-	100.4	-	3.73	-
		0.2	1.27±0.04	0.40	0.38	1.68±0.05	105.0	105.0	3.15	2.98
		0.8	1.85±0.05	3.00	3.04	4.93±0.12	98.7	102.3	2.70	2.43

Table 4(c.) Speciative analysis of Fe (II), Fe (III) and total Fe in environmental waters by catalytic kinetic method

Samples	Added (µg L ⁻¹)		Found by catalytic kinetic method (µg L ⁻¹) *			Recovery %	
	Fe(II)	Fe(III)	Fe(II)	Total Fe	Fe(III)**	Fe(II)	Total Fe
Well water	-	-	21.6±0.5	32.4±0.8	10.8	-	-
	5	10	26.2±0.6	47.1±1.3	20.9	92	98
	10	5	31.0±0.8	47.2±1.3	16.2	94	99
Tap water	-	-	14.5±0.3	18.7±0.4	4.2	-	-
	5	15	19.1±0.4	38.5±1.2	19.4	92	97
	15	5	29.0±0.7	38.3±1.2	9.3	97	99
River water	-	-	15.2±0.3	32.5±0.8	17.3	-	-
	5	10	19.7±0.4	47.1±1.3	27.8	90	97
	10	5	24.8±0.5	47.2±1.3	22.7	96	98
Lake water	-	-	16.6±0.3	42.5±1.2	25.9	-	-
	5	10	21.3±0.5	57.1±1.5	30.3	94	97
	10	5	26.1±0.6	57.2±1.5	25.3	95	98

*The mean value and its standard deviation of five replicate measurements at 95% confidence level.

**The results found by subtracting the amount of Fe (II) from those of total Fe after pe-reducing with sodium sulfite at pH 4.0.

***The chemical properties of lake water samples (Hafik, Sivas, Turkey). The mean analysis values obtained by means of thirty replicate measurements: pH: 7.45, total hardness (FS°) 17.66, total alkalinity 134.67 mg L⁻¹, Ca 58.40 mg L⁻¹, Mg 6.66 mg L⁻¹, Cl⁻ 34.10 mg L⁻¹, HCO₃⁻ 134.55 mg L⁻¹

3.9. Comparison to other reported kinetic methods

A comparison of the presented method with some other reported spectrophotometric determination of iron as Fe (II) determination some samples is given in Table 5. Apparently, the presented method has low LOD ($14.1 \mu\text{g L}^{-1}$), wide linear range (0.05-1.0 ve $0.25\text{-}5.0 \mu\text{g mL}^{-1}$), minimum solvent consumption, quantitative recovery (98.7-102.7%).

Table 5. Some spectrophotometric methods reported in the literature for the catalytic–kinetic determination of iron in selected samples.

Reagent	Linear working range, $\mu\text{g L}^{-1}$	Detection limit $\mu\text{g L}^{-1}$	References
<i>N</i> -phenylanthranilic acid	2-500	0.88	[31]
<i>m</i> -Acetylchlorophosphonazo	0-100	1.34	[32]
<i>p</i> -acetylarsenazo	0.10-4.0	0.031	[33]
Diphenylamine	1-100	0.52	[34]
2,3-Dichloro-6-(3-carboxy-2-hydroxy-1-naphthylazo)quinoxaline	1.0-20	280	[35]
Coomassie Brilliant Blue 2R	50-1000 and 250-5000	14.1	This study

4. CONCLUSIONS

The results presented clearly demonstrate that catalytic effect of Fe (II) in the presence of 1,10-phen as activator on the oxidation of CBB⁺ by bromate can be used for the determination of trace amounts of Fe (II) at pH 2.0. The proposed kinetic method was found to be accurate, reproducible, sensitive, and selective for only Fe (II) without interference of Fe (III). Also the short time required method is easy to operate, simple, fast, and can be performed with available and cheaper chemicals. Therefore, the proposed method could be applied for pharmaceutical and environmental analyses with satisfactory results.

REFERENCES

- [1]. J.D. Lee, *Concise Inorganic Chemistry*, 4rd ed., Chapman & Hall, 1991.
- [2]. H.R. Pouredal, M.H. Keshavars, G.Vanony, *Asian J. Chem.*, 2007, 4969-4976.
- [3]. D.L. Tsalev, *Manganese. In: Tsalev DL, editor. Atomic absorption spectrometry in occupational and environmental health practice. Vol. II. Determination of individual elements*. Boca Raton, FL: CRC Press, Inc; 1983.
- [4]. J.H. Martin, R.M. Gordon, S.E. Fitzwater, W.W. Broenkow, *Deep-Sea Res.*, 1989, 36, 1793-1802.
- [5]. D. Nicholls, *The Chemistry of Iron, Cobalt and Nickel*, Pergamon Press, 1973, 979-989.
- [6]. B. Jankiewicz, B. Ptaszynski, A. Turek, *Pol. J. Environ. Stud.*, 2002, 11, 745-749.
- [7]. J.R. Dojlido, G.A. Best, *Pren. Hall Inc. Englewood*, 1993, 21, 251.
- [8]. S. Lunvongsa, M. Oshima, S. Motomizu, *Talanta*, 2006, 68, 969-973.
- [9]. K. Hirayama, N. Unohara, *Anal. Chem.*, 1988, 60, 2573-2580.
- [10]. T. N. Kiran Kumar, H. D. Revanasiddappa, *Anal. Bioanal. Chem.*, 2003, 376, 1126–1130.
- [11]. K.S. Patel, A. Shukla, A. Goswami, S.K. Chandavanshi, P. Hoffmann, *Fresenius J. Anal. Chem.*, 2001, 369, 530-534.
- [12]. M.A. Akl, *Microchem. J.*, 2003, 75, 199-209.

Determination of Trace Amounts of Total Fe as Fe (II)

- [13]. C.D. Stalikas, A.Ch. Pappas, M. I. Karayannis, P.G. Veltsistas, *Microchim. Acta*, 2003, 142, 43–48.
- [14]. Z. Zeng, R.A. Jewsbury, *Analyst*, 2000, 125, 1661-1665.
- [15]. K. Saitoh, T. Hasebe, N. Teshima, M. Kurihara, T.Kawashima, *Anal. Chim. Acta*, 1998, 376, 247-254.
- [16]. S. Lunvongsa, M. Oshima, S. Motomizu, *Talanta*, 2006, 68, 969-973.
- [17]. A. Tsuji, N. Teshima, M. Kurihara, S. Nakano, T. Kawashima, *Talanta*, 2005, 52, 161-167.
- [18]. J. Zarebski, *Fresenius J. Anal. Chem.* 1996, 356, 299-302.
- [19]. W. Qin, Z.J. Zhang, F.C. Wang, *Fresenius J. Anal. Chem.* 1998, 360, 130-132.
- [20]. S. Pozdniskova, A. Padaruskas, *Analyst*, 1998, 123, 1497-1500.
- [21]. V. Lazic, R. Fantoni, F. Colao, A. Santagata, A. Morone, V. Spizzichino, *J. Anal. Atom. Spectrom.*, 2004, 19, 429-436.
- [22]. P.S. Roldan, I.L. Alcantara, C.C.F. Padilha, *Fuel*, 2005, 84, 305-309.
- [23]. S. Osznadowski, A. Pikus, *Talanta*, 2002, 58, 773.
- [24]. P.R. Bontchev, *Talanta*, 1970, 17, 499.
- [25]. T.S. Lee, I.M. Kolthoff, D.L. Leussing, *J. Am. Chem. Soc.*, 1948, 70, 2348–2352.
- [26]. J.E. Dickens, F. Basolo, H.M. Neumann, *J. Am. Chem. Soc.*, 1957, 79, 1286–1290.
- [27]. D.W. Margerum, *J. Am. Chem. Soc.*, 1957, 79, 2728–2733.
- [28]. B.R. James, J.R. Lyons, R.J.P. Williams, *Biochemistry*. 1962, 1, 379–385.
- [29]. G. Nord, B. Pedersen, E. Bjergbakke, *J. Am. Chem. Soc.*, 1983, 105, 1913–1919.
- [30]. N.Demirhan, F.T. Elmali, *Turk. J. Chem*, 2003, 27, 315-321.
- [31]. A.M. Stoyanova, *Anal. Sci.*, 2008, 24.
- [32]. Q.Z. Zhai, L.X. Jin, *Instrum. Sci. Technol.*, 2009, 37, 462–471.
- [33]. Q.Z. Zhai, *Bull. Chem. Soc. Ethiop.*, 2009, 23, 445-450.
- [34]. A. Stoyanova, *J. Univ. Chem. Technol. Metall.*, 2006, 41, 205-210.
- [35]. A.S. Amin, A.A. Gouda, *Talanta*, 2008, 76, 1241–1245.



Artificial Neural Networks Can be Used as Alternative Method to Estimate Loss Tooth Root Sizes for Prediction of Dental Implants

Oğuzhan GÖRLER^{1*}, Serkan AKKOYUN²

¹*Department of Clinical Dentistry, Cumhuriyet University Faculty of Dentistry*

²*Department of Physics, Cumhuriyet University Faculty of Science, Sivas, Turkey*

Received: 08.04.2017; Accepted: 25.04.2017

Abstract. The aim of this study was to investigate the feasibility of estimation of canine root length and cervical width by an artificial neural network method with an appropriate setting. We randomly obtained 120 representative samples of routine panoramic radiographs by computer tomography (CT). Of 120 samples, 96 (80%) were used in training phase and 24 (20%) were used in test phase after a randomized selection. The intertuberal length (IL) of maxilla and canine root length (RL) and canine root cervical width (CW) of the right canine tooth was measured and was entered to a datum file. According to the results, the method is convenient with this purpose. The mean square error values are lied between 2% and 4.4% for the estimations. This shows that the ANN method is an alternative method for the canine root length and cervical width. The ANN software and system, which is a cost-effective tool to purchase, can be adapted to dental implant surgery after further study and optimization of software settings, allowing for the prediction of the size and width of implants in implant surgery.

Keywords: Neural Network, Dental Implant, Canine, Dentistry

Dental İmplantlara Alternatif Değerlendirme Metodu Olarak Kayıp Dişlerin Boyutlarının Yapay Sinir Ağı Yöntemiyle Tahmini

Özet. Bu çalışmanın amacı, kanin diş kökü uzunluğu ve servikal genişliğinin yapay bir sinir ağı yöntemi (ANN) ile tahmin edilmesinin fizibilitesini araştırmaktır. Bilgisayarlı tomografilerin (BT) panoramic görüntüleri ile rasgele 120 hasta değerlendirildi. 120 örnekten 96'sı (% 80) eğitim fazında, 24'ü (% 20) randomize bir seçimden sonra test aşamasında kullanıldı. Sağ maksiller kanin kök uzunluğu (RL), servikal genişliği (CW) ve intertuberal uzunluk (IL) ölçülerek bir veri dosyasına oluşturuldu. Sonuçlara göre, yöntem bu amaca uygun bulundu. Tahminler için ortalama karesel hata değerleri %2 ile %4.4 arasında bulundu. Bu ANN yönteminin kanin kök boyu ve servikal genişliği için alternatif bir yöntem olduğunu göstermektedir. Satın alınabilecek uygun maliyetli bir araç olan ANN yazılımı ve sistemi, daha ileri çalışmalar ve yazılım ayarlarının optimizasyonundan sonra dental implant ameliyatına adapte edilebilir, implant ameliyatlarında implantların boy ve genişlikleri için öngörü imkanı verebilir.

Anahtar Kelimeler: Yapay Sinir Ağı Yöntemi, Dental İmplant, Kanin, Diş Hekimliği

1. INTRODUCTION

Implant rehabilitation of missing teeth has considerably widened the treatment options for both patients and clinicians after recent advances in implant design, materials, and techniques. Preference of implants has increased dramatically in the past two decades and a continuing increase is expected in the future. Success of dental implants depends on how it restores the function of the teeth just like

* Corresponding author. Email address: drgrlr@gmail.com

original one such as chewing, biting, aesthetics and other oral functions [1]. Rehabilitation of severely resorbed jaws with dental implants remains a surgical and prosthetic challenge for clinicians [2].

Implant osseointegration is the result of a dynamic interactive process of bone formation and bone resorption, developed concomitantly. Taking into account the expected increase in the aged populations, osseointegration around implants might be adversely affected in accordance the compromised bone repairing mechanisms in this age group. This factor increases the importance of correct choose of appropriate size of implant [3]. The failure of dental implants is due not only to biological factors, such as unsuccessful osseointegration or the presence of periimplantitis, but they also result from technical complications that involve implant body/fixture fracture, abutment screw fracture, abutment fracture, fractured prosthesis, etc.

Dental implants are useful tools and represent a widely spread technique for oral rehabilitation. Their long standingness is highly influenced by the mechanical and geometrical properties of the surrounding osseous tissue in which they are placed. In some unsuccessful cases though, the dental implant is exposed to masticatory forces and other functional acts, and osseous tissue may resorb near its vicinity, leading to the dental implants loss.

Despite the high success rates in the vast number of pertinent literature, early or late implant failures are still encountered in prosthodontics [4] These events make the correct choose of appropriate size and design of the implant extremely crucial to improve the outcome implant placement. The outcome of implant treatment is often maximized when implants are placed in dense bone with an appropriate size of implant [5].

The method of artificial neural network (ANN) has been used in many fields including dentistry. [6,7] Several examples can be given as diagnosing artificial dental caries using images from a charged coupled device [8], supporting the clinical decision making on the maxillary implant restoration for the patient with edentulous maxilla [9], improving the radiographic diagnosis of proximal caries [10], classifying patients into aggressive periodontitis or chronic periodontitis patients class [11] and prediction of tooth surface loss in individuals without the need to conduct clinical examinations [12]. ANN is a mathematical model that mimics the human brain function. It consists of neurons, which are processing units. The neurons are connected to each other by weights. An advantage of the method is no relationship is needed between the input and output data belonging to the problem. Method produces outputs according to the given input variables. After the training of the ANN with known data and construction of the network properly, one can confidently predict outputs on unknown data. In this present study, five different variables from 120 volunteers have been used as inputs of the ANN. The aim of this study is to develop an ANN in order to obtain tooth root size according to the given inputs. After several trying, it was seen that the ANN method is convenient for this task within reasonably error levels.

In prosthodontics, deciding on the appropriate size of implants, dental surgeons need to depend on clinical experiences and the literature is still not conclusive concerning the choice of best size of implant. For the selection of proper size of implant, the most reliable parameters are the estimated width and length of lost tooth root. This reduces the chance of choosing inappropriately larger or smaller implants and improves the outcome of implant application.

2. MATERIAL and METHODS

Materials

In this study we used the dental database of our outpatient service of our faculty. We randomly obtained 120 representative samples of routine panoramic radiographs by Orthopantomograph OP300 Maxio's CT software (Figure 1). Of 120 samples, 96 (80%) were used in training phase and 24 (20%) were used in test phase after a randomized selection. Inclusion criteria were the following: panoramic radiographs of patients with a age range of 20-30 years and with normal canine teeth, no dental patient records related to any bone disorder that could affect the jaw bones. After collection of study panoramic radiographs, we measured intertuberal length (IL) of maxilla and canine root length (RL) and canine root cervical width (CW) of the right canine tooth, and in addition, the canine length (CL) as whole canine tooth length, and entered their values to an datum file.

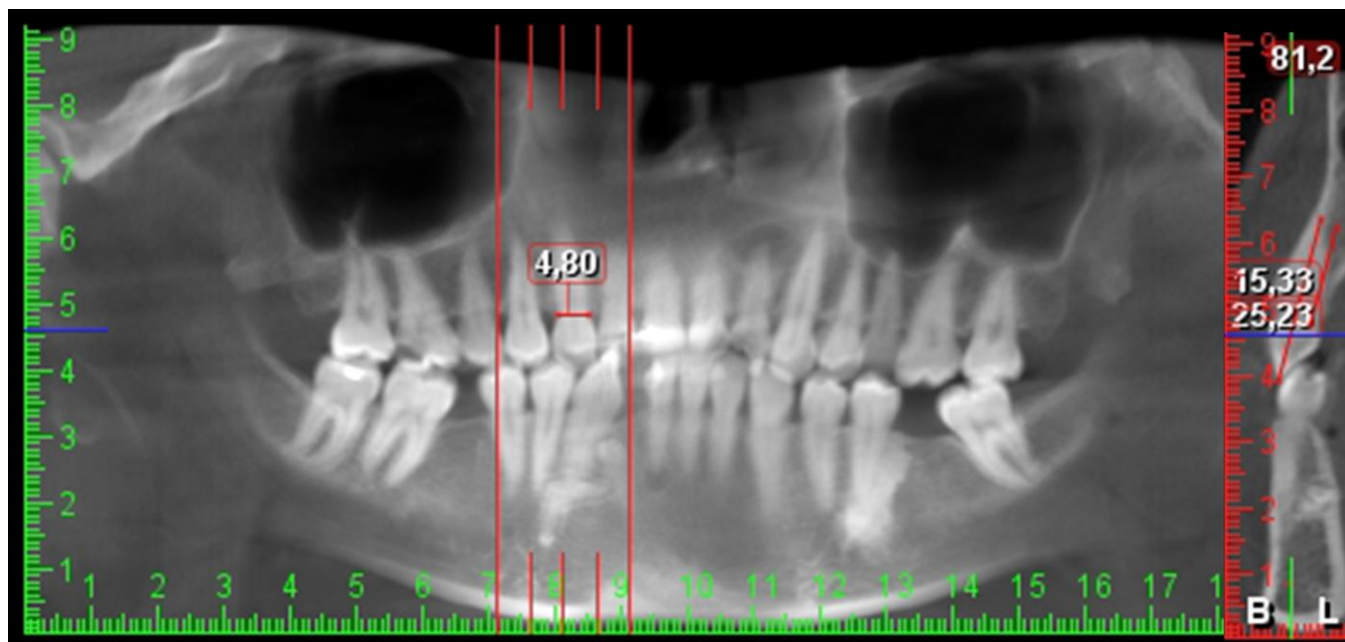


Figure 1. Measurements of intertuberal length (108.0 mm) of maxilla and canine root length (15.33 mm) and canine root cervical width (4.8 mm) of the right canine tooth in a representative Computer Tomography Panoramic radiograph.

Method

Artificial neural network (ANN) is a mathematical model [13]. It mimics human brain functionality. In this study, layered feed forward ANN as a universal function approximate [14] is used for estimating tooth root size. ANN has mainly three layers named as input, hidden and output layers. In these layers there are neurons, which are main processing units. Each neuron is connected to the other neurons in the next layer by adaptive synaptic weights. The task of the ANN is determining weights values for solving the problem. In other words, the task of the ANN is to give outputs as close as to the desired output values. The neurons in the input layer receive the data from environment and transmit via weights to the hidden layer. After activating and summing the values in each neuron, they are transmitted to the outputs. In this study, the neurons in the hidden and output layer have tangent hyperbolic (Eq. (1)) and linear activation function, respectively.

$$\tanh x = \frac{e^x - e^{-x}}{e^x + e^{-x}} \quad (1)$$

ANN Method to Estimate Sizes of Implant

In order to estimate the RL and CW, we used 120 sample dental data including age and gender of patients and the IL, CL, RL and CW values. We have totally 4 input values as age, gender, IL and CL. Therefore, one input layer with four neurons, one hidden layer with four neurons ($h = 4$) and one output layer with two neurons (4-4-2) ANN architecture has been used for accurately estimation of RL and CW values (Figure 2).

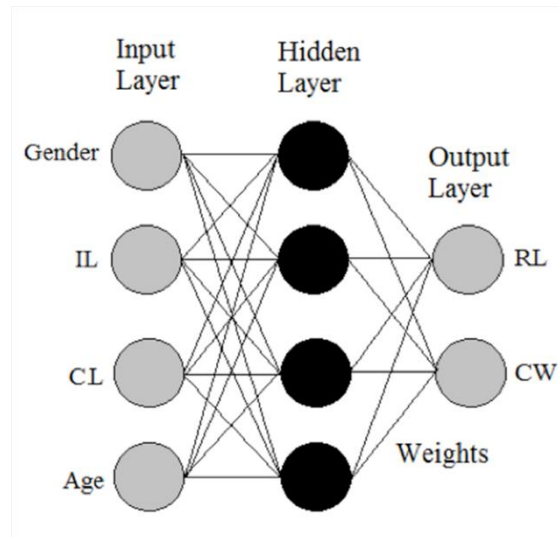


Figure 2. The 4-4-2 ANN topology for estimation of the canine root length (18.3 mm) and canine root cervical width (4.5 mm) of the right canine tooth

The total numbers of adjustable weights (w) without bias were 24 according to Eq.2 given by

$$w = p \times h + r \times h \quad (2)$$

Where p , h and r are the neuron numbers in input, hidden and output layers. There is no a rule for determining the number of hidden layers and neurons. But generally single hidden layer is enough. The number of neurons in this layer depends on the problem nature. In this study, after several trials, hidden neuron number has been finally accepted as 4 giving the best results for the problem. An ANN software NeuroSolutions v6.02 [15] was used for the calculations. All data were divided into two parts. One part is for the training stage (80% of all data) and the rest is for the test stage (20% of all data). For the training stage, a back-propagation algorithm with Levenberg–Marquardt [16,17] was used. By appropriate modifications, ANN modifies its all weights until an acceptable error level between estimated and desired (measured) outputs. The difference between these outputs was calculated by mean square error (MSE) given by:

$$MSE = \frac{\sum_{i=1}^N (d-e)^2}{N} \quad (3)$$

Where N is the number of training or test data, d and e are the desired and ANN estimated outputs, respectively. After obtaining the final weights by training of the ANN, the performance of the ANN has been tested on the training data. After seeing the success of the method, the constructed ANN has been tested on the test data, which has not been seen before by the ANN and has not been used in the

training stage. If the estimations of the test data are sufficiently good, it has been confidently declared that ANN generalized the data.

3. RESULTS

We have used all 4 input parameters in the beginning of the work. These inputs are IL, CL, gender and age informations of the volunteers. In order to construct ANN for this problem, we have used only training data set for this purpose. After training of the ANN, we have tested constructed structure on the training data. Since it is used in this stage, this data is known by the ANN. We have estimated the tooth root size belonging to 96 volunteers data in training group. The measured and ANN estimated sizes (RL and CW) have been shown in Figure 3. As can be clearly seen in the figure that, the two results are close to each other. The MSE values are 0.64 mm for RL and 0.49 mm for CW. If we take average RL and CW values as 17.6 mm and 6.65 mm, respectively, the error values are in the order of 3.6% and 7.4%.

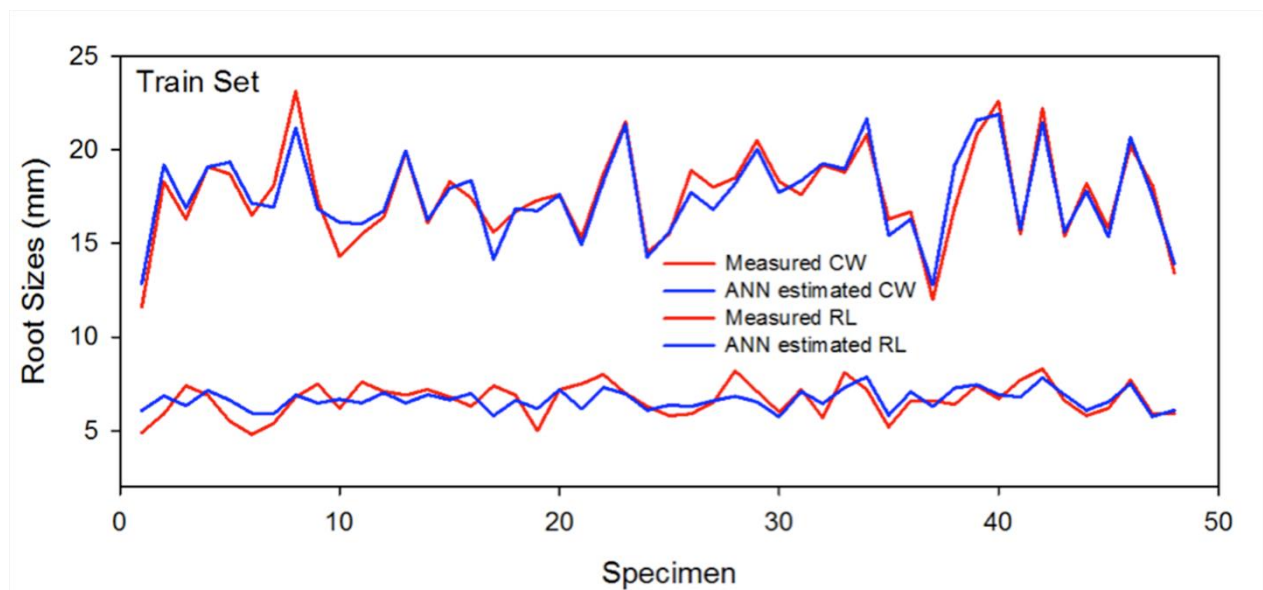


Figure 3. Measured and estimated RL and CW of in train stage.

In order to generalize the constructed ANN, it must be tested on the test data of 24 volunteers. This data has not been seen in the training stage. So, it is new for the ANN. The difference between measured and ANN estimated sizes have been shown in Figure 4. It is clear in the figure that, the ANN estimated results are very close to measured tooth root sizes (RL and CW). The maximum difference is about 1 and 1.5 mm for RL and CW, respectively. The MSE values are 0.34 mm and 0.29 mm for RL and CW, respectively. If we take average RL and CW values as 17.3 mm and 6.57 mm, the error values are in the order of 2.0% and 4.4%, respectively. The maximum and minimum absolute errors are 0.0 and 2.0 mm for train data. For the test data, these values are between 0.1 and 1.0 mm for RL, 0.0 and 1.3 for CW.

ANN Method to Estimate Sizes of Implant

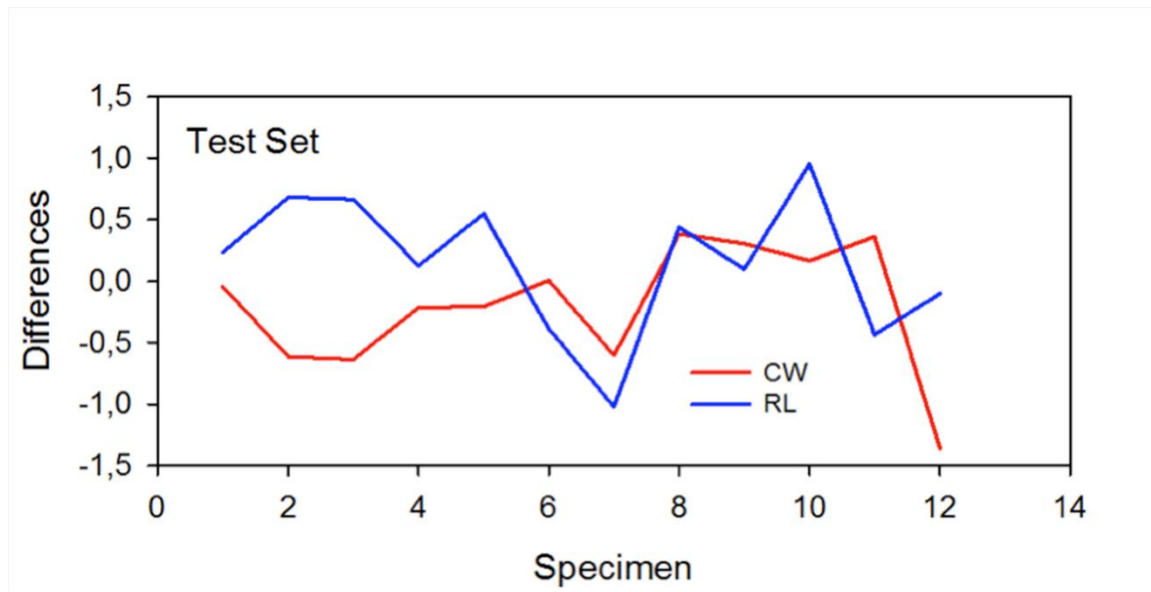


Figure 4. Difference between measured and estimated RL and CW for specimens aged between 20 and 28 in test stage.

Table 1. The inputs and output of the ANN for the estimation of canine root length (RL) (mm) and cervical width (CW) (mm) in a sample data set (n=12).

Gender	Age	Intertuberal length	Canine length	RL (measured)	RL (estimated.)	RL (difference)	CW (measured)	CW (estimated)	CW (difference)
Woman	25	130.4	21.9	14.1	13.9	0.2	6.9	7.0	-0.1
Woman	25	121.5	25.6	18.2	17.5	0.7	6.0	6.6	-0.6
Man	22	118.2	27.6	19.4	18,7	0.7	5.8	6.4	-0.6
Man	23	118.7	25.9	16.1	16.5	-0.4	7.2	6.8	0.4
Woman	25	134.4	26.2	17.7	17.6	0.1	7.1	7.3	-0.2
Woman	21	107.7	25.5	17.8	17.3	0.5	5.9	6.1	-0.2
Man	20	131.9	32.3	21.7	21.3	0.4	7.6	7.2	0.4
Man	20	141.0	27.9	18.0	17.9	0.1	7.5	7.2	0.3
Man	25	140.5	27.5	19.0	18.0	1.0	7.4	7.2	0.2
Woman	20	126.2	24.2	15.2	15.6	-0.4	7.0	7.0	0.0
Woman	24	107.5	26.6	17.6	18.6	-1.0	5.9	6.5	-0.6
Woman	22	105.0	20.7	13.3	13.4	-0.1	4.5	5.8	-1.3

4. DISCUSSION

In this study, we used an ANN software to estimate the implant length and width of patients. We choose canine tooth as a representative of all the teeth and with an appropriate setting of the software, we obtained trained weights of neurons. Later we tested these weight settings for the estimation of canine root length and width of a group of patients. We found that after training procedure with an adequate and well-selected data, this setup can be used successfully for the estimation of canine root length and width of patients. We think that after a training procedure for all teeth, an ANN software can be used in a clinical study. After an appropriate setting, commercial ANN software can be used to predict implant length and width after entering the age, gender, IL, and CL parameters.

We have used different group of input variables for the ANN in order to see the effect of the individual input parameters on the results. In one of these, we have used gender, CL and age as inputs of the ANN by excluding IL. The MSE values for training and test data sets are 0.74 and 0.35 mm for the RL and 0.62 and 0.61 mm for the CW, respectively. This result shows that the IL is important for determining the root sizes. Due to the fact that it is width information of the chin, it is affect the CW results with larger impact than RL. We have taken another input group of the ANN by considering IL and excluding CL. We have used gender, IL and age as inputs. According to the result, we have estimated the root sizes with MSE values as 3.9 and 4.9 for RL in training and test data sets, respectively. For the test data these values are 0.52 and 0.46 for CW in training and test data set, respectively. Very large increase in MSE values of RL indicates that the CL is highly correlated with the RL value. Therefore, CL must be in among the input parameters. Hence, we have confidently suggest that the CL is very important in determining the root sizes especially in RL. In another trying we have considered IL, CL and age as inputs of the ANN by excluding gender information. We have obtained MSE values for training and test data as 0.75 and 0.47 for RL and 0.53 and 0.36 for CW, respectively. These error levels are not so bad compared to complete input set error values. We can conclude that the gender information would be better for estimating the root sizes. Similarly, we have taken inputs of ANN as gender, IL and CL. In this last trying we have excluded age information. The obtained MSE values show that the age information is also important for determining root size. The error values are 0.72 and 0.49 for RL and 0.52 and 0.38 for CW in training and test data sets, respectively.

Dental implant techniques are one of the important research topic in the past few years and is expected to expand in the future due to the recent growth of the global market for dental implants and the rising in the demand for cosmetic dentistry [18]. During planning of implant treatment, several clinical factors need to be considered, including chose of implant with appropriate size. In a recent review of Cochrane, the authors reviewed the clinical outcomes of dental implants those have different materials, shapes, and different surface characteristics. Considering clinical studies with reliably findings, they concluded that there was no clinical evidence showing that any implant with particular characteristics provides a good outcome with a long-term success. Taking into account current clinical knowledge, we need to give importance to the selection of implant with proper width and length in addition to searching for the best available implant type [19].

Two-dimensional radiographs provide satisfactory data during decision-making for appropriate determination of implant size [20,30]. Panoramic images provide an overview of the jaws and are usually considered adequate in the initial evaluation of the implant site [23], although they not provide diagnostic information in some areas of jaws such as the bucco-lingual aspect of the alveolar bone [21]. Knowledge of anatomic features like the location of the mandibular canal, the maxillary sinuses and the nasal cavity, as well as of the angulation and bone volume of the alveolar crest is a prerequisite

ANN Method to Estimate Sizes of Implant

for appropriate implant treatment planning [21, 23, 31]. Compared with cone-beam computed tomography (CBCT), PR has some advantages such as lower dose, fast operation, low cost, and larger popularity [24]. In recent years, the CBCT has increasingly used to choose appropriate size implant for a successful treatment planning, although there is no consensus about its indication because of important considerations such as the added cost, potential inconvenience of obtaining a scan, and amount of radiation exposure in every imaging [20, 26-29].

Many authors concluded that CBCT with current specifications need to be used as a screening tool if routine panoramic radiographs did not provide the required information for the dental surgeon [20, 32-34]. Among the important indications of CBCT, there are needs for better exposure of surgical site for guided surgery, reducing the risk of vital structures, planning for bone grafting [20, 35, 36]. Dau et al. [25] compared the preference of panoramic radiography and CBCT in planning of dental implant procedures by clinicians with different educational background. They noted that the majority of participants rated an additional CBCT as required (14.0%) or reasonable (56.1%). The authors concluded that especially in the anterior and posterior maxillary regions, the participants preferred an additional CBCT for planning of dental implant procedures.

In a recent study [20], the implant size and need for bone grafting were determined using cone-beam computed tomography (CBCT) in addition to the panoramic radiograph and clinical examination. After assessing the contribution of CBCT to their management, the authors found that two methods accurately predict implant width and length to within 1.5 mm of the implant actually placed in 100% and 95% of cases, respectively. The authors concluded that in accordance with technological improvements reducing radiation dose, CBCT has a merit for an established place in implantology [20,36]. Correa et al [21]. Conducted a study to assess the clinical value of dental implant size determined with digital and CBCT-generated panoramic images and CBCT cross-sectional images. They concluded that the selected implant size can differ when planned on panoramic or cross-section CBCT images, and that in most cases, implant size measured in cross-section images was narrower and shorter than implant size measured in a panoramic image or CBCT-based panoramic view.

After a review of current literature on the imaging modalities for the planning of implant size, it can be seen that there is considerable variation in preference of digital panoramic radiographs and CBCT-based images regarding indications and in the acceptance of their usage regarding information obtained by their evaluation. We think that although with the pace of current work on the development and improvement of these imaging modalities, in the future, there will be considerable increase in their accuracy to help dental surgeons for the placement of appropriate implants in especially difficult cases with jawbone problems. To obtain the best outcome after dental implant placement, we need to consider other factors in addition to the criterion of the adequacy of bone in the implantation site. Our clinical experience suggests that there may be other factors playing some roles in the complex relationship of bone with dental implant. We need to consider that the lost tooth has a root that is formed by several effects related to chewing forces and nearby bone tissue. The findings of our study support that with well-trained ANN software; the size of an implant can be determined with the help of several jawbone and tooth size parameters. We think that the better we predict the implant size for the lost tooth according to the anatomic structure, the more success we can achieve in implant surgery.

An ANN software can be easily adapted according to the need so the implant surgery after proper setting and training procedures that can be easily performed by an experienced person and it can have a place in implant surgery after further expanded studies and optimization of software setting. According to the ANN results, the RL values are better predicted with less error than CW values.

Thus, we can conclude that the RL value is in a stronger relationship with the input parameters than CW value. This may be related to the inclusion of length related data as input in ANN system.

REFERENCES

- [1]. B K Biwa's, S Bag, S Pal, Biomechanical Analysis Of Normal And Implanted Tooth Using Biting Force Measurement. *International Journal of Engineering and Applied Sciences*, August 2013. Vol. 4, No. 2.
- [2]. Nisand D, Renouard F. Short implant in limited bone volume. *Periodontal 2000*. 2014 Oct;66(1):72-96.
- [3]. Wen B, Chen J, Dard M, Cai Z. The Performance of Titanium-Zirconium Implants in the Elderly: A Biomechanical Comparative Study in the Minipig. *Clin Implant Dent Relat Res*. 2016 Dec;18(6):1200-1209.
- [4]. Esposito M, Hirsch J-M, Lekholm U, Thomsen P. Biological factors contributing to failures of osseointegrated oral implants (II) Etiopathogenesis. *European Journal of Oral Sciences* 1998;106: 721 – 64.
- [5]. Sahin S, Cehreli MC, Yalçin E. The influence of functional forces on the biomechanics of implant-supported prostheses--a review. *J Dent*. 2002 Sep-Nov;30(7-8):271-82.
- [6]. Filippo Amato, Alberto López, Eladia María Peña-Méndez, Petr Vaňhara, Aleš Hamp, Josef Havel, Artificial neural networks in medical diagnosis. *J Appl Biomed*. 11: 47–58, 2013.
- [7]. Stefan Raitha, Eric Per Vogela, Naeema Aneesa, Christine Keulb, Jan-Frederik Güthb, Daniel Edelhoffb, Horst Fischera, Artificial Neural Networks as a powerful numerical tool to classify specific features of a tooth based on 3D scan data. *Computers in Biology and Medicine* 80 (2017) 65–76.
- [8]. Suwadee Kositbowornchai, Sanphet Siriteptawee, Supattra Plermkamon, Sujin Bureerat, Danaipong Chetchotsak, An artificial neural network for detection of simulated dental caries, *Int J CARS* (2006) 1:91–96.
- [9]. Leyla Sadighpour, Susan Mir Mohammad Rezaei, Mojgan Paknejad, Fatemeh Jafaryand Pooya Aslani, The Application of an Artificial Neural Network to Support Decision Making in Edentulous Maxillary Implant Prostheses, *Journal of Research and Practice in Dentistry*, Vol. 2014 (2014), Article ID 369025, 10 pages.
- [10]. Karina Lopes Devito, Flávio de Souza Barbosa, and Waldir Neme Felipe Filho, An artificial multilayer perceptron neural network for diagnosis of proximal dental caries, *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 2008;106:879-884
- [11]. Georgios Papantonopoulos, Keiso Takahashi, Tasos Bountis, Bruno G. Loos, Artificial Neural Networks for the Diagnosis of Aggressive Periodontitis Trained by Immunologic Parameters, *PLoS ONE* 9(3), 2014, e89757.
- [12]. Ali Al Haidan, Osama Abu-Hammad, and Najla Dar-Odeh, Predicting Tooth Surface Loss Using Genetic Algorithms-Optimized Artificial Neural Networks, *Computational and Mathematical Methods in Medicine* Volume 2014, Article ID 106236, 7 pages.
- [13]. Haykin S. *Neural networks: a comprehensive foundation*. 2nd ed. New Jersey: Prentice-Hall; 1999.
- [14]. Hornik K, Stinchcombe M, White H. Multilayer feedforward networks are universal approximator. *Neural Networks* 1989;2:359–66.
- [15]. Neurosolutions, <http://www.neurosolutions.com/>.
- [16]. Levenberg KA. Method for the solution of certain non-linear problems in least squares. *Q Appl Math* 1944;2:164–8.

- [17]. Marquardt D. An algorithm for least-squares estimation of nonlinear parameters. *SIAM J Appl Math* 1963;11:431–41.
- [18]. Laura Gaviria, John Paul Salcido, Teja Guda, and Joo L. Ong. Current trends in dental implants. *J Korean Assoc Oral Maxillofac Surg*. 2014 Apr; 40(2): 50–60.
- [19]. Esposito M, Ardebili Y, Worthington HV. Interventions for replacing missing teeth: different types of dental implants. *Cochrane Database Syst Rev*. 2014 Jul 22;(7):CD003815.
- [20]. Deeb G, Antonos L, Tack S, Carrico C, Laskin D, Deeb JG. Is Cone Beam Computed Tomography Always Necessary for Dental Implant Placement? *J Oral Maxillofac Surg*. 2016 Nov 15. pii: S0278-2391(16)31172-7.
- [21]. Correa LR, Spin-Neto R, Stavropoulos A, Schropp L, da Silveira HE, Wenzel A. Planning of dental implant size with digital panoramic radiographs, CBCT-generated panoramic images, and CBCT cross-sectional images. *Clin Oral Implants Res*. 2014 Jun;25(6):690-5.
- [22]. Lofthag-Hansen S, Thilander-Klang A, Ekestubbe A, Helmrot E, Gröndahl K. Calculating effective dose on a cone beam computed tomography device: 3D Accuitomo and 3D Accuitomo FPD. *Dentomaxillofac Radiol*. 2008 Feb;37(2):72-9.
- [23]. Mesquita Júnior EJ, Vieta AI, Taba Júnior M, Faria PE. Correlation of radiographic analysis during initial planning and tactile perception during the placement of implants. *Br J Oral Maxillofac Surg*. 2016 Sep 12. pii: S0266-4356(16)30233-9.
- [24]. Cheng DC, Chen LW, Shen YW, Fuh LJ. Computer-assisted system on mandibular canal detection. *Biomed Tech (Berl)*. 2016 Nov 18.
- [25]. Dau M, Edalatpour A, Schulze R, Al-Nawas B, Alshihri A, Kämmerer PW. Presurgical evaluation of bony implant sites using panoramic radiography and cone beam computed tomography - influence of medical education. *Dentomaxillofac Radiol*. 2016 Oct 19:20160081.
- [26]. Malina-Altzinger J, Damerau G, Grätz KW, Stadlinger PD. Evaluation of the maxillary sinus in panoramic radiography-a comparative study. *Int J Implant Dent*. 2015 Dec;1(1):17. Epub 2015 Jul 10.
- [27]. Wolff C, Mücke T, Wagenpfeil S, Kanatas A, Bissinger O, Deppe H. Do CBCT scans alter surgical treatment plans? Comparison of preoperative surgical diagnosis using panoramic versus cone-beam CT images. *J Craniomaxillofac Surg*. 2016 Oct;44(10):1700-1705.
- [28]. Jung YH, Cho BH. Assessment of maxillary third molars with panoramic radiography and cone-beam computed tomography. *Imaging Sci Dent*. 2015 Dec;45(4):233-40.
- [29]. Lopes LJ, Gamba TO, Bertinato JV, Freitas DQ. Comparison of panoramic radiography and CBCT to identify maxillary posterior roots invading the maxillary sinus. *Dentomaxillofac Radiol*. 2016;45(6):20160043.
- [30]. Val JE, Gómez-Moreno G, Ruiz-Linares M, Frutos JC, Gehrke SA, Calvo-Guirado JL. Effects of Surface Treatment Modification and Implant Design in Implants Placed Crestal and Subcrestally Applying Delayed Loading Protocol. *J Craniofac Surg*. 2016 Dec 14.
- [31]. Khojasteh A, Motamedian SR, Sharifzadeh N, Zadeh HH. The influence of initial alveolar ridge defect morphology on the outcome of implants in augmented atrophic posterior mandible: an exploratory retrospective study. *Clin Oral Implants Res*. 2016 Nov 2.
- [32]. Bucchi C, Borie E, Arias A, Dias FJ, Fuentes R. Radiopacity of alloplastic bone grafts measured with cone beam computed tomography: An analysis in rabbit calvaria. *Bosn J Basic Med Sci*. 2016 Nov 22.
- [33]. Chopra A, Mhapuskar AA, Marathe S, Nisa SU, Thopte S, Saddiwal R. Evaluation of Osseointegration in Implants using Digital Orthopantomogram and Cone Beam Computed Tomography. *J Contemp Dent Pract*. 2016 Nov 1;17(11):953-957.

- [34]. Varshowsaz M, Goorang S, Ehsani S, Azizi Z, Rahimian S. Comparison of Tissue Density in Hounsfield Units in Computed Tomography and Cone Beam Computed Tomography. *J Dent (Tehran)*. 2016 Mar;13(2):108-115.
- [35]. Tadinada A, Jalali E, Al-Salman W, Jambhekar S, Katechia B, Almas K. Prevalence of bony septa, antral pathology, and dimensions of the maxillary sinus from a sinus augmentation perspective: A retrospective cone-beam computed tomography study. *Imaging Sci Dent*. 2016 Jun;46(2):109-15.
- [36]. Nart J, Barallat L, Jimenez D, Mestres J, Gómez A, Carrasco MA, Violant D, Ruíz-Magaz V. Radiographic and histological evaluation of deproteinized bovine bone mineral vs. deproteinized bovine bone mineral with 10% collagen in ridge preservation. A randomized controlled clinical trial. *Clin Oral Implants Res*. 2016 Jun 22.
- [37]. Umanjec-Korac S, Parsa A, Darvishan Nikoozad A, Wismeijer D, Hassan B. Accuracy of cone beam computed tomography in following simulated autogenous graft resorption in maxillary sinus augmentation procedure: an ex vivo study. *Dentomaxillofac Radiol*. 2016 May 26:20160092.

YAZARLARA BİLGİ

Kayıt

Makaleler Cumhuriyet Fen Bilimleri dergisine üye olduktan sonra online olarak yazarlardan biri tarafından kayıt edilmelidir. Microsoft Word formatındaki (.doc, .docx, .rtf), LaTeX veya SW/SWP/SN (*.tex) dosyalar kaydedilebilir. Herhangi bir sayfa sınırlaması yoktur. Eğer makalenin dosyalarını yükleme sırasında bir problem yaşanırsa, özellikle şekil içeren makalelerde makalenin ebadının azaltılması gerekir. Yazarlardan herhangi biri dışında yapılacak kayıtlar kabul edilmeyecektir. Kaydı yapan yazar kayıt ve değerlendirme sürecindeki tüm sorumlulukları almış olacaktır. Kayıt sırasında yaşanacak teknik problemlerde cumhuriyettfendergi@gmail.com adresinden destek istenebilir.

Kabul Koşulları

Gönderilecek yayınların daha önce başka yerde yayınlanmamış (özet, yayımlanmış bir konferansın bölümü, derleme veya tez çalışmaları hariç) ve başka bir dergi tarafından değerlendirme aşamasında olmaması gerekir. Kaydı yapan yazar makalenin yayımlanması ile ilgili olarak tüm yazarların sorumluluğunu almış bulunacaktır. Belli kurumdan çıkan yayınlarda o kurumun onayının bulunmasını sağlamakta aynı zamanda yazarların sorumluluğundadır. Kabul tarihini sadece editöryel ofis tarafından yazılan kabul yazısı gösterir. Daha sonraki mektuplaşmalar ve düzeltmeler aksi gerekmedikçe yazar'(lar) a yayımdan önce gönderilecektir. Yayının yayımlanabilmesi için sorumlu yazar tarafından izin verilmesi gerekmektedir. İzin için gerekli tüm belgeler cumhuriyettfendergi@gmail.com adresine gönderilebilir.

Değerlendirme

Değerlendirmeye alınan tüm çalışmalar akademik olarak belli standartları karşılamalıdır. Kayıtlar editör tarafından değerlendirilecek ve reddedilmemesi durumunda yazarlar tarafından bilinmeyen hakemler tarafından değerlendirilmeye alınacaktır.

Başlık ve yazar bilgileri

Aşağıdaki bilgileri içermelidir

Yazı başlığı

Yazarların tam isimleri

Kurumun elektronik posta adresleri

İletişim adresi

Elektronik posta adresi

Özet

Makale bir özet içermelidir. Özet referansları içermeyen 250-300 kelime arasında olmalıdır. Eğer makalede metin dili Türkçe ise makaleye İngilizce başlık ve İngilizce özet (abstract, keywords) de eklenmelidir.

Anahtar Sözcükler

Bilimsel makalelerin anahtar sözcükleri Türkiye Bilim Terimleri (www.bilimterimleri.com) adresinden seçilmelidir.

Giriş

Bu bölüm alt başlık içermemelidir.

Gereç ve Yöntem

Bu bölüm bütün prosedürlerin tekrarlanmasını sağlayabilecek kadar detaylı yazılmalıdır. Eğer gerekirse alt başlıklara ayrılabilir.

Teşekkür

Teşekkür kısmı için basit cümleler kullanılmalıdır. Örneğin CÜBAP (T-1111) tarafından desteklenmiştir. Değerli teknik ve editöryel katkılarından dolayı Prof. Dr. Mehmet Sözer'e teşekkür ederiz.

Kaynaklar

Yazarlar her bir kaynaktaki bilgilerin doğru ve tam olmasını sağlamakla sorumludurlar. Bütün referanslar ardışık olarak numaralandırılmalıdır ve referanslar makale içinde köşeli parantez içinde gösterilmelidir (örneğin; Smith ve arkadaşları [9] tarafından tartışıldığı gibi veya başka yerde de tartışıldığı gibi [9, 10]) Bütün referanslara makale içinde atıf yapılmalıdır, atıf yapılmayan referanslar çıkarılacaktır. Bütün yazar isimleri "ve ark." şeklinde ibareler kullanılmadan açıkça yazılacaktır.

Örnek kaynaklar:

[1] Nicopoullou J.D., Ramsay J.W., Gilling-Smith C., Almeida PA. Frozen embryos generated from surgically retrieved sperm from azoospermic men: are they clinically viable? J Assist Reprod Genet 2004; 21: 401-7.

[2] National Cancer Institute, Surveillance Epidemiology and End Results. Cancer of the Corpus and Uterus, NOS.

Adres: http://seer.cancer.gov/statfacts/html/corp.html?statfacts_page=corp. Retrieved March 2, 2008. (web sitesi örnek referansı)

[3] Isaacson K.B., Endometrial ablation. In: UpToDate, Basow, DS (Ed), UpToDate, Waltham, M.A., 2008.

[4] Speroff L., Fritz M.A., Anovulation and The Polycystic Ovary. In. Speroff L., Fritz M.A. (Eds). Clinical Gynecologic Endocrinology and Infertility. 7th ed. Philadelphia, Pa: Lippincott Williams and Wilkins; 2005: chap 12. (web sitelerinde bulunan online kitap bölümlerinin örnek referansı)

[5] Mazur M.T., Kurman R.J., Dysfunctional Uterine Bleeding. In: Mazur M.T., Kurman R.J. (Eds). Diagnosis of endometrial biopsies and curettings. A practical approach. 2nd ed. Berlin: Springer, 2005; pp 100-120. (Basılmış kitap bölümlerinin örnek referansı)

Şekillerin hazırlanması

Her bir şekil yayının içinde veya ayrı bir dosya olarak yüklenebilir ve yayın içinde sırasına göre isimlendirilmelidir. Şekil genişliği 4-6 inç ve 300 dpi olmalıdır. Şekil altyazıları açık ve net olmalıdır.

Tabloların hazırlanması

Tablolara metin içinde atıf yapılmalıdır. Her bir tablo açıklayıcı bir başlık içermelidir ve eğer sayısal ölçümler kullanılırsa birimler sütun başlıklarında belirtilmelidir.

Düzeltilmeler

Düzeltilmeler yayıncıya alındıktan sonra en geç 2 hafta içinde geri gönderilmelidir. Yayıncı en doğru yayını sağlamak için her şeyi yapacaktır. Bu nedenle makale ve şekillerin derginin tarzında yazılması gerekmektedir.

Telif hakkı

Açık alan yazarları yazılarının telif haklarını kaybetmezler ve tüm yazılar Yaratıcı Ortak Atıf Lisansı altında dağıtılır ve izinsiz kullanımı, dağıtılması ve çoğaltılması engellenir.

Bu yayında kullanılan genel tanımlayıcı isimler, marka isimleri, ticari markalar özel olarak belirtilmediği zaman bile bu isimlerin ilgili kanunlar ve kurallar tarafından korunmadığını göstermez.

Bu dergide yayınlanan bilgilerin doğruluğuna ve yayım tarihinde yanlış yapılmamasına dikkat edilmesine rağmen yazarlar, editörler veya yayıncı yayında bulunan herhangi bir yanlış veya ihmalin sorumluluğunu almamaktadır. Yayıncı içeriğin herhangi bir yasal sorumluluğunu kabul etmemektedir.

Etik rehber

Yeni metotlar ve etik izin gerektiren durumlar detaylıca aşağıdaki gibi yazılmalıdır:

İnsan deneyleri: Bütün çalışmalar Helsinki Bildirgesine (1964) göre yapılmalıdır. Herhangi bir zarar verme ihtimali olan çalışmalar şunları içermelidir:

Katılımcıların bilgilendirilmiş oluru mutlaka alınmalıdır

Deney prosedürlerini ilgili etik kurulun mutlaka kabul etmesi gerekir.

Hayvan deneyleri: Canlı hayvanlar üzerinde yapılan deneyler şunları sağlamalıdır:

Kullanılacak anestetik ve cerrahi yöntemlerin açık ve net anlatımı

Deneyin her bir basamağında hayvanın acı çekmesinin engelleneceği açıklanmalıdır. İzole dokular üzerinde yapılan çalışmalarda donör dokuların nasıl elde edileceği açıklanmalıdır.

Başvuru için Kontrol Listesi

Başvuru sürecinde yazarlar başvurularının aşağıdaki listedeki tüm maddelere uyduğunu kontrol etmelidirler, bu rehberde uymayan başvurular yazarlara geri döndürülecektir.

Gönderilecek yayınların daha önce başka yerde yayınlanmamış (özet, yayımlanmış bir konferansın bölümü, derleme veya tez çalışmaları hariç) ve başka bir dergi tarafından değerlendirme aşamasında olmaması gerekir.

Makale Microsoft Word, RTF ve WordPerct , LaTeX veya SW/SWP/SN dosya formatında olmalıdır

Kaynaklarda ulaşılmak koşulu ile URL kullanılabilir.

Metindeki yazılar tek aralıklı, 11 punto büyüklüğünde ve altı çizili olmaktan ziyade italik tercih edilmelidir (URL adresleri hariç). Tüm örnekler, şekiller ve tablolar metin sonu yerine metnin uygun yerlerine yerleştirilmelidir.

Metin, Yazarlara Bilgi bölümündeki stilde yazılmalıdır.

Yazarlar hakemleri bilmeyecektir, hakemler yazarları bilmeyecektir ve hakemlik önyargısız olarak yapılacaktır.Dergimize gönderilen makaleler dergimizde yayınlamadan önce incelenir.

AUTHOR GUIDELINES

Submission

Manuscripts should be submitted by one of the authors of the manuscript as online submission after registration to the Cumhuriyet Sciences Journal. Microsoft Word (.doc, .docx, .rtf), LaTeX or SW/SWP/SN (*.tex) files can be submitted. There is no page limit. If there is a problem while uploading the files of manuscript, please try to reduce their file size, especially manuscripts including embedded figures. Submissions by anyone other than one of the authors will not be accepted. The submitting author takes responsibility for the paper during submission and peer review. If for some technical reason submission through the online submission system is not possible, the author can contact cumhuriyettfendergi@gmail.com for support.

Terms of Submission

Papers must be submitted on the understanding that they have not been published elsewhere (except in the form of an abstract or as part of a published lecture, review, or thesis) and are not currently under consideration by another journal. The submitting author is responsible for ensuring that the article's publication has been approved by all the other coauthors. It is also the authors' responsibility to ensure that the articles emanating from a particular institution are submitted with the approval of the necessary institution. Only an acknowledgment from the editorial office officially establishes the date of receipt. Further correspondence and proofs will be sent to the author(s) before publication unless otherwise indicated. It is a condition of submission of a paper that the corresponding author permit editing of the paper for readability. All enquiries concerning the publication of accepted papers should be addressed to cumhuriyettfendergi@gmail.com.

Peer Review

All manuscripts are subject to peer review and are expected to meet standards of academic excellence. Submissions will be considered by an associate editor and-if not rejected right away-by peer-reviewers, whose identities will remain anonymous to the authors. The submitting author may be asked during the submission process to provide the names of up to 6 proposed reviewers accompanied with their email addresses.

Title and Authorship Information

The following information should be included

Paper title

Full author names

Full institutional mailing addresses

Corresponding address

Email address

Abstract

The manuscript should contain an abstract. The abstract should be self-contained and citation-free and should be 250-300 words.

Keywords

Keywords of the scientific articles should be selected from the web address of www.bilimadresleri.com

Introduction

This section should be succinct, with no subheadings.

Materials and Methods

This part should contain sufficient detail so that all procedures can be repeated. It can be divided into subsections if required.

Conflicts of interest

Sample sentence if there is no conflict of interest: The authors stated that did not have conflict of interests.

Acknowledgements

Sample sentences for acknowledgements: The work was supported by grants from CUBAP (T-11111). We would like to acknowledge Prof. Mehmet Sözer, MD, for his precious technical and editorial assistance. We would like to thank

References

Authors are responsible for ensuring that the information in each reference is complete and accurate. All references must be numbered consecutively and citations of references in text should be identified using numbers in square brackets (e.g., "as discussed by Smith [9]"; "as discussed elsewhere [9, 10]"). All references should be cited within the text; otherwise, these references will be automatically removed. All author names should be written without "et al." abbreviation.

Sample references:

[1] Nicopoullous J.D., Ramsay J.W., Gilling-Smith C., Almeida P.A., Frozen embryos generated from surgically retrieved sperm from azoospermic men: are they clinically viable? *J Assist Reprod Genet* 2004; 21: 401-7.

[2] National Cancer Institute, Surveillance Epidemiology and End Results. Cancer of the Corpus and Uterus, NOS. Available at: http://seer.cancer.gov/statfacts/html/corp.html?statfacts_page=corp. Retrieved March 2, 2008. (Sample reference of website)

[3] Isaacson K.B., Endometrial ablation. In: UpToDate, Basow, DS (Ed), UpToDate, Waltham, M.A., 2008. (Sample reference of Uptodate topics)

[4] Speroff L., Fritz M.A., Anovulation and The Polycystic Ovary. In. Speroff L., Fritz M.A., (Eds). Clinical Gynecologic Endocrinology and Infertility. 7th ed. Philadelphia, Pa: Lippincott Williams and Wilkins; 2005: chap 12. (Sample reference of online book chapters found in websites).

[5] Mazur M.T., Kurman R.J., Dysfunctional Uterine Bleeding. In: Mazur M.T., Kurman R.J., (Eds). Diagnosis of endometrial biopsies and curettings. A practical approach. 2nd ed. Berlin: Springer, 2005; pp 100-120. (Sample reference of printed book chapters)

Preparation of Figures

Each figure can be integrated in the paper body or separately uploaded and should be cited in a consecutive order. Figure widths can be 4-6 inch as 300 dpi. The labels of the figures should be clear and informative.

Preparation of Tables

Tables should be cited consecutively in the text. Every table must have a descriptive title and if numerical measurements are given, the units should be included in the column heading. Tables should be simple with simple borders and text written as left text.

Proofs

Corrected proofs must be returned to the publisher within 2 weeks of receipt. The publisher will do everything possible to ensure prompt publication. It will therefore be appreciated if the manuscripts and figures conform from the outset to the style of the journal.

Copyright

Open Access authors retain the copyrights of their papers, and all open access articles are distributed under the terms of the Creative Commons Attribution license, which permits unrestricted use, distribution and reproduction in any medium, provided that the original work is properly cited.

The use of general descriptive names, trade names, trademarks, and so forth in this publication, even if not specifically identified, does not imply that these names are not protected by the relevant laws and regulations.

While the advice and information in this journal are believed to be true and accurate on the date of its going to press, neither the authors, the editors, nor the publisher can accept any legal responsibility for any errors or omissions that may be made. The publisher makes no warranty, express or implied, with respect to the material contained herein.

Ethical Guidelines

New methods and ethically relevant aspects must be described in detail, bearing in mind the following:

Human Experiments. All work must be conducted in accordance with the Declaration of Helsinki (1964). Papers describing experimental work on human subjects who carry a risk of harm must include:

A statement that the experiment was conducted with the understanding and the consent of the human subject.

A statement that the responsible Ethical Committee has approved the experiments.

Animal Experiments. Papers describing experiments on living animals should provide:

A full description of any anaesthetic and surgical procedure used.

Evidence that all possible steps were taken to avoid animal suffering at each stage of the experiment. Papers describing experiments on isolated tissues must indicate precisely how the donor tissues were obtained.

Submission Preparation Checklist

As part of the submission process, authors are required to check off their submission's compliance with all of the following items, and submissions may be returned to authors that do not adhere to these guidelines.

The submission has not been previously published, nor is it before another journal for consideration (or an explanation has been provided in Comments to the Editor).

The submission file is in Microsoft Word, RTF, LaTeX or SW/SWP/SN (*.tex) or WordPerfect document file format.

Where available, URLs for the references have been provided.

The text is single-spaced; uses a 12-point font; employs italics, rather than underlining (except with URL addresses); and all illustrations, figures, and tables are placed within the text at the appropriate points, rather than at the end.

The text adheres to the stylistic and bibliographic requirements outlined in the Author Guidelines, which is found in About the Journal.

If submitting to a peer-reviewed section of the journal, the instructions in Ensuring a Blind Review have been followed.