

DOFEBD

DOĞU FEN BİLİMLERİ DERGİSİ
JOURNAL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES OF EAST



**HAKKARI ÜNİVERSİTESİ FEN
BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ DOĞU
FEN BİLİMLERİ DERGİSİ**



Yılda 2 kez yayımlanır.

<https://dergipark.org.tr/tr/pub/dfbd>

dofebd@hakkari.edu.tr

Sahibi

Prof. Dr. Ömer PAKIŞ
Rektör

Sorumlu Müdür

Doç. Dr. Can YILMAZ

Editörler

Dr. Öğr. Üyesi Metin ERTAŞ
metinertas@hakkari.edu.tr

Dr. Öğr. Üyesi Erkan AZİZOĞLU
erkanazizoglu@hakkari.edu.tr

Mizanpajcı

Dr. Öğr. Üyesi Metin ERTAŞ

Editör Kurulu

Prof. Dr. Can YILMAZ
Dr. Öğr. Üyesi Erkan AZİZOĞLU
Dr. Öğr. Üyesi Mehmet Macit ERTUŞ

Prof. Dr. Mehmet Sait TAYLAN
Dr. Öğr. Üyesi Melek ERDEK
Dr. Öğr. Üyesi Metin ERTAŞ

Alan Editörleri

Prof. Dr. Mehmet Nuri BODUR
Doç. Dr. Şevket ŞİMŞEK
Doç. Dr. Hakan GÜNDOĞMUŞ
Doç. Dr. Abdulhad DOĞAN
Dr. Öğr. Üyesi Şule YÜCELBAŞ
Dr. Öğr. Mustafa Emre AKÇAY
Dr. Öğr. Üyesi Melek ERDEK
Dr. Öğr. Üyesi Erkan AZİZOĞLU

Dr. Öğr. Üyesi Şengal BAĞCI TAYLAN
Dr. Öğr. Üyesi Muzaffer MÜKEMRE
Dr. Öğr. Üyesi Metin ERTAŞ
Dr. Öğr. Üyesi Gülistan KAYA GÖK
Dr. Öğr. Üyesi Mehmet YURDERİ
Dr. Öğr. Üyesi Selçuk EŞSİZ
Dr. Öğr. Üyesi Emrah ÇELİK

Sekreter

Sevgi Pınar ZEYDAN

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
Beyin Homeostazında Bakır, Demir, Çinko Elementlerinin Parkinson Hastalığı ile İlişkisi Gizem Yatkın, Seda Kuşoğlu Gültekin, İrem Gülfem Albayrak, Belkıs Atasever Arslan.....	1
Iris zagrica subsp. zagrica (Iridaceae); A New Record Locality for the Flora of North Iraq Mehmet FIRAT.....	12
<i>Salvia kurdica</i> Boiss. & Hohen. ex Benth. ve <i>Salvia pachystachys</i> Trautv. Türlerinin Antioksidan Özellikleri ile Antibakteriyel Etkilerinin Belirlenmesi Determination of Antioxidant Properties and Antibacterial Effects of <i>Salvia kurdica</i> Boiss. & Hohen. ex Benth. and <i>Salvia pachystachys</i> Trautv. Species Mehmet Fidan, Süleyman Mesut Pınar, Mehmet Emre Erez, Behcet İnal.....	19
Use Of Powder Metallurgy Method in The Production of SiC Reinforced Cu-Al-Ni Composites and Characterization of The Production Result Hasan Kaçan, Khangardash Asgarov, Tayfun Çetin, Rüstem Binali.....	30
An In-Depth Analysis on The Surface Roughness Variations During Turning of GGG50 Ductile Cast Iron Rüstem Binali, Mustafa Kuntoğlu.....	41
Hızlı Prototiplemeye Yönelik Termal Dayanımlı Elektromanyetik Kalkan Özellikli Filament Üretimi Production of Thermally Resistant Electromagnetic Shielding Filament for Rapid Prototyping Erdi BULUŞ, Yeşim Müge ŞAHİN, Gülseren SAKARYA BULUŞ.....	50

Beyin Homeostazında Bakır, Demir, Çinko Elementlerinin Parkinson Hastalığı ile İlişkisi

Gizem Yatkın¹, Seda Kuşoğlu Gültekin¹, İrem Gülfem Albayrak¹, Belkis Atasever Arslan^{1*}

¹Üsküdar Üniversitesi, Moleküler Biyoloji ve Genetik Bölümü, Üsküdar, İstanbul

*e-mail: belkisatasever.arslan@uskudar.edu.tr
DOI: 10.57244/dfbd.1073262

Geliş tarihi/Received:14/02/2022

Kabul tarihi/Accepted:21/07/2022

Özet

Elementler doğada farklı formlarda bulunmaktadır. Vücut ağırlığımızın yaklaşık %96'sını oksijen, karbon, hidrojen ve azot, %2,5'sini kalsiyum ve fosfor oluşturmaktadır. Geriye kalan yaklaşık %1,5'lik kısmı ise eser elementler (potasyum, sülfür, sodyum, magnezyum, flor, bakır, demir, çinko, manganez, kobalt, selenyum, iyot, klor, krom, molibden, lityum, stronsiyum, alüminyum, silisyum, kurşun, vanadyum, arsenik, brom) oluşturmaktadır. Eser elementler çeşitli biyolojik ve kimyasal reaksiyonlarda görev almakta ve sağlığın devamı için önem arz etmektedirler. Eser elementler hücre fonksiyonlarının doğru yürütülmesi için gerekli olmalarının yanı sıra, emilim ve atılımlarında dengenin bozulması sonucu hücre için toksisite oluşturmaktadırlar. Özellikle metal eser elementlerde homeostazın bozulması canlı için yüksek toksisitede olmakta ve çeşitli hastalıklara sebebiyet vermektedir. Nörodejeneratif hastalıklardan biri olan Parkinson hastalığında, bakır ve demir elementlerinin beyin bölgelerindeki fazlalığı reaktif oksijen türleri (ROT) artışına ve beraberinde de oksidatif strese neden olmaktadır. Çinko elementi ve Parkinson hastalığı arasındaki ilişkinin anlaşılabilmesi için çalışmalar devam etmekle beraber, mevcut veriler kapsamında beyin omurilik sıvısında ve substantia nigrada çinko homeostazında bozulma olduğu bildirilmektedir. Bu sebeple henüz oluşum sebebi ve tedavisi bilinmeyen Parkinson hastalığında bu elementler ile yapılan çalışmaların aydınlatılmasının hastalığın oluşum yollarının aydınlatılmasına ve tedavisine katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

Anahtar Kelimeler: Eser Element, Beyin, Homeostaz, Parkinson Hastalığı

The Relationship of Copper, Iron, Zinc Elements with Parkinson's Disease in Brain Homeostasis

Abstract

Elements exist in nature in different forms. Oxygen, carbon, hydrogen and nitrogen constitute approximately 96% of our body weight, and calcium and phosphorus constitute 2.5%. The remaining approximately 1.5% are trace elements (potassium, sulphur, sodium, magnesium, fluorine, copper, iron, zinc, manganese, cobalt, selenium, iodine, chlorine, chromium, molybdenum, lithium, strontium, aluminum, silicon, lead, vanadium, arsenic, bromine). Trace elements are involved in various biological and chemical reactions. They are important for the continuation of health. Trace elements are necessary for the proper execution of cellular functions, and they cause toxicity to the cell as a result of the disruption of the balance in their absorption and excretion. Disruption of homeostasis, especially in metal trace elements, is highly toxic to living things and causes various diseases. In Parkinson's Disease, which is one of the neurodegenerative diseases, the excess of copper and iron elements in the brain regions causes an increase in reactive oxygen species and concomitant oxidative stress. Although studies are continuing to understand the relationship between zinc element and Parkinson's Disease, it is reported that there is a deterioration in zinc homeostasis in the cerebrospinal fluid and substantia nigra within the scope of current data. For this reason, it is thought that the clarification of studies with these elements in

Parkinson's disease, whose cause and treatment are not yet known, will contribute to the clarification of the formation pathways and treatment of the disease.

Keywords: Trace Element, Brain, Homeostasis, Parkinson's Disease

GİRİŞ

Nörodejeneratif hastalıklar, sinir hücrelerinin zaman içerisinde geri dönüşümsüz olarak kaybolması ve buna bađlı olarak çeşitli beyin fonksiyonlarında (hafıza, hareket, kognitif) bozulma ile karakterize edilmektedir (Gao ve Hong, 2008). Parkinson hastalığı (PH), Alzheimer hastalığından sonra en yaygın görülen ikinci nörodejeneratif hastalıktır. PH'de, postürel istikrarsızlık, duruş bozukluğu, yürümede donma, yüz mimik ve hareketlerinde azalma, hipofonik ses, dinlenme halinde kol ve bacaklarda tremor, bradikinezi ve beceri kaybı görülmektedir (Tunçel ve Atasever Arslan, 2019). Gözlenen bu motor semptomların yanı sıra hastalarda, anksiyete, bunama, kabızlık, yutma güçlüğü, eklem ağrısı gibi ek semptomlar da görülmektedir (Tablo 1). 65 yaş üstü kişilerde %1-2 civarında görülen PH'de, substantia nigranın pars kompakta bölgesinde ve aynı zamanda akson terminallerinde meydana gelen dopaminerjik nöron kaybı gözlenmektedir (Abeliovich ve Gitle, 2016). Yaşlanmayla beraber Parkinson hastalığının görülme sıklığının yıllar içinde artış göstereceđi düşünülmektedir (Arlan ve Karahalil, 2019).

Parkinson hastalığı, beyin sapındaki nigra pars compacta bulunan dopaminerjik nöronların nörodejenerasyonu sonucu oluşmaktadır. Dopamin gelişmiş canlılara beyinde gerçekleşen birçok önemli fonksiyon için gerekli bir nörotransmitterdir (Arlan ve Karahalil, 2019). Diđer nörotransmitterleri içeren nöronların aksine, dopamin, dopaminerjik nöronları oksidatif strese duyarlı hale getirmektedir. Sentezinden sonra dopamin, neredeyse tamamen sinaptik veziküller içinde tutulmaktadır. Burada yüksek konsantrasyonlara ulaşır ve vezikül lümeninin düşük pH değeri ile stabilize olur. Daha sonra dopamin, hem ROT oluşumuna hem de ROT gibi reaktif özellikte olan dopamin kinonların (DAQ) oluşumuna yol açan otoksidasyon sürecine girebilmektedir (Bisaglia ve ark. 2014). Böylelikle Parkinson hastalığında gözlenen dopaminerjik nöronların seçilimli dejenerasyonu gerçekleşmiş olmaktadır (Bisaglia ve Bubacco, 2020).

İnsan 4. kromozomu üzerinde bulunan SNCA geni tarafından kodlanan alfa sinüklein (α -sinüklein), korunmuş protein ailesi üyesi olan nöronal bir proteindir. Ailenin diđer üyeleri ile beraber sinir sisteminde etkindir. α -sinükleinin C-terminal ile N-terminal ucu ve merkezi kısmı arasında uzun mesafe etkileşimlerinin olduğu bilinmektedir. Bu uzun mesafe etkileşimlerinde bozulmanın ise protein birikmesini kolaylaştırdığı düşünülmektedir (Tunçel ve Atasever Arslan, 2019).

Ek olarak Parkinson'da, Lewy cisimcikleri olarak adlandırılan ana bileşeni α -sinüklein olan proteinlerinin birikimi de gerçekleşmektedir. Lewy cisimcikleri sinir hücreleri arasındaki bağlantıları yok ederek, nörotransmitter transferini durdurmaktadır. Bu sebeple, Parkinson hastalığında gözlenen motor semptomların oluşumu meydana gelmektedir (Arlan ve Karahalil, 2019).

Tablo 1. Parkinson hastalığında karşılaşılan semptomlar (Kalia ve ark., 2015).

Motor semptomlar	Non-motor semptomlar
Tremor, bradikinezi, duruş bozukluğu, kas sertliği, diskinezi, dengede bozukluk-düşme, donuk episod	Konuşma bozukluğu, kısık ses, sebepsiz ağrı, idrar kaçırma, uyku düzeninde bozulma, depresyon-anksiyete, psikotik sendrom

Bakır (Cu)

Çeşitli oksidasyon-redüksiyon tepkimelerinde görev alan bakır elementi sitokrom c oksidaz, çinko-bakır süperoksit dismutaz, dopamin-monooksijenaz, lizil oksidaz, tirozinaz gibi canlı için hayati önem arz eden birçok enzimin yapısına katılmaktadır (Adalı ve ark. 2019). Yetişkin insan vücudunda ortalama 50-120 mg bakır elementi bulunmaktadır. Diyetle alımı günde yaklaşık 1 mg'dır. Günlük önerilen düşük alım miktarı (0,9 mg/gün) sebebiyle insanlarda bakır eksikliği nadir olarak görünmektedir (Özbolat ve Tuli, 2016). Günlük diyet ile vücuda alınan bakır elementi, ince bağırsak epitel hücreleri tarafından emilerek hepatik portal vene ve dolayısıyla karaciğere girer.

Hepatositlere gelen bakırın izlediği 3 ana yol mevcuttur (Cabrera ve ark. 2008):

- 1- Endojen Cu-bağımlı proteinlerin yapısına katılır,
- 2- Kan içine salgılanması için seruloplazmin yapısına katılır,
- 3- Vücuttan elimine edilir.

Eliminasyon, karaciğer tarafından safra salgısı ile sağlanmaktadır (Nevitt ve ark. 2012). Bu 3 ana yol sayesinde günlük diyetle alınan bakırın dengesi sağlanmaktadır. Ancak hepatositlerde bulunan bakır pompasının (ATP7B) işlevsiz olması, karaciğerde yüksek miktarlarda bakır birikimine yol açmakta ve takiben beyin de dahil olmak üzere diğer dokularda da bakır birikime gerçekleşmektedir (Guindi, 2019).

Hücrel homeostazda kritik birçok biyokimyasal reaksiyon için yardımcı faktör olarak kullanılan bakır elementi, yüksek konsantrasyonlarda canlı için toksik özellik göstermektedir. Bu toksik etkileri, enzimin aktif bölgesine bağlanma ve enzimi inhibe etme, demir-sülfür kümelerininin stabilizasyonu bozma, reaktif oksijen türlerinde artışı sağlama gibi yollardan yapmaktadır (Barnham ve Bush, 2008).

Beyindeki Bakır Homeostazi

Bakır elementi, nöron miyelinizasyonunda, γ -aminobütirik asit (GABA), N-metil-d-aspartat (NMDA) reseptörleri ve voltaj kapılı Ca^{+2} kanallarının fonksiyonlarına etki ederek sinaptik iletimi düzenleme gibi hücrel fonksiyonlarda görevlidir (McGee ve ark. 2013). Bakır seviyelerindeki değişiklikler astrositlerdeki glikoz parçalanma yolunu değiştirmekte ve lipid dengesini etkilemektedir (Nargund ve ark. 2015). Diyet veya genetik bakır eksikliği, önemli metabolik anormalliklere, hipomiyelinasyona, nöronların anormal arborizasyonuna, nöbetlere ve ölüme neden olabilmektedir (McGee ve ark. 2013).

Eksikliğin yanı sıra bakır fazlalığı da normal beyin fonksiyonu için zararlıdır. Bakır düzeylerindeki artış, depresyon, psikotik atak, distoni, titreme ve uyku anormallikleri dahil olmak üzere çeşitli nörolojik ve psikiyatrik rahatsızlıklara neden olmaktadır (Członkowska ve ark. 2018). Hücrel mekanizması henüz tam olarak aydınlatılmayan dopamin sinyalizasyonunda da bakırın görev aldığı bilinmektedir (Bandmann ve ark. 2015).

Bakır ve Parkinson Hastalığı

Bozulmuş bakır homeostazının PH'nin başlamasını destekleyebileceği moleküler mekanizmalar tam olarak aydınlatılmasa da, nöradrenerjik nöronlarda olumsuz etki ile bağlantılı olarak bakır dengesizliği PH ile ilişkili olarak bildirilmiştir (Bandmann ve ark. 2015).

Bakırın neden olduğu toksisite, elementin reaktif oksijen türleri üreten redoks reaksiyonları kataliz ederek hücrel oksidatif stresi artırması dolayısıyla oluşmaktadır. Bakır elementi, Fenton ve Haber-Weiss reaksiyonları yoluyla, süperoksit anyonunun ($\bullet\text{O}_2^-$) ve hidrojen peroksitin (H_2O_2), hidroksil radikaline ($\bullet\text{OH}$) dönüşümüne katılabilmektedir (De Lazzari ve ark. 2018).

Beyindeki yüksek yoğunlukta ROT üretimi, bu reaktif moleküllerin Parkinson'da da büyük rol oynadığını göstermektedir. Beyin, vücuttaki oksijenin yaklaşık %20'sini tüketir ve bu oksijenin önemli kısmı ROT'a dönüşmektedir. Ama başlıca oksidatif stres nedenleri olarak mitokondriyal disfonksiyon, dopamin metabolizması, nöroinflamasyon olduğu bilinmektedir (Blesa ve ark. 2015).

Parkinson hastalarında bakır; kan konsantrasyonunda, seruloplazminde ve oksidaz aktivitesinde yaşa uygun sağlıklı bireylere kıyasla daha düşük olduğu gözlemlenmiştir (Kim ve ark. 2018). Yine yaşa uygun kontrol bireyelerine kıyasla, Parkinson hastalarının en çok etkilendiği beyin bölgelerinde de düşük bakır seviyesi olduğu belirlenmiştir. Azalmış bakır seviyelerinin, bu beyin bölgelerindeki bakırdan zengin nöron popülasyonlarının belirgin dejenerasyonunun sonucu olmadığını doğrulamak için, yapılan çalışmalar sonucunda Parkinson beyinlerinde hem substantia nigra da hem de locus coeruleusta bakır seviyelerinde %55-%65 azalma olduğu belirlenmiştir (Davies ve ark. 2014). Parkinson ile ilişkili ROT oluşumuna karşılık gelen kesin mekanizmalar hala tam olarak anlaşılmamıştır.

Demir (Fe)

Oksidasyon-redüksiyon reaksiyonlarına katılarak temel biyolojik süreçler için gerekli olan demir elementi, sağlıklı yetişkinlerin vücudunda 4.0 ile 5.0 g arasında bulunmaktadır (Tunç, 2008). Çoğunlukla karaciğerde ve kırmızı kan hücrelerinde, makrofajlarda, kemik iliğinde ve kaslarda, çok düşük miktarlarda ise böbrek ve beyinde bulunur (Tunç, 2008). Memeli canlılar için demir eldesi günlük diyetle dışardan alınma ve ardından bağırsaklardan emilme şeklindedir. Vücutta demir için aktif boşaltım sistemi olmaması nedeniyle demirin çoğu dalak ve kemik iliğindeki yaşlanmış eritrositlerden vücutta geri dönüştürülür ve geri kalanı ferritinde veya hemosiderin'de depolanır (Tunç, 2008; Wallace, 2016).

İnsanlarda demir içeren proteinler; oksijen taşınması, mitokondriyal solunum, ksenobiyotik metabolizması, nükleik asit replikasyonu ve onarımı, immün sistem ve hücrel sinyalizasyon gibi hayati fonksiyonlar için gereklidir (Tunç, 2008). Demir, transferrin proteinine bağlı olarak kanda dolaşmaktadır. Demirin çoğu, alyuvar üretimi için kemik iliğine verilmektedir (Wallace, 2016). Daha az miktarlar, temel hücrel işlemler için diğer dokulara gönderilmekte ve fazlası depolama için karaciğere taşınmaktadır. Sistemik demir homeostazı, çoğunlukla retikuloendotelial makrofajlar yoluyla alyuvarlardan gelen demirin geri dönüştürülmesiyle sağlanır (Yang ve ark. 2016).

Beyindeki Demir Homeostazi

Beyinde demir; oksijen taşınması, DNA sentezi, mitokondriyal solunum, miyelin sentezi, nörotransmitter sentezi ve metabolizması dahil olmak üzere birçok temel biyolojik süreçte rol oynar (Bandmann ve ark. 2015). Normal fizyolojik beyin fonksiyonunu sürdürmek için demir homeostazına ihtiyaç vardır (Barnham ve Bush, 2008). Homeostatik mekanizmalar, hücrel bölme arasında mevcut demir konsantrasyonlarının dengesini koruyarak ve yüksek serbest demirin neden olduğu toksik etkileri önleyerek hücre işlevi için gerekli koşulları sağlamaktadır (Hentze ve ark. 2010). Fakat demir homeostazında dengenin bozulması çeşitli mekanizmalar yoluyla nörotoksositeye neden olmaktadır. Demir konsantrasyonu, depolama proteinlerinin veya diğer hücrel moleküllerin demir tutma kapasitesini aştığında, demir havuzundaki kararsız demir konsantrasyonu artabilmektedir. Bu da oksidatif hasara ve hücre ölümüne yol açabilmektedir (Atasever Arslan ve ark. 2021). Ancak sağlıklı yaşlanmada bu durumun önüne geçmek için çeşitli beyin bölgelerinde ve hücre tiplerinde seçici demir birikimi meydana gelmektedir (Zecca ve ark. 2001)

Yaşlanma süreçleri demir homeostatik sistemini değişimlere neden olabilmekte ve depolama proteinleri veya diğer moleküller tarafından verimli şekilde şelatlanamayan fazla miktarda demire yol açabilmektedir. Yaşlanmayla birlikte artan toplam demir konsantrasyonu; artmış kan-beyin bariyeri geçirgenliği, iltihaplanma, beyindeki demirin yeniden dağılımı ve demir homeostazındaki değişiklikler gibi çeşitli faktörlerden kaynaklanıyor olabilmektedir (Başol ve ark. 2007). Nöronlarda demir birikimi apoptotik hasara ve demire özgü apoptotik olmayan hücre ölümü ferroptozaya yol açabilmektedir (Dixon ve ark. 2012). Glial demir birikimi ayrıca inflamatuvar yanıtı indükleyebilmekte ve nöroinflamasyon-nörodejenerasyon döngüsü ile sonuçlanabilmektedir (Xu ve ark. 2012).

Demir ve Parkinson Hastalığı

Sağlıklı yaşlanmada artan serbest demir, demire duyarlı protein 1/2 (IRP 1/2) yönettiği depolama ve atılım süreçleri ile dengede tutulmaktadır (Tunç, 2008). Ferritin ve amiloid prekürsör proteini (APP) ekspresyonu artış göstererek, ferritinle demir depolanırken APP ile demir atılımı gerçekleştirilir. Bunun yanında transferrin reseptörü 1 ve iki değerlikli metal taşıyıcı 1 (DMT1) görevlerini yerine getirerek emilimi gerçekleştirir. APP ile demir uzaklaştırılması Tau proteini gerektirir. Tau proteini APP'yi aktive ederek, ferroportin ve seruloplazmin (CP) ile beraber demir atılımı gerçekleştirmiş olurlar (Abdel ve ark. 2015).

Parkinson hastalığında ise IRP1/2 gerekli aktivitesini yerine getiremez. IRP işlevini yerine getirmediği için ferritin, APP ve DMT1 de işlevlerini gerçekleştiremez. Dolayısıyla demir depolanması, taşınması ve emilimi gerçekleşemez. Bu durum substantia nigra nöronlarında serbest demir miktarının artışına neden olur. Bunların yanında Tau proteini eksikliği de görülür. Tau proteini eksikliği, APP'nin membran trafiğinde bozulmaya ve demir iletimi-boşaltımının düşük seviyelerde yapılmasına neden olur (Zhang ve ark. 2011; Abdel ve ark. 2015). Ayrıca Parkinson hastalığında CP aktivitesinde ciddi azalma söz konusudur ve bu durum da yine demir atılımının yeterli seviyede olmaması ile ilişkilidir. Sonuç olarak demir birikimine neden olmaktadır. Takiben artan ROT miktarı hücrel oksidatif strese yol açmaktadır ve Parkinson hastalığı için risk teşkil etmektedir (Abdel ve ark. 2015).

Parkinson hastalarında substantia nigra, gliada, putamen ve globus pallidus nöronlarında demir artışı ve substantia nigra ferritin yüklü mikroglia hücrelerinin

fazla olduğu bilinmektedir. Bu fazlalık nöromelanin ve ferritin gibi komplekslerin demir tamponlama kapasitesini aşmakta ve nörotoksositeye neden olmaktadır (Zhang ve ark. 2011). Yapılan çalışmalar bu bölgelerdeki demir konsantrasyonlarının hastalık şiddeti ile artış gösterdiğini belirlemiştir. Bu bölgelerdeki demir birikiminin nedeni belirsiz olmakla beraber kan-beyin bariyerinin artmış geçirgenliği veya disfonksiyonu, artan proinflamatuvar durum, nöronlarda ve damarlarda laktoferrin reseptörlerinde artış, dopamin nöronlarında artan DMT1 ifadesi, transferrin-TfR2 ile değiştirilmiş demir taşınması ve bağlanması ile ilgili genlerdeki mutasyonlar olduğu düşünülmektedir (Guerreiro ve ark. 2006)

Demir ve Dopamin Oksidasyonu

Dopamin, ferrik demirin varlığında dopamin kinonlarını üretmek için oksidasyona uğramaktadır. Nörotoksik etki ile dopaminerjik nöronların dejenerasyonuna neden olmaktadır. Dopamin oksidasyonu demir elementi dışında bakır ve manganez ile de yönetilebilmektedir. Bunların dışında oksijen ve inorganik reaktifler de dopamin için yönetici faktörlerdir (Abeliovich ve Gitle, 2016). Demir ile kolaylaştırılmış dopamin oksidasyonu mitokondriyal fonksiyonları olumsuz yönde etkilemektedir. Bu fonksiyonlar arasında kompleks I ve III bulunmaktadır. Bu bozulma sonucu ATP sentezinde de aksamalar gerçekleşmekte ve akut hücre ölümleri olabilmektedir. Aynı zamanda dopamin oksidasyonu, Fenton ve Haber-Weiss reaksiyonları ile oluşan ROT üretimine ve oksidatif strese katkıda bulunur. Ek olarak demir kaynaklı dopamin oksidasyonu; lipid peroksidasyonuna ve DNA/protein bozulmalarına yol açabilmektedir (Abeyawardhane ve Lucas, 2019).

Çinko (Zn)

Kararlı katyon özelliği dolayısıyla redoks reaksiyonlarına katılmayan çinko, demirden sonra insan vücudunda en bol bulunan ikinci eser elementtir (Kahraman, 2011). Yetişkin insan vücudu yaklaşık olarak 2,6 g çinko içerir. Çinkonun yaklaşık %60'ı iskelet kasında, %30'u kemikte, %5'i karaciğer ve ciltte, kalan %2-3'ü diğer dokularda depolanır. Sağlıklı bireylerde plazma veya serum çinko seviyeleri 12 ile 16 µM arasında değişir (Wessells ve ark. 2010). Çinko, canlı için önem arz eden çeşitli yapısal ve işlevsel reaksiyonlarda görev almaktadır (Fukada ve ark. 2011; Hara ve ark. 2017).

İnsan çinko homeostazı için ana düzenleyici mekanizmalar, ince bağırsak bölümlerinden duodenum ve jejunumdan emilim ve dışkı ile atılımdır (King ve ark. 2001; Wang ve ark. 2001). İnsan vücudunda çinko depolanmadığı için günlük olarak diyetle alınması zorunludur (Gibson ve ark. 2016).

Hücrel çinko havuzu proteinlere bağlanan, veziküllerde depolanan ve sitoplazmik serbest çinkodan oluşmaktadır. Veziküllerde depolanan çinko, sadece küçük molekül ligandlar ile kompleks oluşturur. Bu çinko türü ya hücre içinden geçerek yeniden dağıtmakta ya da sinyal molekülü olarak görev yapmaktadır. Serbest çinko ise ya çinko taşıyıcı proteinler (ZIP ve ZnT) aracılığıyla veziküllere tutulmakta ya da metalotiyonin proteinlerine bağlanmaktadır. Sitoplazmik serbest çinko konsantrasyonu sıkı şekilde düzenlenmekte ve çok düşük seviyelerde tutulmaktadır (Colvin ve ark. 2010). Metalotiyonin, hücrelere absorbe edilen çinkoyu bağlayarak enterosit çinko homeostazının düzenlenmesinde önemli rol oynamaktadır (Hinskens ve ark. 2000).

Beyindeki Çinko Homeostazi

Çinko elementi, beyinde metaloproteinlere veya enzimlere bağlı olarak beyinde hipokampus, amigdala, serebral korteks, talamusta bulunmaktadır. Toplam çinkonun yaklaşık %10'u ise, glutamaterjik uyarıcı nöronların presinaptik veziküllerinde serbest çinko iyonları (Zn^{+2}) olarak depolanmaktadır. Nöronal uyarım sırasında şelatlanabilmekte ve glutamat ile veziküllerden sinaptik boşluklara salgılanmaktadır. Sinaptik esneklik, hafıza ve bilgi işleme için gerekli olan salgılanan çinko, NMDA-tipi glutamat reseptörlerine, amino-3-hidroksi-5-metil-4-izoksazolpropiyonik asit (AMPA)-tipi glutamat reseptörlerine, GABA reseptörlerine ve glisin reseptörlerine bağlanarak beynin genel uyarılabilirliğini düzenlemektedir (Sensi ve ark. 2011).

Salgılanan Zn^{+2} 'nin nöromodülatör görevinin yanı sıra nöral inhibisyona neden olduğu da gösterilmiştir. Çinko, sinaptik boşluklarda yayılarak komşu sinapsların aktivitesini modüle edebilmekte ve lateral inhibisyona neden olabilmektedir (Wang ve ark. 2011).

Çinko ve Parkinson Hastalığı

Çinkonun hem fazlalığı hem de eksikliği Parkinson hastalığı için etkili bir durumdur. Parkinson hastalarının plazmasında ve beyin omurilik sıvısında (BOS) bulunan çinko seviyelerinin değişikliği çeşitli şekillerde araştırılmıştır (Zhao ve ark. 2013). Parkinson hastalığı ile ilişkili dopaminerjik nörodejenerasyonda fazla miktarda Zn^{+2} iyonunun bulunduğu belirlenmiştir. Çinko maruziyeti Parkinson için risk faktörü olarak tanımlanmıştır ve ölüm sonrası çalışmalarda hastaların substantia nigrasında aşırı çinko birikimi olduğu gözlemlenmiştir. Substantia nigradaki bu Zn^{+2} birikimin nedeni tam olarak anlaşılmamakla beraber, muhtemelen Zn^{+2} 'yi uzaklaştıracak mekanizmalarda fonksiyon kaybı olduğu düşünülmektedir (Genoud ve ark. 2017).

Endojen kaynaklı Zn^{+2} 'nin de Parkinson üzerinde önemli etkilerinin olduğu bilinmektedir. Hücre içi Zn^{+2} iyonu, antioksidan enzimlerin aktivitesini ve sinyal yollarını etkileyerek oksidatif strese karşı korunmada etkilidir. Ancak yüksek miktarda Zn^{+2} varlığı hücre içi oksidatif stresi ve sinyal iletiminde sinaptik işlev bozukluğunu tetiklemektedir (Sikora Ouagazzal, 2021).

Çinko fazlalığının yanı sıra yapılan meta analiz çalışmaları, sağlıklı kontrollere kıyasla Parkinson hastalarının serum, plazma ve BOS'taki çinko seviyelerinin daha düşük olduğunu göstermiştir (Adani ve ark. 2020). Düşük seviyelerde bulunan çinko ve Parkinson arasındaki ilişki, çinkonun antioksidan rolü ile açıklanabilmektedir. Çünkü bu element, oksidatif strese ve inflamasyona dirençte görevli süperoksit dismutaz, metalotiyoninler, interlökinler gibi enzim ve proteinler için gereklidir (Marreiro ve ark. 2017)

Ek olarak, Parkinson hastalığının en yaygın genetik nedenlerinden biri PARK2 genidir. Çinko eksikliğinin, çinko bağlama alanlarına sahip olan PARK2 proteininde işlev bozukluğuna yol açtığı belirlenmiştir. Çinko eksikliği durumunda protein üç boyutlu yapısında konformasyonel değişiklikler ve dolayısıyla fonksiyon kaybı görülmektedir (Hristova ve ark. 2009)

SONUÇ

Eser elementler, insan sağlığı ve sağlığın devamı için büyük önem arz etmektedir. Çeşitli fizyolojik fonksiyonlar için varlıkları elzem olmasının yanı sıra, yüksek seviyelerde ise toksik özellik göstermektedirler. Bu sebeple sağlığın devamı için homeostazları kritik öneme sahiptir.

Homeostazın sağlanmasında temel görevli mekanizma emilim ve atımdır. Bakır ve çinko elementleri incelendiğinde, emilimden sonra bu elementler ya dönüştürülerek vücuda geri kazandırılmakta ya da vücuttan atılmaktadır. Demir ise, atılım mekanizması bulunmadığı dolayısıyla dönüştürülerek çeşitli fizyolojik yollarda tekrar kullanılmaktadır.

Cu, Fe ve Zn elementleri; oksijen taşınması, DNA sentezi, mitokondriyal solunum, miyelin sentezi, nörotransmitter sentezi ve metabolizması, nöronal uyarılarda gibi birçok temel biyolojik süreçte rol oynamaktadır. Fakat yaşlanmaya bağlı bozulan beyin homeostazları çeşitli nörolojik hastalıklara neden olabilmektedir. Bu hastalıklardan biri de Parkinson hastalığıdır. Günümüzde Parkinson hastalığının nedeni henüz net olarak aydınlatılamamış olmakla beraber, eser metal elementlerin homeostazlarının bozulması ile toksik özellik göstermeleri Parkinson hastalığının nedenleri arasında olduğu bilinmektedir.

Parkinson hastalığının oluşum yollarını nasıl etkiledikleri henüz aydınlatılmayan bu elementler ile ilgili yapılan çalışmaların artırılması hastalığın oluşumunun ve tedavi yöntemlerinin geliştirilmesine olanak sağlayacağı düşünülmektedir.

KAYNAKLAR

- Abdel-Moneim, A. M., Al-Kahtani, M. A., El-Kersh, M. A., Al-Omar, M. A. (2015). Free radical-scavenging, anti-inflammatory/anti-fibrotic and hepatoprotective actions of taurine and silymarin against CCl₄ induced rat liver damage. *PLoS One*, 10(12):e0144509. doi: 10.1371/journal.pone.0144509.
- Abeliovich, A., Gitler, A. D. (2016). Defects in trafficking bridge Parkinson's disease pathology and genetics. *Nature*, 539(7628), 207–216. doi: 10.1038/nature20414.
- Abeyawardhane, D. L., Lucas, H. R. (2019). Iron redox chemistry and implications in the Parkinson's Disease brain. *Oxid Med Cell Longev*, 4609702. doi: 10.1155/2019/4609702.
- Adalı, A., Yirün, A., Kocer Gumusel, B., Erkekoğlu, P. (2019). The possible effects of chemical agents on the development of Alzheimer's disease. *Journal of Literature Pharmacy Sciences*, 8(3), 214-224. doi. 10.5336/pharmsci.2019-65605
- Adani, G., Filippini, T., Michalke, B., Vinceti, M. (2020). Selenium and other trace elements in the etiology of Parkinson's disease: A systematic review and meta-analysis of case-control studies. *Neuroepidemiology*, 54(1), 1-23. doi: 10.1159/000502357.
- Aslan, S. N., Karahalil, B. (2019). Oksidatif stres ve Parkinson hastalığı. *Ankara Ecz. Fak. Derg*, 43(1): 94-116. doi: 10.33483/jfpau.519964.
- Atasever Arslan, B., Arslan, E. F., Satici, I., Yanik, A., Kusoglu Gultekin, S. (2021). Protective effects of Folic acid and Vitamin C against iron overload at the in

- vitro blood-brain barrier. *International Journal of Life Sciences and Biotechnology*, 4(3), 353-359. doi: 10.38001/ijlsb.886008
- Bandmann, O., Weiss, K. H., Kaler, S. G. (2015). Wilson's disease and other neurological copper disorders. *Lancet Neurol*, 14(1), 103-113. doi: 10.1016/S1474-4422(14)70190-5.
- Barnham, K. J., Bush, A. I. (2008). Metals in Alzheimer's and Parkinson's diseases. *Curr Opin Chem Biol*, 12, 222–228. doi: 10.1016/j.cbpa.2008.02.019.
- Başol, G., Barutçuoğlu, B., Bozdemir, A. E. (2007). Demir homeostazının yeni düzenleyicisi hepsidin. *Türk Klinik Biyokimya Derg*, 5(3), 117-125.
- Belaidi, A. A., Bush, A. I. (2015). Iron neurochemistry in Alzheimer's disease and Parkinson's disease: targets for therapeutics. *J Neurochem*, 1, 179-197. doi:10.1111/jnc.13425
- Blesa, J., Trigo-Damas, I., Quiroga-Varela, A., Jackson-Lewis, V. R. (2015). Oxidative stress and Parkinson's disease. *Front Neuroanat*, 9, 91. doi: 10.3389/fnana.2015.00091
- Bisaglia, M., Bubacco, L. (2020). Copper ions and Parkinson's disease: Why is homeostasis so relevant? *Biomolecules*, 10(2), 195. doi:10.3390/biom10020195.
- Bisaglia, M., Filograna, R., Beltramini, M., Bubacco, L. (2014). Are dopamine derivatives implicated in the pathogenesis of Parkinson's disease? *Ageing Res Rev*, 13, 107-114. doi: 10.1016/j.arr.2013.12.009.
- Cabrera, A., Alonzo, E., Sauble, E., Chu, Y. L., Nguyen, D., Linder, M. C., Sato, D. S., Mason, A. Z. (2008). Copper binding components of blood plasma and organs, and their responses to influx of large doses of ⁶⁵Cu, in the mouse. *Biomaterials*, 21(5), 525-43. doi: 10.1007/s10534-008-9139-6.
- Colvin, R. A., Holmes, W. R., Fontaine, C. P., Maret, W. (2010). Cytosolic zinc buffering and muffling: their role in intracellular zinc homeostasis. *Metallomics*, 2(5), 306–317. doi: 10.1039/b926662c.
- Członkowska, A., Litwin, T., Dusek, P., Ferenci, P., Lutsenko, S., Medici, V., Rybakowski, J. K., Weiss, K. H., Schilsky, M. L. (2018). Wilson disease. *Nat Rev Dis Primers*, 6, 4(1), 21. doi: 10.1038/s41572-018-0018-3.
- Davies, K. M., Bohic, S., Carmona, A., Ortega, R., Cottam, V., Hare, D. J., Finberg, J. P., Reyes, S., Halliday, G. M., Mercer, J. F., Double, K. L. (2014). Copper pathology in vulnerable brain regions in Parkinson's disease. *Neurobiol Aging*, 35(4), 858-66. doi: 10.1016/j.neurobiolaging.2013.09.034.
- De Lazzari, F., Bubacco, L., Whitworth, A. J., Bisaglia, M. (2018). Superoxide Radical Dismutation as New Therapeutic Strategy in Parkinson's Disease. *Aging Dis*, 9(4), 716-728. doi: 10.14336/AD.2017.1018.
- Dixon, S. J., Lemberg, K. M., Lamprecht, M. R., Skouta, R., Zaitsev, E. M., Gleason, C. E., Patel, D. N., Bauer, A. J., Cantley, A. M., Yang, W. S., Morrison, B., Stockwell, B. R. (2012). Ferroptosis: an iron-dependent form of nonapoptotic cell death. *Cell*, 149(5), 1060-1072. doi: 10.1016/j.cell.2012.03.042.
- Fukada, T., Yamasaki, S., Nishida, K., Murakami, M., Hirano, T. (2011). Zinc homeostasis and signaling in health and diseases: Zinc signaling. *J Biol Inorg Chem*, 16(7), 1123-34. doi: 10.1007/s00775-011-0797-4.
- Gao, H. M., Hong, J. S. (2008). Why neurodegenerative diseases are progressive: uncontrolled inflammation drives disease progression. *Trends in Immunology*, 29(8), 357-365. doi: 10.1016/j.it.2008.05.002.

- Genoud, S., Roberts, B. R., Gunn, A. P., Halliday, G. M., Lewis, S. J. G., Ball, H. J., Hare, D. J., Double, K. L. (2017). Subcellular compartmentalisation of copper, iron, manganese, and zinc in the Parkinson's disease brain. *Metallomics*, 9(10), 1447-1455. doi: 10.1039/c7mt00244k.
- Gibson, R.S., King, J.C., Lowe, N. (2016). A review of dietary zinc recommendations. *Food Nutr Bull*, 37(4), 443-460. doi: 10.1177/0379572116652252.
- Guerreiro, R. J., Bras, J. M., Santana, I., Janeiro, C., Santiago, B., Morgadinho, A. S., Ribeiro, M. H., Hardy, J., Singleton, A., Oliveira, C. (2006). Association of HFE common mutations with Parkinson's disease, Alzheimer's disease and mild cognitive impairment in a Portuguese cohort. *BMC Neurol*, 6, 24. doi: 10.1186/1471-2377-6-24.
- Guindi, M. (2019). Wilson disease. *Seminars in Diagnostic Pathology*, 36(6), 415-422. doi.org/10.1053/j.semdp.2019.07.008.
- Hara, T., Takeda, T. A., Takagishi, T., Fukue, K., Kambe, T., Fukada, T. (2017). Physiological roles of zinc transporters: molecular and genetic importance in zinc homeostasis. *J Physiol Sci*, 67(2), 283-301. doi: 10.1007/s12576-017-0521-4.
- Hentze, M. W., Muckenthaler, M. U., Galy, B., Camaschella, C. (2010). Two to tango: Regulation of mammalian iron metabolism. *Cell*, 142(1), 24-38.
- Hinskens, B., Philcox, J. C., Coyle, P., Rofe, A. M. (2000). Increased zinc absorption but not secretion in the small intestine of metallothionein-null mice. *Biological Trace Element Research*, 78, 231-40. doi: 10.1385/BTER:78:1-3:231.
- Hristova, V. A., Beasley, S. A., Rylett, R. J., Shaw, G. S. (2009). Identification of a novel Zn²⁺-binding domain in the autosomal recessive juvenile Parkinson-related E3 ligase parkin. *J Biol Chem*, 284(22), 14978-86. doi: 10.1074/jbc.M808700200.
- Kahraman, Ö. (2011). Süt ve süt ürünlerinin çinko ile zenginleştirilmesine ilişkin yaklaşımlar. *Gıda*, 36 (4), 241-248.
- Kalia, L. V., Lang, A. E. (2015). Parkinson's disease. *Lancet*, 386(9996), 896-912. doi:10.1016/S0140-6736(14)61393-3.
- King, J. C., Shames, D. M., Lowe, N. M., Woodhouse, L. R., Sutherland, B., Abrams, S. A., Turnlund, J. R., Jackson, M. J. (2001). Effect of acute zinc depletion on zinc homeostasis and plasma zinc kinetics in men. *Am J Clin Nutr*, 74(1), 116-124. doi: 10.1093/ajcn/74.1.116.
- Kim, M. J., Oh, S. B., Kim, J., Kim, K., Ryu, H. S., Kim, M. S., Ayton, S., Bush, A. I., Lee, J. Y., Chung, S. J. (2018). Association of metals with the risk and clinical characteristics of Parkinson's disease. *Parkinsonism & Related Disorders*, 55, 117-121. doi: 10.1016/j.parkreldis.2018.05.022
- Marreiro, D. N., Cruz, K. J. C., Morais, J. B. S., Beserra, J. B., Severo, J. S., Oliveira, A. R. S. (2017). Zinc and oxidative stress: current mechanisms. *Antioxidants (Basel)*, 6(2), 24. doi: 10.3390/antiox6020024.
- McGee, T. P., Houston, C. M., Brickley, S. G. (2013). Copper block of extrasynaptic GABA_A receptors in the mature cerebellum and striatum. *J Neurosci*, 33(33), 13431-5. doi: 10.1523/JNEUROSCI.1908-13.2013
- Nargund, S., Qiu, J., Goudar, C. T. (2015). Elucidating the role of copper in CHO cell energy metabolism using (13)C metabolic flux analysis. *Biotechnol Prog*, 31(5), 1179-86. doi: 10.1002/btpr.2131.

- Nevitt, T., Ohrvik, H., Thiele, D. J. (2012). Charting the travels of copper in eukaryotes from yeast to mammals. *Biochim Biophys Acta*, 1823, 1580–1593. doi: 10.1016/j.bbamcr.2012.02.011.
- Özbolat, G., Tuli, A. (2016). Ağır metal toksisitesinin insan sağlığına etkileri. *Arşiv Kaynak Tarama Dergisi*, 25(4), 502-521. doi:10.17827/aktd.253562.
- Sensi, S. L., Paoletti, P., Koh, J. Y., Aizenman, E., Bush, A. I., Hershfinkel, M. (2011). The neurophysiology and pathology of brain zinc. *J Neurosci*, 31(45), 16076-85. doi: 10.1523/JNEUROSCI.3454-11.2011.
- Sikora, J., Ouagazzal, A. M. (2021). Synaptic zinc: an emerging player in Parkinson's disease. *Int J Mol Sci*, 22(9), 4724. doi: 10.3390/ijms22094724.
- Tunç, B. (2008). Çocuklarda demir eksikliği anemisi. *Türkiye Çocuk Hast Derg*, 2(2), 43-57.
- Tunçel, F. C., Atasever Arslan, B. (2019). Parkinson hastalığında alfa sinüklein fibrillerinin aksonal transportu. *The Journal Of Neurobehavioral Sciences*, 6(1), 62-66. doi: 10.5455/JNBS.1530369473
- Wessells, K. R., Jorgensen, J. M. Hess, S. Y., Woodhouse, L. R., Peerson, J. M., Brown, K. H. (2010). Plasma zinc concentration responds rapidly to the initiation and discontinuation of short-term zinc supplementation in healthy men. *The Journal of Nutrition*, 140, 12, 2128–2133, <https://doi.org/10.3945/jn.110.122812>
- Xu, J., Jia, Z., Knutson, M. D., Leeuwenburgh, C. (2012). Impaired iron status in aging research. *Int J Mol Sci*, 13(2), 2368-86. doi: 10.3390/ijms13022368.
- Wang, X., Sommer, F. T., Hirsch, J. A. (2011). Inhibitory circuits for visual processing in thalamus. *Curr Opin Neurobiol*, 21 (5), 726-33. doi: 10.1016/j.conb.2011.06.004
- Wallace, D. F. (2016). The regulation of iron absorption and homeostasis. *Clin Biochem Rev*, 37(2), 51-62.
- Yang, W., Nagasawa, K., Münch, C., Xu, Y., Satterstrom, K., Jeong, S., Hayes, S. D., Jedrychowski, M. P., Vyas, F. S., Zaganjor, E., Guarani, V., Ringel, A. E., Gygi, S. P., Harper, J. W., Haigis, M. C. (2016). Mitochondrial sirtuin network reveals dynamic SIRT3-dependent deacetylation in response to membrane depolarization. *Cell*, 167(4), 985-1000. doi: 10.1016/j.cell.2016.10.016.
- Zecca, L., Bellei, C., Costi, P., Albertini, A., Monzani, E., Casella, L., Gallorini, M., Bergamaschi, L., Moscatelli, A., Turro, N. J., Eisner, M., Crippa, P. R., Ito, S., Wakamatsu, K., Bush, W. D., Ward, W. C., Simon, J. D., Zucca, F. A. (2008). New melanic pigments in the human brain that accumulate in aging and block environmental toxic metals. *Proc Natl Acad Sci USA*, 105 (45): 17567-72. doi: 10.1073/pnas.0808768105.
- Zhang, W., Phillips, K., Wielgus, A. R., Liu, J., Albertini, A., Zucca, F. A., Faust, R., Qian, S. Y., Miller, D. S., Chignell, C. F., Wilson, B., Jackson-Lewis, V., Przedborski, S., Joset, D., Loike, J., Hong, J. S., Sulzer, D., Zecca, L. (2011). Neuromelanin activates microglia and induces degeneration of dopaminergic neurons: Implications for progression of Parkinson's disease. *Neurotox Res*, 19(1), 63–72. doi: 10.1007/s12640-009-9140-z
- Zhao, H. W., Lin, J., Wang, X. B., Cheng, X., Wang, J. Y., Hu, B. L., Zhang, Y., Zhang, X., Zhu, J. H. (2013). Assessing plasma levels of selenium, copper, iron and zinc in patients of Parkinson's disease. *PLoS One*, 8(12), e83060. doi: 10.1371/journal.pone.0083060

***Iris zagrica* subsp. *zagrica* (Iridaceae); A New Record Locality for the Flora of North Iraq**

Mehmet Fırat

Van Yüzüncü Yıl University, Faculty of Education, Department of Biology, TR-65080 Van, Turkey.

email: kuyucak65@yahoo.com

DOI:

Geliş tarihi/Received:23/11/2022

Kabul tarihi/Accepted:28/11/2022

Abstract

Iris zagrica B.Mathew & Zarrei subsp. *zagrica* (Iridaceae), a new record for the flora of North Iraq, is collected in Şêrwan region province, North Iraq. It was previously known from Turkey and Iran, with the type specimen of the species from Iran. The distribution locality in North Iraq is given for the first time in this study. Locality information was not recorded for North Iraq, in here the first time recorded. Morphological description, photographs and distribution map of the new record are presented.

Keywords: *Iris zagrica*, Iraq, new record, *Hermodactyloides*, Monocots.

INTRODUCTION

Iridaceae Juss. includes more than 60 genera and about 800 species (Goldblatt and Manning 2008) widely distributed in tropical, subtropical and temperate regions, and is especially numerous in Africa, south of the Sahara, the eastern Mediterranean, western and eastern Asia, and Central and South America (Takhtajan, 2009). According to The Plant List (2012), the genus *Iris* includes about 400 species currently accepted.

During floristic surveys of in Barzan region province in march 2020 and 2021, author collected specimens of one unidentified species from *Iris* subgenus *Hermodactyloides* Spach, which were examined using a wide range of literature (e.g. Fedchenko, 1935; Fırat 2012, 2013, 2016, 2017; Güner and Peşmen 1980; Mathew, 1984; Wendelbo and Mathew 1975; Wendelbo, 1985). At first glance, because of the similarities in plant height, leaf number, flower number, and length of perianth tube, the plants seemed similar to *Iris zagrica* Mathew & Zarrei (2008/2009). However, comparison of those unidentified plants with material of both *I. zagrica* and the related species *I. reticulata* M.Bieb. in Turkey revealed remarkable morphological differences allowing easy separation.

Furthermore, a detailed description, ecological data, illustrations, distribution maps, and vernacular names are given.

MATERIALS AND METHODS

Images of the living material were taken with a Sony DSCR1 digital camera. Geographical positions were identified using a Magellan eXplorist 710 GPS. This new record, which is present in Barzan region, (Fig. 1). A total of 10 herbarium specimens of the new species were collected from three adjacent localities and deposited in the

herbaria VAND (acronyms according to Thiers, 2022), and in the personal herbarium of the author (Herb. Fırat).

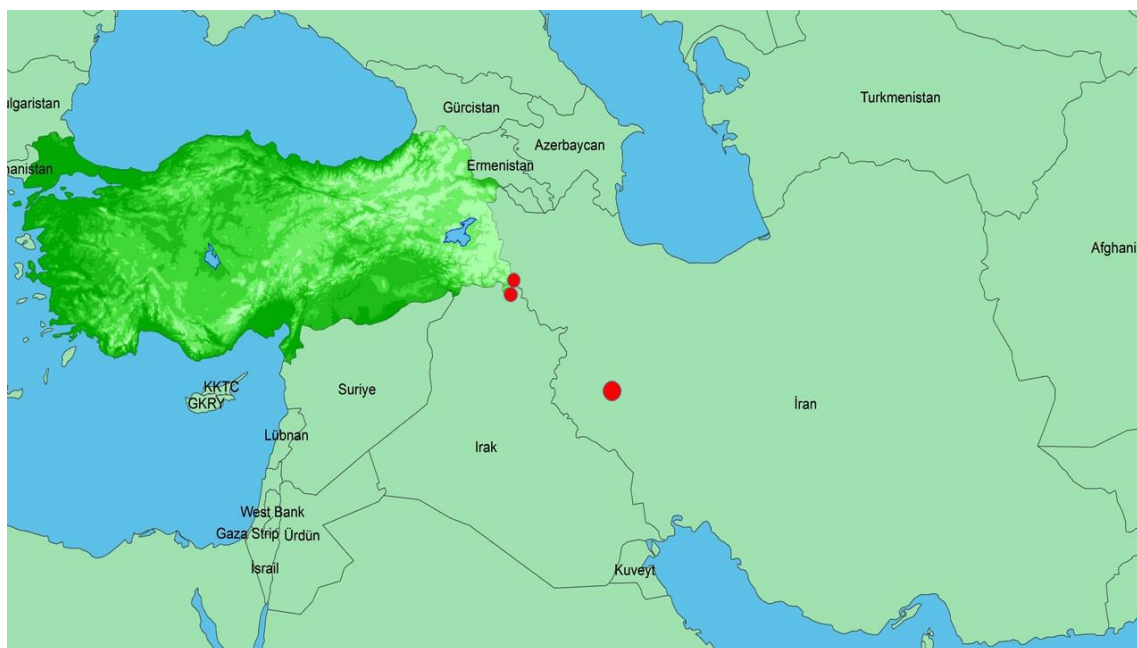


Figure 1. Distribution map of *Iris zagrica* subsp. *zagrica* (marked red) in the World

RESULTS AND DISCUSSION

Iris zagrica B.Mathew & Zarrei subsp. *zagrica*. Bull. Brit. Iris Soc. Spec. Group 2008/9: 23 (plates 10-11) (2009). (Figs. 2–3)

Type: Iran, Zirreh Pass, 38 km east of Khorramabad, 1950 m, May 8, 1962, P. Furse 1864, cult. B. Mathew February 25, 1970 (holotype K!).

Description: Plant 20–30 cm tall at flowering time. *Bulb* 2–4 cm × 1.5–2.0 cm, ovoid; outer tunics netted, especially at apex; inner tunics membranous, splitting longitudinally into fibres, slightly netted at apex. *Leaves* usually two (rarely one), each subtended by a membranous semi-transparent, green-veined, mainly subterranean sheath with only the tip visible; lamina quadrangular in section, grey-green, glabrous, 2–4 mm wide, 18–29 cm long at flowering time, elongat to 30–55 cm long at fruiting time; apex acuminate, whitish. *Inflorescence* one-flowered; pedicel 2.5–3.0 cm long, raising the ovary to just above ground level, merging almost imperceptibly with the slender ovary; bracts and bracteoles anequal, bract narrowly cylindrical, closely sheathing the ovary and its beak, rigid, 9–12 cm long; bracteole narrowly cylindrical for most of its length, wholly enclosed within the bract, rigid; ovary green, 10–14 mm long, extended gradually into a long beak (which has the appearance of a perianth tube) c. 2.7–3.3 cm long. *Flower* articulated at its base, separating from the beak of the ovary after anthesis; perianth tube cupuliform, 3–4 mm long, 2–3 mm wide; *outer perianth segments* (falls) narrowly obovate, 3.5–4.5 cm long, 8–10 mm wide across the lamina tapering to 3 mm at base of haft, obtuse, whitish or pale blue, semi-transparent, flushed green and conspicuously streaked purple, lamina dark purple with a median, triangular, yellow-green low ridge,

papillose and the papillae extending along the median vein towards the base of the haft; *inner perianth segments* (standards) erect, very narrowly oblanceolate, 3.7–4.7 cm long, 4–7 mm wide at widest point, obtuse or subacute, dark violet; *style branches* narrowly cuneate, 3.4–3.6 cm long, 5–7 mm wide at apex, splitting into two sharply reflexed or curled lobes, ±lobes triangular, acute, 8–11 mm long, 2–3 mm wide at base; stigma bilobed, the lobes obtuse or rounded, erose; stamens 21–24 mm long; filaments 10–12 mm long, flattened, c. 1 mm wide, narrowing at apex, white streaked purple; anthers linear, 11–12 mm long, 2 mm wide, violet with yellowish pollen. *Capsule* carried above ground level at maturity, ovoid, 34–38 mm long, 10–15 mm wide with a slender beak 25–40 mm long; *seeds* subglobose, brown, c. 4–5 mm diameter. Chromosome number: $2n = 14$ (Firat, 2017, Table 1)



Figure 2. *Iris zagrica* subsp. *zagrica*. A) habit; B, C) flower; D, E) flower parts; F) habitat,

Phenology: Flowering in February to April.

Distribution: *Iris zagrica* subsp. *zagrica* is an element of the Irano-Turanian floristic region Iran, Turkey and Iraq (Fig. 1).

Vernacular name: *Iris zagrica* subsp. *zagrica* is called “Bilbilaze” in Kurdish by the local people of Şêrwan region province.

Habitat and ecology: *Iris zagrica* subsp. *zagrica* grows in on loose soil at c. 1100–1950 m, with other interesting plants such as *Bellevalia kurdistanica* and *Gagea confusa*, *Lamium amplexicaule*, *Poa* sp.

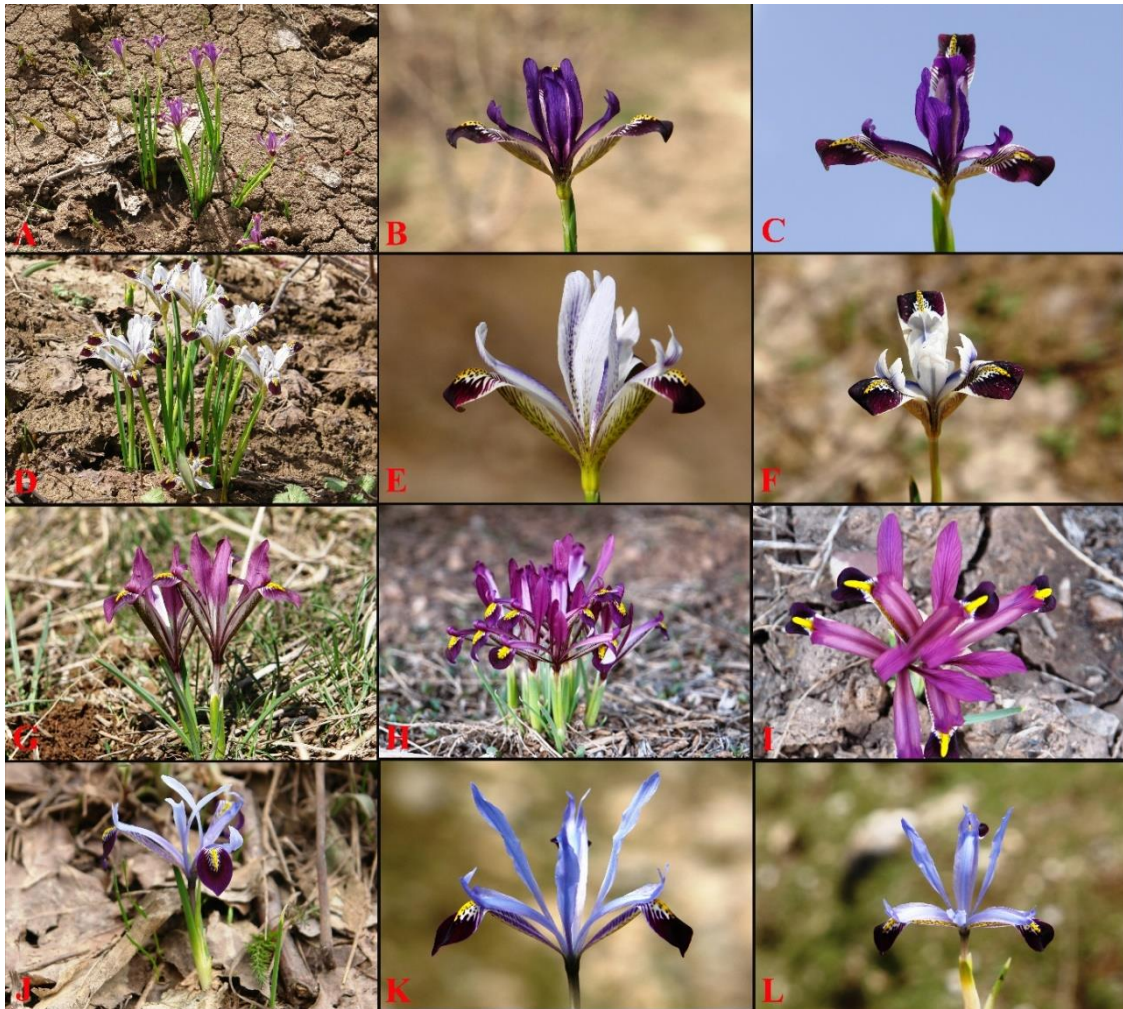


Figure 3. *Iris zagrica* subsp. *hakkariensis*: A-C) general view and flowers. *Iris zagrica* subsp. *zagrica*: D-F) general view and flowers. *Iris reticulata* var. *kurdica*: G, H, I) general view and flowers; *Iris reticulata* var. *reticulata*: J-L) general view and flowers (Firat, 2017).

Other specimens examined:—*Iris zagrica* subsp. *zagrica*. North Iraq (Kurdistan), Erbil, Mergesor district, Şêrwan region, Hezil village, opening oak forest, 1104 m, 36°56'13" N, 44°15'42" E 14 March 2019, M. Firat 33759; Turkey. C10 Hakkâri: Şemdinli district, Balkaya mountain, opening oak forest, 1200 m, 4 April 2012, M. Firat

28482 (NGBB, Herb. M. Fırat), *Iris zagrica* subsp. *hakkariensis*. Turkey. C10 Hakkâri: Şemdinli district, from Cıyayê Govende (Güney Dağı) to Oremar (Dağlıca), on loose soil, 1543 m, 37°12'58" N, 44°16'55" E, in fruit, 24 June 2013, *M. Fırat 30011* (Herb. M. Fırat.—*Iris reticulata* var. *reticulata*. Turkey. C10 Hakkâri: Çukurca district, Bilêcan region, 1300 m, 7 April 2011, *M. Fırat 27325* (Herb. M. Fırat).—*Iris reticulata* var. *kurdica* Turkey. B9 Van: Başkale district, 27 km from Başkale to Hakkâri, 2600 m, 7 April 2011, *M. Fırat 27323* (Topotype, Herb. M. Fırat).

Comments

Iris zagrica subsp. *zagrica* belongs to subgenus *Hermodactyloides*. With the new record, the number of Iraqi *Iris* species amounts to 13, 2 belonging to subgenus *Hermodactyloides*. *I. zagrica* is distributed by two subspecies: *I. zagrica* subsp. *zagrica* (Iran, Turkey and Iraq), and *I. zagrica* subsp. *hakkariensis* (Turkey). The distribution locality in North Iraq is given for the first time in this study.

The detailed and natural photos of *I. zagrica* subsp. *zagrica*, *I. zagrica* subsp. *hakkariensis*, *I. reticulata* var. *reticulata* and *I. reticulata* var. *kurdica* were given for easy differentiation (Fig. 3).

Table 1. Comparison of morphological characters of *I. zagrica* subsp. *hakkariensis*, *I. zagrica* subsp. *zagrica*, *I. reticulata* var. *reticulata* and *I. reticulata* var. *kurdica* (Fırat, 2017)

Morphological characters	<i>I. zagrica</i> subsp. <i>zagrica</i>	<i>I. zagrica</i> subsp. <i>hakkariensis</i>	<i>I. reticulata</i> var. <i>reticulata</i>	<i>I. reticulata</i> var. <i>kurdica</i>
Height of plant	15–25 cm	20–30 cm	7–15 cm	7–13 cm
Leaf size	c. 2 mm wide, 15–16 cm long at anthesis	2–4 mm wide, 18–29 cm long at flowering time, 30–55 cm long at fruiting time	2–5 cm wide, to 30 cm long at fruiting time	2–5 cm wide, to 25 cm long at fruiting time
Perianth tube	c. 3.0 cm long	2.7–3.3 cm long	4–7 cm long	4–6 cm long
Outer perianth segments	whitish or pale blue	purplish to violet	blue, violet or purple	violet or purple
Inner perianth segments	whitish or pale violet-blue	dark violet	blue, violet	blue, violet
Bract	7.0–9.0 cm long	9.0–12 cm long	5.0–7.0 cm long	4.5–6.0 cm long
Capsule	25–30 mm long	34–38 mm long	30–35 mm long	28–31 mm long
Chromosome number	unknown	2n = 14	2n = 20	unknown
Elevation	1200–2260 m	1543 m	600–2700 m	2600 m
Habitat	in humus-rich soil in open situations and beneath <i>Quercus brantii</i>	In loose soil in open forest area	in mountain grassland, stony slopes and in scrub, In <i>Quercus</i> scrub	in mountain grassland, stony slopes
Distribution	Iran, Iraq, Turkey	Turkey	N. Iraq, Iran, Transcaucasia	Turkey

Recently, Crespo *et al.* (2015) asserted that *I. zagrica* should be renamed as *Iridodictyum zagricum* (B.Mathew & Zarrei) M.B.Crespo, Mart.-Azorín & Mavrodiev in their monograph on the irises worldwide, in which *Iridodictyum* Rodionenko (1961) was accepted at the genus rank. However, as some professional botanists and author's points of view, the genus *Iris* is treated here in a wide sense to include *Iris*.

According to Majeed (2021) based ITS described a new section *Zagrica*. looking at the pictures I'm not sure the species is *Iris zagrica*. And, locality information was not recorded for North Iraq, in here the first time recorded.

REFERENCES

- Crespo, M. B., Martínez-Azorín, M. and Mavrodiev, E.V. (2015). A new comprehensive generic arrangement of the '*Iris sensu latissimo*' clade (Iridaceae), congruent with morphology and molecular data. *Phytotaxa* 232: 1–78.
<http://dx.doi.org/10.11646/phytotaxa.232.1.1>
- Fedchenko, B. A. (1935). *Iris* L. in: Komarov, V. L. (Ed.), *Flora of the USSR*, vol. 4. Academy of Sciences of the USSR, Moscow & Leningrad, pp. 390–438. (In Russian)
- Fırat, M. (2012). Hakkâri Dağlarından İki Yeni Bitki Kaydı. *Bağbahçe Dergisi* 41: 30–32.
- Fırat, M. (2013). *Ferhenga Navên Riwekên Bi Kurdî/Kürtçe Bitki Adları Sözlüğü/Dictionary of Plant Names in Kurdish*. Kalkan Ofset, Ankara, 652 pp.
- Fırat, M. (2016). *Iris koyuncui* (Iridaceae), a new species from Hakkâri province (Turkey) belonging to subgenus *Scorpiris*. *Phytotaxa* 263: 51–57.
<http://dx.doi.org/10.11646/phytotaxa.263.1.5>
- Fırat, M. (2017). *Iris zagrica* subsp. *hakkariensis* (Iridaceae), a new subspecies from Hakkâri province (Turkey) belonging to *I.* subgenus *Hermodactyloides*. *Phytotaxa* 305 (3): 209–216.
- Goldblatt, P. and Manning, J. C. (2008). *The iris family: Natural history and classification*. 290 pp., Portland Oregon, Timber Press.
- Güner, A. and Peşmen, H. (1980). Türkiye'nin bazı *Iris* L. türleri zerinde taksonomik bir çalışma. *Doğa Seri A*, 4: 25–37.
- Majeed, H. O. (2021). 'Molecular inference of subgenus *Hermodactyloides* Spach for vascular flora of Iraq', *Italus Hortus*, 28(3):36-48.
doi: 10.26353/j.itahort/2021.3.3648
- Mathew, B. (1984) *Iris* L. In: Davis, P.H. (Ed.) *Flora of Turkey and the East Aegean Islands*, vol. 8., pp. 382–410, Edinburgh, Edinburgh University Press.
- Mathew, B. and Zarrei, M. (2009). *Iris zagrica*: Curtis's Botanical Magazine. *Bulletin. The British Iris Society Species Group* 26(3): 245–252.
- Rodionenko, G. I. (1961). The genus *Iris* L. (Questions of morphology, biology, evolution and systematics). V.L. Komarov Botanical Institute, 222 pp. Academy of Sciences of the USSR, Leningrad, [In Russian, translated into English in 1987 by the British Iris Society of London]
- Takhtajan, A. (2009). *Flowering plants*. 871 pp, New York, Springer.
<http://dx.doi.org/10.1007/978-1-4020-9609-9>
- The Plant List (2012), www.theplantlist.org (accessed: 18 January 2022).

- Thiers, B. (2022). *Index Herbariorum: A global directory of public herbaria and associated staff*. New York Botanical Garden's Virtual Herbarium. Available from <http://sweetgum.nybg.org/ih/> (accessed: 6 January 2022).
- Wendelbo, P. (1985). *Iris L. in: Townsend, C. C. & Guest, E. (Eds.) Flora of Iraq*, vol. 8. pp. 235–251, Baghdad, Ministry of Agriculture.
- Wendelbo, P. and Mathew, B. (1975). *Iris L. in: Rechinger, K. H. (Ed.) Flora Iranica*, vol. 112, pp. 13–67, Graz, Akademische Druck- und Verlagsanstalt.

***Salvia kurdica* Boiss. & Hohen. ex Benth. ve *Salvia pachystachys* Trautv. Türlerinin Antioksidan Özellikleri ile Antibakteriyel Etkilerinin Belirlenmesi**

Mehmet Fidan¹, Süleyman Mesut Pınar², Mehmet Emre Erez^{3*}, Behcet İnal⁴

¹Siirt University, Faculty of Art and Science, Department of Biology, Siirt, TÜRKİYE

²Van Yüzüncü Yıl University, Faculty of Science, Department of Biology, Van, TÜRKİYE

³Van Yüzüncü Yıl University, Faculty of Science, Department of Molecular Biology and Genetics, Van, TÜRKİYE

⁴Siirt University, Agriculture Faculty, Department of Agricultural Biotechnology, Siirt, TÜRKİYE

*e mail : emreerez@hotmail.com

DOI: 10.57244/dfbd.1222781

Geliş tarihi/Received:22/12/2022

Kabul tarihi/Accepted:28/12/2022

Özet

Bu çalışmada *Salvia kurdica* ve *Salvia pachystachys* türlerinin su ve etanol ekstraktlarının toplam fenolik, toplam flavonoid içerikleri ile DPPH, FRAP ve demir şelatlama aktiviteleri araştırılmıştır. Ayrıca ekstraktların antimikrobiyal aktiviteleri de çalışılmıştır. *S. kurdica*, Cudi Dağı'ndan (Şırnak) ve *S. pachystachys* Artos Dağı'ndan (Van) toplanmıştır. Araştırma sonucunda etanol ekstraktlarının, su ekstraktlarından daha yüksek aktivite gösterdiği tespit edilmiştir. Ayrıca *S. pachystachys* türünün *S. kurdica* türüne oranla çok daha yüksek fenolik ve flavonoid madde içerdiği hesaplanmıştır. Çalışılan türlerin yapılan antimikrobiyal testinde, çalışılan bakteriler açısından pozitif sonuçlar elde edilememiştir. Buna rağmen hem etken madde içerik konsantrasyonları hem de antioksidan kapasiteleri göz önünde bulundurulduğunda çalışılan iki *Salvia* türünün farmakolojik özelliklerinin bulunduğu ve değerlendirilmesi gerektiği sonucuna varılmıştır.

Anahtar Kelimeler: *Salvia*, Antioksidan, Total Fenolik, Antimikrobiyal

Determination of Antioxidant Properties and Antibacterial Effects of *Salvia kurdica* Boiss. & Hohen. ex Benth. and *Salvia pachystachys* Trautv. Species

Abstract

In this study, water and ethanol extracts of *Salvia kurdica* and *Salvia pachystachys* were investigated for total phenolic, total flavonoid contents, DPPH, FRAP and iron chelating activities. In addition, the antimicrobial activities of the extracts were also studied. *S. kurdica* was collected from Cudi Mountain (Şırnak) and *S. pachystachys* from Artos Mountain (Van). As a result of the research, it was determined that ethanol extracts showed higher activity than water extracts. In addition, it has been calculated that *S. pachystachys* contains much higher phenolic and flavonoid substances compared to *S. kurdica*. In the antimicrobial test of the studied species, positive results could not be obtained in terms of the studied bacteria. However, considering both active ingredient content concentrations and antioxidant capacities, it was determined that the two *Salvia* species studied had pharmacological properties and it was concluded that they should be evaluated.

Keywords: *Salvia*, Antioxidant, Total Phenolic, Antimicrobial

GİRİŞ

Lamiaceae familyası ilk kez 1789 yılında De Jussieu tarafından Labiatae olarak adlandırılmış, daha sonra 1836 yılında ise Lindley tarafından Lamiaceae olarak farklı bir adlandırma yapılmıştır (Greuter, 1988; Hedge, 1992). Lamiaceae (Ballıbabagiller) familyası, bir veya çok yıllık, aromatik, otsu, çalı veya ağacimsı yapıda çiçekli bitki ailesidir. Lamiaceae familyası içerdiği uçucu yağlardan dolayı tıpta ve parfümeride sıklıkla kullanılmaktadır. Yapraklarında, kokulu yağ salgılayan küçük salgı kesecikleri bulunur. Dolayısıyla başta nane, kekik, adaçayı ve lavanta olmak üzere bu familyaya ait çiçeklerin bol ıtırılı olduğu bilinmektedir. Başlı sekiz hücreli pul şeklindeki salgı tüyleri Lamiaceae familyaları için karakteristiktir (Baytop, 1996).

Salvia cinsinin ismi, çok eski zamanlarda şifalı bitki olarak tanınmaya başlayan, Latince “salvere”-“korumak” isminden türemiştir (Grieve, 1984). Bazı yörelerde acıelmaotu, dişotu, meryemiye, şalba, sultantacı, fatmanaotu, kürtreyhanı, çevlikotu, galabor adıyla da bilinir (Baytop, 2007). Dünyada *Salvia* cinsinin 900’ü aşkın türü bulunmaktadır. Ağırıklı olarak Orta Amerika, Güney Amerika ve Asya’da bulunur. Türkiye’de ise 106 taksona sahiptir ve bunlardan 58’i endemiktir (Güner ve ark. 2012).

Bitki kimyası araştırmaları *Salvia* türlerinin eterik uçucu yağlar (thujon % 30-50, %5-15 sineol, borneol, pinen, kafur %20-35), saponin, tanenler, glikozitler, fumarik asit, rosmarinik asit, flavonoidler (% 1-3 arası luteolin, apigenin vb.) (Topçu ve ark. 1995) ve diğer fenolik bileşiklerin (Lu ve Foo, 2002) yanı sıra, diterpenler (ferruginol, carnosic asit, carnosol gibi abietanlar) (Topçu, 2006; Topçu ve Ulubelen, 2007;), triterpenler (ursolik asit, oleanolic asit) (Topçu, 2006; Kahraman ve ark. 2010), östrojen benzeri maddeler ve reçineli bileşiklerce de zengin olduğunu göstermiştir (Kahraman ve ark. 2010).

Türk farmakopisine kayıtlı bitki sayısı ise 140 civarında olmasına rağmen, halk arasında tıbbi amaçlı kullanılan bitki sayısı çok daha fazladır (Yiğit ve Benli, 2005; Çenet ve Toroğlu, 2006). Neandertal insan kalıntıları yanında mezarda bulunan bitkiler, bitki-insan ilişkisinin başlangıcına ait ilk veri olarak kabul edilmektedir. 60 bin yıl öncesinden günümüze gelen ve bir şamana ait olduğu düşünülen bu mezarda, civanperçemi, kanarya otu, mor sümbül, gül hatmi, peygamber çiçeği ve efedra gibi bitki türlerinin bulunduğu tespit edilmiştir (Lewin, 2000; Heinrich ve ark. 2004; Faydaoğlu ve Sürücüoğlu, 2011; Fidan ve Karaismailoğlu, 2020).

Fasseas ve ark. (2007) adaçayı ve kekik ekstraktı uygulanmış etlerde her iki ekstraktın lipid oksidasyonunu azalttığını, ancak bu etkinin muhafaza sıcaklığına ve süresine bağlı olarak değişebileceğini bildirmişlerdir. Kahramanmaraş’tan elde edilen kurutulmuş misk adaçayının (*S. sclarea* L.) kloroform ekstresinin, aseton ekstresinden daha yüksek antioksidan aktiviteye sahip olduğu ve her iki ekstrenin de toplam antioksidan aktivitelerinin α - tokoferolden daha yüksek olduğu belirlenmiştir (Gülçin ve ark. 2004). Fenolik maddeler doğal antioksidanların en önemli gruplarını oluştururlar (Gray, 1978; Javonovic ve ark. 1994; Shahidi ve ark. 1992; Moure ve ark. 2001; Shahidi ve Nacz 1995).

Salvia türleri eski zamanlardan beri bütün dünyada soğuk algınlığı, bronşit, tüberküloz, menstrual bozukluklar ve sindirim bozukluklarından korunmak için kullanılmaktadır (B.H.M.A., 1983). Ayrıca antioksidan, antibakteriyel, antitümör, kardioaktif ve antidiyabetik özelliklerinden dolayı da kullanımı mevcuttur (Evans, 1989).

Yapılan çalışmada da iki farklı *Salvia* türünün (*S. kurdica* ve *S. pachystachys*) total madde içerikleri, antioksidan kapasiteleri ve antimikrobiyal etkileri araştırılmıştır.

MATERYAL VE YÖNTEM

Çalışma materyalini oluşturan *S. kurdica* ve *S. pachystachys* türleri uygun vejetasyon döneminde doğal yayılış alanları ziyaret edilerek bu alanlardan *S. kurdica* Şırnak-Silopi Cudi dağı Hessana köyünden (37° 20' 39" K, 42° 25' 37" D, 950 m) ve *S. pachystachys* Van-Gevaş Artos dağı (38° 15' 56" K, 43° 04' 17" D, 2160 m) zirvelerinden toplanmıştır. Toplanan örnekler Türkiye Florası kaynakları kullanılarak teşhisleri yapılmıştır. Her bir türün birer örneği Siirt Üniversitesi Herbaryumu'nda (SUFAF) herbaryum materyali şeklinde muhafaza altına alınmıştır.

Ekstraktların Hazırlanması

Doğal habitatından alınan bitki örneği gölgede kurutulduktan sonra toprak üstü kısımları blender ile öğütüldü. 4'er gr. steril cam şişelere aktararak üzerlerine 40 ml %80 etanol, diğerine ise 40 ml saf su ayrı ayrı eklendi. Ekstraktlar, 2 dk homojenizatör ve 3 dk sonikatore tabii tutulduktan sonra 12 saat boyunca oda sıcaklığında, çalkalayıcıda çalkalandı. Süre sonunda ekstraktlar filtre kâğıdından süzülerek, evaporatörde uçuruldu. Saf halde edilen bitki özütleri kendi çözümleri kullanılarak, 20 mg/ml olacak şekilde stok çözeltiler elde edildi. Analizler yapılana kadar stok çözeltiler +4 °C bekletildi.

Serbest Radikal (DPPH) Giderme Aktivitesi

Elde edilen stok ekstraktlardan, konsantrasyonları 1 mg/ml olacak şekilde çözeltiler hazırlandı. 1 ml numune üzerine 4 ml 0,01 mM DPPH eklenerek, 30 dk karanlıkta inkübasyona bırakıldı. 30dk sonunda 517 nm dalga boyunda absorbanları alındı.

$$\text{DPPH aktivitesi (\% inhibisyon)} = (A_K - A_I) / A_K \times 100$$

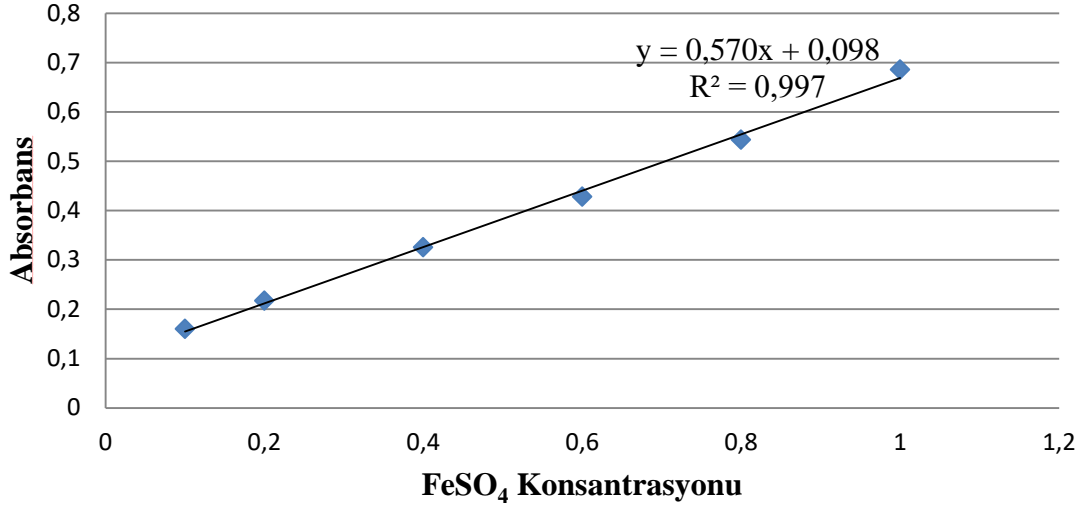
(A_K : Kontrol Absorbansı, A_I : Numune Absorbansı)

FRAP Aktivitesi

FRAP analizi Benzie ve Strain (1996) göre yapılmıştır. 100 µL ekstrakt üzerine 3 ml FRAP çözeltisi ilave edildi ve 6 dakika oda sıcaklığında inkübasyona bırakıldı.

FRAP solüsyonu; Sodyum asetat: 300 mM, pH 3.6; 10 mM TPTZ (2,4,6- Tris (2-pyridyl)-s- triazin), 20 mM ferrik klorit çözeltilerinin 10:1:1 oranında karıştırıldı.

Elde edilen FRAP değerlerinin karşılaştırılması amacı ile FeSO₄ (0,1-1 mM) çözeltisi kullanıldı ve 593 nm dalga boyunda okumaları alındı. Sonuçlar, her bir gram kuru ağırlığa karşılık gelen µM Fe⁺² olarak tanımlandı. Standart madde için 0,1-1 mM konsantrasyonda FeSO₄ kullanıldı.



Şekil 1. FRAP Standart Regresyon Eğrisi

Demir Şelatlama Aktivitesi

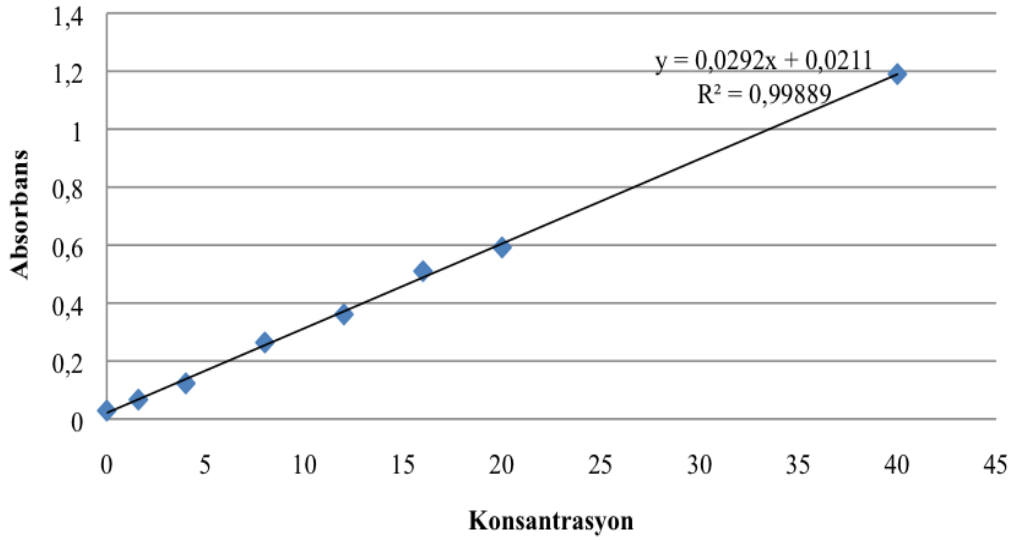
Bitki ekstraktlarının demir şelatlama aktiviteleri Dinis ve arkadaşları (1994) tarafından belirlenen metotla yapıldı. Bitki örneklerinin değişik konsantrasyonlarındaki (1-0,5-0,25 mg/ml) ekstraktlarının her birinden 500'er µl alınarak 1850 µl çözgen ilave edildi sonra 50 µl 2mM'lık FeCl₂ solüsyonuna eklendi son olarak 100 µl 5 mM'lık ferrozine (C₂₀H₁₃N₄NaO₆S₂) eklenerek reaksiyon başlatıldı. 10 dakika oda sıcaklığında bekledikten sonra 562 nm'de absorbans değerler okundu. Kontrol için 2350 µl çözgen üzerine 50 µl 2mM'lık FeCl₂ ve 100 µl 5 mM'lık ferrozine eklenerek hazırlandı. Yüzde inhibisyon formülü ile değerleri hesaplandı.

$$\text{Yüzde inhibisyon} = (AK - A1) / AK \times 100$$

(AK : Kontrol Absorbansı, A1 : Numune Absorbansı)

Toplam Fenolik İçerik

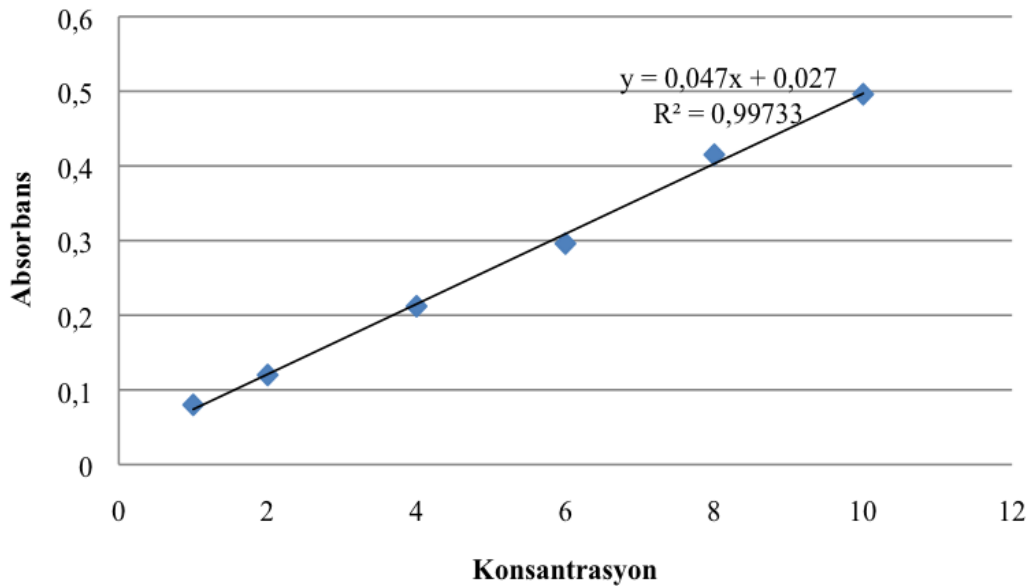
Bitki ekstraktlarının total fenolik bileşik tayini Folin-Ciocalteu reaktifi ile Slinkard ve Singleton (1977) metoduna göre yapıldı. Standart olarak gallik asit kullanıldı. 0.1 ml ekstrakt üzerine 1 ml Folin-Ciocalteu ilave edildi ve iyice çalkalandı. 3 dk sonra 1 ml % 6'lık Na₂CO₃ ilave edildi ve karışım aralıklı çalkalanma ile 1 saat bekletildi. Aynı prosedür gallik asit standartı (0,01-0,2 mM) içinde yapıldı Tüm absorbanslar 760 nm dalga boyunda ölçüldü. Standart olarak 0,01-0,2 mg/ml konsantrasyonda gallik asit çözeltisi kullanıldı. (Şekil 2).



Şekil 2. Gallik asit standart regresyon eğrisi

Toplam Flavonoid İçeriği

Total flavonoid içeriği Aluminyum klorit kolorimetrik yöntemle belirlendi. (Zhishen ve ark. 1999, Zou ve ark. 2004). 0,5 ml ekstrakt, 2 ml saf su ile seyreltildi. Üzerine 150 µl % 5'lik sodyum nitrat ilave edildi. 6 dakika sonra 150 µl % 10 aluminyum klorit ve 2 ml 1 M sodyum hidroksit eklenerek 15 dakika oda sıcaklığında bekletildi. Aynı prosedür Rutin standartı (0,1-1 mM) için de uygulandı ve regresyon eğrisi elde edildi. (Şekil 3) . Tüm absorbanslar 510 nm dalga boyunda okundu.



Şekil 3. Rutin standart regresyon eğrisi

Antibakteriyel Çalışma(Disk Difüzyon Metodu)

Bu metoda göre 5-6 mm'lik filtre disklere belirli konsantrasyonlardaki bitki ekstraları (0.5, 1, 2, 5, 10, 20 mg/ml) emdirildi ve üç farklı bakteri (*Escherichia coli.*, *Streptococcus agalactiae*, *Klebsiella pneumoniae*) ile inokule edilmiş petri kapları üzerine yerleştirildi. Bakteri türüne göre değişmekle birlikte, belirli bir süre inkübasyondan sonra oluşan inhibisyon zonu mm olarak ölçüldü (Azaz ve ark. 2004).

BULGULAR

FRAP Aktivitesi

Bitki ekstralarının FRAP aktiviteleri değerlendirildiğinde *S. pachystachys* etanol ekstresinin en yüksek aktivite gösterdiği tespit edildi. Bu durumun su ekstresi için de geçerli olduğu görüldü. Genel olarak bitkilerin etanol ekstralarının, su ekstralarına oranla daha yüksek aktivite gösterdikleri belirlendi. Ayrıca *S. pachystachys* bitkisinin, *S. kurdica* bitkisine oranla oldukça yüksek FRAP aktivitesi gösterdiği de tespit edildi (Tablo 1).

DPPH Aktivitesi

DPPH aktivitesi bitki ekstralarının antioksidan özelliklerinin belirlenmesinde kullanılan genel bir testtir. Yapılan DPPH analizinde etanol ekstralarının su ekstralarına göre daha yüksek inhibisyon gösterdikleri tespit edildi. DPPH aktiviteleri azalan konsantrasyona göre değerlendirildiğinde, *S. pachystachys* bitkisinin 0,1 mg/ml konsantrasyonda dahi % 78,96 inhibisyon aktivitesi gösterebildiği fark edildi. Aynı durum bitkinin su ekstresi için de olduğu fark edildi (Tablo 1).

Demir Şelatlama Aktivitesi

Numunelerin demir şelatlama aktiviteleri incelendiğinde ise diğer antioksidan çalışmalarında farklı etkiler elde edildiği görüldü. Su ekstralarına ait numuneler etanol ekstralarına oranla daha yüksek demir şelatlama aktivitesi gösterdi. En yüksek aktivitenin % 80,92 ile *S. kurdica* bitkisine ait su ekstralarında tespit edildi. Yapılan demir şelatlama uygulamasında etanol ekstralarının 1 mg/ml konsantrasyonda inhibisyon aktivitelerinin % 50'i geçemedikleri belirlendi ancak su ekstresinde elde edilen değerlerin en düşüğünün dahi % 64,92 değeri ile *S. pachystachys* bitkisinde olduğu gözlemlendi (Tablo 1).

Toplam Fenolik İçeriği

Yapılan fenolik madde içerik analizinde, en yüksek fenolik madde içeriğinin 143,09 µg/ml değeri ile *S. pachystachys* bitkisinin etanol ekstresine ait olduğu tespit edildi. Elde edilen bu değer, yapılan antioksidan analizleri ile de paralellik göstermektedir. *S. pachystachys* bitkisinin su ekstresinde dahi *S. kurdica* bitkisine oranla yaklaşık olarak iki kat daha yüksek fenolik madde bulunduğu tespit edildi. Bu durum etanol ekstraları için karşılaştırıldığında ise yine *S. pachystachys* bitkisinin

fenolik içeriğinin *S. kurdica* bitkisine oranla yaklaşık olarak dört kat daha fazla olduğu bulundu (Tablo 1).

Toplam Flavonoid İçeriği

Toplam flavonoid içeriğinin fenolik madde içeriği ile benzerlik gösterdiği tespit edildi. *S. pachystachys* bitkisinin su ve etanol ekstralarında belirgin şekilde yüksek değerlere sahip olduğu görüldü (Tablo 1).

Tablo 1. Yapılan analizlere ait sayısal değerler

Tür	FRAP ($\mu\text{g FeSO}_4/\text{ml}$)	DPPH (%)	Demir şelatlama (%)	T. Fenolik* ($\mu\text{g GA}/\text{ml}$)	T. Flavonoid * ($\mu\text{g rutin}/\text{ml}$)	
Su	<i>S. kurdica</i>	0,19	79,07	80,92	28,84	103,20
	<i>S. pachystachys</i>	0,84	76,60	64,92	61,08	421,04
Etanol	<i>S. kurdica</i>	0,32	91,15	49,61	38,05	260,51
	<i>S. pachystachys</i>	1,09	91,95	40,29	143,09	741,03

*S_{1V1} ekstrakt içerisindeki madde toplam miktarını ifade etmektedir.

Antimikrobiyal Aktivite

Bitki ekstraktlarının yüksek antioksidan aktivite göstermelerine rağmen yapılan antimikrobiyal aktivite testlerinde olumlu sonuçlar elde edilemedi. Antimikrobiyal çalışma için *Escherichia coli.*, *Streptococcus agalactiae*, *Klebsiella pneumoniae* bakterileri kullanıldı. Çalışma sonucu bu bitkilerin, çalışılan bakterilerin gelişimlerine inhibe edilebilecek potansiyellerinin olmadığı belirlendi.

TARTIŞMA VE SONUÇ

Dünyada *Salvia* cinsine ait yaklaşık 900 tür bulunmakta olup, bunlar çoğunlukla Amerika ve Güney-Batı Asya kıtalarında yayılış göstermektedir. *Salvia* cinsi Avrupa kıtasında 36 tür, İran'da 70 tür ve eski Sovyetler Birliği sınırları içinde ise 75 tür içerdiği belirtilmektedir. Türkiye'de ise 97 tür, 4 alttür ve 8 varyete bulunmaktadır. Bu türlerden 51 tanesi endemik olup, endemizm oranı (%52,5) oldukça yüksektir (İpek ve Gürbüz, 2010). *Salvia* türlerinin kimyasal yapısı yurt içi ve yurt dışında birçok araştırmacı tarafından incelenmektedir. *Salvia* türleri terpenoitler ve steroidlerin yanı sıra, flavonoidler ve diğer fenolik bileşikler gibi sekonder metabolitlerce de zengindirler. Özellikle taşıdıkları di- ve triterpenlerden dolayı antiinflamatuar, antiviral, hepatotoksik, sitotoksik-antitümör aktiviteleri olduğu gösterilmiştir. Bunun yanında taşıdıkları flavonların antioksidan ve antimikrobiyal etkilerinin olduğu da bilinmektedir.

Bu çalışmada *S. kurdica* ve *S. pachystachys* türlerinin su ve etanol ekstraktlarının toplam fenolik, toplam flavonoid içerikleri ile DPPH ve FRAP aktiviteleri incelenmiştir. *Salvia* türleri üzerine gerçekleştirilen benzer çalışmalara bakıldığında en çok çalışmanın

S. officinalis ile yapıldığı görünmektedir. Bu çalışmalardan Tıbbi Adaçayı (*S. officinalis* L.) ile yapılan çalışmada (Başyigit ve Baydar, 2016) toplam fenolik madde miktarı 14.54-30.83 mg/g arasında değişim göstermiştir. Bizim çalışmamızda ise su ekstresi için 38.05 etanol ekstresi için ise 143.09 olarak hesaplanmıştır. Elde edilen sonuçlar arasındaki farklılıklar çalışmamızda kullanılan *Salvia* türlerinin ekolojik ve edafik faktörlerinden kaynaklanmış olabilir.

Bayan ve Genç (2016) *S. verticillata* subsp. *amasiaca* bitkisi ile yaptıkları çalışmada, metanol ekstraktının antioksidan kapasitesini belirlemek için DPPH, demir indirgeme gücü (FRAP), bakır indirgeme gücü (CUPRAC) ve serbest katyon radikali giderme (TEAC) antioksidan aktivite testleri ile toplam fenolik (TP) ve toplam flavonoid (TF) miktarı analizlerini yapmışlardır. Yapılan antioksidan testleri sonucunda, DPPH IC50 aktivitesi 11,47±0,30, FRAP gücü 22,22 ± 0,36 mmol TE/g ekstrakt, CUPRAC etkisi 6,67 ± 0,16 mmol TE/g ekstrakt ve TEAC değeri ise 5,77 ± 0,82 IC50 (µg/mL) olarak belirlenmiştir. Toplam fenolik ve toplam flavonoid içeriği sırasıyla 140,18 ± 8,73 mg GAE/g ekstrakt ve 51,56 ± 1,18 mg QE/g ekstrakt olarak tespit edilmiştir. Elde edilen veriler çalışma sonuçlarımıza yakın değerlerdir. *Salvia* türleri ile ilgili yapılan çalışmalarda enzim aktivite değerlerinin diğer taksınlara göre daha yüksek olduğu görülmektedir. Bu durum türleri içerisinde bulunan etken madde içeriğinin çeşitliliğinden kaynaklanmış olabilir.

Türkiye’de *Salvia* cinsinin doğal yayılışı bulunan 106 taksonu bulunmaktadır. Bu taksonların 58 tanesi ülkemiz için endemiktir. Bu durum *Salvia* cinsinin Türkiye için önemli bir Tıbbi aromatik bitki cinsi olduğunu göstermektedir. Sonuç olarak çalışılan iki *Salvia* türünün yüksek antioksidan aktivite göstermesi *Salvia* türlerinin potansiyel ilaç ajanları oldukları ve bu nedenle daha detaylı araştırmaların yapılması gerektiğini ortaya koymaktadır.

TEŞEKKÜR

Bu çalışmayı 2017-SİÜFED-34 numaralı proje ile destekleyen Siirt Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Başkanlığına teşekkür ederiz

KAYNAKLAR

- Azaz, A.D., Irtem, H.A., Kurkcuoğlu, M. ve Baser, K.H.C. (2004). Composition and the in vitro Antimicrobial Activities of the Essential oils of some *Tymus* Species. *Z. Naturforsch.*59c, 75–80.
- Başyigit, M., Baydar, H. (2016). Tıbbi Adaçayı (*Salvia officinalis* L.)’nda Farklı Hasat Zamanlarının Uçucu Yağ ve Fenolik Bileşikler ile Antioksidan Aktivite Üzerine Etkisi. *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 21(1): 131–137
- Bayan, Y., Genç, N. (2016). *Salvia verticillata* subsp. *amasiaca*’nın Toplam Fenolik Madde ve Antioksidan Kapasitesinin Belirlenmesi. *Nevşehir Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 5(2): 158–166.

- Baytop, A. (1996). *Farmasötik Botanik Ders Kitabı*, 4.Baskı, İstanbul Üniversitesi Yayınları, Yayın No: 34637.
- Baytop, T. (2007). *Türkçe Bitki Adları Sözlüğü*, Ankara: Türk Dil Kurumu Yayınları.
- Benzie, I., Strain, J. (1996) The Ferric Reducing Ability of Plasma (FRAP) as a Measure of “Antioxidant Power: The FRAP Assay”. *Analytical Biochemistry*, 239: 70–76.
- British Herbal Pharmacopoeia, 1983: B.H.M.A.: ISBN 0–903032–07–4.
- Çenet, M., Toroğlu, S. (2006). Tedavi amaçlı kullanılan bazı bitkilerin kullanım alanları ve antimikrobiyal aktivitelerinin belirlenmesi için kullanılan metodlar. *KSÜ Fen ve Mühendislik Dergisi*, 9(2): 12-20.
- Dinis, T.C.P., Madeira, V.M.C. ve Almeida, L.M. (1994). Action of phenolic derivatives (acetoaminophen, salicylate, and 5-aminosalicylate) as inhibitors of membrane lipid peroxidation and as peroxy radical scavengers. *Arch Biochem Bioph*; 315 : 161–169.
- Evans, W.C. (1989). *Trease and Evans, Pharmacognosy*. 13th edition. Balliere Tindall, ISBN 0–7020–1357–9.
- Fasseas, M.K., Mountzouris, K.C., Tarantilis, P.A., Polissiou, M. ve Zervas, G. (2007). Antioxidant activity in meat treated with oregano and sage essential oils. *Food Chemistry*. 106(3), 1188–1194.
- Faydaoğlu, E., Sürücüoğlu, M.S. (2011). Geçmişten Günümüze Tıbbi ve Aromatik Bitkilerin Kullanılması ve Ekonomik Önemi. *Kastamonu Üniversitesi Orman Fakültesi Dergisi*, 11(1): 52–67.
- Fidan, M., Karaismailoğlu, M.C. (2020). Kenevirin Tarihçesi ve Sistematığı. *Kenevir (Cannabis sativa L.)*. Palme Yayınları, pp. 1-14.
- Gray, J.I. 1978. Measurement of lipid oxidation: A review. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 55: 539–546.
- Greuter, W. (ed.), (1988). *International Code of Botanical Nomenclature*, Koetz Scientific books, D. 2640, Königstein, Germany.
- Grieve, M. (1984). *A Modern Herbal*. Savvas Publishing.
- Gülçin, İ., Oğuz, M.T., Oktay, M., Beydemir, Ş. ve Küfrevioğlu, Ö.İ. (2004). Evaluation of the antioxidant activities of clary sage (*Salvia sclarea* L.). *Doğa-TR. J. of Agriculture and Forestry*, 28: 25–33.
- Güner, A., Aslan, S., Ekim, T., Vural, M. ve Babaç, M.T. (edlr.) (2012). *Türkiye Bitkileri Listesi (Damarlı Bitkiler)*. Nezahat Gökyiğit Botanik Bahçesi ve Flora Araştırmaları Derneği Yayını, İstanbul.
- Hedge, I.C. (1992). “A global survey of the Lamiaceae”. *Advencis in Labiatea Science*, s: 7-18.
- Heinrich, M., Barnes, J., Gibbons, S. ve Williamson, E.M. (2004). *Fundamentals of Pharmacognosy and Phytotherapy*. Churchill Livingstone, Edinbrugh, pp. 245–252.
- İpek, A., Gürbüz, B. (2010). Türkiye Florasında Bulunan *Salvia* Türleri ve Tehlike Durumları. *Tarla Bitkileri Merkez Araştırma Enstitüsü Dergisi*, 19 (1-2): 30-35.
- Javonovic, S.V., Steenken, S., Tomic, M., Marjanovic, B. ve Simic, M. G. (1994). Flavonoids as antioxidants, *J. Am. Chem. Soc.*, 116: 4846–4851.
- Kahraman, A., Celep, F. ve Dogan, M. (2010). Anatomy, trichome morphology and palynology of *Salvia chrysophylla* Stapf (Lamiaceae). *South African Journal of Botany*, 76: 187–195.

- Lewin, R. (2000). Modern İnsanın Kökeni, 10. Basım, Tübitak Yayınları.
- Lu, Y., Foo, L.Y. (2002). Polyphenolics of *Salvia*– a review. *Phytochemistry*, 59: 117–140.
- Moure, A., Cruz, J.M., Franco, D., Dominguez, M., Sineiro, J., Dominguez, H., Nunez, M.J. ve Parajo, J.C. (2001). Natural antioxidants from residual sources. *Food Chem.*, 72: 145–171.
- Oyaizu M 1986. Studies on products of browning reactions: antioxidative activities of products of browning reaction prepared from glucosamine. *Jpn J Nutr* 103: 413–419.
- Shahidi, F. Wanasundara, K.J. (1992). Phenolic antioxidants. *Critical reviews in food science and Nutrition* 32(1): 67–103.
- Shahidi, F., Naczki, M. (1995). Food Phenolics: Sources, Chemistry, Effects and Applications., Technomic Publication Co., USA, pp. 235-277.
- Slinkard, K., Singleton, V.A. (1977). Total phenol analysis: automation and comparison with manual methods. *American Journal of Enology and Viticulture*, 28: 49–55.
- Topçu, G., Tan, N., Ulubelen, A., Sun, D. ve Watson, W.H. (1995). Terpenoids and flavonoids from the aerial parts of *Salvia candidissima*. *Phytochemistry*, 40, 501–504.
- Topçu, G. (2006). Bioactive Triterpenoids from *Salvia* Species. *Journal of Natural Products*, 69: 482–487.
- Topçu, G., Ulubelen, A. (2007). Structure elucidation of organic compounds from natural sources using 1D and 2D NMR techniques. *Journal of Molecular Structure*, 834–836, 57–73.
- Yiğit, N., Benli, M. (2005). Ülkemizde yaygın kullanımı olan kekik (*Thymus vulgaris*) bitkisinin antimikrobiyal aktivitesi. *Orlab On-Line Mikrobiyoloji Dergisi*, 3(8):1–8.
- Zhishen, J., Mengcheng, T., ve Jianming, W. (1999). The determination of flavonoid contents in mulberry and their scavenging effects on superoxide radicals. *Food Chemistry*, 64: 555–559.
- Zou, Y., Lu, Y., ve Wei, D. (2004). Antioxidant Activity of a Flavonoid-Rich Extract of *Hypericum perforatum* L.in Vitro. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52(16): 5032–5039.

Use Of Powder Metallurgy Method in The Production of SiC Reinforced Cu-Al-Ni Composites and Characterization of The Production Result

Hasan Kaçan¹, Khangardash Asgarov², Tayfun Çetin³ and Rüstem Binalı⁴

¹Institute of Graduate Programs Department of Mechanical Engineering, Karabük University, Türkiye

²Mechanical engineering department, Karabük University, Türkiye

³Yuksekoa Vocational School, Hakkari University, Türkiye

⁴ Mechanical engineering department, Selcuk University, Türkiye

email: rustem.binali@selcuk.edu.tr

DOI: 10.57244/dfbd.1196469

Geliş tarihi/Received:31/10/2022

Kabul tarihi/Accepted:31/12/2022

Abstract

Powder metallurgy (PM) is an important production route of alloys and is also important in terms of its properties and economy. This method is suitable for the production of complex and versatile forms and structures. In this study, it was tried to improve the microstructure and mechanical properties of CuAlNi and CuAlNi-SiC alloys sintered at constant pressing and temperature. Composite samples were manufactured by supplementing the CuAlNi powder mixture with SiC powders at different weight ratios (2.5%, 5, 7.5 and 10%) at the micron level. Scanning electron microscope (SEM) and optical microscope were used to determine the microstructures of the manufactured samples, and X-Ray Fluorescence (XRF) and X-Ray Diffraction method (XRD) analyzes were used to determine the phases formed in their internal structures. Micro hardness (HV₅) was taken to determine the hardness effect. According to the micro structure results, SiC particles were homogeneously dispersed in the structure. Depending on the increasing SiC reinforcement, an increase in hardness values was observed.

Keywords: Powder metallurgy, Composite materials, SiC.

INTRODUCTION

Scientists working on materials science have sought materials with better properties and more economical due to reasons such as not having all the features sought from materials produced with traditional manufacturing methods and not being economical in production. The physical, chemical and mechanical properties sought from materials are determined by the composition properties of the materials. Therefore, the requirements for materials with better properties have increased. Due to the need for materials with these properties, the importance of metal-based powders has increased (Akinay, Hayat, Cakir, & Akin, 2018; Çalığülü, Taşkın, & Kejanlı, 2008; Salur, Aslan, Kuntoglu, Gunes, & Sahin, 2019; Şap, Usca, Uzun, Kuntoğlu, & Salur, 2022).

Today, CuAlNi alloys prepared by PM draw attention. Control of the chemical composition of this alloy can be obtained with PM. PM has been improved as an alternative manufacturing method to manufacturing methods like machining, casting, cold and hot pressing (Salur, Aslan, Kuntoğlu, & Acarer, 2021; Usca et al., 2021). By using the PM method, material properties such as wear resistance and corrosion, tension and surface friction can be improved by manufacturing composites. Composites have an important place among materials in engineering applications. The reason for this is that

the strength-to-weight ratio can be increased with composites and thinner and lighter materials can be developed, and production and operating costs can be reduced. With CuAlNi alloys, which are good in terms of strength and lightness, it is possible to produce composite materials with desired high level mechanical properties.

CuAlNi and its alloys are preferred mainly in biomedical, automotive and aerospace fields due to their excellent corrosion and heat resistance, strength and toughness (Kim et al., 2020; Lei et al., 2019; Wang et al., 2018). In addition, there are many areas of use in machinery equipment, construction materials, industrial applications such as medical and electronic devices and in many areas that ease daily life such as telephone antennas (Atapek, Pantelakis, Polat, Chamos, & Çelik, 2020; Wu et al., 2013). Despite its wide usage area, problems may occur in industrial applications of CuAlNi and its alloys in terms of their mechanical properties and content (Dash, Sohn, Vaßen, Guillon, & Gonzalez-Julian, 2019). For this reason, in the study, due to the insufficient mechanical properties of the CuAlNi alloy and in order to improve it, it was strengthened with SiC particles by means of PM. By improving the mechanical properties of the produced samples, the gap needed in the sector will be eliminated. Some of the studies in the literature can be summarized as follows.

Akbarpour et al. studied the hardness, friction and wear properties of Cu-SiC nano composites. They stated that increasing the SiC nanoparticle content up to 2% by volume increases the hardness of the nano composite, while the hardness decreases at higher SiC contents. They concluded that the nano composites they produced showed a higher hardness compared to micro grained Cu (Akbarpour, Najafi, Alipour, & Kim, 2019). Dileep et al. studied the corrosion and mechanical behavior of Al-Ni-SiC metal matrix composites. They added 2.4%, 6%, 8% SiC and 4% Ni as reinforcements to the pure basic matrix. The hardness of the aluminum matrix increased as the percentage of SiC increased, with a maximum increase of 87% for 8% SiC composite (Dileep, Ravikumar, & Vital, 2018). Mamundi Azaath et al. conducted a study on the mechanical properties, corrosion and micro structure effect of Cu-20Al-4Ni/SiC composites synthesized by PM. Silicon carbide (0, 2, 4, 6) in three different weight percentages is reinforced with aluminum bronze matrix (Cu-20%Al-4%Ni). Using this compact tube furnace, it was heated at two different temperatures, 650 and 750 °C. The density decreased with the increase in silicon carbide content. Aluminum bronze sintered at 750 °C showed the maximum hardness of 4% SiC composite with 32 HRC (Azaath, Natarajan, Veerappan, Ravichandran, & Marichamy, 2022). According to this study, there is a difference in material production temperature.

In this study, SiC particles with different ratios (2.5%, 5%, 7.5% and 10%) were reinforced into the CuAlNi alloy and produced by the PM technique. Micro structure images were obtained with post-production SEM. Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) analyzes were performed on the samples with EDS analysis. XRF and XRD analyzes were carried out to provide information about the chemical composition of the test samples. In addition, the hardness values due to SiC powder were obtained by micro hardness measurement method.

MATERIALS AND METHODS

The purpose of the experimental study is to produce CuAlNi alloy filled with silicon carbide particles with different ratios (2.5%, 5, 7.5 and 10%) by PM method. For

this aim, CuAlNi alloy powders were prepared by weighing with respect to the percentage chemical compositions in Table 1. The SiC ratios added to the CuAlNi alloy are given in Table 2.

Table 1. % Chemical composition of CuAlNi.7

Materials	% Cu	% Al	% Ni
CuAlNi	84	12	4

Table 2. Production parameters.

Sample	% CuAlNi	% SiC	Temperature (°C)	Pressure of pressing (MPa)	Pressing time (min)
1	100	-	850	35	5
2	97,5	2,5			
3	95	5			
4	92,5	7,5			
5	90	10			

Preparation of Samples

SiC was added to the CuAlNi powder mixture at the rates of 2.5-5-7.5 and 10. The mixing process of the prepared mixture powders was carried out with a 3-axis turbula for 1 hour. Hot pressing of the prepared powders was done. The size of the powders in the composite material is 325 mesh. Hot pressing was done at a pressing temperature of 850 °C, a pressure of 35 MPa and a duration of 5 minutes. Before pressing, the pressing medium was kept in a vacuum environment for 10 minutes, and then the pressing process was carried out in an argon gas environment. The mould used in pressing is in the form of a rectangular prism with a diameter of 10x10x25 mm. After sintering, micro structure examinations of the test materials were taken by means of optical microscope and SEM. Sanding, polishing and etching processes were performed on the samples in order to make micro structure studies. The sample surfaces were sanded consecutively between 200-1200 mesh. Then, polishing process was applied to the sample surfaces by means of 3 and 1 μ diamond suspensions. Finally, etching was done by immersion for 10 seconds.

RESULTS

The images obtained by the optical microscope of the composite materials manufactured by the PM method were evaluated. As a result of the examination of the SEM and optical microscope images of the sample number 1 in Figure 1, the CuAlNi matrix structure is seen. Due to the powder metallurgy method, there is pollution and oxidation of the powders in the experimental samples produced. Therefore, there are partial pores.

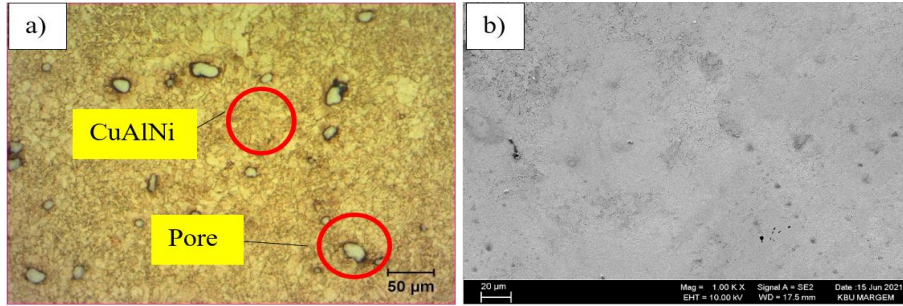


Figure 1. SEM and Optical images of pure sample with CuAlNi matrix structure.

In addition, as a result of the examination of the micro structure images obtained from the samples with 2.5%, 5%, 7.5%, 10% SiC reinforcement, it is seen that the SiC particles are homogeneously distributed. These images are given in Figures 2, 3, 4 and 5.

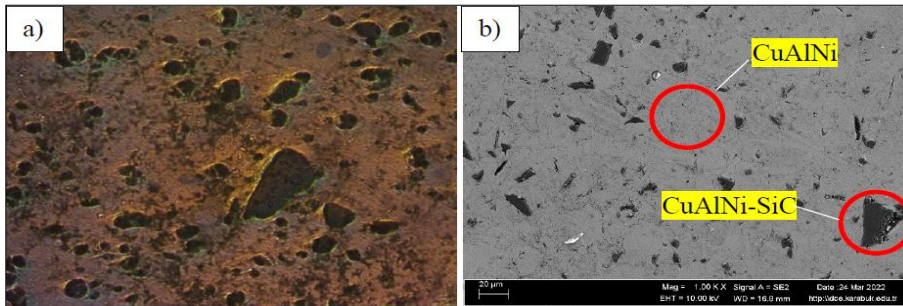


Figure 2. SEM and Optical images of material containing 2.5% SiC.

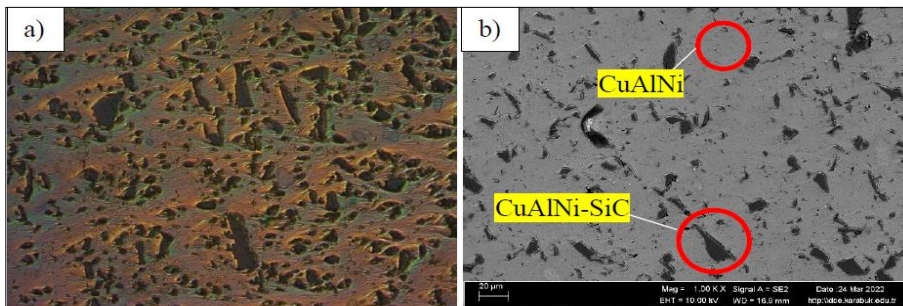


Figure 3. SEM and Optical images of material containing 5% SiC.

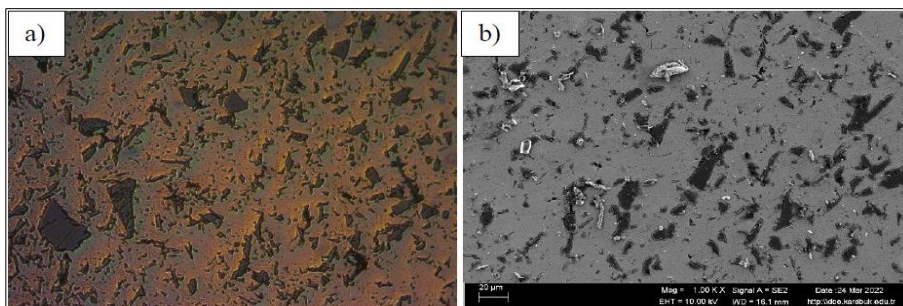


Figure 4. SEM and Optical images of material containing 7.5% SiC.

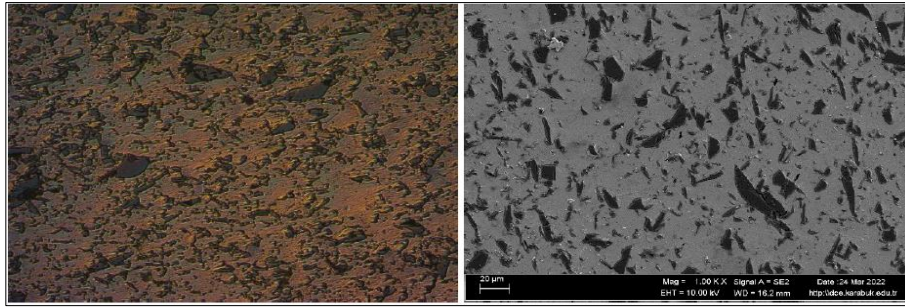


Figure 5. SEM and Optical images of material containing 10% SiC.

As a result of the three-dimensional mixing and pressing processes, it is clearly seen that SiC exhibits a homogeneous distribution in the micro structure. SiC has an irregular geometry in terms of structure. It is thought that SiC, which distributes homogeneously in the structure, improves the mechanical properties of the obtained composite.

EDS results of obtained pure and SiC added composites are given in Figures 6,7,8,9 and 10. The analysis results support the chemical composition of the composite. Cu, Al, Ni, Si and C elements were determined in the structure. It is also expressly seen that the homogeneous distribution of SiC precipitates in the main matrix increases in direct proportion with increasing SiC addition.

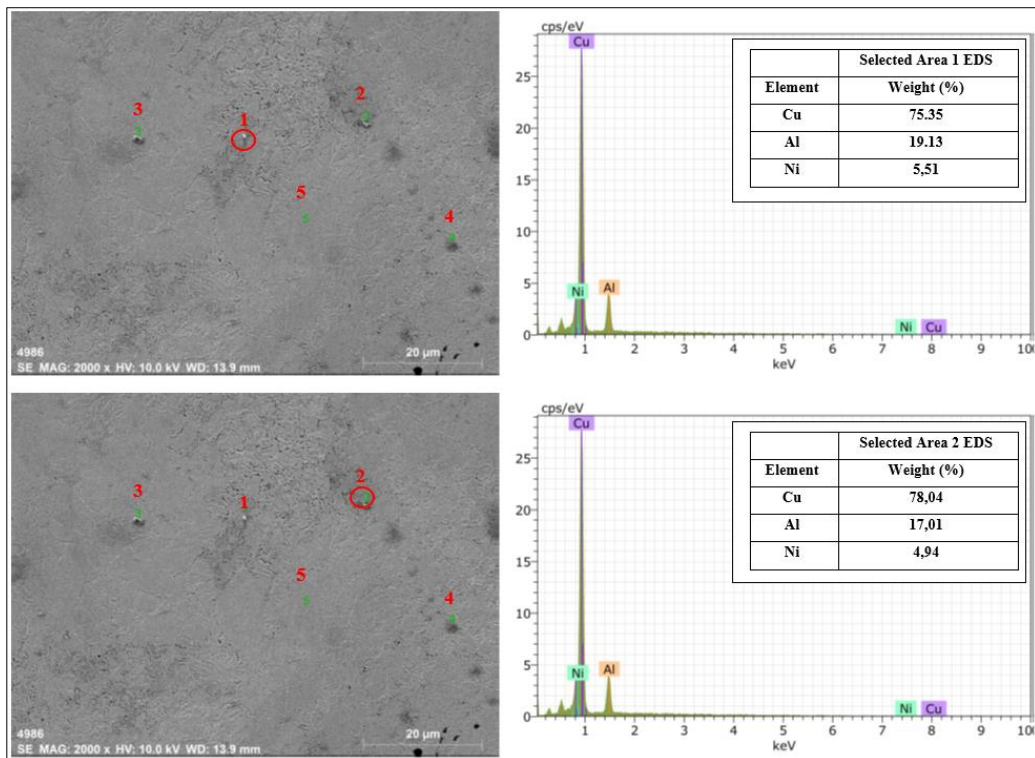


Figure 6. SEM and EDS analysis result of the sample with the chemical composition of CuAlNi.

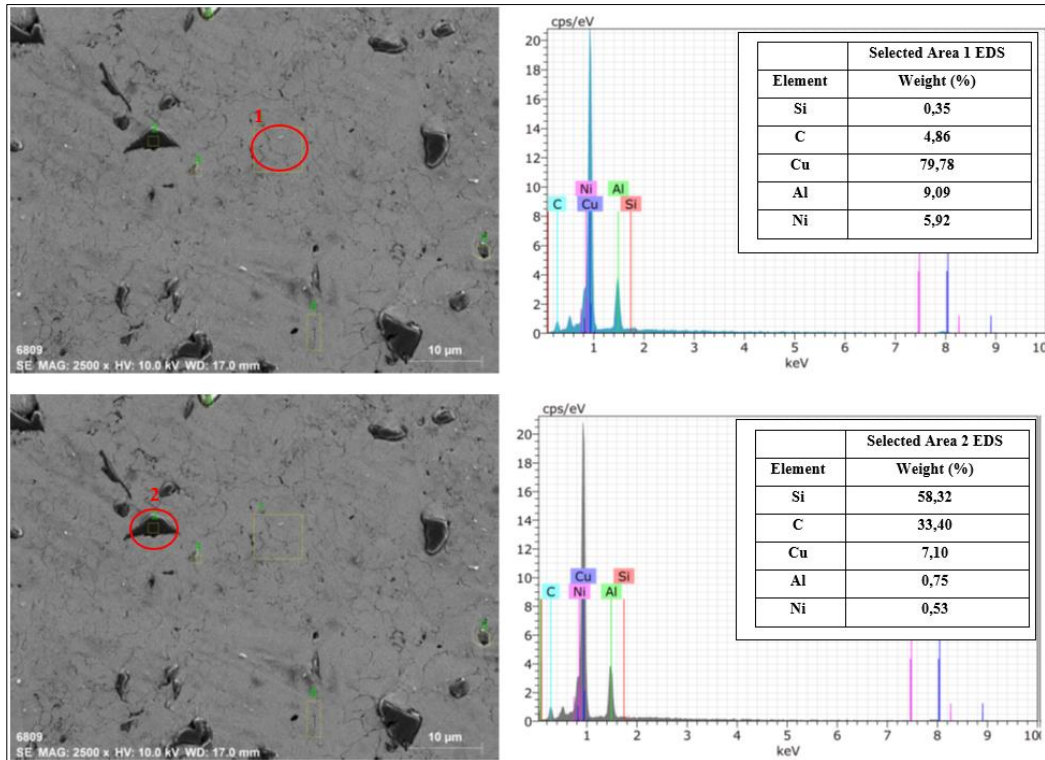


Figure 7. SEM and EDS analysis result of CuAlNi sample with 2.5% SiC added.

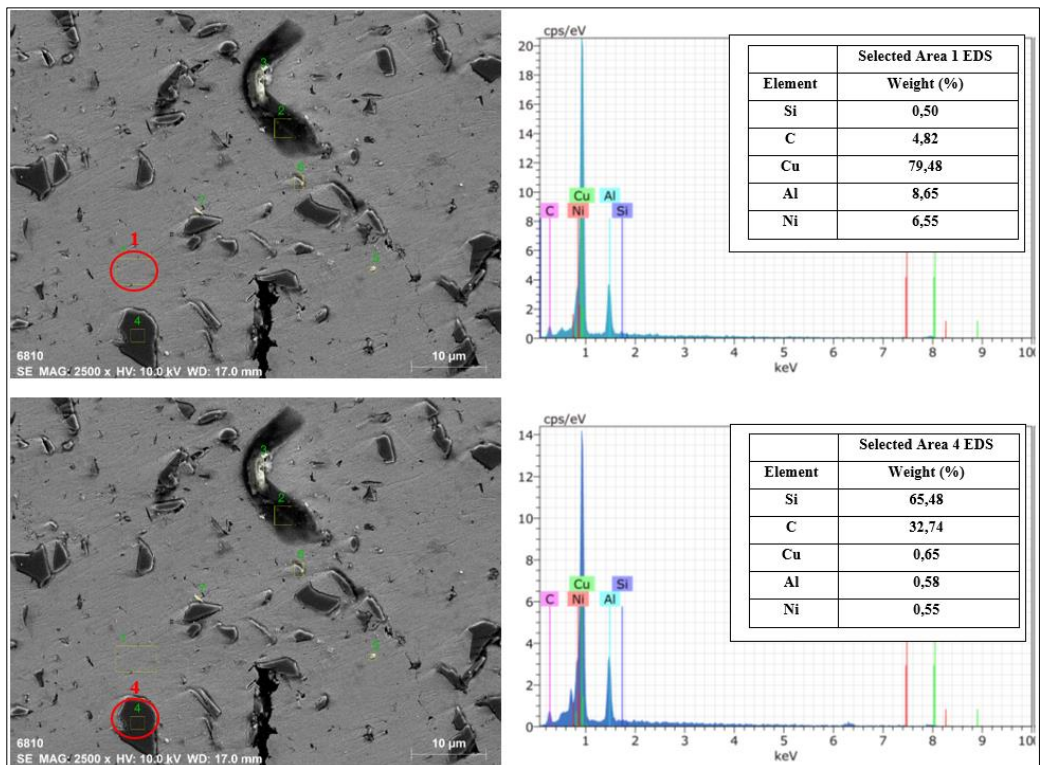


Figure 8. SEM and EDS analysis result of CuAlNi sample with 5% SiC added.

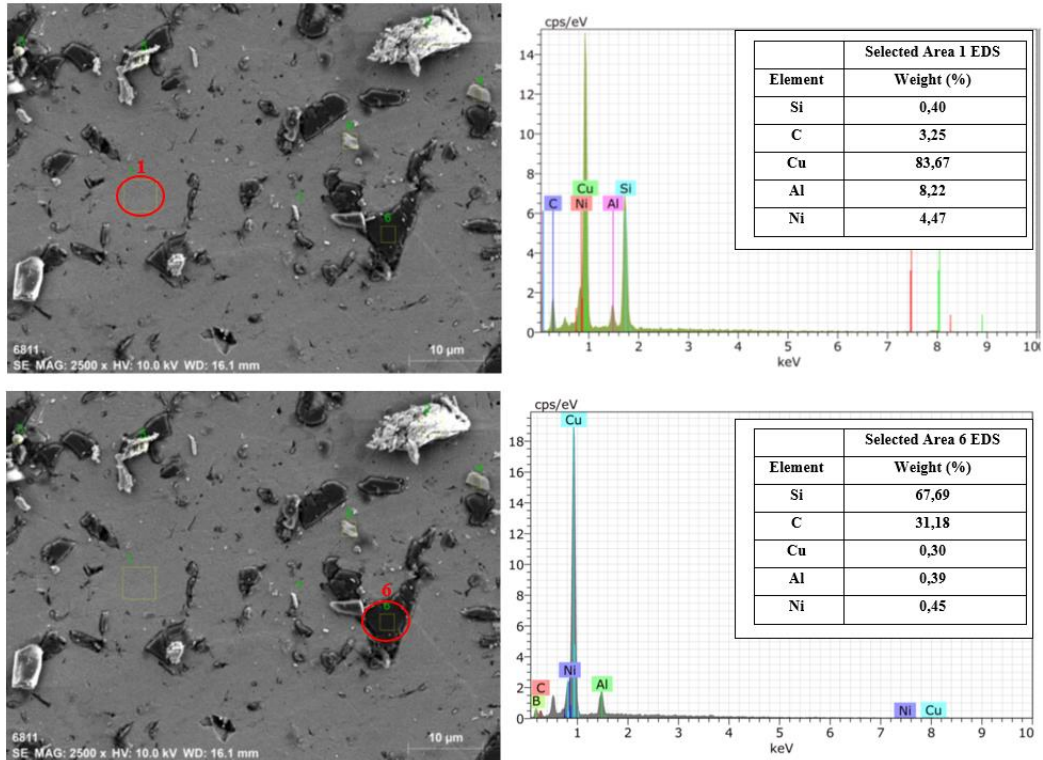


Figure 9. SEM and EDS analysis result of CuAlNi sample with 7.5% SiC added.

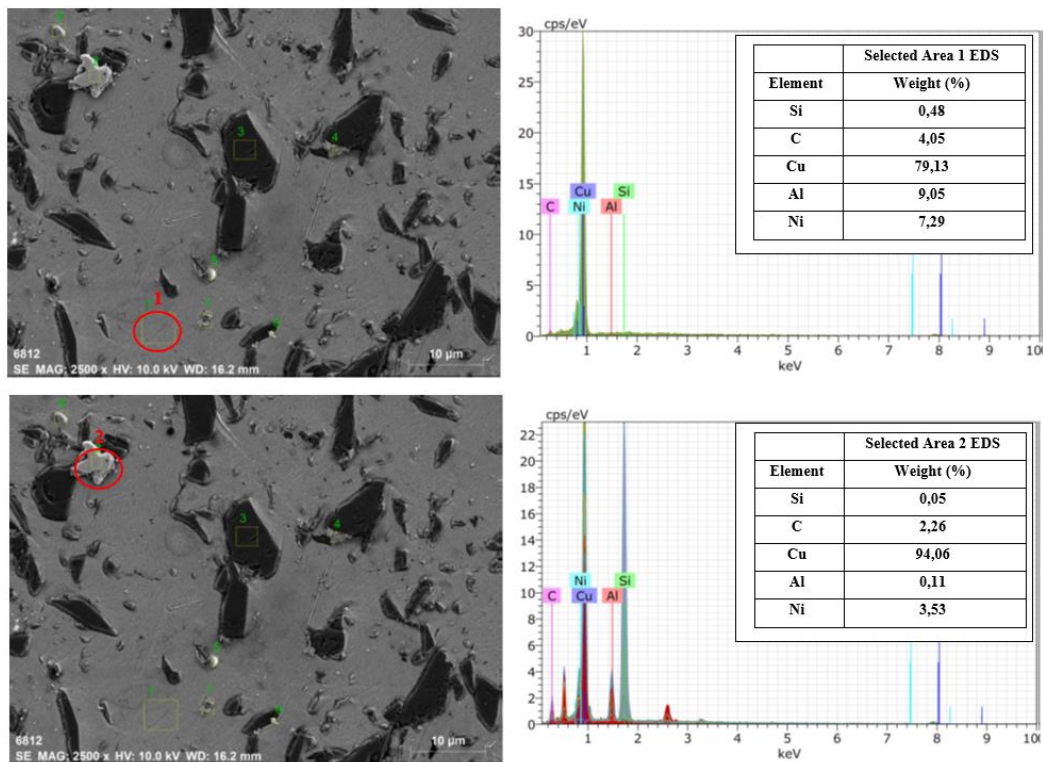


Figure 10. SEM and EDS analysis result of CuAlNi sample with 10% SiC added.

The XRF analysis results of the samples of the produced CuAlNi and-CuAlNi-SiC composite are given in Table 3. In XRF analysis, the presence of Cu, Al, Ni and Si

elements in the structure was observed. Since element C is the element that is difficult to detect in XRF analysis, it is not seen in the analysis results. However, the presence of element C is observed in the EDS and XRD analyses. The XRD examination results of the obtained composite materials are shown in Figure 11.

Table 3. XRF examination results.

	% Cu	% Al	% Ni	% Si
CuAlNi	67.628	29.123	3.247	-
CuAlNi-2.5% SiC	77.282	11.555	3.673	7.372

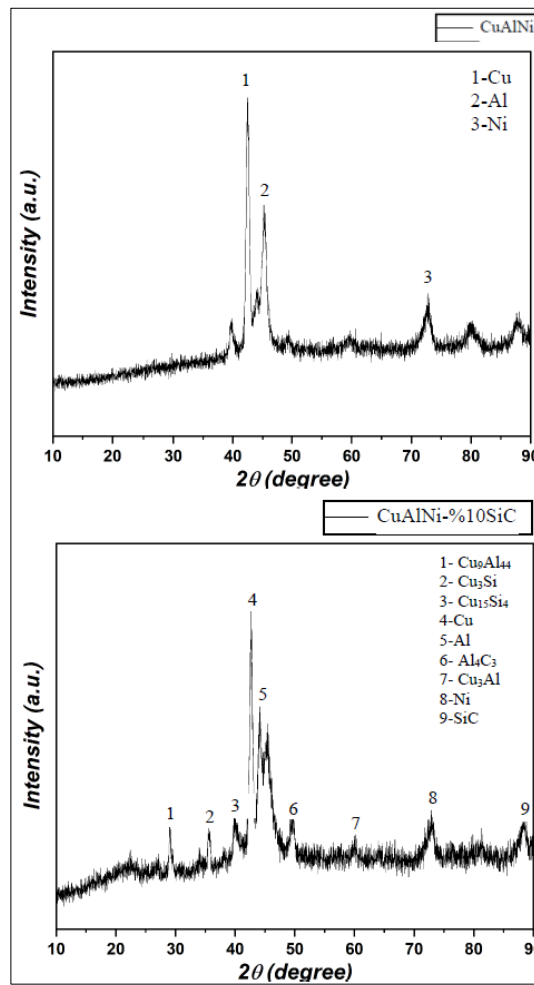


Figure 11. XRD analysis results.

As seen in Figure 11 is examined, the presence of Cu, Al, Ni elements in the structure of the pure composite, and the presence of $\text{Cu}_9\text{Al}_{44}$, $\text{Cu}_{15}\text{Si}_4$, Cu_3Si , Al_4C_3 , Cu_3Al and SiC phases in the 10% SiC added composite were determined. Also, it is clearly seen that the peaks of Cu, Al, Ni and SiC phases are dominant in the XRD graph.

The graph of the micro hardness results of CuAlNi samples produced by the PM method and CuAlNi samples with 2.5%, 5%, 7.5%, 10% SiC reinforcement is given in Figure 12. Micro hardness measurements of the manufactured composite materials were taken along a line from the sample surface at 100 μm intervals. It was determined that

the hardness of the purely expressed CuAlNi sample was 214 HV₅ on average. The average value of the sample hardness reinforced with 2.5% SiC was determined as 274.25 HV₅. The mean value of the sample hardness reinforced with 5% SiC was determined as 368 HV₅. The mean value of the sample hardness reinforced with 7.5% SiC was determined as 377 HV₅. The average value of 10% SiC reinforced sample hardness was determined as 451.5 HV₅. Looking at the results, it was determined that the hardness of the SiC reinforced samples was higher than the unreinforced sample. The reason for this increase is related to the presence of hard phases formed as a result of increasing silicon carbide.

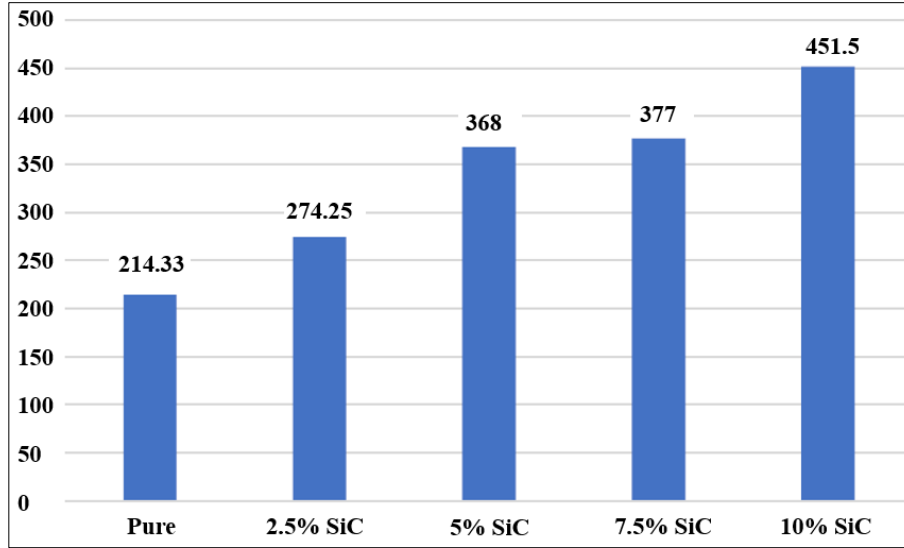


Figure 12. Microhardness results of samples with CuAlNi and SiC reinforcement.

Conclusion

Despite its wide usage area, there are problems in industrial applications of CuAlNi and its alloys in terms of their mechanical properties and content. It is reinforced with SiC particles in order to improve the mechanical properties of the CuAlNi alloy. In our study, CuAlNi-SiC and CuAlNi composites were manufactured by PM method. SEM, optical microscope, XRD, XRF and micro hardness tests were successfully applied to the manufactured samples. A summary of the results is given below.

- CuAlNi and different ratios of CuAlNi-SiC were produced by PM method. SEM, optical microscope, XRD, XRF and micro hardness analyses were performed on these samples.
- In the obtained SEM and optical microscope images, it is clearly seen that SiC exhibits a homogeneous distribution in CuAlNi.
- According to the result of EDS analysis applied to the produced samples, the presence of Cu, Ni, Al, Si and C elements in the material was determined.
- According to XRD results, peaks belonging to different intermetallic phases such as Cu, Al, Ni, SiC and Cu₉Al₄₄, Cu₃Si, Cu₁₅Si₄, Al₄C₃, Cu₃Al were detected.

- As a result of the hardness tests, it was determined that the hardness of SiC reinforced samples had higher values than CuAlNi samples. With the increase in the amount of SiC in the composite, there was a direct proportional increase in the hardness values. The micro hardness value of the sample obtained by adding 10% SiC was measured as 451.5 HV5.

REFERENCES

- Akbarpour, M., Najafi, M., Alipour, S., & Kim, H. (2019). Hardness, wear and friction characteristics of nanostructured Cu-SiC nanocomposites fabricated by powder metallurgy route. *Materials today communications*, 18, 25-31.
- Akinay, Y., Hayat, F., Cakir, M., & Akin, E. (2018). Magnetic and microwave absorption properties of PVB/Fe₃O₄ and PVB/NiFe₂O₄ composites. *Polymer Composites*, 39(10), 3418-3423.
- Atapek, Ş. H., Pantelakis, S., Polat, Ş., Chamos, A., & Çelik, G. A. (2020). Fatigue behavior of precipitation strengthened Cu–Ni–Si alloy modified by Cr and Zr addition. *International Journal of Structural Integrity*.
- Azaath, L. M., Natarajan, U., Veerappan, G., Ravichandran, M., & Marichamy, S. (2022). Experimental Investigations on the Mechanical Properties, Microstructure and Corrosion Effect of Cu-20Al-4Ni/SiC Composites Synthesized Using Powder metallurgy Route. *Silicon*, 14(11), 5993-6002.
- Çalığıülü, U., Taşkın, M., & Kejanlı, H. (2008). Soğuk Presleme Yöntemiyle Üretilmiş Ni-Ti-Cu Kompozitlerin TLP Difüzyon Kaynağında Sıcaklığın Birleşme Üzerindeki Etkisinin İncelenmesi. *Engineering Sciences*, 3(4), 558-570.
- Dash, A., Sohn, Y. J., Vaßen, R., Guillon, O., & Gonzalez-Julian, J. (2019). Synthesis of Ti₃SiC₂ MAX phase powder by a molten salt shielded synthesis (MS3) method in air. *Journal of the European Ceramic Society*, 39(13), 3651-3659.
- Dileep, B., Ravikumar, V., & Vital, H. (2018). Mechanical and corrosion behavior of Al-Ni-SiC metal matrix composites by powder metallurgy. *Materials Today: Proceedings*, 5(5), 12257-12264.
- Kim, H., Ahn, J. H., Han, S. Z., Jo, J., Baik, H., Kim, M., & Han, H. N. (2020). Microstructural characterization of cold-drawn Cu–Ni–Si alloy having high strength and high conductivity. *Journal of Alloys and Compounds*, 832, 155059.
- Lei, Q., Li, S., Zhu, J., Xiao, Z., Zhang, F., & Li, Z. (2019). Microstructural evolution, phase transition, and physics properties of a high strength Cu–Ni–Si–Al alloy. *Materials Characterization*, 147, 315-323.
- Salur, E., Aslan, A., Kuntoglu, M., Gunes, A., & Sahin, O. S. (2019). Experimental study and analysis of machinability characteristics of metal matrix composites during drilling. *Composites Part B: Engineering*, 166, 401-413.
- Salur, E., Aslan, A., Kuntoğlu, M., & Acarer, M. (2021). Effect of ball milling time on the structural characteristics and mechanical properties of nano-sized Y₂O₃ particle reinforced aluminum matrix composites produced by powder metallurgy route. *Advanced Powder Technology*, 32(10), 3826-3844.
- Şap, S., Usca, Ü. A., Uzun, M., Kuntoğlu, M., & Salur, E. (2022). Performance evaluation of AlTiN coated carbide tools during machining of ceramic reinforced Cu-based hybrid composites under cryogenic, pure-minimum quantity lubrication and dry regimes. *Journal of Composite Materials*, 56(22), 3401-3421.

- Usca, Ü. A., Uzun, M., Kuntođlu, M., řap, S., Giasin, K., & Pimenov, D. Y. (2021). Tribological aspects, optimization and analysis of Cu-B-CrC composites fabricated by powder metallurgy. *Materials*, *14*(15), 4217.
- Wang, W., Guo, E., Chen, Z., Kang, H., Chen, Z., Zou, C., . . . Wang, T. (2018). Correlation between microstructures and mechanical properties of cryorolled CuNiSi alloys with Cr and Zr alloying. *Materials Characterization*, *144*, 532-546.
- Wu, R., Zhou, K., Yang, Z., Qian, X., Wei, J., Liu, L., . . . Wang, L. (2013). Molten-salt-mediated synthesis of SiC nanowires for microwave absorption applications. *CrystEngComm*, *15*(3), 570-576.

An In-Depth Analysis on The Surface Roughness Variations During Turning of GGG50 Ductile Cast Iron

Rüstem Binali*¹, Mustafa Kuntoğlu¹

¹ Mechanical engineering department, Selcuk University, Türkiye

email: rustem.binali@selcuk.edu.tr

DOI: 10.57244/dfbd.1200347

Geliş tarihi/Received:07/11/2022

Kabul tarihi/Accepted:31/12/2022

Abstract

Spherical graphite materials are a type of material that can compete with steel, thanks to their durability and mechanical properties. GGG50 ductile cast iron finds application area in automotive industry primarily especially for production of the part of tracks and tractors, and its production rate is increasing. Machinability of these special materials is of great importance since the cast iron requires final forming to achieve better surface quality. Surface roughness is accepted as a performance criterion among surface quality indicators as per it reflects the variations with peaks and valleys according to the machining parameters. Therefore, this study focuses on the influence of basic turning parameters on the average surface roughness during dry machining of the GGG50 material. The evaluation was carried out based on statistical analysis, graphical presentation and optimization approach. The analysis results showed that feed rate plays a key role on the surface roughness variations with the contribution rate about 70.8 %. To obtain the best surface quality, cutting parameters should be selected as 0.16 mm for cutting depth, 0.2 mm/rev for feed and 60 m/min for cutting speed respectively. This study aims to find the best turning conditions for an industrial material by discussing the importance of fundamental turning parameters. Thus, it will be a guide for those working on this material.

Keywords: GGG50, Cast iron, Machinability, Surface roughness.

INTRODUCTION

Machining is the process of removing waste materials, expressed as chip, from the raw material to obtain the desired final product. It is important to choose the most suitable machine tool and processing method for the product to be produced in the production sector (Rüstem, Halil, Süleyman, & Süleyman, 2020; Şeker & Hasirci, 2006). Machining methods include machining operations such as turning, milling and drilling (Rüstem Binali, Yıldız, & Neşeli, 2021; Coşkun, Çiftçi, & Demir, 2021). Among these methods, turning is widely used. Turning process gives faster and better results in machined surface quality compared to other machining processes (Harun, Akkuş, & Levent, 2016). The reason for this can be said that the geometry of the cutting tool used is simpler. We can express the turning process as the removal of chips from the workpiece material, parallel to the axis of the workpiece, with the cutting tool parallel to the workpiece axis at each turn of the workpiece. In short, it is the process of removing chips from the material that makes rotational motion (Akkuş, Harun, & Levent, 2017). In machining processes, it is aimed to produce quality products with low processing time and cost. Therefore, the selection of the machinability parameters used during the process is important. Input parameters such as cutting depth, cutting speed,

feed rate machining conditions (dry, coolant, etc.) are used to determine output parameters (surface roughness, tool wear, temperature and cutting force etc.) in the turning process (Rüstem Binali, Coşkun, & Neşeli, 2022; Günay, Yaşar, Sekmen, & Korkmaz, 2016; Salur, Aslan, Kuntoglu, Gunes, & Sahin, 2019). Since the surface roughness value is also related to the output parameters, it is one of the most important parameters used by investigating the machinability levels of the materials. Ideal selection of cutting parameters is necessary for optimum machining and stock removal. Due to the ease of production, low cost, controllable structural changes and good mechanical properties of spheroidal graphite cast irons, usage areas are quite high. Such materials are approximately 10% lighter than steels. In addition, the energy used in its production is approximately 50% less than in steel production (Kayalı & Yalçın, 2006). In addition, when spheroidal graphite cast irons are compared with other cast irons and steel castings, they have superior properties such as low melting point, excellent castability, suitability for heat treatment, higher wear resistance, better surface quality and strength to weight ratio. In addition to these features, due to the presence of graphite particles in its structure, it affects the surface roughness and cutting force and facilitates machinability (Kaçal, Gülesin, & Melek, 2008; Şahinoğlu, Güllü, & Dönertaş, 2017). The machinability studies on cast irons are given below.

Şahinoğlu et al. evaluated the machinability of GGG50 material, the sound intensity, vibration and surface roughness in the course of the turning process by using four different feed, cutting speeds and depth in the turning process. As a result of the study, they stated that the vibration, sound intensity and surface roughness values increased with the increase in the rate of feed (Şahinoğlu et al., 2017). Uzun and Çakıroğlu evaluated the cutting force generated during chip removal from vermicular graphite cast iron material and the surface roughness of the material surface after processing (Uzun & Cakiroglu, 2020). Del Val et al. studied the wear mechanisms of TiN coated tools in the course of high speed tapping of GGG50 ductile cast iron (Del Val, Alonso, Veiga, & Arizmendi, 2023). Şeker and Hasırcı evaluated the machinability of austempered cast irons on the basis of surface quality and cutting forces (Şeker & Hasirci, 2006). In his study, Binali studied the temperature change that occurs during the turning of the GGG50 material (Rüstem Binali, 2022). Yazman et al. investigated the relationship between machinability and chip morphology of GGG50 material (Yazman et al., 2017). Uzun et al. studied turning of austempered spheroidal graphite cast iron. In their study, surface roughness, tool wear and cutting forces were evaluated (Uzun, Aslantaş, Taşgetiren, & Gök, 2007).

In the literature search, it was seen that there are studies on the machinability of spheroidal graphite materials, but it is not sufficient for the GGG50 material. In this study, machinability on the surface roughness formed after turning of the GGG50 material, which is among the spheroid graphite cast irons, which is increasing in usage area and competing with steels, is discussed. This study discussed the machinability of GGG50 material on the surface roughness in turning. In this context, the surface roughness of the material was measured on the machined surface. The main purpose here is to obtain the minimum surface roughness value on the workpiece surface during the chip removal of the cutting tool. For this reason, Taguchi optimization, graphical evaluation and ANOVA analysis were used to determine the effects of machining parameters on surface roughness.

MATERIALS AND METHODS

In this section, the characteristics of the workpiece and cutting tool materials used in the experimental study and the details of the turning process are discussed. In addition, the experimental design will be explained in detail.


Machine Tool and Material Properties

In experimental studies, GGG50 spheroidal graphite casting material was used. Spheroidal graphite cast irons are structurally differentiated from other cast iron materials due to their color and graphite shapes. The chemical composition of the material (GGG50) used is given in Table 1. The dimensions of the material used in the turning experiments are 30 mm in diameter and 100 mm in size. The cutting tool used has the code of TiC coated CCMT 09T308-304. The cutting tool and workpiece material were selected in line with the recommendations received from the manufacturing companies. Specifications about the cutting tool are given in Table 2.

Table 1. Chemical composition of GGG50 cast iron (matmatch.com, 2022).

Material	C	Mg	Mn	P	Si	S
GGG50	3.5-3.8	0.06-0.12	0.4	0.1	2-3	0.01

Table 2. The cutting tool used and its properties.

Cutting tool code	Cutting Edge Length	Thicknes	Corner Radius	Cutting tool
CCMT 09T308-304	9.7 mm	3.97 mm	0.8 mm	

Experimental studies were carried out on a conventional lathe (De Lorenzo, Italy). The lathe used and the experimental setup are given in Figure 1.

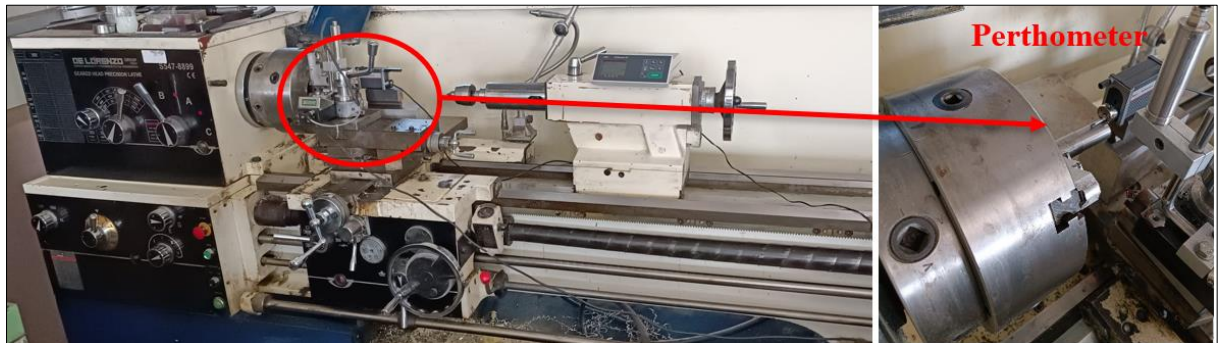


Figure 1. Experimental setup.

Experiments Plan and Taguchi Design

Three different feeds, cutting speed and cutting depth parameters were used in experimental studies. The processing parameters used are given in Table 3. These parameters were determined according to the company recommendation and the machinability parameters of other cast iron materials in the literature, and then the cutting speed ranges and feed rates were determined. In case of production problems of

the material before the experiments, approximately 1 mm of chip removal was carried out on the test material.

Table 3. Machining parameters and levels.

Machining parameters	Levels
Cutting speed	60-80-130 m/min
Feed speed	0.2-0.4-0.6 mm/rev
Cutting depth	0.12-0.16-0.2 mm

In experimental studies, Taguchi experimental design approach is used in order to reach the desired final goal by reducing the number of experiments and to obtain maximum efficiency by reducing the cost (Asiltürk & Neşeli, 2012; Şap, Usca, & Uzun, 2022; Usca et al., 2022). Taguchi is a systematic and efficient approach to determining optimum conditions. In order to measure and evaluate the quality characteristics in Taguchi experimental design, the smallest best objective function was evaluated using the S/N ratio. Taguchi L_9 orthogonal index used in experimental design is given in Table 4.

Table 4. Taguchi-based orthogonal experimental design.

Exp. No	f (mm/rev)	d (mm)	Vc (m/min)
1	0.2	0.12	60
2	0.2	0.16	80
3	0.2	0.2	130
4	0.4	0.12	80
5	0.4	0.16	130
6	0.4	0.2	60
7	0.6	0.12	130
8	0.6	0.16	60
9	0.6	0.2	80

Measurement of Surface Roughness

Surface roughness is defined as a response parameter in machinability tests. While measuring the roughness index, the average roughness values were chosen. In order to evaluate the roughness values to be used as a result of the experimental studies, five different measurements were made from the material surface after each treatment, and the average of three different measurements was taken by eliminating the maximum and minimum values. Measurements were taken without removing the chuck after chip removal. The roughness measurement was made with a Mahr brand perthometer. The calibrated setup for measurement on the machine tool can be seen in Figure 1.

RESULTS

Anova Based Evaluation

ANOVA is widely applied method for statistical analysis of the experimental parameters in order to obtain the percent contributions to the response parameter. In addition to that, this approach allows for determination of the different statistical indicators to confirm the most and least effective parameters such as F value and P value. When looking at the ANOVA based evaluations in the machining studies, general trend says that this kind of approach provides reliable and fast possibility of discussion (Asiltürk & Neşeli, 2012; Neşeli, Yıldız, & Türkeş, 2011). In this direction,

table 5 represents the ANOVA results of the turning parameters belong to GGG50 material for surface roughness. As can be seen, feed rate has the most influence on the surface roughness as expected with the contribution rate about 70.8 %. The reason is that the influence of the speed of the cutting tool in the feed direction determines the waviness of the surface and effect the formation of the peaks and valleys (Coşkun et al., 2021; Kuntoğlu et al., 2020; Kuntoğlu, Gupta, Aslan, Salur, & Garcia-Collado, 2022). Through the cutting time, this has influence on all surface deformations. After feed rate, cutting speed comes the second place with the contribution rate about 11.8 %. Lastly, depth of cut is the last parameter has influence with 8.9 %. Total percent contribution without residual error is about 91.5 % which shows the accuracy of the model can be used in the future works for surface roughness. Other statistical parameters such as P and F values support the percent contribution results.

Table 5. ANOVA results for the turning parameters.

Source	DF	Seq SS	Adj MS	F value	P value	PC (%)
Feed rate	2	66.437	33.218	8.36	0.107	70.8
Depth of cut	2	8.380	4.190	1.05	0.487	8.9
Cutting speed	2	11.094	5.547	1.40	0.417	11.8
Residual Error	2	7.945	3.972	-	-	8.5
Total	8	93.855	-	-	-	100

3D Graphical Evaluation

3d graphs permits for the observation of the how the design parameters act at the certain values and intermediates on the response parameter. In this direction it can be valuable in machinability studies because such operations are open for the momentary alterations as they are the function of many input parameters (Rüstem Binali, 2022; Kuntoğlu et al., 2020; Kuntoğlu & Sağlam, 2021). That's why the outcomes of these approaches can be useful to determine how change the responses according to several combinations of modelling parameters. Therefore, this study appoints 3d graphs for inspection of the surface roughness variations by discussing the influence of cutting speed, feed and cutting depth. Figure 2 shows the impacts of the cutting parameters respectively for the combinations of cutting speed, depth and feed. Seemingly, increasing depth of cut increases the roughness irrespective of other parameter changes. Increasing cutting speed also have negative effect on the roughness however this trend changes at certain value. The depth of cut increasing with the feed rate maximizes the roughness value compared to other interactive parameters. This situation can be seen in Figure 2.a. After some point roughness shows decreasing behavior which should be considered to regulate surface quality. Lastly, higher levels of feed rate increase the surface roughness with no exception according to the different values of cutting speed and depth. Such observations will be helpful for the identification of exact values in obtaining minimum surface roughness during machining.

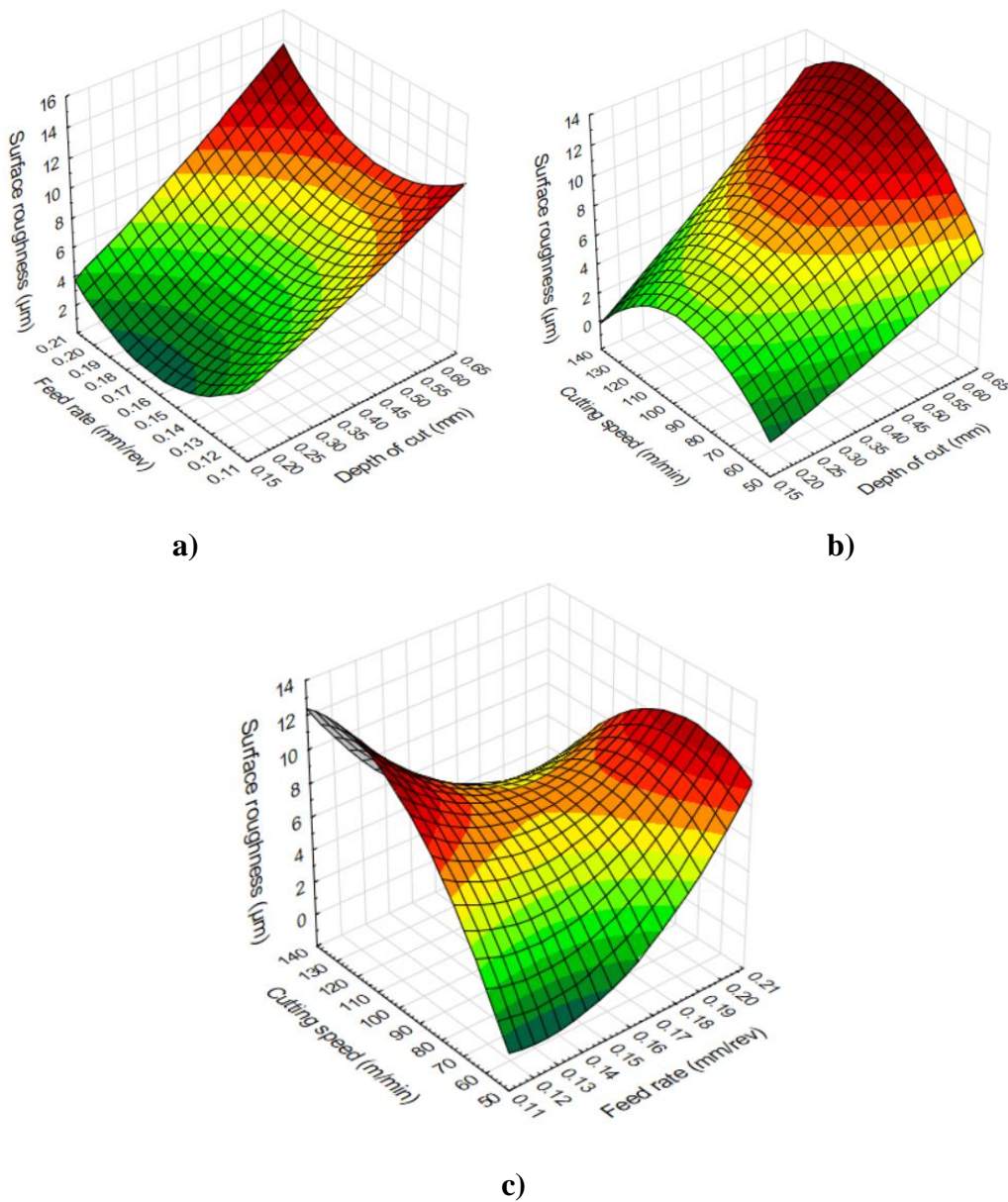


Figure 2. 3d evaluation of surface roughness by combining turning parameters.

Optimization of Machining Parameters

Optimization is used in daily life everywhere to determine the best operational conditions. Plus, it is also very important in manufacturing industries mostly due to the intend to make the process optimum in terms of time, energy, cost, and technological wellness. Therefore, optimizing the processes in these areas bring multiple benefits to the industries. In this direction, this paper handles the machining parameters in turning of GGG50 material to obtain the best conditions for surface roughness. Using minitab software, figure 3 was obtained which is main effects plot for means and gives the optimal values of parameters. According to this evaluation strategy, the value gives the minimum means is the best option for achieving the best response parameter. Therefore, minimum feed (0.2 mm/rev) nominal cutting depth (0.16 mm) and minimum cutting speed (60 m/min) should be selected for the minimum surface roughness. The reason for the feed was explained in the previous section however for the cutting speed, it is

true that with the increase of movement speed of the cutters, chip removal become easier and the lower cutting forces provide better surface quality (R Binali, 2017; Kuntoğlu et al., 2022; Yurtkuran, Korkmaz, & Günay, 2016). Such a result can be useful in real life conditions to improve the surface quality of cast irons after machining.

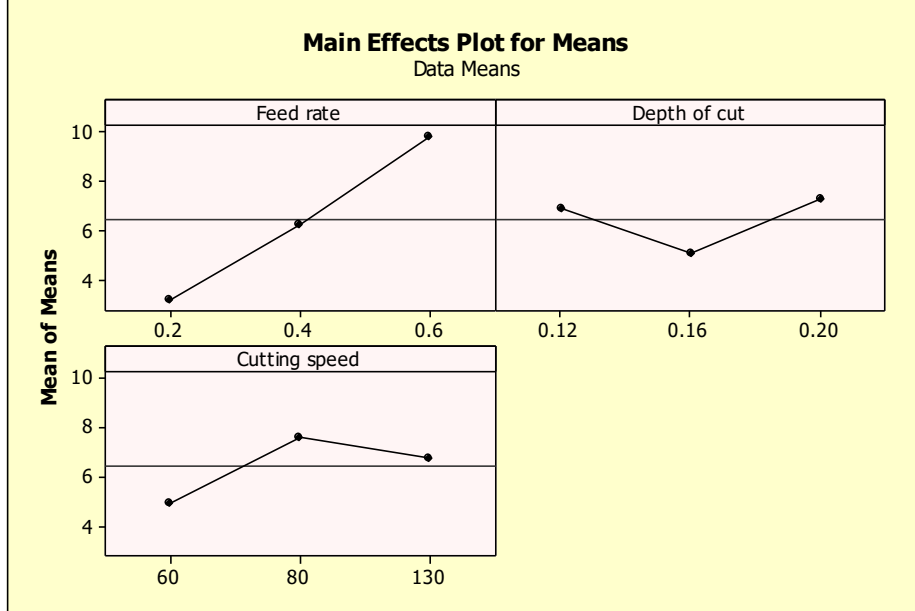


Figure 3. Optimum results for the minimum surface roughness.

Conclusions

This study aims to investigate the optimal machining conditions during turning of the GGG50 cast iron to achieve the minimum surface roughness value. As a result of the study, those working with this material in the machining industry will have learned about the processing parameters. The following deductions can be done from this paper:

- Minimum feed (0.2 mm/rev) nominal cutting depth (0.16 mm) and minimum cutting speed (60 m/min) should be selected for the minimum surface roughness.
- Higher levels of feed increase the surface roughness with no exception according to the different values of cutting speed and depth.
- Feed is the most influential factor on the surface roughness with the contribution rate about 70.8 %. Cutting speed comes the second place with the contribution rate about 11.8 % and cutting depth is the last parameter has influence with 8.9 %.

REFERENCES

- Akkuş, H., Harun, Y., & Levent, U. (2017). Tornalama işleminde yüzey pürüzlülüğü değerlerinin istatistiksel incelenmesi. *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 23(4), 390-394.
- Asiltürk, I., & Neşeli, S. (2012). Multi response optimisation of CNC turning parameters via Taguchi method-based response surface analysis. *Measurement*, 45(4), 785-794.

- Binali, R. (2017). Sıcak iş takım çeliğinin (TOOLOX 44) işlenebilirliğinin incelenmesi. *Karabük Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*.
- Binali, R. (2022). *Optimization of Parameters Affecting Cutting Temperatures During Turning of GGG50 Cast Iron*. Paper presented at the 2nd International Conference on Engineering and Applied Natural Sciences.
- Binali, R., Coşkun, M., & Neşeli, S. (2022). An Investigation of Power Consumption in Milling AISI P20 Plastic Mold Steel By Finite Elements Method. *Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi*(34), 513-518.
- Binali, R., Yıldız, S., & Neşeli, S. (2021). S960QL Yapı Çeliğinin İşlenebilirliğinin Sonlu Elemanlar Yöntemi ile İncelenmesi. *Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi*(31), 85-91.
- Coşkun, M., Çiftçi, İ., & Demir, H. (2021). AISI P20S Kalıp Çeliğinin İşlenebilirliğinin İncelenmesi. *İmalat Teknolojileri ve Uygulamaları*, 2(2), 1-9.
- Del Val, A. G., Alonso, U., Veiga, F., & Arizmendi, M. (2023). Wear mechanisms of TiN coated tools during high-speed tapping of GGG50 nodular cast iron. *Wear*, 514, 204558.
- Günay, M., Yaşar, N., Sekmen, M., & Korkmaz, M. E. (2016). AISI P20 çeliğinin işlenmesinde kesme kuvvetinin deneysel ve nümerik analizi. *Gazi University Journal of Science Part C: Design and Technology*, 4(1), 13-19.
- Harun, Y., Akkuş, H., & Levent, U. (2016). AISI 1040 Çeliğinin Tornalamasında Kesme Parametrelerinin Yüzey Pürüzlülüğüne Etkisinin Taguchi Metodu İle Optimizasyonu. *Celal Bayar University Journal of Science*, 12(2).
- Kaçal, A., Gülesin, M., & Melek, F. (2008). GGG 40 Küresel grafitli dökme demirlerin ince tornalama operasyonlarında kesme kuvvetlerinin ve yüzey pürüzlülüğünün değerlendirilmesi. *Politeknik Dergisi*, 11(3), 229-234.
- Kayalı, Y., & Yalçın, Y. (2006). Bortemperlenmiş küresel grafitli dökme demirin mekanik özelliklerinin araştırılması.
- Kuntoğlu, M., Aslan, A., Pimenov, D. Y., Giasin, K., Mikolajczyk, T., & Sharma, S. (2020). Modeling of cutting parameters and tool geometry for multi-criteria optimization of surface roughness and vibration via response surface methodology in turning of AISI 5140 steel. *Materials*, 13(19), 4242.
- Kuntoğlu, M., Gupta, M. K., Aslan, A., Salur, E., & Garcia-Collado, A. (2022). Influence of tool hardness on tool wear, surface roughness and acoustic emissions during turning of AISI 1050. *Surface Topography: Metrology and Properties*, 10(1), 015016.
- Kuntoğlu, M., & Sağlam, H. (2021). Investigation of signal behaviors for sensor fusion with tool condition monitoring system in turning. *Measurement*, 173, 108582.
- matmatch.com. (2022). Retrieved from <https://matmatch.com/materials/minfm32356-din-1693-1-grade-ggg-50-cast-condition>
- Neşeli, S., Yıldız, S., & Türkeş, E. (2011). Optimization of tool geometry parameters for turning operations based on the response surface methodology. *Measurement*, 44(3), 580-587.
- Rüstem, B., Halil, D., Süleyman, N., & Süleyman, Y. (2020). *An Investigation of Factors Affecting Machinability of Milling Toolox 44 Hot Work Tool Steel by Taguchi Method*. Paper presented at the International Conference on Engineering Technologies (ICENTE'20).

- Salur, E., Aslan, A., Kuntoglu, M., Gunes, A., & Sahin, O. S. (2019). Experimental study and analysis of machinability characteristics of metal matrix composites during drilling. *Composites Part B: Engineering*, 166, 401-413.
- Şahinoğlu, A., Güllü, A., & Dönertaş, M. A. (2017). GGG50 malzemenin torna tezgâhında işlenmesinde kesme parametrelerinin titreşim, ses şiddeti ve yüzey pürüzlülüğü üzerinde etkisinin araştırılması. *Sinop Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 2(1), 67-79.
- Şap, E., Usca, Ü. A., & Uzun, M. (2022). Machining and optimization of reinforced copper composites using different cooling-lubrication conditions. *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering*, 44(9), 1-19.
- Şeker, U., & Hasirci, H. (2006). Evaluation of machinability of austempered ductile irons in terms of cutting forces and surface quality. *Journal of Materials Processing Technology*, 173(3), 260-268.
- Ucun, İ., Aslantaş, K., Taşgetiren, S., & Gök, K. (2007). Östemperlenmiş küresel grafitli dökme demirin sinterlenmiş karbür kesici takım ile tornalama işleminde takım performansının incelenmesi. *Gazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 22(4), 739-744.
- Usca, Ü. A., Şap, S., Uzun, M., Kuntoğlu, M., Salur, E., Karabiber, A., . . . Wojciechowski, S. (2022). Estimation, optimization and analysis based investigation of the energy consumption in machinability of ceramic-based metal matrix composite materials. *journal of materials research and technology*, 17, 2987-2998.
- Uzun, G., & Cakıroglu, R. (2020). Yüksek ilerlemeli frezeleme işleminde işlenebilirlik parametrelerinin incelenmesi. *İmalat Teknolojileri ve Uygulamaları*, 1(1), 34-41.
- Yazman, Ş., Gemi, L., Uludağ, M., Akdemir, A., Uyaner, M., & Dişpınar, D. (2017). Correlation between machinability and chip morphology of Austempered ductile iron. *J Test Eval*, 46(3), 1012-1021.
- Yurtkuran, H., Korkmaz, M. E., & Günay, M. (2016). Modelling and optimization of the surface roughness in high speed hard turning with coated and uncoated CBN insert. *Gazi University Journal of Science*, 29(4), 987-995.

Hızlı Prototiplemeye Yönelik Termal Dayanımlı Elektromanyetik Kalkan Özellikli Filament Üretimi

Erdi BULUŞ^{1*}, Yeşim Müge ŞAHİN¹, Gülseren SAKARYA BULUŞ²

¹ İstanbul Arel Üniversitesi, ArelPOTKAM (Polimer Teknolojiler ve Kompozit Uygulama ve Araştırma Merkezi), İstanbul, Türkiye

² Bahçeşehir Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Mühendislik Yönetimi Bölümü, İstanbul, Türkiye

*e mail : buluserdi@gmail.com

DOI: 10.57244/dfbd.1222743

Geliş tarihi/Received:22/12/2022

Kabul tarihi/Accepted:31/12/2022

Özet

Elektromanyetik koruma amaçlı toz üretim teknikleri olarak gaz atomizasyon tekniği ve kimyasal çöktürme yöntemi, sol-jel yöntemi vs. örnek verilebilmektedir. Gaz atomizasyon tekniğinde metal bazlı toz üretimi gerçekleşirken, hidroksiapatit (HA) gibi doğal kaynaklardan seramik tozu üretimi kimyasal çöktürme yöntemi ile sağlanmaktadır. Bu çalışmada atık madde olan yumurta kabuğundan HA sentezlenerek hem çevre kirliliğinin önüne geçilmesine katkıda bulunmuş hem de termal dayanımı ve elektromanyetik kalkanlama özelliği yüksek malzemeler elde edilmiştir. HA ve polilaktik asit (PLA) polimerinden oluşan kompozit malzemenin istenilen özelliklere sahip olabilmesi için çift vidalı ekstruderde karıştırılarak homojen dağılımlı granül haline getirilmiştir. Ağırlıkça %8 ve %15 HA konsantrasyonlarında hazırlanan karışım kullanılarak tek vidalı ekstruder ile üç boyutlu yazıcılarda kullanılmak üzere 1.75mm çapında filament üretimi gerçekleştirilmiştir. Termal dayanımı ve elektromanyetik kalkan özelliği yüksek olan filamentler ile üç boyutlu yazıcıda prototip ürünlerin eldesi gerçekleştirilmiştir. Bu prototip ürünlere termal gravimetrik analiz (TGA) analiz ve elektromanyetik dalga iletim testleri uygulanmıştır. Test sonuçlarına göre üretilen ürünlerde HA miktarı arttıkça termal dayanımın ve elektromanyetik dalga sönmemesinin arttığı tespit edilmiştir. Üretilen ürünlerin, insan sağlığına zarar vermemesi açısından elektronik aletlerin dış yüzeylerinin kaplanmasında kullanılabilir. Ayrıca radyasyon emici özelliğinden dolayı uzay ve havacılık sektöründe makinelerin birbirinden etkilenmemesi özelliği dikkate alınarak arızaların önüne geçilebilecektir.

Anahtar kelimeler: Polilaktik asit, hidroksiapatit, filament, elektromanyetik kalkan

Production of Thermally Resistant Electromagnetic Shielding Filament for Rapid Prototyping

Abstract

Gas atomization technique and chemical precipitation method, sol-gel method etc. as powder production techniques for electromagnetic shielding. example can be given. While metal-based powder is produced in gas atomization technique, ceramic powder production from natural sources such as hydroxyapatite (HA) is provided by chemical precipitation method. In this study, HA was synthesized from egg shell, which is a waste material, thus contributing to the prevention of environmental pollution and materials with high thermal resistance and electromagnetic shielding properties were obtained. In order for the composite material

consisting of HA and polylactic acid (PLA) polymer to have the desired properties, it was mixed in a twin screw extruder and turned into granules with homogeneous distribution. Using the mixture prepared at 8% and 15% HA concentrations by weight, 1.75mm diameter filament was produced with a single screw extruder to be used in three-dimensional printers. Prototype products were produced in a three-dimensional printer with filaments with high thermal resistance and electromagnetic shielding properties. Thermal gravimetric analysis (TGA) analysis and electromagnetic wave transmission tests were applied to these prototype products. According to the test results, it was determined that the thermal resistance and electromagnetic wave damping increased as the amount of HA increased in the products produced. It can be used for coating the outer surfaces of electronic devices in order not to harm human health. In addition, due to its radiation absorbing feature, malfunctions can be prevented in the space and aviation sector by taking into account the feature of not affecting the machines from each other.

Keywords: Polylactic acid, hydroxyapatite, filament, electromagnetic shield

GİRİŞ

Çevre kirliliği canlıların hayatlarını ve çevreyi olumsuz etkileyen, günümüzde etkisini ciddi manada gösteren önemli bir problemdir ve birçok soruna neden olmuştur. İklim değişiklikleri, su kaynaklarının ve besin kaynaklarının tükenmesi, biyolojik çeşitliliğin azalması bu etmenlerden sadece birkaçıdır. Çevre kirliliğinin önüne geçmek için atılabilecek en önemli adımlardan biri, atıkları geri dönüştürüp tekrar kullanılabilir hale getirmektir. Geri dönüşüm işlemi uzun sürede verim sağlayan ekonomik bir yatırımdır. Hammaddede olan azalma ve doğal kaynakların hızlı bir şekilde tükenmesi ile ekonomik sorunlar ortaya çıkabilmektedir (Yılmaz 2014). Günümüzde bilim insanları, çalışmalarında atık miktarının her geçen gün arttığını ve çevreye gittikçe zarar verdiğini ortaya koymuşlardır. Bu sebeple geri kazanılabilir atıkların, hammaddelerin yerine kullanımına dikkat çekmiş ve araştırmalar yapılmaya başlanmıştır (Buluş vd. 2018). Özellikle farklı atıkların değerlendirilmesi ile hammadde ve ekonomik kazanç sağlanabilmektedir (Altun vd. 2017). Bu atık malzemelerden sıklıkla kullanılan kalsiyum karbonat (CaCO_3) malzemesidir.

Ülke genelinde 16 milyar yumurta üretilmektedir. Ortalama yumurta kabuğunun ağırlığı 6 gr ve buna bağlı olarak tonlarca çevreyi kirletici yumurta kabuğu atığı oluşmaktadır. Oluşan bu yumurta kabuğu atıkları zamanla çevreyi kirletici ve tehlikeli bir madde haline gelmektedir. Aynı zamanda doğada yok olma süreleri oldukça zaman almakta ve yaşam alanlarımız için tehdit haline gelebilmektedir. Yumurta zarının içerisinde bulunan yüksek miktardaki protein çürüyerek zehirli hale gelmekte ve etrafa kötü kokular yaymaktadır. İnsan sağlığını tehdit eden bu atıkları bertaraf etmek oldukça zor ve maliyetli olduğundan değerlendirilmesi gereken bir kaynak malzemesi haline gelmiştir (Dönmez ve Türker 2017). Bu amaçla çalışmada atık yumurta kabuklarını değerlendirerek kompozit malzeme üretilen elektromanyetik kalkan özelliği gösteren filament elde edilmiştir.

Kompozit malzemeler iki veya daha fazla sayıdaki aynı veya birbirinden farklı gruptaki malzemelerin mikroskobik ya da makroskobik olarak birleşmesiyle oluşan ve birbirini tamamlayan bir malzeme türüdür. Kompozit malzeme olarak PLA ve HA karışımı filament elde edilmiştir. Kompozit malzemenin birçok avantajı vardır. Hafiflik, yüksek spesifik sertlik, yüksek spesifik dayanım, karmaşık (net) şekillerde üretebilme kolaylığı, parçalı üretim ile sistem maliyetinin düşürülmesi, kolay bağlanabilirlik, iyi

kırılma direnci, düşük termal genişleme, düşük elektrik iletkenliği avantajlarından birkaçıdır.

Yeryüzündeki tüm canlılar ve cansızlar havada, suda, toprakta, hatta kendi vücutları içerisindeki doğal radyasyon kaynaklarının ve bunlara ek olarak insanlar tarafından üretilen yapay radyasyon kaynaklarının her gün ışınımına maruz kalmaktadırlar (Çelen ve Ulcay 2018). Elektromanyetik dalgalar hayatımızın her alanında bulunmakta ve vücudumuzu etkilemeye devam etmektedir. Bu etkilerden vücudumuzun korunabilmesi amacı ile çeşitli ürünler kullanılmaktadır. 1960 yılında kurulmuş olan Uluslararası Radyasyondan Korunma Komisyonu (ICRP) tarafından geliştirilmiş olan Anti-Radyasyon Standardına bağlı olarak çeşitli iletken tel ve tekstil yüzeyi; metal lif, kimyasal lif; kaplanmış kumaş, çelik lif, bitkisel lif ve diğer güncel polimer teknolojilerinin kullanımı ile geliştirilmektedir. Bunlarla birlikte sol-jel, toz metalürjisi, kimyasal çöktürme teknikleri gibi çok farklı üretim teknikleri ile elektromanyetik koruma sağlayabilecek toz üretimi gerçekleştirilmektedir (Kaya ve Çiftci 2017).

Toz metalürjisi yöntemi ile üretilen tozlar, yüksek sıcaklıkta yüzey aşınma direnci, yüzey sürtünmesi ve yüzey gerilmelerinin artırılması gibi özellikler sağlayabilmektedir. Toz elde etme yöntemi olarak dört metot bulunmaktadır (Şafak vd. 2013). Mekanik, kimyasal, elektroliz ve atomizasyon yöntemleridir. Sayılan teknikler içerisinde ince ve küresel formda tozlar elde etmek üzere en sık gaz atomizasyon yöntemi kullanılır. Küresel tozun sebebi, presleme ve sinterleme aşamalarında tozlarında temas aşamasında homojen ve çok yönlü olması istenmektedir. Bu durumun sebebi elde edilecek kompozit yapının özelliklerinin her yerde eşit özellik sağlaması amaçlıdır. Gaz atomizasyon tekniği ile de elde edilen ürünler elektromanyetik koruma özelliği göstermiştir (Boyer vd. 1996).

Üretim sisteminde metal tozu ve alaşımları elde edilirken yüksek maliyetler ön plana çıkmaktadır. Bu sebepten doğal malzemeler özellikle atık malzemeler baz alınarak elektromanyetik kalkanlama sağlayabilecek ürünler tercih edilmektedir. Daha uygun maliyetli ve daha çevre dostu ürünlerin olması istenen bir durumdur.

Kalkanlama ya da ekranlama; kart, devre ya da cihaz düzeyinde iki ortamı birbirinden elektromanyetik alanda izole etmek olarak tanımlanabilir. İstenmeyen elektromanyetik dalgaların olumsuz etkilerinin azaltılması amacı ile yapılan elektromanyetik ekranlama işlemleri elektronik cihazların uygun ortam şartlarında çalışabilmeleri için son derece önemlidir. Ekranlama bir cihazdan içeri (veya dışarı) doğru giren (çıkan) kaçak alanların azaltılması amacıyla kullanılmaktadır. Ekranlama performansı, kullanılan malzemelerin özelliklerine, çalışma frekansına ve gücü yayan kaynaklara bağlıdır.

Yapılan çalışmada kompozit malzeme olarak, 3 boyutlu yazıcıda kullanılmak üzere HA katkılı PLA filament üretilmiştir. PLA filament, 3 boyutlu yazıcı malzemesidir. Nispeten ucuzdur ve 3 boyutlu baskı almak için yüzlerce canlı rengi ve karışımı vardır.

Atık madde olan yumurta kabuğundan kimyasal çöktürme tekniği ile elde edilen HA katkılı polimerik filamentin elektromanyetik kalkan ve ısı absorblama özellikleri üzerine çalışma gerçekleştirilmiştir. Böylece atık yumurta kabuğunu geri dönüştürerek hem çevresel bir atık malzeme geri dönüştürülerek çevreyi korumaya yönelik katkı sunmuş hem de filament haline getirilmiştir. 3 boyutlu yazıcı sektörünün yanı sıra kampaunding üretim sistemlerinde rahatlıkla kullanılma imkanı ile seri üretime uygun enjeksiyon sistemlerinde de uygulanabilir olabileceğinden farklı parça üretimlerine imkan sunabilecektir.

MATERYAL VE YÖNTEM

Kullanılan malzemeler ve ekipmanlar

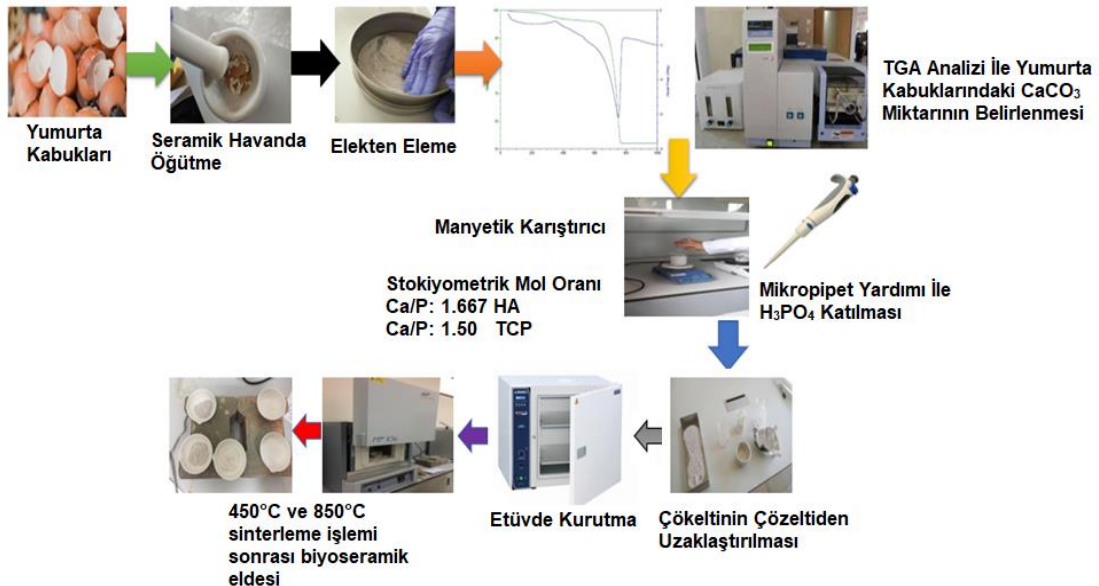
Gema Polimer A.Ş. Firmasından tedarik edilen LUMINY LX175 kodlu granül halde polilaktik asit (PLA), yumurta kabuğundan sentezlenen toz halde hidroksiapatit (HA), 25 mm vida çapına sahip, 40 L/D oranına sahip, gravimetrik ve yan beslemeli çift vidalı ekstruder, bilyalı öğütücü, mikronize elek, 16mm vida çapına sahip tek vidalı ekstruder ve 0.4mm nozul çapına sahip ekstrudere sahip 3 boyutlu yazıcı kullanılmıştır.

Yumurta kabuklarından hidroksiapatit (HA) eldesi

Yumurta kabukları çevremizden temin edildi, temizlendi ve kurutulmuştur. HA nano boyutta üretimi için kolay ve ekonomik bir yöntem olan kimyasal çöktürme metodu kullanılmıştır. Öncelikle kalsiyum (Ca) yapılı materyal olarak yumurta kabukları temin edilmiştir. Yumurta kabuklarının iç zarı ayrıştırılarak, saf su yardımıyla ultrasonik banyoda temizlenmiş ve oda sıcaklığında kurutulmuştur. Kurutma işleminin ardından yumurta kabukları seramik havanda öğütülmüş ve 63 µm'lik elekten elenmiştir. Tozların içeriğindeki CaCO_3 miktarını tespit etmek amacıyla Termogravimetrik analiz (TGA) uygulanmıştır. CaCO_3 miktarına göre her bir toz için gerekli fosforik asit (H_3PO_4) miktarı hacimce hesaplanmıştır ve stokiyometrik molar oran HA için $\text{Ca/P} = 1.667$ olarak tespit edilmiştir. Yumurta kabuğu tozları ortofosforik asit (H_3PO_4)/saf su çözeltisi içerisinde ile 8 saat boyunca 80 °C'de karıştırılmıştır.

Elde edilen çökeltinin çözücüsü uzaklaştırılarak, kalan çökelti 450 °C, 850 °C gibi farklı sıcaklıklarda sinterleme işlemine tabi tutulmuştur. Sinterleme işlemi sonucunda HA elde edilmiştir.

Doğal kaynaklardan izole edilmiş HA toz üretimi akış şeması Şekil 1'de gösterilmektedir.



Şekil 1. Doğal kaynaklardan izole edilmiş HA toz üretim akış şeması

Ekstrüzyon yöntemiyle PLA-HA kampaundlarının hazırlanması

PLA ve HA yüksek karıştırma yeteneğine sahip ekstruder ile homojen bir şekilde ağırlıkça %8 ve %15 HA içerecek şekilde karıştırılmıştır. Şekil 2'de ekstruder

sıcaklık değerleri, ana motor hızı ve dozajlama hızları gösterilmektedir. Ekstrüzyon makinesinde proses işlemlerinin gerçekleştirilmesi Şekil 3’de yer almaktadır.



Şekil 2. Ekstrüzyon proses değerleri.



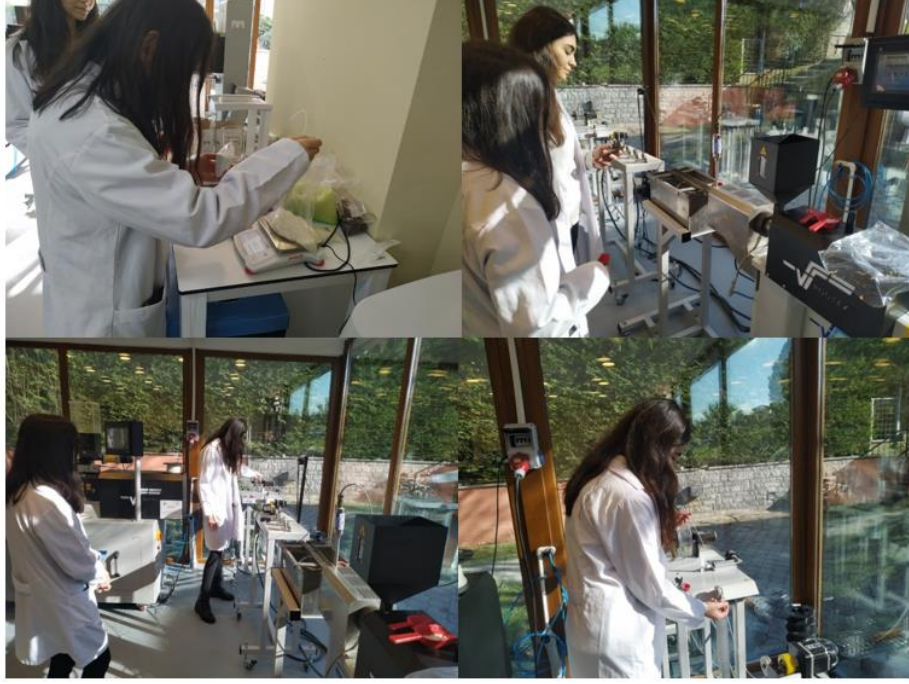
Şekil 3. Ekstrüzyon makinesinde proses işlemlerinin yapılması

Üç boyutlu yazıcıda kullanılmak üzere filamentlerin hazırlanması

Hazırlanan %8 ve %15 PLA/HA karışımları ile tek vidalı ekstruderde özel ölçeklendirme sistemi yardımıyla 1.75mm çapında filamentler üretilmiştir. Filament üretimi için ayarlanan sıcaklık değerleri aşağıda verilmiştir. Filament üretimi işlem parametreleri Tablo 2.1’de gösterilmektedir. Tek vidalı ekstrüzyon makinesinde filament üretimi Şekil 4’de yer almaktadır.

Tablo 2.1: Filament üretimi işlem parametreleri

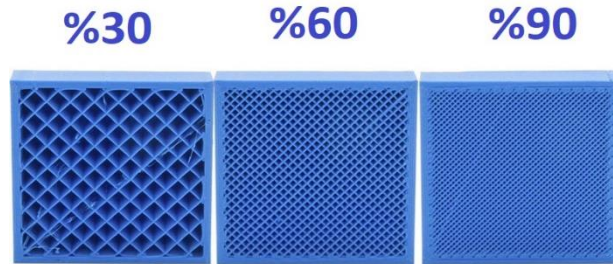
Isılar (°C)	Kafa Sıcaklığı	Isı 3	Isı 2	Isı 1
	190	195	185	175
Ektrüzyon Hızı hızı (rpm)	25			



Şekil 4. Tek vidalı ekstrüzyon makinesinde filament üretimi

Elektromanyetik dalga kılavuzu için üç boyutlu yazıcıda prototip malzeme üretimi

Üretilen filamentler elektromanyetik dalga ölçümleri için üç boyutlu yazıcı ile 9.68mm x 20.89mm x 7.25 mm ölçülerinde dikdörtgen prizma şeklinde %30, %60 ve %90 doluluk oranlarında, 210 °C sıcaklık ve 0.2mm katman kalınlığında üretim gerçekleştirilmiştir. Şekil 5’de doluluk oranlarının gösterimi mevcuttur. Kılavuz içine oturacak şekilde üretilen parça Şekil 6’da gösterilmektedir.



Şekil 5. Parça doluluk oranları



Şekil 6. Kılavuz içine oturacak şekilde üretilen parça

Karakterizasyon çalışmaları

Sentezlenen biyoseramiklerinin amorf-kristal yapıları, X-Pert Pro Philips PANalytical marka X-Ray difraksiyon cihazı kullanılarak, ortam şartları 25°C olarak belirlenen $\text{CuK}\alpha$ anot tüpünden 2 mA ve 30 kV değerlerinde X-ışınlarının üretilmesiyle ve dağılım açısı oranı (2θ) 10°C ve 90 °C arasında 2θ adımlarla 0.02 °s ilerleyerek işlem yapıldı.

Fazların identifikasyonu, XRD sonuçlarının toz dağılım standartları olan “Joint Committee on Powder Diffraction Standarts (JCPDS)” ile karşılaştırılarak yapıldı. XRD analizi ile elde edilmiş her bir örneğin Orijin 8 yazılım programı ile kristal yapıları belirlenmiş tozların XRD grafikleri çizilmiştir. Sentezlenen biyoseramik, farklı maddeler ve farklı madde takviyeli biyokompozitlerin FTIR analizleri Jasco 6600 model analiz cihazında 400 ile 4400 cm^{-1} dalga boyu aralıklarında yapılarak gerçekleştirildi. 400-4400 cm^{-1} dalga boyu aralığında belirlenen yüzde transmittans (%T) değerlerine bağlı olmakta ve numunelerin yapılarında bulunan bağlar tespit edildi. Tutuculara yerleştirilen biyoseramik ve biyokompozit numuneleri FEI QUNTA FEG 450 SEM mikroskop ile incelendikten sonra fotoğrafları çekildi. Sentezlenen biyoseramik ve üretilen biyokompozit nanoliflerin çap ve boyutlarının incelenmesi sırasında FEGSEM analizleri için X12000 ve X24000 kat oranlarında büyütülmüş görüntüler 7 kV potansiyelde incelendi. Sentezlenen biyoseramik ve üretilen biyokompozit yapıların yüzey morfolojileri FEI QUNTA FEG 450 SEM marka cihazında yapılan ölçümlerde tespit edildi. Zetasizer ölçümlerinde gerçekleştirilmiştir. Hitachi marka Termogravimetrik analiz cihazı ile azot gazı altında analiz işlemi yapılarak, kütlece içerik miktarı belirlendi. GAUSS/TESLA METRE marka 5180 cihaz modeline sahip elektromanyetik dalga iletim ölçümleri Yıldız Teknik Üniversitesinde yapıldı.

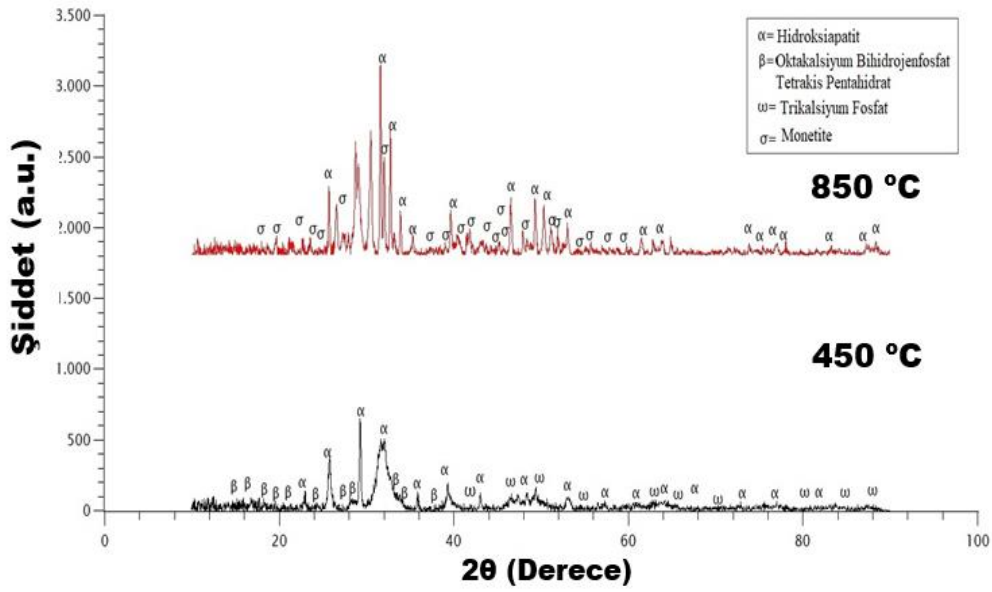
BULGULAR

Yapısal analiz XRD analiz sonuçları

Yumurta kabuklarından sentezlenen biyoseramiklerin XRD analizi ile faz identifikasyonları yapıldı (Hui vd. 2010). Farklı kristal yapı, formüller ve bileşimlerde, 4 adet CaP bileşikleri bulundu. Sentezlenen biyoseramiklerin XRD analiz sonuçları Tablo 1’de yer almaktadır.

Tablo 1. Sentezlenen biyoseramiklerin xrd analiz sonuçları

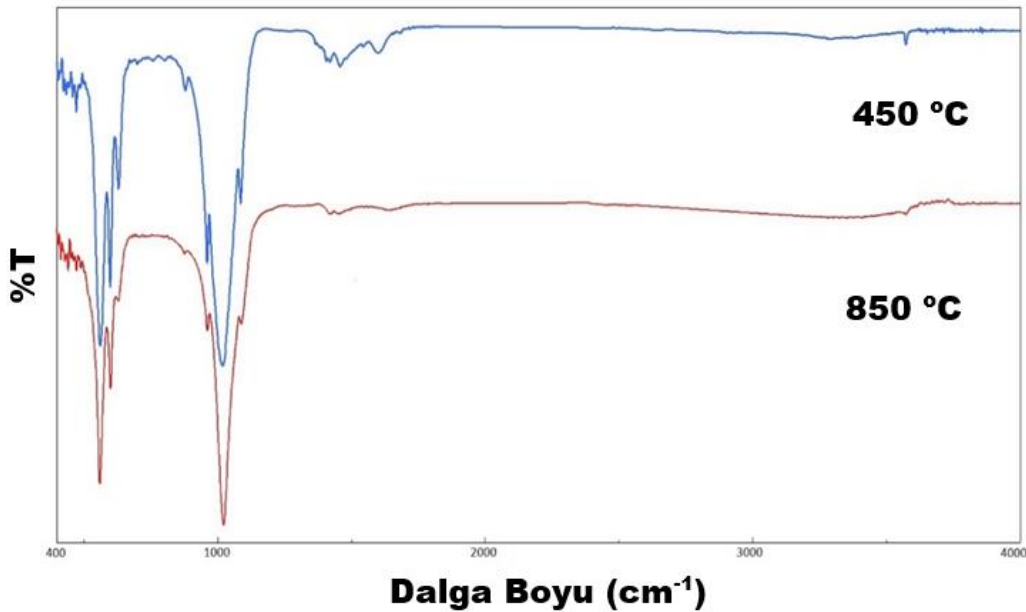
XRD Kristal yapıları	Yumurta kabuklarından sentezlenen		
	80°C	450°C	850°C
$\text{HCa}_5\text{O}_{13}\text{P}_3$	25,7	70,7	62,5
$\text{Ca}_3\text{O}_8\text{P}_2$	-	0,2	-
$\text{H}_{12}\text{Ca}_8\text{O}_{29}\text{P}_6$	72,8	29,1	-
HCaO_4P	1,4	-	37,5



Şekil 7. Yumurta kabuklarından sentezlenen biyoseramiklerin sinterleme öncesi ve sonrası kristal yapısı.

Yapısal analiz FTIR analiz sonuçları

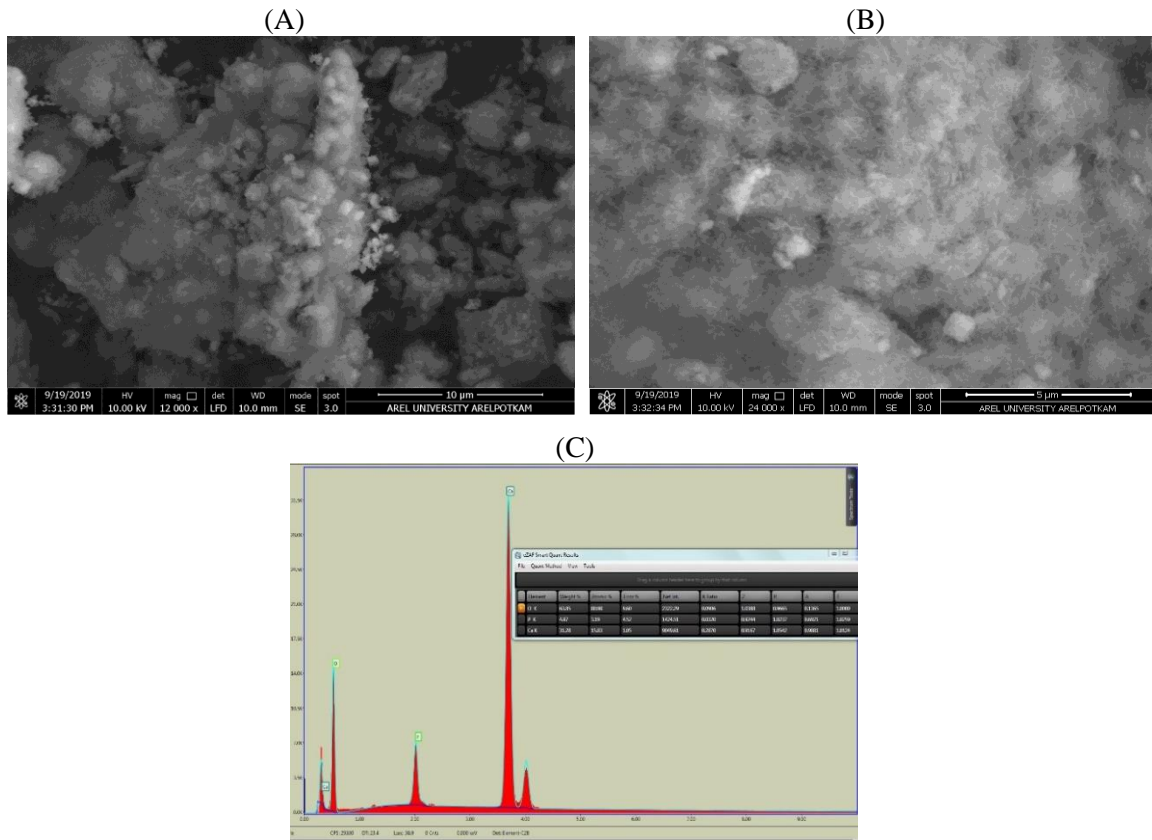
450°C ve 850°C’de sinterlenmiş yumurta kabuklarından elde edilen HA FTIR spektrumları Şekil 8’de yer almaktadır. HA yapısının PO_4^{3-} titreşimlerine karşılık gelen karakteristik piki 1027,78 cm^{-1} frekansında açıkça görülmektedir. Bunun yanı sıra PO_4^{3-} dalga boyundan kaynaklanan daha az belirgin karakteristik pikleri 1087,31 cm^{-1} ve 962,22 cm^{-1} dalgasayılarında ortaya çıkmıştır. Buna ek olarak, sinterlenmiş HA yapısında 1405,81 cm^{-1} , 1458 cm^{-1} ve 875,81 cm^{-1} dalga boylarındaki CO_3^{2-} titreşim bantları gözlemlenmiştir (Kamalanathan vd. 2014).



Şekil 8. 450°C ve 850°C derecelerde sinterlenmiş HA FTIR spektrumları

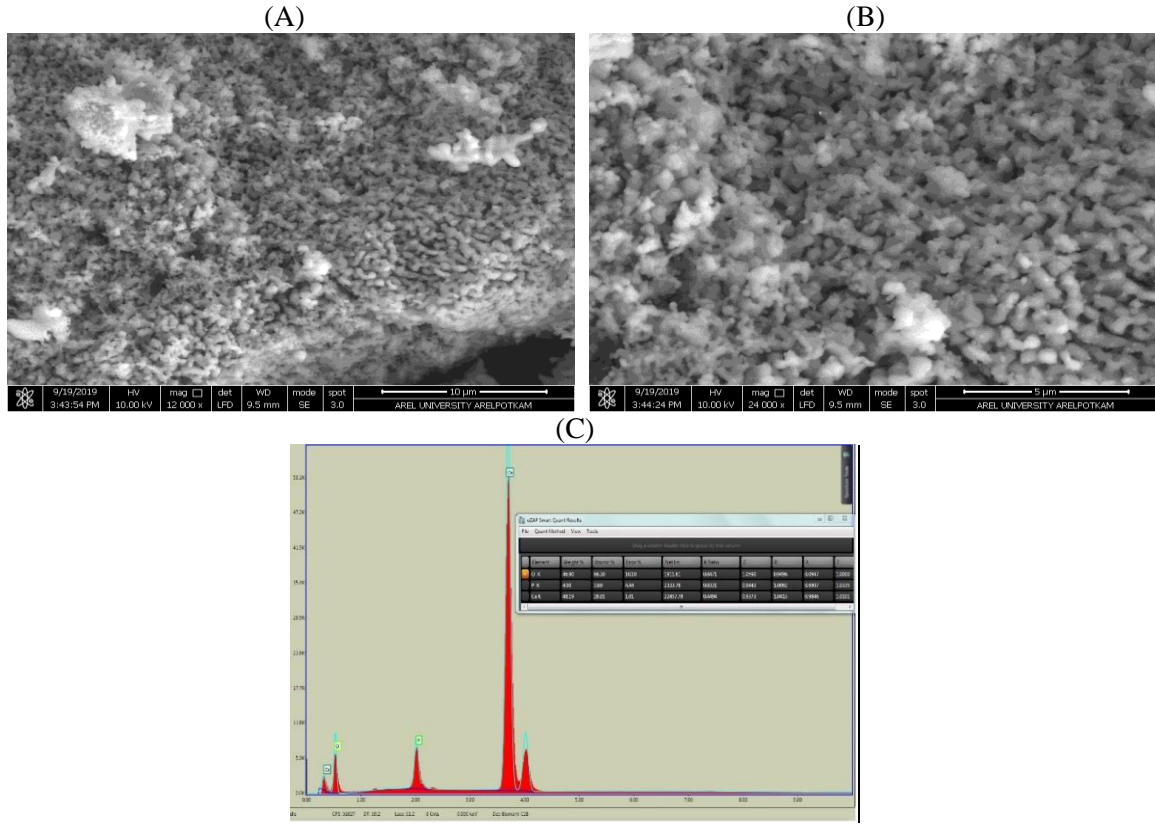
Morfolojik analiz FEGSEM analiz sonuçları

Yumurta kabuklarından sentezlenen biyoseramiklerin 450°C ve 850°C sıcaklıklarında sinterlenmiş X12000, X24000 büyütmedeki FEGSEM görüntüleri Şekil 9 ve Şekil 10'da gösterilmektedir. 450°C'de sinterlenmiş biyoseramik yapısının kristal yapıların morfolojisini belirleyebilmek için FEGSEM analizi ile X12000, X24000 büyütmelerde görüntüler alınmıştır. X12000 ve X24000 büyütmeler incelendiğinde farklı allotropik yapılara ve boyutlara sahip kristal yapılar belirlenmiştir. İğnemsî (whisker), kübik, küresel kristal yapılar tespit edilmiştir (Hall 2009). Sinterleme öncesi biyoseramik yapısına göre sinterleme ile birlikte partikül boyutundaki küçülmelerin gözlemlendiği, yapılan zetasizer analizi sonuçları ile uyumludur. Ayrıca EDS sonuçları incelendiğinde 450°C'de sinterlenmiş biyoseramik tozlarında HA yapısı varlığı desteklenmiştir.



Şekil 9. 450°C sinterlenmiş biyoseramik yapısının; (A) X12000, (B) X24000 FEGSEM görüntüleri, (C) EDS spektrumu.

850°C'de sinterlenmiş biyoseramik yapısının X12000, X24000 büyütmelerdeki FEGSEM görüntüleri alınmıştır. X12000 ve X24000 büyütmelerdeki görüntülere göre sinterleme sıcaklığının artması ile iğnemsî (whisker) yapının kaybolmuştur. Buna ek olarak küresel ve kübik allotropik yapıların varlığı tespit edilmiş olup bu sonuçlar literatür ile uyumludur (Nersisyan vd. 2017). Morfolojik görüntülerdeki kristal yapıların tanecik boyutları ile zetasizer ölçümü sonuçları birbirini desteklemektedir. Ayrıca HA yapısının varlığı EDS analizi ile uyumludur.

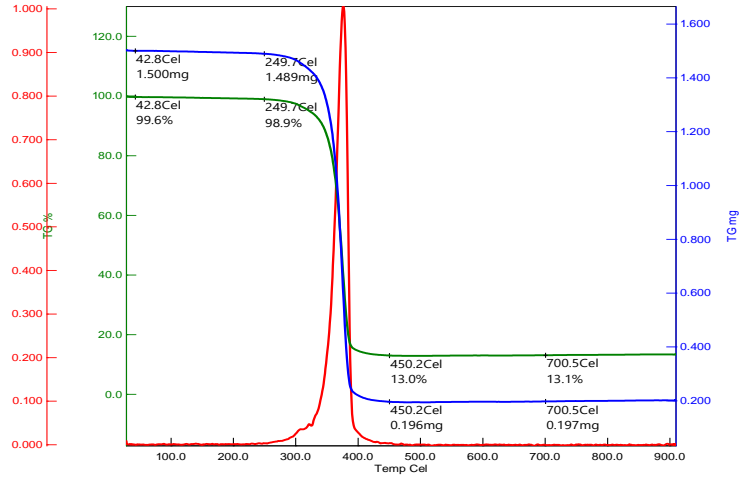


Şekil 10. 850°C sinterlenmiş biyoseramik yapısının; (A) X12000, (B) X24000 FEGSEM görüntüleri, (C) EDS spektrumu.

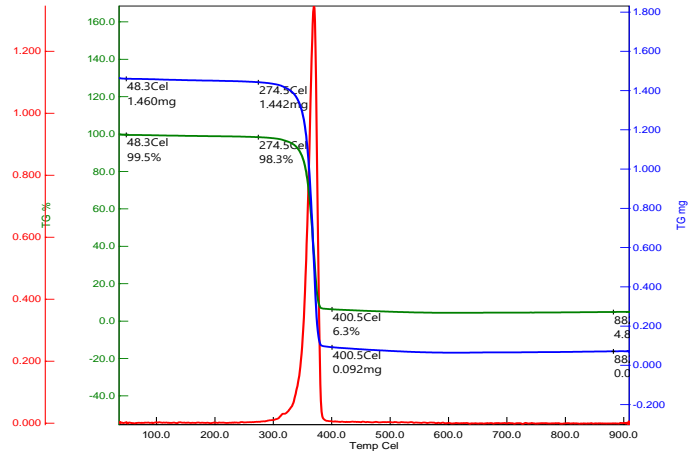
Termal analiz TGA analiz sonuçları

Üretilen malzemelerin termal dayanımının ölçülmesi için Termal Gravimetrik Analiz (TGA) cihazı ile malzemeler yavaş bir şekilde ısıtılarak 900 °C sıcaklığa kadar maruz bırakılmıştır. TGA sonuçlarına göre malzeme belli bir sıcaklıktan itibaren kütle kaybına uğramaktadır ve belli bir sıcaklıktan sonra tamamen kül olup, neredeyse hiç kalmamıştır.

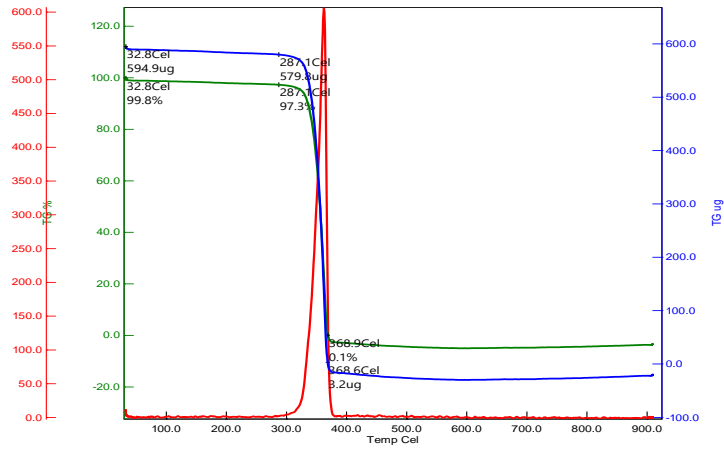
Şekil 11’de saf PLA malzemenin TGA analizi sonucu görülmektedir. Burada malzeme 249.7 °C sıcaklıkta bozunmaya başladığı görülmektedir ve 450.2 °C’de neredeyse tamamen yok olduğunu saptanmıştır. Şekil 12’de %8 HA katkılı PLA’nın TGA grafiğini yer almaktadır. Burada malzemenin 274.5 °C’de bozunmaya başladığını ve 400.5 °C’de tamamen yok olduğu tespit edilmiştir. Şekil 13’de ise %15HA katkılı PLA malzemesine uygulanan TGA testi sonucuna göre malzeme 287.1 °C’de bozunmaya başladığı ve 368.9 °C’de neredeyse yok olduğu saptanmıştır.



Şekil 11. Saf PLA'nın TGA analizi



Şekil 12. %8 HA katkıli PLA'nın TGA analizi



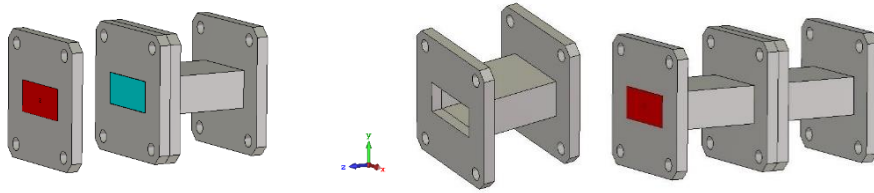
Şekil 13. %15 HA katkıli PLA'nın TGA analizi

Üç grafik incelendiğinde HA miktarı arttıkça bozunma sıcaklığının arttığı görülmektedir. Yani malzeme saf malzemeye göre termal etkilere daha dayanıklı hale gelmiştir (Doğan vd. 2018).

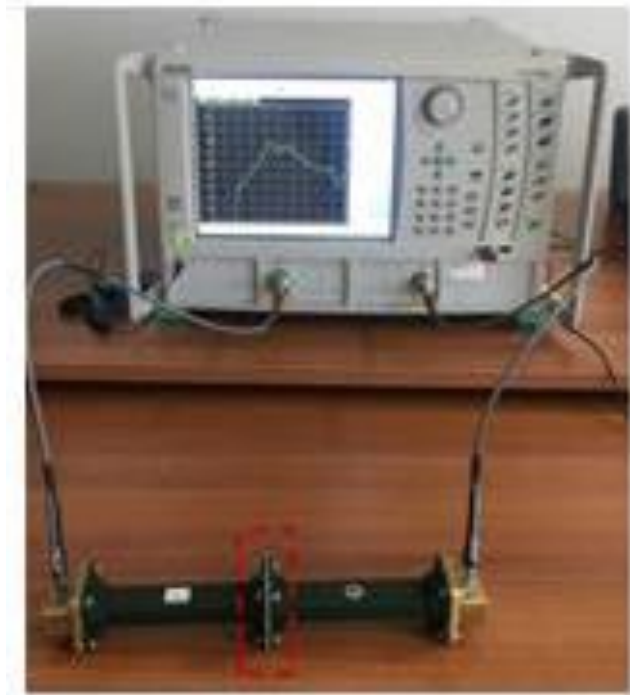
Manyetik analiz

Elektromanyetik dalga iletim ölçümleri analiz sonuçları

Şekil 14’de şematığı verilen düzenek yardımı ile üretilen numunelere ait saçılma parametrelerinin bir mikrodalga kılavuz yardımı ile ölçümü gerçekleştirilmiştir. Burada, dalga kılavuzlarının iç bölmelerine girecek şekilde üç boyutlu yazıcı ile üretilen numunelere elektromanyetik dalgalar uygulanarak iletim karakteristikleri incelenmiştir. GAUSS/TESLA METRE marka 5180 cihaz modeline ait ölçüm düzeneği görüntüsü Şekil 15’de verilmiştir.

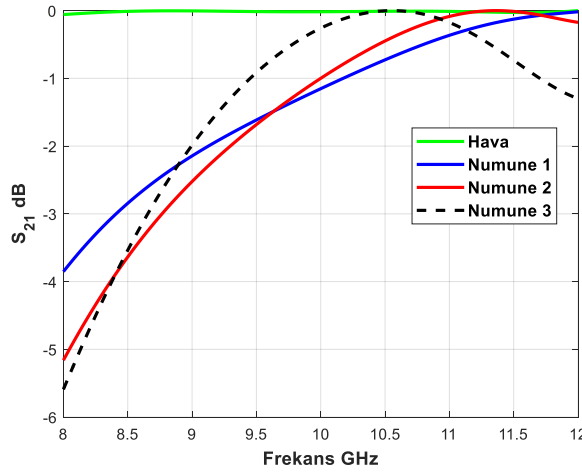


Şekil 14. Ölçüm düzeneğinin şematığı.



Şekil 15. GAUSS/TESLA METRE marka 5180 cihaz modeline ait ölçüm düzeneği görüntüsü.

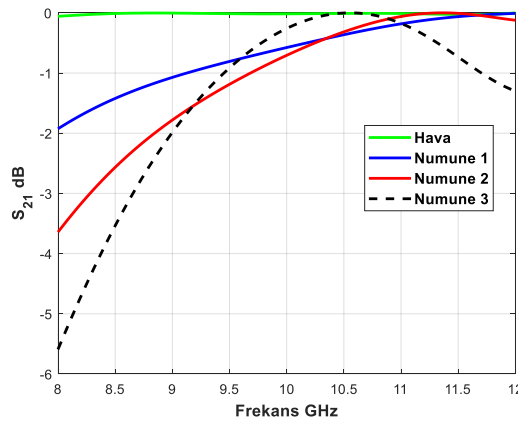
Burada saçılma parametrelerinden S_{21} (giriş portundan çıkış portuna iletilen) elektromanyetik güç değerlerinin incelenmesi ile önerilen numunelerin ne miktarda mikrodalga enerjinin emilimine ve istenen bölgeye girişini engellediği incelenmektedir.

Şekil 16. Malzeme oranına göre S_{21} karakteristiği

Numune 1 saf PLA, Numune 2 PLA+%8HA, Numune 3 PLA+%15HA numuneleri %90 doluluk oranında üretilmiştir. Şekil 16'da numuneler X bandında (8-12 GHz) bulunan elektromanyetik sinyalleri -4 ila -6 dB değeri kadar iletimine engel olabilmektedir. Her -3 dB değerinde sinyalin %50 zayıfladığı düşünülür ise -6 dB bir zayıflamada gelen elektromanyetik sinyalin sadece %25 iletileceğini söylemek mümkündür. Bu oran doluluk miktarı ve numunelerin kalınlık miktarlarının değişimi ile de artırılabilir.

Buna göre Şekil 16 yorumlanacak olursa Saf PLA yaklaşık %55 engelleme ile elektromanyetik dalgaları en az engelleyen malzeme olarak görülmektedir. Ardından %65 engelleme ile %8HA içeren PLA daha sonra %73 ile %15 HA içeren PLA saptanmıştır. Böylelikle HA miktarı arttıkça radyasyon sönümlenme oranının da arttığı tespit edilmiştir (Boisson vd. 1999).

Doluluk oranının radyasyon sönümlenmeye etkisinin araştırılması için farklı doluluk oranına sahip %15 HA içeren PLA malzemeden üretilen numunelere elektromanyetik dalga iletim ölçümleri uygulandığında Şekil 17'deki grafik elde edilmiştir.

Şekil 17. Doluluk oranına göre S_{21} karakteristiği

Numune 1 %30, Numune 2 %60, Numune 3 %90 Doluluk oranına sahiptir. Numunelerin hepsi %15 HA içeren PLA malzemeden üretilmiştir. Şekil 17. incelendiğinde %30 doluluk oranıyla üretilen numunenin yaklaşık %25 elektromanyetik dalga sönümlenmeyle en düşük kalkan malzemesi olduğu saptanmıştır. Yaklaşık %53

dalga sönümlenmesi ile %60 doluluğa sahip numune ve son olarak Şekil 17 de görüldüğü üzere %73 ile %90 doluluk oranına sahip numune en yüksek kalkan görevi gören malzeme olarak belirlenmiştir. Buna göre doluluk oranı arttıkça elektromanyetik kalkan özelliği artacağı sonucuna varılmıştır.

SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Çalışmada yumurta kabuklarından biyoseramik malzemesi kimyasal çöktürme yöntemi ile gerçekleştirilmiştir. Farklı oranlarda biyoseramik içeren kamping granül ve filament eldesi sağlanmıştır. Termal karakterizasyon ve elektromanyetik dalga iletim ölçümleri incelendiğinde HA oranı arttıkça malzemenin termal dayanımının yükseldiği ve elektromanyetik dalgaları sönümlenme özelliğinin arttığı tespit edilmiştir. Üretilen ürünler yüksek termal dayanıma ve elektromanyetik kalkan özelliği gösterdiğinden dolayı insan sağlığına zarar vermemesi açısından elektronik aletlerin dış yüzeylerini kapatmada kullanılabilir. Radyasyon emici özelliğinden dolayı uzay ve havacılık sektöründe makinelerin birbirinden etkilenmemesi önlenerek olası arızaların önüne geçilebilir.

KAYNAKÇA

- Altun, M., Karteri, İ., Güneş, M., & ALMA, M. H. (2017). Grafen Katkılı Odun-Plastik Nanokompozitlerinin Elektromanyetik Özellikleri Ve Elektromanyetik Kalkanlama Etkinliği Karşılaştırmalı Çalışması. *Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 20(1), 38-47.
- Boisson, J., Ruttens, A., Mench, M., & Vangronsveld, J. (1999). Evaluation of hydroxyapatite as a metal immobilizing soil additive for the remediation of polluted soils. Part 1. Influence of hydroxyapatite on metal exchangeability in soil, plant growth and plant metal accumulation. *Environmental pollution*, 104(2), 225-233.
- Boyer, E., Gitzhofer, F., & Boulos, M. (1996). Parametric study of suspension plasma sprayed hydroxyapatite. In *ITSC 1996* (pp. 683-691). ASM International.
- Buluş, E., Mansıroğlu, D. S., İsmik, D., Şahin, Y. M., Oktar, F. N., Gündüz, O., & Gökçe, H. (2018, April). Bioceramic Synthesis And Characterization To Be Used In Major Tissue Engineering Applications. In *2018 Electric Electronics, Computer Science, Biomedical Engineerings' Meeting (EBBT)* (Pp. 1-4). IEEE.
- Çelen, R., & Ulcay, Y. (2018). Baryum Titanatın Tekstilde Elektromanyetik Kalkanlama Uygulamalarında Kullanımı.
- Doğan, S., Kayacan, O., & Gören, A. (2018). Elektromanyetik Kalkanlama Özellikli Polimer Kompozit Yapıların Geliştirilmesi. *Tekstil Ve Mühendis*, 25(109), 44-52.
- Dönmez, E. T., & Türker, E. (2017). Tekstil Atıkları İçeren Yüzeylerin Sahip Olduğu Elektromanyetik Kalkanlama, Ses Ve Isı İzolasyonu Özellikleriyle İlgili Literatür İncelemesi. *Tekstil Ve Mühendis*, 24(106), 124-135.
- Hall, S. R. (2009). *Biotemplating: complex structures from natural materials*. World Scientific.
- Hui, P., Meena, S. L., Singh, G., Agarawal, R. D., & Prakash, S. (2010). Synthesis of hydroxyapatite bio-ceramic powder by hydrothermal method. *Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering*, 9(8), 683-692.

- Kamalanathan, P., Ramesh, S., Bang, L. T., Niakan, A., Tan, C. Y., Purbolaksono, J., ... & Teng, W. D. (2014). Synthesis and sintering of hydroxyapatite derived from eggshells as a calcium precursor. *Ceramics International*, 40(10), 16349-16359.
- Kaya, A. İ., & Çifci, A. (2017). Kaplama Yöntemi ile Ahşap Kompozit Malzemelerin Elektromanyetik Kalkanlama Özellikleri. *Mesleki Bilimler Dergisi (MBD)*, 6(2), 180-185.
- Nersisyan, H. H., Lee, J. H., Ding, J. R., Kim, K. S., Manukyan, K. V., & Mukasyan, A. S. (2017). Combustion synthesis of zero-, one-, two-and three-dimensional nanostructures: current trends and future perspectives. *Progress in Energy and Combustion Science*, 63, 79-118.
- Şafak, İ., Altay, G. Ü. L., Akkaş, M., Portakal, S. Ü., Gediklili, M., & Kanat, Ş. M. (2013). Efficiency Determination Of The Forest Sub-Districts By Using Fuzzy Data Envelopment Analysis (Case Study: İzmir Forest Regional Directorate). *Eurasian Journal Of Forest Science*, 1(1), 1-19.
- Yılmaz, R. (2014). Elektromanyetik Kalkanlama Özelliği Olan Malzemeler. *Ejovoc (Electronic Journal Of Vocational Colleges)*, 4(1), 136-150.